

Hochwirksame Konzentrate sicher herstellen

Vakuumtrockner und Mischer-Kühler in der Produktion von Pflanzenschutzmitteln, Teil 2



Ludger Hilleke,
Amixon

Um Pflanzenschutzmittel herzustellen, sind moderne Prozessanlagen notwendig. Denn die hochwirksamen Substanzen sind im doppelten Wortsinn wertvoll. Dieser zweiteilige Beitrag beschreibt, weshalb Amixon-Apparate aufgrund ihrer besonderen Konstruktionsmerkmale in diesem herausfordernden Umfeld zur Produktionseffizienz beitragen und die Ausbringungsmenge einer Produktion entscheidend beeinflussen können. In Teil 2 werden die Prozessschritte Vakuumtrocknen und Mischen-Kühlen im Detail betrachtet: Wie lässt sich apparatetechnisch thermischer Stress am besten vermeiden? Welche Rolle spielen Mischgütern und Wärmetauschflächen?

Wie in vielen anderen Produktionen muss auch für die Herstellung von Pflanzenschutzmitteln in den komplexen Synthesest Straßen an bestimmten Punkten die Prozessführung von kontinuierlich auf chargenweise oder umgekehrt umgestellt werden. Der Materialstrom wird dann in Pufferreservoirs gesammelt. Diese Pufferreservoirs für Feuchtstoffe werden auch Pastenbunker genannt.

Pastenbunker müssen aber auch dann funktionieren, wenn die Feuchtstoffe zeitverfestigend sind oder sich dilatant verhalten. Sie müssen die Güter gasdicht lagern und bedarfsgerecht und so hochgradig wie möglich austragen – unabhängig von der Lagerdauer oder der Fließfähigkeit. Dabei sollen Pastenbunker die Masse nur so wenig wie möglich agitieren, um deren Granulometrie zu erhalten.

Am Ende der Filtration wird das Produkt aus der Pflanzenschutzmittel-Synthese meist als Charge in einem Pastenbunker gesammelt. In dieser Phase mutet das Produkt wie ein bröckeliges feuchtes Schüttgut an. Tatsächlich aber ist es zumeist strukturviskos und seine Konsistenz ändert sich schnell, wenn es agitiert wird. Dann wird es zuweilen anhaftend und klebrig, ähnlich wie ein Kuchenteig. Zuweilen ist sogar ein leichtes Temperieren der Feuchtmasse erforderlich.

Sanftes Trocknen und schnelles Abkühlen

Vom Pastenbunker wird das Gut ausgetragen, um auf kurzem Wege in den darunter angeordneten Kontaktrockner zu gelangen. Hier findet die finale, chargenweise Trocknung bei sanfter Totalverströmung statt wobei im Amixon-Trock-



Prinzipdarstellung eines Vakuumtrockners

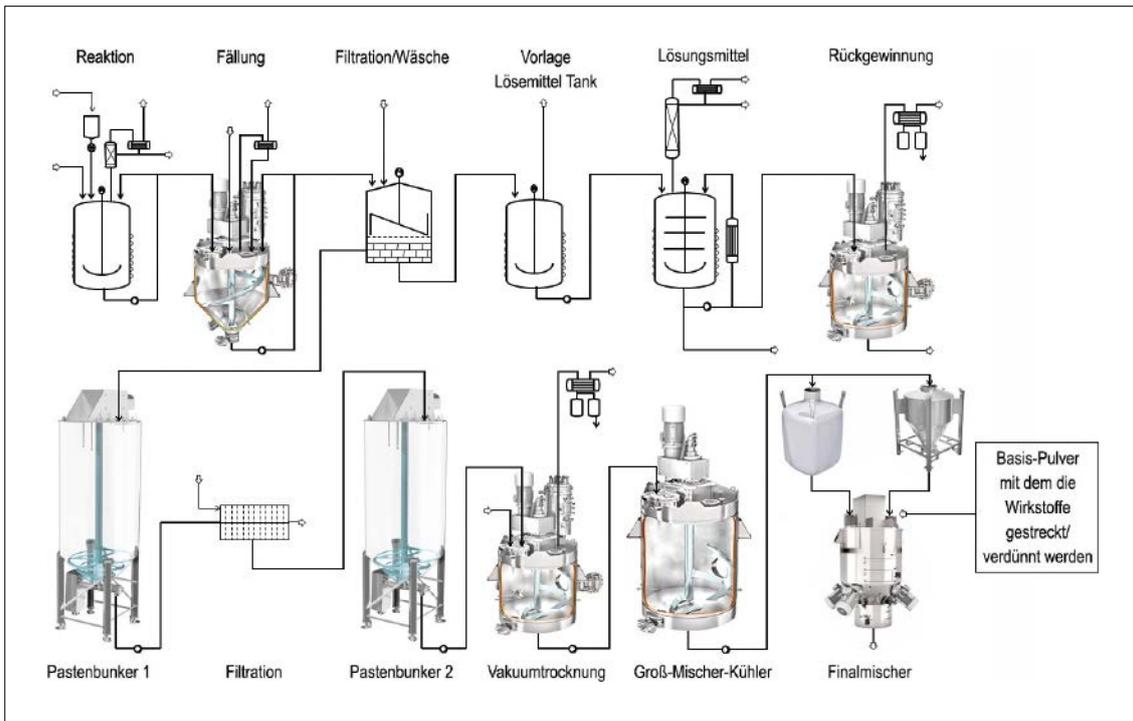
ner alle produktberührten Bauteile erwärmt sind: der gesamte Mischraum, die Mischwerkelle, die Mischwerkarme und die Helix. Das Mischwerk wird nur oben gelagert und angetrieben. Bei Bedarf desagglomerieren High-Shear-Blades die Charge oder verteilen Flüssigstoffbeigaben.

Die Feuchtmassen enthalten beim Eintritt in den Mischrockner etwa 15 bis 40-Masse-% Flüssigkeit. Das können Wasser, Lösungsmittel oder deren Gemische sein. Die Suspension wird unter Vakuum getrocknet, denn die Stabilität der Substanz und ihre spätere Wirkung darf nicht durch thermischen Stress beeinträchtigt werden. Manche Wirkstoffe dürfen dabei nicht über 35 °C erwärmt werden.

Für ein schnelles, sanftes Vakuumtrocknen bei kurzen Zykluszeiten eignen sich deshalb die Vakuum-Konus-Mischrockner des Apparatebauers. Bei der Vakuumtrocknung ist die Trocknungstemperatur herabgesetzt, denn reines Wasser bspw. siedet im Trocknungsraum bereits bei 21 °C, wenn der Systemdruck 25 mbar beträgt.

Ideale Mischwerkzeuge und viel Fläche

Die Trocknungszeit lässt sich produkt schonend verkürzen, wenn besonders große Wärmemengen ins Mischgut eingetragen werden und jeder Partikel möglichst häufig mit den temperierten Flächen des Mischrockners in Berührung kommt. Dreidimensionales Verströmen der Güter bei geringer Mischwerk-Drehfrequenz ist hier gefordert – und zwar unabhängig von den rheologischen Veränderungen, die das Trocknungsgut vollzieht, wenn sich dessen Flüssiganteil verringert: Nicht selten liegt beim Start eine gut fließende, pumpfähige Suspension vor, die dann hochviskos und zähpastös wird – ähnlich wie Kaugummi – um nach und nach große klebrige Klumpen zu bilden. Im Verlaufe des weiteren Trocknungsfortschrittes zerfallen diese und am



Fließbild einer typischen Vielzweck-Synthesestraße mit Amixon-Apparaten: Reaktor/Fällung, Pastenbunker, Vakuumentrockner und Mischer-Kühler, Final-Hochleistungsmischer und Vakuumentrockner für Rückstandaufbereitung.

Ende liegt ein frei fließendes Wirkstoffpulver mit idealer Homogenität vor. Diese Konsistenzveränderungen können nur beherrscht werden, wenn die Mischwerkzeuge ideal ausgeformt sind.

Das Thermalf Fluid wird per Halbrohrschlangen oder im klassischen Doppelmantel an sämtliche Flächen geführt, die das Misch-/Trocknungsgut berühren. Das gilt gleichermaßen auch für das rotierende Mischwerkzeug, dessen Welle, Mischwerkarme und Wendelrührer über innenliegende Thermalf Fluidführungen verfügt. Auch Boden und Kopfbereich des Mischraumes sind temperiert.

Das gleichmäßige Temperieren ist dann besonders herausfordernd, wenn das Thermalf Fluid als

Dampf eingetragen wird und anschließend als Kondensat den Apparat verlässt. Dann sorgt der Enthalpiewechsel des Thermalf Fluids für den Eintrag besonders großer Wärmemengen ins Mischgut.

Trocknungstests finden normalerweise im kleineren Maßstab statt. Um von solchen Trocknungsergebnissen auf große Trockner mit 5 m³, 10 m³ oder noch größer hochzurechnen zu können, ist es entscheidend die Verströmungsleistung des Mischtrockners mit dem Verhältnis seiner wärmetauschenden Flächen zur sich verändernden Mischgutmasse zu normieren. Hier verfügt Amixon über eine aussagestarke Daten-

bank und weitreichende Praxiserfahrung, um die Hochrechnungen abzusichern.

Spezielle Mischer-Kühler verbessern Produktionseffizienz

Nach dem Trocknen müssen die Mischgüter vor der Abfüllung gekühlt werden. Der Kühlvorgang kann natürlich auch im Vakuum-Mischtrockner stattfinden. In der Praxis aber erhöht ein zusätzlicher Mischer-Kühler die Produktionseffizienz. Ein passend dimensionierter Mischer-Kühler unterhalb des Vakuumentrockners kann daher die Ausbringungsmenge einer Anlage deutlich steigern. Dieser übernimmt dann auch das

Neuer optischer Einzelpartikelzähler für Nano- und Mikropartikel mit beispielloser Auflösung, Partikelgröße, Größenverteilung und Partikelanzahl.

Echtzeitbestimmung von Produktparametern zur Qualitätskontrolle – In-line & At-line.

analytica
21.-24. Juni 2022
Messe München
Halle A1 / 421



Schnelle und flexible Materialtestung & Haftfestigkeitsprüfung von Klebstoffen, Beschichtungen, Kompositen, uvm.

Direkte und beschleunigte Separationsanalyse & physikalische Charakterisierung von Partikeln, Emulsionen & Suspensionen in Originalkonzentration.





Intensiv-Mischer für Wirkstoff-Formulierung mit sehr schneller Totalentleerung.

portionsweise Befüllen von Bigbags, Containern oder auch das Beschicken automatisch arbeitender Abfüllanlagen.

Dabei ist das batchweise Kühlen großer Pulvermassen nicht trivial.

- Die Kühlflächen und die trockenen Partikel berühren sich allenfalls punktuell, was den Wärmetausch wenig unterstützt.
- Die Wärmeleitfähigkeit der Pulver ist meist gering.
- Jegliche eingetragene Rühr-/Mischenergie erhöht die Temperatur des Mischgutes, das eigentlich gekühlt werden soll.
- Die verwendete Kühlsole darf nicht beliebig kalt sein, denn Kondensation ist zu vermeiden.

Um diese Anforderungen einzuhalten, müssen sehr große Wärmetauschflächen zur Verfügung stehen und die Mischgüter dürfen sehr energiearm bewegt werden – hier können Mischer-Kühler des Anbieters ihre konstruktiven Vorteile voll ausspielen.

Die Formulierstraße: schnell und präzise

In der sogenannten Formulierstraße werden die Wirkstoffe verschnitten, zerkleinert, gemischt, benetzt oder agglomeriert, so dass der Anwen-

der sie sicher und gleichmäßig ausbringen kann. Für den Verschnitt betragen die Anteilzusammensetzungen bis zu 1:1.000. Als Trägerstoffe können neben wasserlöslichen Substanzen auch Bentonit, Kaolin oder Kalksteinmehle zum Einsatz kommen. Luftstrahlmühlen mikronisieren die Wirksubstanzen so fein, dass sie entmischungsfrei mit dem Trägerstoff aggregieren. Der Misch- und Benetzungsvorgang wird durch die High-Shear-Blades intensiviert. Je akkurater der Intensivmischer mischt und entleert, desto sicherer ist der Prozess.

Nach dem Mischen werden die pulvrigen Pflanzenschutzmittel in Kleingebinden so verpackt, dass der Endanwender sie bequem in passenden Wasservorlagen lösen kann. Insofern findet noch einmal eine Verdünnung von 1:1.000 bis 1:10.000 statt.

Die Erreichung idealer Mischgüter in besonders kurzer Zeit ist eine Leistung, die Präzisionsmischer heutzutage reproduzierbar erreichen. Kommt aber als Forderung hinzu, dass der Präzisionsmischer auch innerhalb weniger Sekunden und restlos entleeren soll, bietet sich der Kone-Slid-Mischer von Amixon an.

Das Mischwerkzeug des vertikalen Präzisionsmischers wird nur oben gelagert und angetrieben. Es ist ideal angepasst an den zylindrisch-konischen Mischraum. Das Besondere ist der wiederum konisch gestaltete Verdrängerkörper im Innern des Konus. Diese begünstigt die tottraumfreie Verströmung der Güter während des Mischens und er bedingt die sehr schnelle Restlosentleerung der gemischten Güter, wenn er sich wenige Zentimeter abwärts bewegt.

Formulierstraßen werden kampagnenweise genutzt. Dann erfolgt jeweils eine gründliche Nassreinigung. Auch diese Nassreinigung und Trocknung erledigt der Präzisionsmischer selbsttätig innerhalb weniger Minuten mittels eingebauter Orbital-Zielstrahlreiniger bei 15 bar Wasserdruck. Diese Düsen werden anschließend mit Pressluft zum Zweck der Trocknung angesteuert. Dank mehrerer besonders großen Revisionstüren kann der die Anlage bequem gewartet werden.

Die drei wichtigsten Apparatemerkmale

Unter allen genannten Merkmalen der Prozessapparate des Apparatebauers aus Ostwestfalen sind drei in der Herstellung von Pflanzenschutzmitteln besonders hervorzuheben:

- Die dreidimensionale Totalverströmung erfolgt mit minimaler Energieeintragung. In kurzer Zeit werden sehr gute Mischgüter erzeugt, die in der Praxis nicht zu verbessern sind – unabhängig von der Beschaffenheit und Anzahl der Komponenten.
- Die vorbenannte Eigenschaft wird ergänzt durch ein besonders hohes Maß an spezifischer Wärmetauscherflächen (Wärmetauscherfläche [m²] pro Mischgut [m³]). Hieraus resultieren besonders kurze Trocknungszeiten bei optimaler Erhaltung der Partikelstruktur.
- Die hygienischen Eigenschaften der Apparate sind sehr gut.

Die Versuchsanlagen in den verschiedenen weltweit verteilten Technikumstandorten stehen Pflanzenschutzmittelhersteller offen, um mit eigenen Produkten Versuche auf den Amixon-Anlagen fahren können. Im Technikum am Hauptsitz in Paderborn/Deutschland steht auch ein Vakuumtrockner mit 200 L Nutzinhalt aus hochfestem und hochbeständigem Edelstahl Alloy 59 zu Testzwecken zur Verfügung.

Der Autor

Ludger Hilleke, technischer Leiter und Mitglied der Geschäftsführung, Amixon

Bilder © Amixon

Diesen Beitrag können Sie auch in der Wiley Online Library als pdf lesen und abspeichern:
<https://dx.doi.org/10.1002/citp.202200525>

Kontakt

Amixon GmbH, Paderborn
 Tel.: +49 5251 688888-0
 sales@amixon.de · www.amixon.de