

## Produktionsmischer im Labor

Dr. Wolfgang Fexer, Olaf Zillmann, Symrise AG Holzminden

Diese Arbeit beschreibt eine Versuchsserie zur Validierung von Mischabläufen auf einem neuem Labormischer. Die erhaltenen Werte zeigen auf, dass mit dem eingesetzten Labormischer der Fa. Somakon Qualitätsvoraussagen für Produktionsmischungen auf in dieser Untersuchung erfassten Großmischern möglich sind. Damit ist die Übertragung der Entwicklungsrezepturen auf den Produktionsmaßstab für die Anwendungstypen „Pulvermischen“ und „Beladen von Pulvern mit Flüssigkeiten“ deutlich wirtschaftlicher geworden.

### Aufgabenstellung

Mischaufgaben in der Pulverproduktion gehen in der Regel Serien von Versuchen im Labor voraus. Bei diesen Entwicklungsserien sollte auch das physikalische Verhalten des Endproduktes erkennbar sein, um Problemen, wie z.B. Störungen beim Abfüllen oder die Neigung zur Entmischung bei Lagerung bzw. Transport, rechtzeitig entgegen zu wirken.

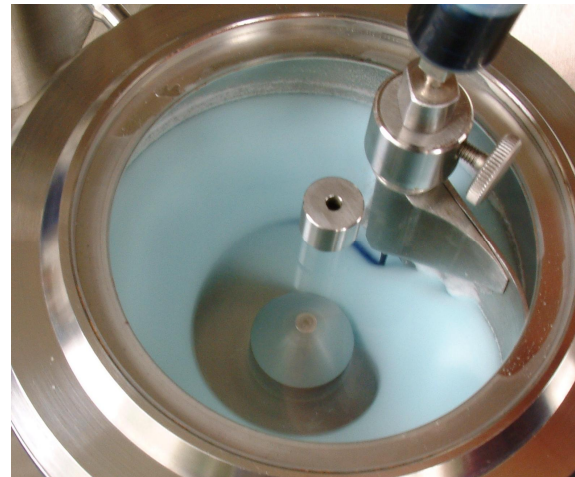
Die Fa. Symrise hat in Zusammenarbeit mit der Fa. Somakon den Labormischer MP-L dahingehend optimiert, dass bereits im Versuchsstadium (100g-Ansätze) eine signifikante Qualitätsvoraussage der Mischungen im Produktionsmaßstab für alle bei Symrise im Einsatz befindlichen Mischertypen möglich ist.

Für den Aufgabenbereich Pulvermischen bzw. das Beladen von Pulvern mit Flüssigkeiten wurden empirisch die Verfahrensparameter am Labormischer MP-L ermittelt, die bei Ansatzgrößen < 1kg zu Produkten führen, die in den physikalischen Eigenschaften mit denen im Produktionsmaßstab von bis zu 2 t hergestellten vergleichbar sind. Mit anderen Worten, es sollte geprüft werden, ob die Produktionsmischer im Labor praktisch simuliert werden können.

Für diese Prüfung wurden verschiedene Produkte auf allen in der Untersuchung einbezogenen Mischern hergestellt. Die Produkte wurden rheologisch untersucht, die Ergebnisse verglichen. Es wurde für die drei verschiedenen Produktionsmischer jeweils eine charakteristische Rezeptur ausgesucht.

### Versuchsbedingungen

Zur Vermeidung von rohstoffbedingten Schwankungen wurden alle Mischungen aus einer einheitlichen Rohstoffpartie gefertigt. Es wurden drei sich stark in der Rezepturgestaltung und in den kundenseitigen Anforderungen unterscheidende Produkte ausgewählt. Die in der Produktion angewandten Herstellungsverfahren wurden in der Mischreihenfolge, Zugabeschritten, Mischzeiten / Umfangsgeschwindigkeiten usw. in den Labormaßstab auf die Labormischer zu 1 übertragen.



Diese wurden auf dem Labormischer Somakon MP-L hergestellt. Die dafür erforderliche Verfahrensvorschrift wurde vorher in Versuchsserien empirisch ermittelt.

Die Variablen in den Verfahrensparametern sind zum einen die Drehzahl und Mischzeit und zum anderen die Werkzeugkonfiguration des Labormischers.

Damit wird die Produktbeanspruchung, welche während des Mischens im Produktionsmischer zu erwarten ist, gut simuliert.

Zur Vermeidung eines möglichen Klimaeinflusses wurden alle Mischungen einer Produktserie an einem Tag zur gleichen Zeit parallel zueinander gefertigt. Alle Produkte einer Produktserie ( Labor- und Produktionsware ) wurden über dasselbe Siebssystem und Sieb gegeben. Es wurde somit versucht, nur den Mischertypen als Variable bei diesen Versuchen zu haben.

## Eingesetzte Mischertypen

Mischertyp	Nenn-Vol [l]	MP-L- Konfig.zur Simulation Modul 1 +...	Drehzahl MP-L 0,5	Mischzeit MP-L 0,5
Somakon MP-L	0,5			
Somakon MP-L	2,5			
Nauta-Mischer	3600	Schneckenband	700 UpM	60s
Pflugscharmischer	3000	Mischkreuz	1250 UpM	35s
Schneckenbandmischer	4000	Schneckenband	900 UpM	45s

## Gegenüberstellung weiterer Mischergebnisse:

Produkt B	m <sub>Batch</sub>	Schütt-kegel	Schüttgewicht	Rüttelrinne
	kg	cm/60mm	g/ml	min/200g
Somakon	1	4,4	0,63	4,07
Schneckenband	10	4,4	0,62	4,09
Schneckenband	250	4,2	0,61	4,12
Schneckenband	2500	4,6	0,64	4,15

Produkt C	m <sub>Batch</sub>	Schütt-kegel	Schüttgewicht	Rüttelrinne	Retsch Vibrationssieb				
	kg	60mm	g/ml	min/200g	100 µ	250 µ	500 µ	800 µ	1000 µ
Somakon	1	3,4	0,45	4,4	61,3	36,2	1,3	0,6	0,6
Nauta	1200	3,5	0,41	4,4	62,3	35,5	1,1	0,6	0,5

Produkt D	m <sub>Batch</sub>	Schütt-kegel	Schüttgewicht	Rüttelrinne	Retsch Vibrationssieb				
	kg	cm/60mm	g/ml	min/200g	100 µ	250 µ	500 µ	800 µ	1000 µ
Somakon	1	5,9	0,44	5,3	57,9	39,6	1,4	0,6	0,5
Pflugschar	50	6,1	0,44	5,1	59,9	37,9	1	0,7	0,5
Pflugschar	1200	6,3	0,41	5,3	62,6	35,4	0,9	0,6	0,5

Produkt E	m <sub>Batch</sub>	Schütt-kegel	Schüttgewicht	Rüttelrinne	Retsch Vibrationssieb				
	kg	60mm	g/ml	min/200g	100 µ	250 µ	500 µ	800 µ	1000 µ
Somakon	1	3,1	0,56	4	57,7	39,2	1,9	0,6	0,6
Schneckenband	250	3,2	0,56	4,1	58,8	37,9	1,9	0,9	0,5
Schneckenband	2500	3,1-3,3	0,54-0,58	4	56,9	40,8	1,3	0,5	0,5

## Rezepturen

Da es sich um Produkte aus der laufenden Produktion handelt, können hier keine genauen Angaben über die Zusammensetzung gemacht werden.

### B. Produktion auf Schneckenbandmischer.

Pulver / Flüssigkeiten, der besondere Augenmerk liegt hier bei Homogenität, Mischfaktor und Verteilung der Flüssigkeiten - frei fließendes Endprodukt, definiertes Teilchengrößespektrum und die Staubentwicklung)

### C. Produktion auf Nautamischer.

Pulver, Flüssigkeit und Sichtgewürz mit den Anforderungen wie bei B, jedoch zusätzlich mit dem Anspruch, eine homogene Verteilung des filigranen Sichtgewürzes zu erreichen, ohne in der Struktur zu beschädigen.

### D. Produktion auf Pflugscharmischer

mit den gleichen Anforderungen wie B.

### E. Produktion auf Schneckenbandmischer.

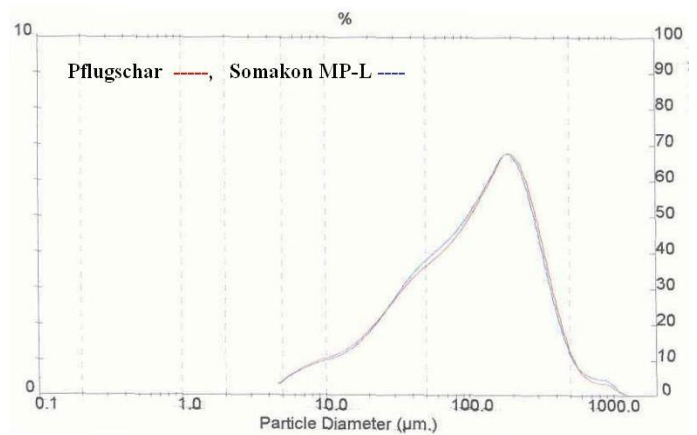
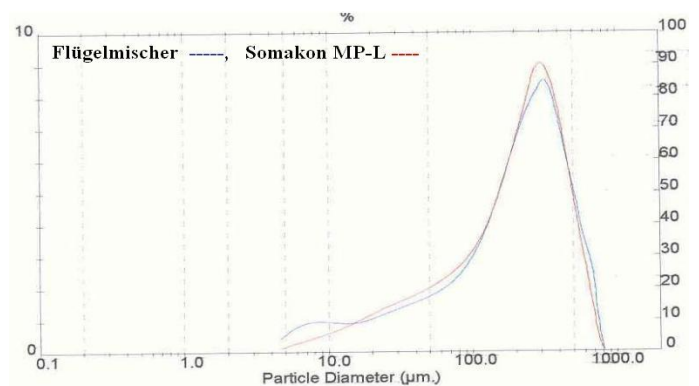
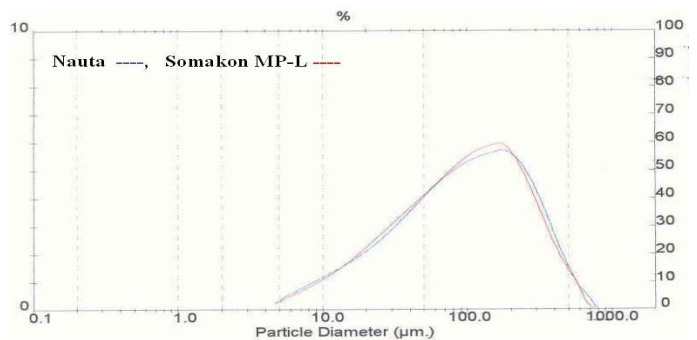
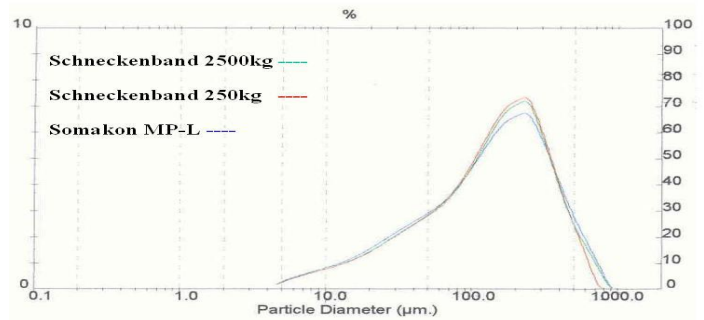
Pulver-Pulver-Mischungen mit sowohl sehr feinen als auch groben Partikeln.  
Bei dieser Rezeptur liegt der besondere Augenmerk liegt hier bei Homogenität und Mischfaktor.

## Ergebnisse

Bei allen Ansätzen wurde die Mischgüte über den Vergleich der Farbintensität und den Salzgehalt bestimmt. In allen Fällen war die Mischgüte im vorgegebenen Toleranzrahmen.

Bei den 100g-Ansätzen wurde auf rheologische Untersuchungen mangels Masse verzichtet. Zur Absicherung wurden die Kennlinien der 100g und der 1kg-Mischungen (Malvern-Laserbeugungs-messung) übereinander gelegt.

Vergleich der Korngrößenverteilung zwischen Labor- und Produktionsmischer (Malvern-Mastersizer):



## Bewertung:

Die Analysenwerte der Versuchsserien zeigen ein sehr einheitliches Bild. Die auf dem MP-L hergestellten Produktqualitäten entsprechen in fast allen Bewertungskriterien der Mischgüte denen der aus der Produktion.

Bei keinem der Versuche konnten signifikante Abweichungen in der Produktqualität / Mischgüte festgestellt werden. Die Abweichungen innerhalb der Testserien liegen im Rahmen der von der Qualitätskontrolle festgelegten und von Symrise-Kunden akzeptierten Toleranzen.

Zu erwähnen ist, dass der Temperaturverlauf des Produktes beim Mischen durch die eingeleitete Mischenergie beim Somakon - Mischer durchschnittlich um 4 bis 5 °C niedriger ausfällt als bei den Produktionsmischern.

Zur Einschätzung der Wärmeableitung in Abhängigkeit der Verhältnisse Mischeroberfläche zu Mischwerkzeugoberfläche zu Produktvolumen, wurde der Somakon Labormischer nachträglich mit einer Temperaturerfassung des Produktes im direkten Mischbetrieb ausgestattet. Die hier beobachteten Effekte nivellieren sich nach ca. 2 bis 3 Tagen "Reifezeit" / Lagerzeit des Produktes.

## Fazit:

Der Somakon MP-L Labormischer ist für seine Aufgabe als Simulationsmischer sehr gut geeignet.

Die auf dem Labormischer durchgeführten Verfahren der Produktherstellung dürfen für den „Symrise-spezifischen“ Aufgabenbereich als repro-

duzierbar und übertragbar auf die erprobten Mischertypen angesehen werden.

Die im Labormaßstab auf dem Somakon Mischer erzeugten Produktmuster werden als aussagekräftig für eine Einschätzung und Bewertung der zu erwartenden Mischgüte bei einer späteren Produktion eingestuft.

Durch variieren von Werkzeug und Verfahrensparameter können unterschiedliche Mischsysteme in der Produktion simuliert werden. Damit erhalten die Entwicklungs- und Verfahrenstechnikabteilungen ein System an die Hand, welches schon in den ersten Schritten einer Produktentwicklung die spezifischen Problemstellungen bei Rezeptur, Rohstoffen und Verfahrensablauf aufzeigen kann.

Dieser Mischer ermöglicht ein frühzeitiges Gegensteuern und Justieren im Bereich von Rezeptur und Herstellungsverfahren. Somit werden potentielle Umsetzungs- und Produktionsprobleme reduziert.

Muster für Sensorik, Applikationstest, Kleinstproduktion für die Kundenbemusterungen und Referenzen für die Qualitätskontrolle weisen die gewünschte Annäherung zur späteren Produktionsqualität auf.

Die Prozesse der Produktentwicklung bis zur standardisierten Produktion können zeitlich verkürzt und effektiver gestaltet werden.



**MP-Mischer mit Wechselbehälter in den Größen 0,5 bis 10 Liter**