

Viskositätsmessung kosmetischer Produkte

Kostengünstiger und schneller direkt im Fertigungsprozess

Die Viskosität ist ein wesentlicher Parameter zur Steuerung von Fertigungsprozessen.

Oftmals werden immer noch Proben im Prozess entnommen, diese in ein Labor gebracht und vermessen. Das ist nicht mehr zeitgemäß. Damit die Inline-Viskositätsmessung auch unter hygienischen Bedingungen möglich wird, hat die Firma proRheo in Zusammenarbeit für das bewährte Rotationsrheometer Covimat eine Messzelle entwickelt, die den „Hygienic equipment design criteria“ der EHEDG 2004 entspricht. Wesentlich ist, dass diese Messzelle tottraumfrei ist, und ohne Stoffbuchse, Gewinde usw. auskommt: Covimat CC.

Die Hygienebedingungen im modernen Anlagenbau sind steigenden Anforderungen unterworfen. Ebenso wird nach ISO 9000ff gleichzeitig gefordert, den Fertigungsprozess lückenlos und in Echtzeit zu überwachen, so dass auf jede Veränderung des Produkts eine notwendig werdende Gegensteuerung sofort erfolgen kann. So etwas ist nur durch direkte Messung im Prozess möglich. Nur so ist ein regelungstechnischer Eingriff ohne Zeitverzug realisierbar.

Ist eine Optimierung des Prozesses durch Viskositätsmessung möglich, so werden meist Proben entnommen, und dann in einem Labor rotationsrheologisch vermessen. Diese Vorgehensweise hat diverse Nachteile, die durch den Einsatz eines Inlineviskosimeters Typ Covimat CC eliminiert werden. Die Vorteile einer Inlinemessung sind:

- Prozessüberwachung in Echtzeit
- Vermessung der Proben unter den Produktionsrandbedingungen wie z.B. Temperatur, Druck, Durchfluss / Scherung, Rohrströmungseinfluß usw.
- Kein Eingriff in den Prozess durch Probennahme
- Keine Wartezeiten auf Ergebnisse aus dem Labor
- Keine Sterilitätsprobleme an der Entnahmestelle
- Kostensenkung
- Automatisierte Messung und somit personenunabhängige Messergebnisse

Inline-Viskosimeter unterschiedlicher Bauform

Zur Inlineviskositätsmessung werden verschiedene Messgeräte angeboten, die nach unterschiedlichen Verfahren arbeiten. Im Wesentlichen handelt es sich um 3 Typen:

- Torsionsschwinger
- Kapillarviskosimeter
- Rotationsviskosimeter

Alle diese Meßgeräte haben Vor- und Nachteile, sonst hätte sich in den vergangenen Jahrzehnten nur eine Methode in der Prozessmesstechnik durchgesetzt. So bleibt dem Anwender die Auswahl überlassen.

Torsionsschwinger können bei reinen Newton'schen Stoffen eingesetzt werden und wenn das Produkt, das vermessen wird, keinen Dichteschwankungen unterliegt, homogen, ohne Luftblasen ist und nicht anhaftet. Es ist leider mit diesem Verfahren aus physikalischen Gründen nicht möglich, die Viskosität und die Dichte unabhängig voneinander zu messen.

Dadurch wird es notwendig parallel zur Viskositätsmessung ein Dichtemessgerät einzubauen. Dann kann man aus dem Messsignal des Torsionsschwingers die Viskosität berechnen.

Gute Erfolge mit den Torsionsschwingern werden im Bereich der Mineralölindustrie erzielt.

Der Einsatz von Kapillarviskosimetern geht immer mit Produktverlust einher. Der Einsatz unter hygienischen Bedingungen ist nur erschwert möglich. Zum einen handelt es sich bei solchen Geräten meist um Produkte, die den Differenzdruck an einer Kapillare bestimmen. Dieses geht natürlich nur in einem Bypass, d.h. mit einem kontinuierlichen Produktverlust an der Kapillare/Düse. Zum anderen entspricht diese Meßmethode nicht den hygienischen Randbedingungen.

Bei beiden Verfahren wird immer wieder die Frage nach der Vergleichbarkeit mit Labormessungen gestellt. Da beide Methoden die kinematische Viskosität bestimmen muss immer zusätzlich eine Dichtemessung erfolgen.

Der Covimat CC ist ein Rotationsrheometer!

Die Vergleichbarkeit von Labor- und Prozessdaten ist jedoch hundertprozentig gegeben, wenn für die Inlineviskositätsmessung ein Rotationsrheometer verwendet wird. Dies erleichtert die Umstellung von der zeitaufwendigen Labormessung zur direkten Inlinemessung. Hiermit ist es möglich, bei einer definierten Schergeschwindigkeit, vergleichbar mit dem Labor, zu messen. Berücksichtigt werden muss die Vorscherung der Substanz durch die Belastung durch Pumpen usw. im Prozess, d. h. der Einbauort muss sorgfältig gewählt werden.

Rotationsrheometer des Typs Covimat CC können auch für alle kosmetische Substanzen eingesetzt werden und sind seit vielen Jahren bewährt.

Der Wartungsaufwand ist bei allen Covimaten minimal. Sie müssen, wie alle anderen Anlagenteile, regelmäßig gereinigt und gewartet werden. Eine regelmäßige Kalibrierung empfiehlt sich für jedes Messinstrument, um über viele Jahre die Sicherheit zu haben, reproduzierbar und exakt zu messen.

Berücksichtigt man, dass die Covimaten dafür ausgelegt sind, 24 Stunden an 365 Tagen zu arbeiten, so sind die anfallenden Kosten für die Inline- Viskositätsmessung so gering, dass sich der Einsatz von Prozessviskosimetern allein schon durch die Entlastung der Labore innerhalb weniger Monate amortisiert. Dabei ist die damit erzielte Qualitätsverbesserung noch nicht berücksichtigt.

Inline- Rotationsrheometer Typ Covimat werden seit vielen Jahren weltweit eingesetzt. Weitere Anwendungen sind im Bereich der Farben und Lacke, sowohl in der Herstellung wie auch der Verarbeitung.

Aufbau des Covimat CC

Jedes Prozessviskosimeter Typ Covimat besteht aus zwei Teilen: Der Messelektronik und der Messzelle, die mit dem Produkt in Berührung kommt. Die Messelektronik ist für alle Geräte gleich. Sie ist zugelassen für den Betrieb im explosionsgefährdeten Bereich und liefert ein der Viskosität analoges Ausgangssignal zwischen 4 und 20 mA.

Bei der Messzelle des Covimat CC handelt es sich um Rotationsrheometer mit zylindrischen Messkörpern in Anlehnung an die DIN 53019 handelt. Die Ankopplung an die Messelektronik erfolgt ohne Stoffbuchse. Die Kraftübertragung zwischen Antrieb und Messkörper ist über eine Magnetkupplung realisiert, so dass die Messzelle, die in die Rohrleitung eingebaut wird, rundum vollständig geschlossen ist.

Die Messzelle wurde entsprechend der EHEDG Richtlinien konstruiert. Die Erfahrungen bei dieser Entwicklung und den ersten praktischen Einsätzen dieser Messzelle flossen in die bevorstehende Novellierung 1672-2 dieser Richtlinie ein. Wesentliche Kriterien dieser Entwicklungsaufgabe waren die Vermeidung offener Gewinde, die fließtechnische Optimierung der inneren Messzelle, die Vermeidung enger Austrittsspalte und einfache Reinigungs- und Wartbarkeit. Diese Entwicklung stellte hohe Anforderungen an das Designteam und vor allem auch an die Fertigungsvorbereitung.

Die Messzelle wurde integriert in ein Standard Ventilgehäuse der Firma GEA Tuchenhagen. Dies ermöglicht, das Viskosimeter mit wenigen Handgriffen z. B. für Wartungs- und Reinigungsarbeiten der Anlage aus dem Gehäuse zu entnehmen. Das Ventilgehäuse kann mit einem Deckel geschlossen werden, so dass die Anlage dann molchbar ist.

Die Messzelle kann in ihrer Standardversion in Ventilgehäuse mit Nennweiten zwischen DN 65 und DN 125 eingebaut werden, so dass sie in den Hauptproduktstrom integriert werden kann. Es ist keine zusätzliche Bypassleitung notwendig.

Die Prozessviskosimeter können je nach Bauform eingesetzt werden bis zu einer Temperatur von 300 °C und einem Druck von 160 bar. Der Viskositätsbereich reicht von wässrig dünnflüssigen Stoffen (3 mPas) bis zu zähflüssigen Medien (7.200.000 mPas). Grundsätzlich kann man sagen, dass für alle Medien, die durch eine Rohrleitung gepumpt werden können, auch eine Viskositätsmessung mit einem Covimat möglich ist.

Versuch das Auflösungsvermögens des Inline-Viskosimeters Covimat 205 CC in einer Rohrleitung mit NW 100 durch Variation einer Tensidzubereitung darzustellen.

Rohstoffe, die natürlichen Ursprungs sind, haben hohe Schwankungen in ihrer Zusammensetzung. Nur technisch hergestellte Rohstoffe sind mit geringen Schwankungsbreiten lieferbar.

Einer der stark schwankenden Parameter bei natürlichen Rohstoffen ist die Viskosität eines Rohstoffs. Ein Beispiel ist das Schafswollfett (Eucerit), das in einem Viskositätsbereich zwischen 7 Pas und 250 Pas natürlich vorkommt. Harze liegen in einem Bereich zwischen 2 Pas und 20 Pas.

Dies sind nur Beispiele, in welchem großem Schwankungsbreiten natürliche Rohstoffe vorkommen. Somit ist die Herstellung gleichbleibender Qualität (und Viskosität) immer ein

Prozess, der flexibel gesteuert werden muss. Eine kontinuierliche Viskositätsmessung ermöglicht das.

Zusätzlich zu diesen Schwierigkeiten der Herstellung von kosmetischen Produkten handelt es sich meistens um tensidhaltige Produkte.

Die Fragestellung war, ob bei der Herstellung die aktuelle Viskosität des Produkts überwacht und protokolliert werden kann, damit eine gleichbleibende Viskosität des Endprodukts erreicht werden kann.

Hierzu wurde bei einem Kosmetikhersteller in einer bestehenden Herstellungsanlage – während ein Umbau an verschiedenen Lagertanks durchgeführt wurde und somit eine Linie nicht im Herstellungsbetrieb eingesetzt werden konnte – das Gerät unter den normalen Betriebsbedingungen getestet.

Voraussetzung war eine bekannte handelsübliche Rezeptur und die dazu notwendigen Rohstoffe. Weiterhin war bekannt, auf welche Zusatzstoffe das Produkt reagiert. Die Dosierung und Steuerung der Anlage erfolgte über die vorhandene, hauseigene Anlagensteuerung

Es lässt sich folgendes feststellen:

Alle einzelnen Verfahrenseingriffe ließen sich eindeutig zuordnen und waren messtechnisch signifikant zu erkennen.

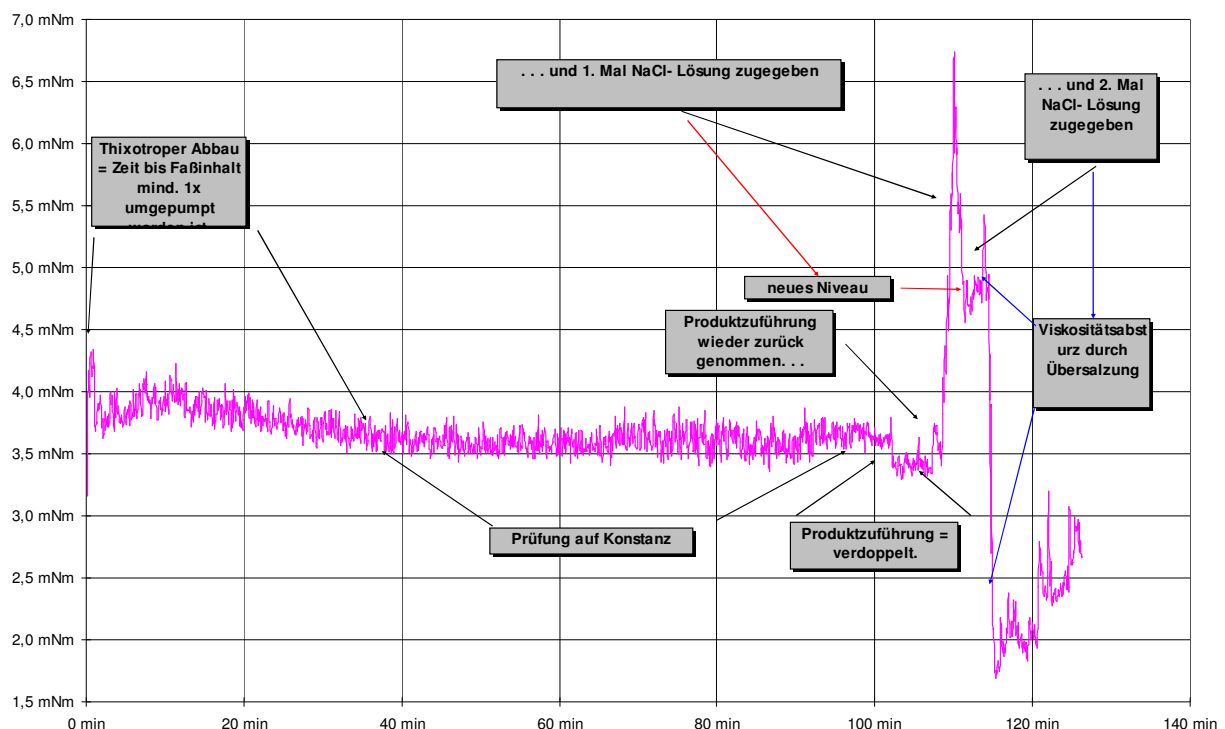
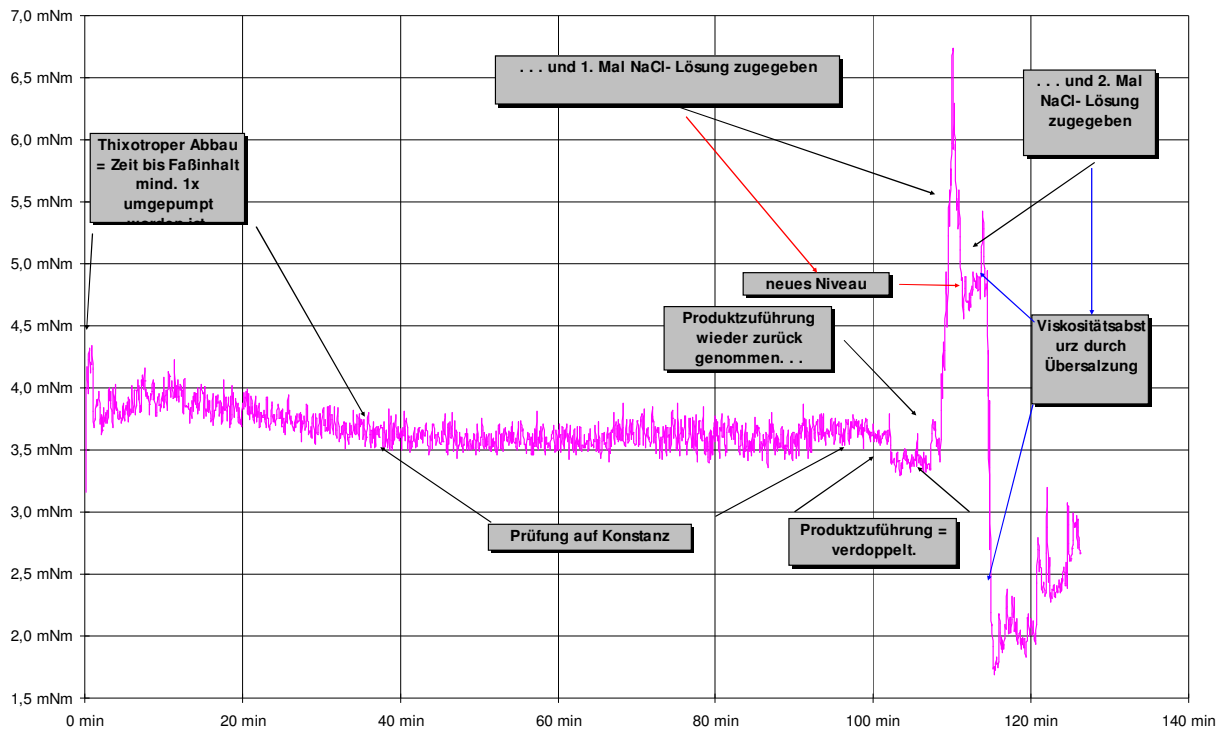


Abbildung 1

Die Viskosität errechnet sich aus den Größen Schergeschwindigkeit und Schubspannung. Die Schergeschwindigkeit ist abhängig von der Drehzahl des Messkörpers, die Schubspannung entspricht unter Berücksichtigung der geometrischen Verhältnisse in der Messzelle dem gemessenen Drehmoment.



In ist auf der X-Achse die Messzeit aufgetragen, auf der Y-Achse das aktuelle Drehmoment als „Rohsignal“. In Abbildung 2 ist das geglättete Signal dargestellt.

Interpretation der Messkurve

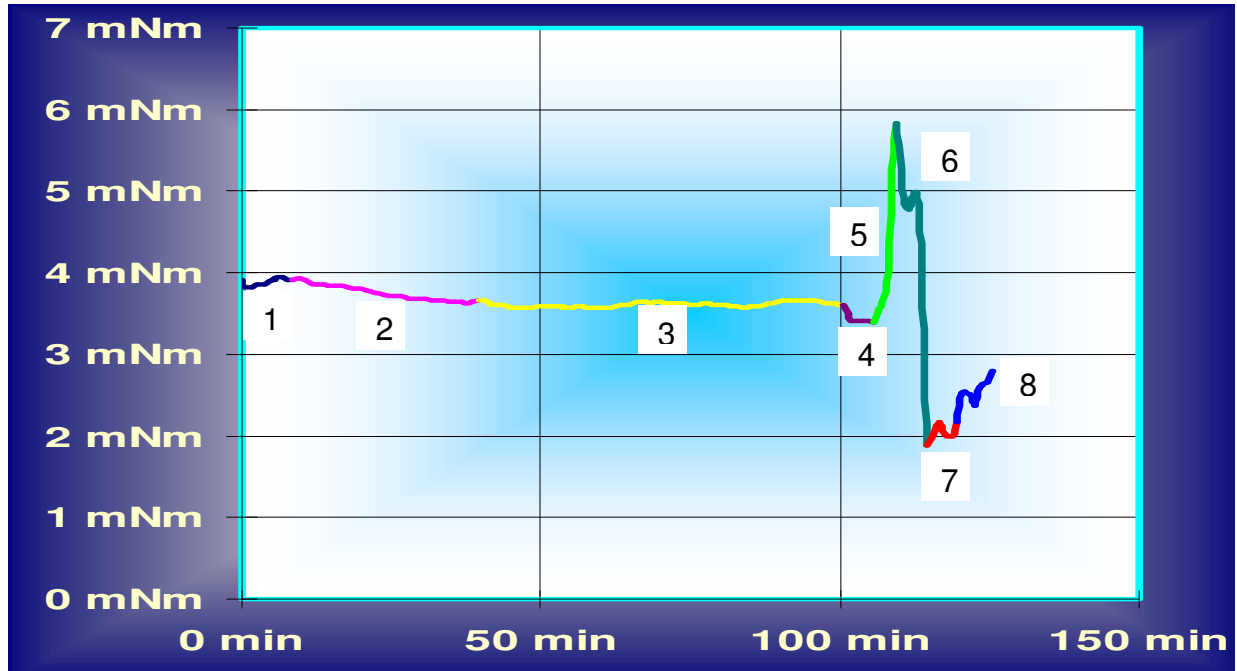


Abbildung 2

Der Einbau des Covimat CC erfolgte als Umlauf aus dem Boden des Mischbehälters in die vorhandene Rohrleitung NW 100 und dann am Ausgang der Ringleitung statt in die Abfüllstationen zurück in den Mischbehälter. Das Viskosimeter wurde in die Ringleitung eingebaut.

Im ersten Schritt [1] wurde der Einlauf in die Ringleitung getestet, man erkennt das Einströmen in die Ringleitung und das sich einstellende Viskositätssignal.

Durch das kontinuierliche Umpumpen des Produktes durch die Ringleitung und zurück in den Mischbehälter erfolgt ein thixotroper Abbau [2] auf ein konstantes Viskositätsniveau bei gleichbleibender Scherung [3].

Nun erfolgte die bewusste Beeinflussung des Produkts.

Phase 4 zeigt den Viskositätsabfall durch die Erhöhung der Pumpleistung. Eine Verdopplung der Pumpleistung, d. h. eine Erhöhung der Pump-Scherbelastung ergibt eine vertretbare Abnahme der Viskosität.

Phase 5 zeigt die Wirkung bei der doppelten maximal zulässigen Zugabe von Verdicker.

Phase 6 beschreibt die Wirkung der Übersättigung. Deutlich ist ein erster Viskositätseinbruch feststellbar, der sich noch einmal kurz erholt. Vermutlich ist diese davon abhängig bis eine vollständige Homogenisierung im Mischbehälter erreicht wird. Danach bricht das Produkt „zusammen“.

Phase 7: Nun erfolgte eine Übersalzung

Phase 8: Man erkennt die Erholung des Produkts durch Verdünnung.

Abschließend ist festzuhalten, dass das Produkt nicht die anfängliche Viskosität erreicht, was bei der starken bewussten Manipulation am Produkt nicht verwunderlich ist.

Zusammenfassung:

Der Covimat CC ist ein Inline-Viskosimeter, das zuverlässig und kostengünstig in der Produktion kosmetischer Produkte eingesetzt werden kann. Es entspricht den hygienischen Anforderungen und liefert mit Labormessungen vergleichbare Ergebnisse.

Es wurde gezeigt, dass mit einem in der Rohrleitung eingebauten Viskositätsmessgerät des Typ Covimat CC bei einem Tensid die einzelnen Verfahrensschritte während der Herstellung erfasst werden können. Alle gewünschten Betriebseinflüsse konnten messtechnisch eindeutig erfasst werden.

Lothar Gehm
proRheo GmbH
Bahnhofstr. 38
75 382 Althengstett
Tel. 07051-92489-0
www.prorheo.de
office@prorheo.de