

Elektrostatische Aufladung von Granulaten und freifließenden Pulvern

Dr. H. LEUENBERGER und Y. ZIMMERMANN

Pharmazeutische Forschungs- und Entwicklungsabteilung der SANDOZ AG, Basel

Zusammenfassung

Eine in (8) beschriebene Versuchsanordnung erlaubt die simultane Messung des Fließverhaltens und der elektrostatischen Aufladung von Schüttgütern. Neben fließregulierenden Zusätzen wie Aerosil, Magnesiumstearat etc. wurden der Einsatz eingblasener ionisierter Luft wie auch die Materialbeschaffenheit des Trichters (Metall-, Plexiglastrichter) untersucht. In Abhängigkeit von der Fließart (Massen- und Kernfluß) wurden Korrelationen zwischen der elektrostatischen Aufladung und der Fließgeschwindigkeit bzw. der Fließuniformität gefunden.

Das unterschiedliche Verhalten von Metall- und Plexiglastrichter wurde durch die am Plexiglastrichter mögliche hohe lokale Aufladung erklärt.

Summary

The experimental arrangement described in (8) permits the simultaneous measurement of the flow and electrostatic properties of granules. The effect of lubricants, glidants, injected ionized air and hopper materials (conductor or insulator) was investigated. Dependent on the type of flow (mass- or coreflow) correlations between electrostatic charge and the flow properties were found. The difference in results found between a conducting metallic hopper and an insulating material can be explained by a concentration of charge on the insulator which hindered flow.

1. Einleitung

Die elektrostatische Aufladung wird u. a. für die schlechte Siebbarkeit wie auch für die schlechten Fließeigenschaften von Granulaten und Pulvern verantwortlich gemacht (1 - 6).

In vielen Fällen ist es jedoch nicht klar, ob die elektrostatische Aufladung die primäre Ursache ist oder ob sie einen sekundären Effekt darstellt. Im folgenden wird versucht, dieser Frage im Falle des Fließverhaltens von Pulvern

nachzugehen. Zu diesem Zweck wurde mit einer Versuchsanordnung gearbeitet, welche die simultane Messung der Fließgeschwindigkeit und der elektrostatischen Aufladung erlaubt (Abb. 1).

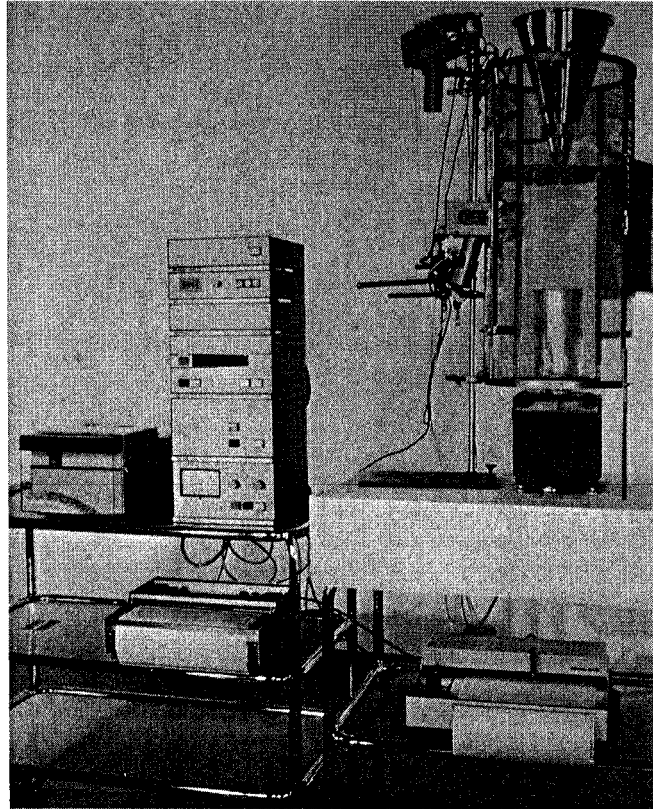


Abb. 1. Versuchsanordnung zur simultanen Messung der Fließgeschwindigkeit (7) und der elektrostatischen Aufladung (8)

Die Fließgeschwindigkeit wird mittels einer Fließwaage gemessen (7). Die durch das ausfließende Schüttgut hervorgerufene Massenzunahme auf der Waagschale wird dabei laufend registriert. Zum Schutze vor elektrostatischen Fremdfeldern wurde die Meßanordnung mit einem Faradaykäfig umgeben. Der elektrostatisch geladene aus dem Trichter fließende Schüttgutstrahl erzeugt ein zylindersymmetrisches elektrisches Feld, welches mit einem elektrostatischen Feldmeter ⁺⁾ registriert wird.

Für die Untersuchungen wurde als Modellsubstanz direktkomprimierbare sprühgetrocknete Laktose ⁺⁺⁾ mit unterschiedlichen Zusätzen an Fließ- und Schmiermitteln verwendet.

⁺⁾ Elektrostatische Feldmühle der Firma ELTEX, D-7858 Weil a. Rhein

⁺⁺⁾ DMV Charge Nr. 697750

2. Resultate

2.1. Einfluß der Fließart (Massenfluß, Kernfluß)

Es hat sich - wie schon früher berichtet wurde (8) - gezeigt, daß mit Zusatz von Magnesiumstearat die Mischung Massenfluß zeigt und in den übrigen Fällen, d. h. mit Zusatz von Stearinsäure, Talk und Aerosil, die Mischungen Kernfluß aufweisen.

Abb. 2 zeigt schematisch die beiden Fließarten. Massenfluß läßt sich neudeutsch mit "first in, first out", Kernfluß mit "first in, last out" charakterisieren. Die beiden Fließarten lassen sich auch elektrostatisch unterscheiden.

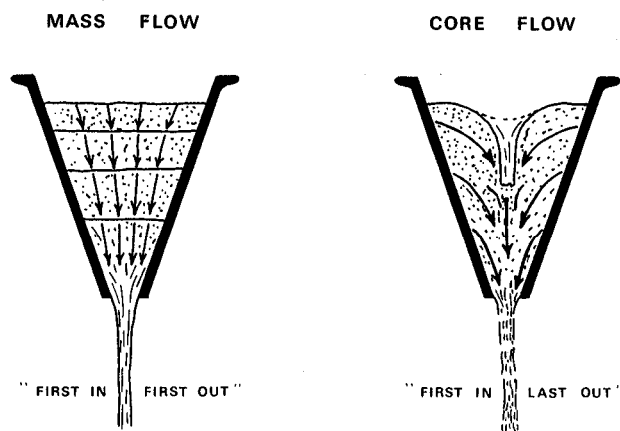


Abb. 2. Schematische Darstellung von Kern- und Massenfluß

Im Falle von Massenfluß schwankt das elektrostatische Feld nur wenig (Abb. 3). Im Falle von Kernfluß finden wir jedoch eine starke Feldfluktuation (Abb. 4).

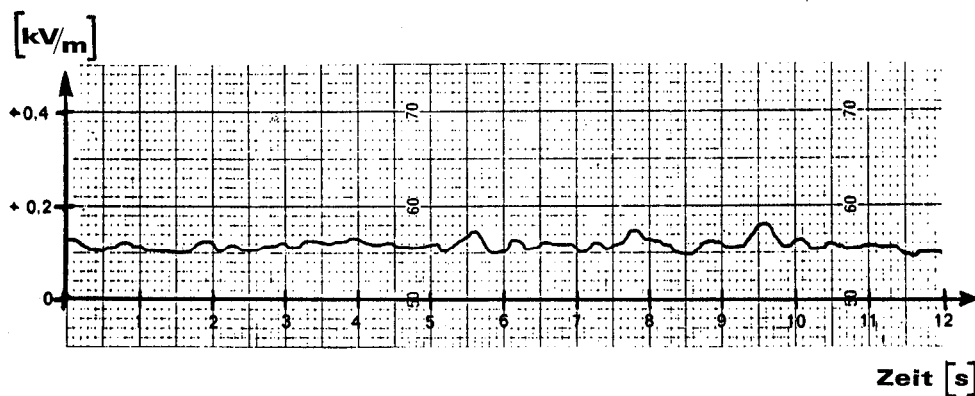


Abb. 3. Schwankung des elektrostatischen Feldes im Falle von Massenfluß (8)

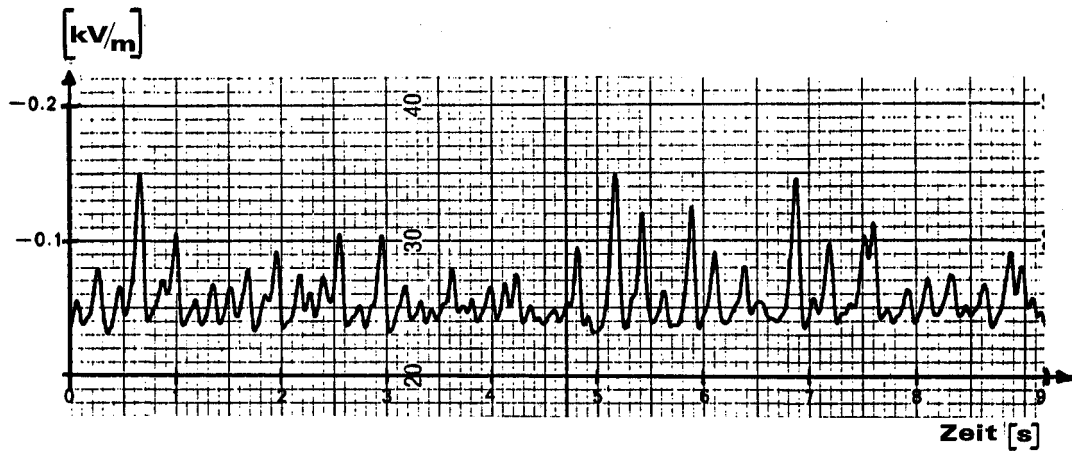


Abb. 4. Schwankung des elektrostatischen Feldes im Falle von Kernfluß (8)

Im Falle von Massenfluß wurde eine lineare Abhängigkeit zwischen der Fließgeschwindigkeit und dem elektrostatischen Feld gefunden (Abb. 5).

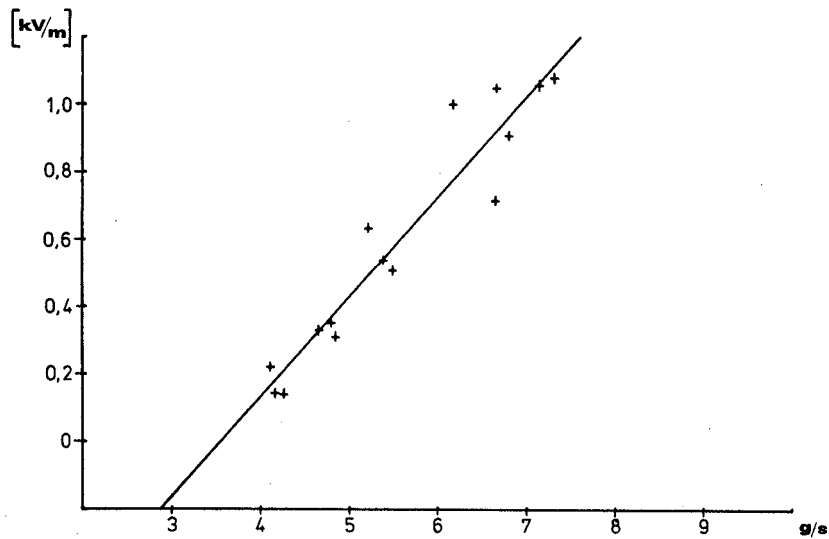


Abb. 5. Fließgeschwindigkeit und elektrostatisches Feld im Falle von Massenfluß (8)

Dieser vielleicht zuerst überraschende Effekt, daß bei höherer Fließgeschwindigkeit ein höheres elektrostatisches Feld gemessen wurde, läßt sich zwanglos erklären, wenn man eine gleichmäßige Aufladung des Schüttgutes pro Masseneinheit

annimmt. Die erhöhte Fließgeschwindigkeit bzw. der erhöhte Massendurchsatz liefert ein entsprechend höheres Feld. Die gleichmäßige Aufladung dürfte dabei auf eine gut definierte Ladungstrennung zwischen Trichterwand und Schüttgutstrahl zurückzuführen sein. Im Falle von Kernfluß ist die Situation komplizierter:

Die Ladungstrennung zwischen Schüttgutstrahl und Trichterwand ist hier nicht mehr so gut definiert und erfolgt zudem auch zwischen den Partikeln. Allerdings muß gesagt werden, daß man bei der verwendeten Trichterform praktisch nie reinen Kernfluß findet, sondern einen Hybridfluß mit bevorzugter Massen- oder Kernflußkomponente.

Es erstaunt deshalb nicht, daß bei Kernfluß zwischen der Fließgeschwindigkeit und der elektrostatischen Aufladung kein linearer Zusammenhang mehr gefunden wird (Abb. 6).

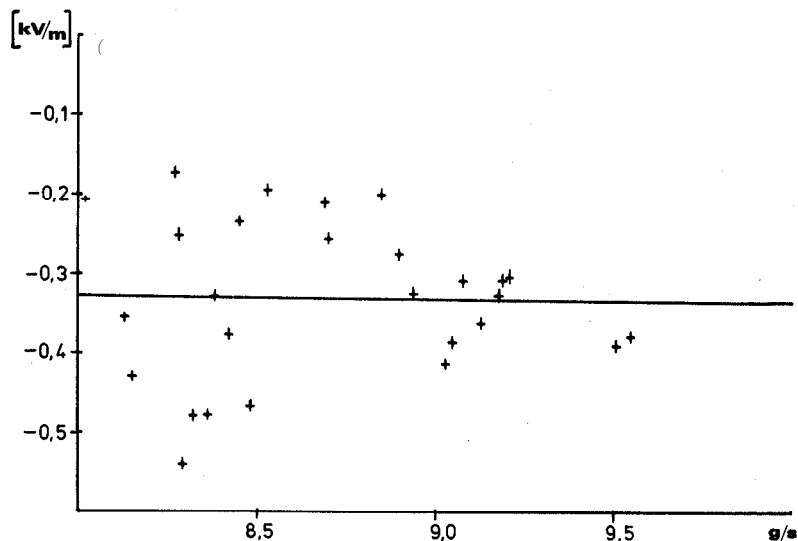


Abb. 6. Fließgeschwindigkeit und elektrostatisches Feld im Falle von Kernfluß (8)

Im Falle von Kernfluß bleibt jedoch die Korrelation zwischen der Schwankung des elektrostatischen Feldes und der Schwankung der Fließgeschwindigkeit (Abb. 7) erhalten.

Mit anderen Worten heißt dies, daß die Ladungstrennung Trichterwand - Pulverpartikel zwar spezifisch von der Fließart bzw. von der untersuchten Mischung abhängt, aber für die einzelne Mischung gilt wiederum, daß bei gleichmäßiger Aufladung des Schüttgutes pro Masseneinheit die Schwankung der Fließgeschwindigkeit mit der Schwankung des elektrostatischen Feldes korreliert ist.

Die Mischungsspezifische unterschiedliche Ladungstrennung wird mittels Abb. 8 weiter verdeutlicht.

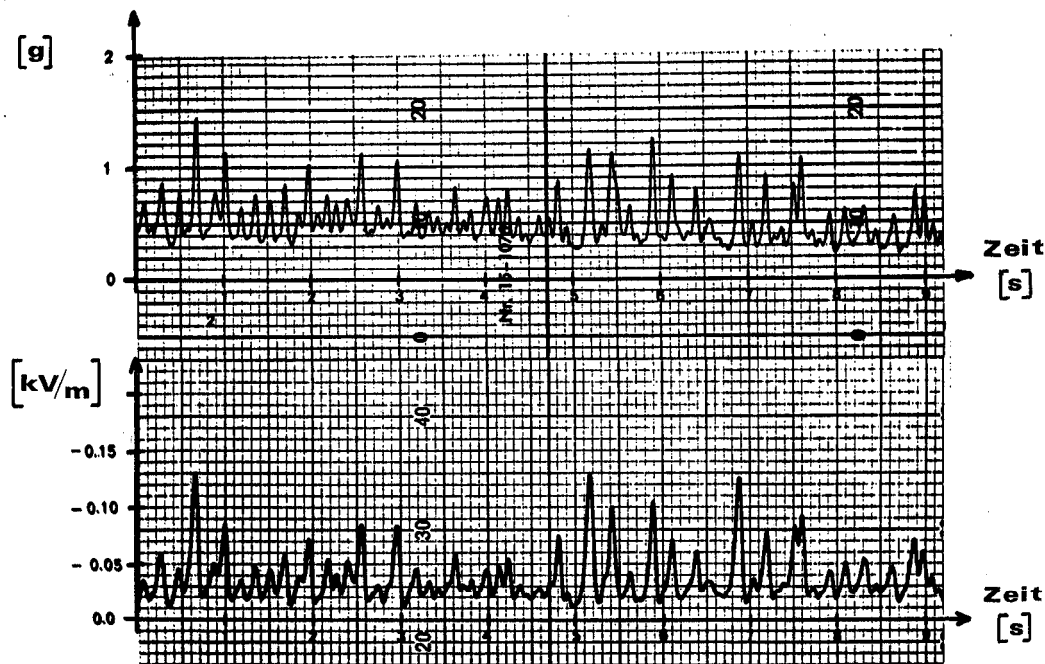


Abb. 7. Schwankung der Fließgeschwindigkeit und des elektrostatischen Feldes im Falle von Kernfluß (8)

Aufgrund der elektrostatischen Messung läßt sich bei diesem Hybridfluß ungefähr deren Anteil am Kern- und Massenfluß abschätzen. Die starken Feldfluktuationen deuten auf Kernfluß, die Gleichspannungskomponente auf Massenfluß.

Die Zusätze von Fließmitteln verändern nach unseren Ergebnissen die Kern- und Massenflußkomponente auf mechanischem Wege. Die elektrostatische Aufladung ist in diesem Fall ein rein sekundärer Effekt.

Das in der Literatur (1) beschriebene antistatische Verhalten von Fließmitteln deuten wir als ein Dominieren des Kernflusses mit schlechter Ladungstrennung zwischen der metallischen Trichterwand und dem Schüttgut.

2.2. Einfluß der Trichterbeschaffenheit und der eingeblasenen ionisierten Luft

Um diese Frage mit größerer Sicherheit abzuklären, wurden neben dem Metalltrichter ein Plexiglastrichter identischer Geometrie und zusätzlich eine Lufteinblas-einrichtung verwendet (Abb. 9).

Die Abb. 10 zeigt im Detail die Lufteinblasdüse mit einem austauschbaren Zwischenstück. In einem der Zwischenstücke identischer Geometrie befindet sich eine α -Strahlerquelle. Diese Versuchsanordnung erlaubt, sowohl elektrisch gut leitfähige ionisierte wie nicht-ionisierte Luft einzublasen. Die eingeblasene Luft entweicht teilweise nach oben bzw. strömt nach unten durch die Trichteröffnung.

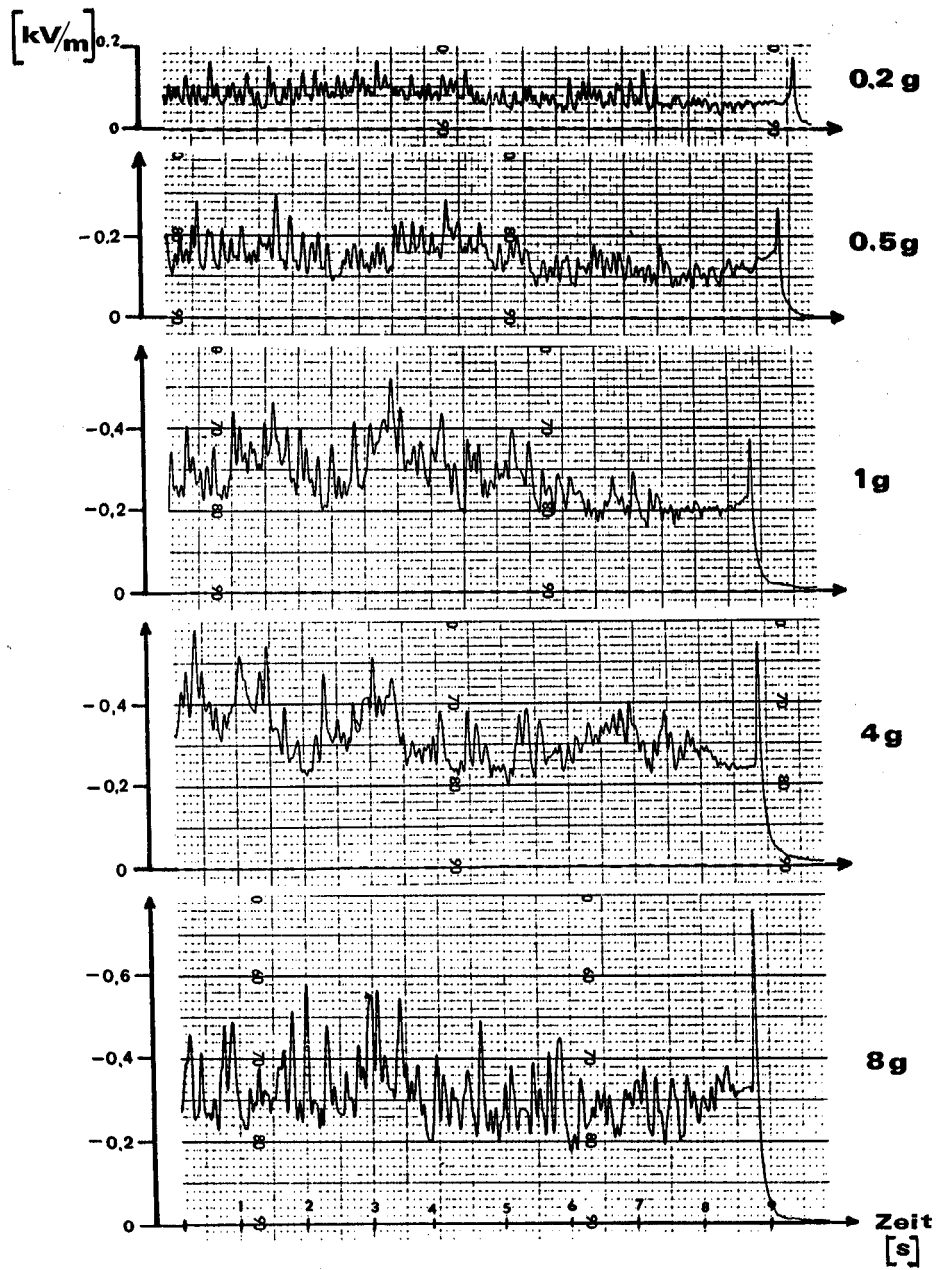


Abb. 8. Änderung des elektrostatischen Feldes bei unterschiedlichen Zusätzen von Aerosil zu Laktose DMV

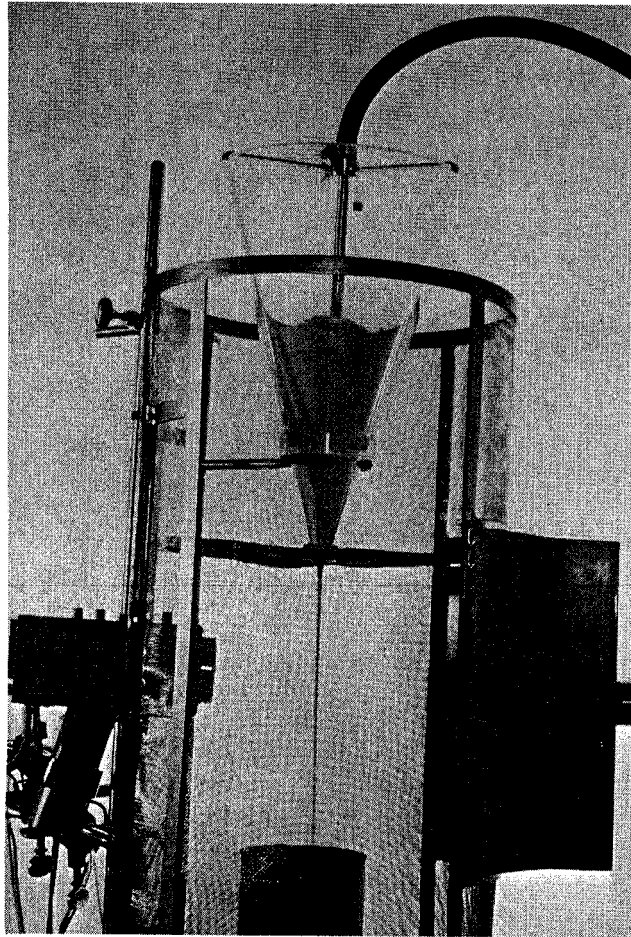


Abb. 9. Lufteinblaseinrichtung

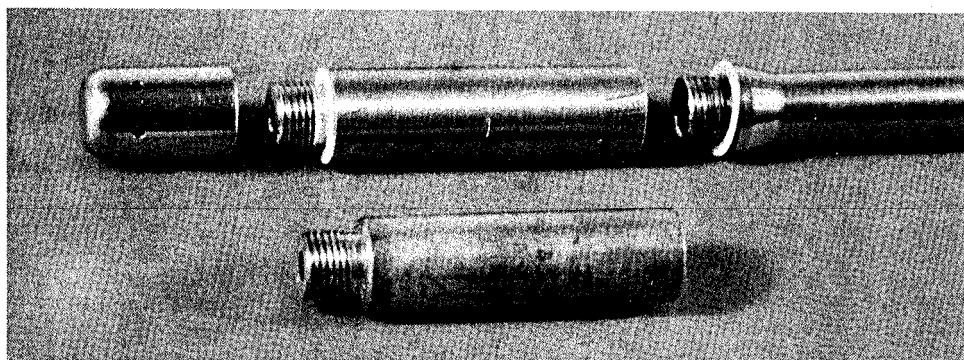


Abb. 10. Lufteinblasdüse mit austauschbarem Zwischenstück

Dieses Verfahren wird in der Technik gelegentlich zur Erhöhung der Fließgeschwindigkeit beim Leeren von Bunkern verwendet (9, 10).

Die Abb. 11 zeigt die Zunahme der Fließgeschwindigkeit in Abhängigkeit der pro Zeiteinheit eingeblasenen Luftmenge. Bei der verwendeten 10-mCi-Quelle konnte kein Einfluß der Ionisierung der Luft auf die Fließgeschwindigkeit und auf die Aufladung des ausströmenden Schüttgutstrahles beobachtet werden.

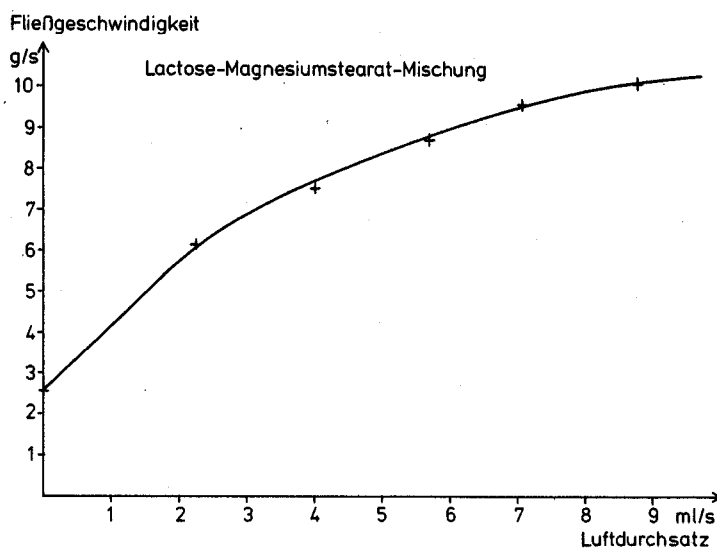


Abb. 11. Einfluß des Luftdurchsatzes auf die Fließgeschwindigkeit

Offensichtlich wird eine ungenügende Anzahl an Ionen pro Zeiteinheit erzeugt, und die elektrisch leitfähige ionisierte Luft gelangt nicht direkt zum Ort der Ladungstrennung, welche primär zwischen Trichterwand und Schüttgut erfolgen muß. Bestrahlt man dagegen mit einem α -Strahler die Auslauföffnung des Plexiglas-trichters, so werden folgende interessante Phänomene beobachtet:

1. Das Schüttgut fließt regelmäßiger aber nicht schneller aus dem Trichter.
2. Der Pulverstrahl läßt sich stärker auf.
3. Nach einer unbestimmten Fließzeit wird der Schüttgutfluß plötzlich durch Brückenbildung blockiert.

Wie lassen sich diese auf den ersten Blick überraschenden Effekte erklären?

Die Abb. 12 zeigt das charakteristische Fließverhalten in der Nähe der Trichteröffnung. Durch elektrostatische Anziehung der positiv geladenen Schüttgutpartikel durch den negativ geladenen Plexiglas-trichter wird der Schüttgutstrahl verändert. Wird nun der Plexiglas-trichter außen entladen, fallen diese Störkräfte weg, und man beobachtet ein sehr regelmäßiges Ausfließen (Abb. 13).

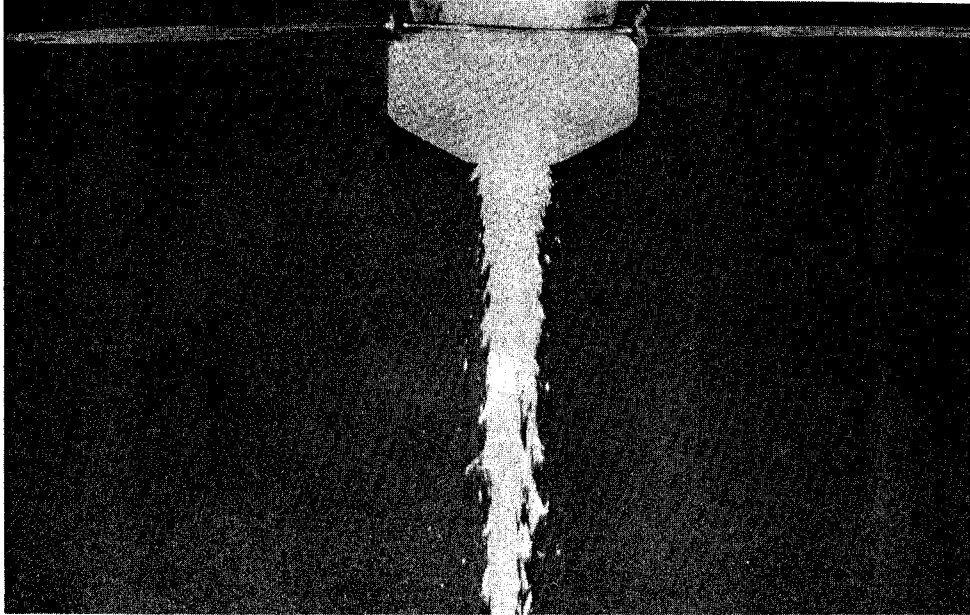


Abb. 12. Pulverstrahl bei elektrostatisch aufgeladener Auslauföffnung des Trichters (ohne α - Ionisatoren)

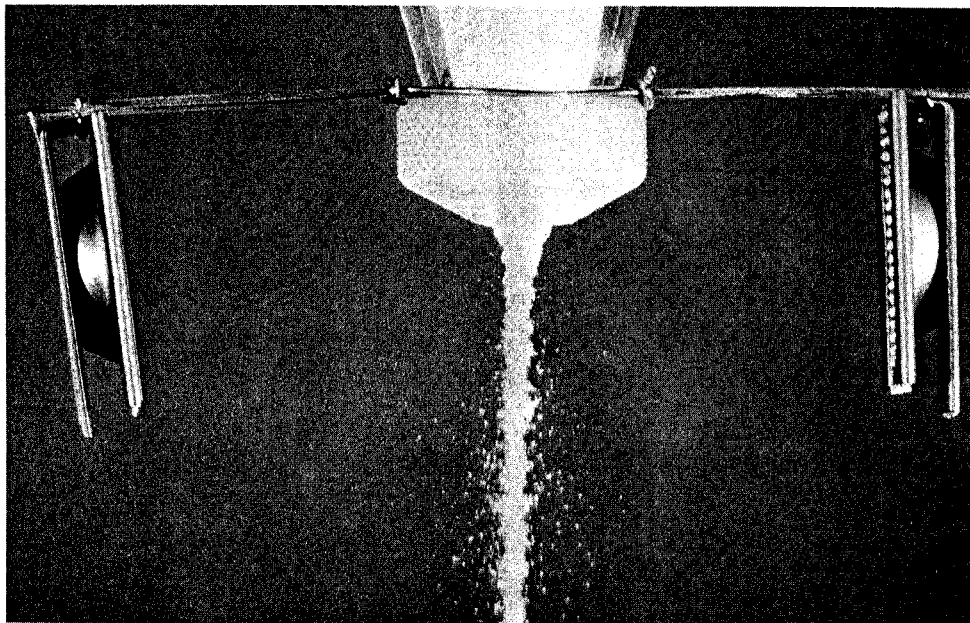


Abb. 13. Pulverstrahl bei entladener Auslauföffnung des Trichters (mit α - Ionisatoren)

Wegen der kurzen Verweilzeit der Schüttgutpartikel im ionisierten Luftraum kann der Schüttgutstrahl selbst nicht entladen werden. Die im Gegenteil stärkere Aufladung des Schüttgutstrahles kann mit Hilfe der Resultate der früheren Untersuchungen erklärt werden: Das regelmäßiger Ausfließen ist gleichbedeutend mit einer Zunahme der Massenflußkomponente, wobei die Ladungstrennung zwischen den Pulverpartikeln und der Innenseite der Trichterwand erleichtert wird.

Die bei dieser Versuchsanordnung nicht entladbare Innenwand des Plexiglastrichers lädt sich nun elektrostatisch laufend weiter auf, bis es zur gefürchteten Brückenbildung und zum Abstoppen des Schüttgutstrahles kommt.

Bis zu diesem Zeitpunkt ist keine Beeinflussung der Fließgeschwindigkeit durch das sich aufbauende elektrostatische Feld erkennbar. Offenbar sind die Einflüsse der mechanischen Kräfte stärker als die im untersuchten System auftretenden elektrostatischen Kräfte. Werden nun jedoch durch genügende lokale Aufladung der Trichterwand in der Nähe der Ausflußöffnung Pulverteilchen zurückgehalten, so kann schlagartig eine Brückenbildung auftreten, welche jedes weitere Ausfließen verhindert. Für die Brückenbildung spielt hier die Elektrostatik offensichtlich die Rolle eines Katalysators. Welche Schlußfolgerungen lassen sich nun aus diesen Untersuchungen ableiten?

3. Schlußfolgerungen

1. Für die Fließeigenschaften sind primär mechanische Kräfte verantwortlich.
2. Elektrostatische Kräfte können nur wirksam werden, wenn sich am Trichter lokal eine sehr hohe Aufladung aufbauen kann. Dies ist jedoch nur möglich beim Einsatz eines elektrisch nicht leitenden Trichters und beim Auftreten von Massenfluß.
3. Die in der Literatur als antistatisch wirksame Fließmittel bezeichneten Hilfsstoffe, wie z. B. Magnesiumstearat, Aerosil, Talk etc., wirken rein mechanisch.

Sie sind deshalb nicht primär als Antistatika zu bezeichnen, sondern sie bewirken - wie unsere Experimente gezeigt haben - je nach induzierter Fließart der Pulvermischung eine mehr oder weniger gute Ladungstrennung zwischen Trichterwand und Schüttgut.

Wir danken Herrn Prof. Dr. H. SUCKER für seine wertvollen Diskussionsbeiträge.

4. Literatur

1. GOLD, G. u. B. PALERMO, J. Pharm. Sci. 54, 310 - 312, 1517 - 1519 (1965)
2. LACHMANN, L. u. SONG LING LIN, J. Pharm. Sci. 57, 504 - 510 (1968)
3. RITSCHEL, W. A., Pharm. Ind. 28, 689 - 694 (1966)
4. LIST, P. H. u. B. W. MÜLLER, Pharm. Ind. 34, 745 - 747 (1972)
5. Elektrostatische Aufladung, DECHEMA-Monographie Bd. 72, Verlag Chemie, Weinheim 1974

6. MOORE, A. D., Electrostatics and its applications, Wiley (1974)
7. COLE, E. T., ELWORTHY, P. H. u. H. SUCKER, J. Pharm. Pharmac. 62, 57 p (1974)
8. LEUENBERGER, H. u. Y. ZIMMERMANN, Pharm. Ind. im Druck
9. Für den Hinweis danken wir bestens Herrn Prof. O. MOLERUS, Erlangen
10. KURZ, H. P. u. H. RUMPF, Powder Technology 11, 147 - 156 (1975)

Anschrift des verantwortlichen Verfassers:

Dr. Hans LEUENBERGER
c/o Pharmazeutische Forschungs-
und Entwicklungsabteilung
SANDOZ AG
CH-4002 Basel