

PCT WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
 Internationales Büro
 INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
 INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)



<p>(51) Internationale Patentklassifikation⁶ : G01N 22/04, B01J 8/24, 2/16, B01D 1/18, 1/00</p>	A1	<p>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 98/44341</p> <p>(43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 8. Oktober 1998 (08.10.98)</p>
<p>(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP98/01629</p> <p>(22) Internationales Anmeldedatum: 20. März 1998 (20.03.98)</p> <p>(30) Prioritätsdaten: 297 05 574.7 27. März 1997 (27.03.97) DE 197 23 995.1 6. Juni 1997 (06.06.97) DE</p> <p>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): GLATT GMBH [DE/DE]; Bühlmühle, D-79589 Binzen (DE).</p> <p>(72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): TONDAR, Mathias [DE/DE]; Bahnhofstrasse 10, D-79688 Hausen (DE). LUY, Bernhard [DE/DE]; Landsknechtstrasse 13, D-79102 Freiburg (DE). PRASCH, Armin [DE/DE]; Beethovenstrasse 20, D-79100 Freiburg (DE).</p> <p>(74) Anwälte: SCHMITT, Hans usw.; Dreikönigstrasse 13, D-79102 Freiburg (DE).</p>	<p>(81) Bestimmungsstaaten: JP, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).</p> <p>Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i></p>	

(54) Title: METHOD FOR MONITORING AND/OR CONTROLLING AND REGULATING A GRANULATION, AGGLOMERATION, INSTANTIZATION, COATING AND DRYING PROCESS IN A FLUIDIZED LAYER OR A FLUIDIZED BED BY DETERMINING PRODUCT MOISTURE, AND DEVICE FOR CARRYING OUT SAID METHOD

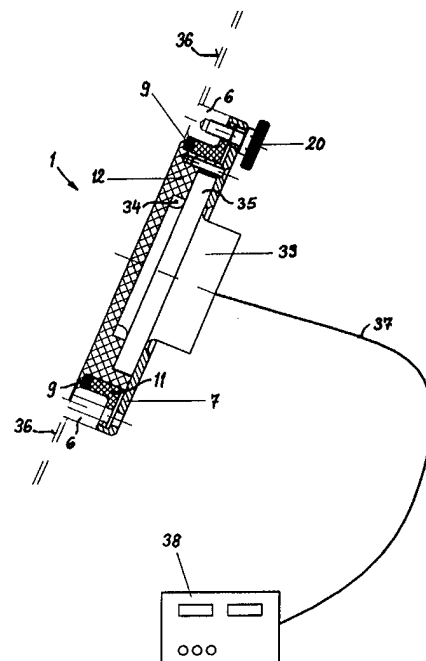
(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUM ÜBERWACHEN UND/ODER STEuern UND REGELN EINES GRANULATIONS-, AGGLOMERATIONS-, INSTANTISIERUNGS-, COATING- UND TROCKNUNGSPROZESSES IN EINER WIRBELSCHICHT ODER EINER BEWEGTEN SCHÜTTUNG DURCH BESTIMMUNG DER PRODUKTFEUCHTE SOWIE LUFTECHNISCHER APPARAT ZUR DURCHFÜHRUNG DES VERFAHRENS

(57) Abstract

The invention relates to a method and a device for monitoring and/or controlling and regulating a granulation, agglomeration, instantization, coating and drying process in a fluidized layer or a fluidized bed by determining product moisture. According to the inventive method, total product moisture is measured substantially and constantly in the seconds range, without contact, by electromagnetic radiation in the high frequency or microwave range, during at least one stage of the process. Vaporization is evaluated as a measure of total product moisture. Taking into account product temperature, the measuring result is used to maintain total product moisture within a pre-determinable range by altering the spray rate and/or the gas temperature and/or the volume flow, via a regulating circuit.

(57) Zusammenfassung

Ein Verfahren und eine Vorrichtung dienen zum Überwachen und/oder Steuern und Regeln eines Granulations-, Agglomerations-, Instantisierungs-, Coating- und Trocknungsprozesses in einer Wirbelschicht oder einer bewegten Schüttung durch Bestimmung des Produktfeuchte. Zumindest während eines Prozeßabschnittes wird dabei die Produktgesamtfeuchte weitgehend kontinuierlich im Sekundenbereich berührungslos mittels elektromagnetischer Strahlung im Hochfrequenz- oder Mikrowellenbereich durch Auswertung der Dämpfung als Maß für diese Produktgesamtfeuchte gemessen. Unter Berücksichtigung der Produkttemperatur wird das Meßergebnis verwendet, um über einen Regelkreis durch Verändern der Sprührate und/oder der Gastemperatur und/oder des Volumenstromes die Produktgesamtfeuchte in einem vorgebbaren Bereich zu halten.



LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidshon	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		
EE	Estland						

Verfahren zum Überwachen und/oder Steuern und Regeln eines Granulations-, Agglomerations-, Instantisierungs-, Coating- und Trocknungsprozesses in einer Wirbelschicht oder einer bewegten Schüttung durch Bestimmung der Produktfeuchte sowie lufttechnischer Apparat zur Durchführung des Verfahrens

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Überwachen und/oder Steuern und Regeln eines Granulations-, Agglomerations-, Instantisierungs-, Coating- und Trocknungsprozesses in einer Wirbelschicht oder einer bewegten Schüttung durch Bestimmung der Produktfeuchte.

Zum Stand der Technik sind indirekte Verfahren zur Bestimmung der Produktfeuchte, beispielsweise über eine Bilanzierung der Ein- und Ausgangsströme bekannt, woraus die Produktfeuchte ermittelt wird. Gemessen werden die Zu- und Abluftbedingungen (Temperatur und Feuchte) sowie der Volumenstrom der Zu- und Abluft und die Sprührate. Aus vielen verschiedenen Meßstellen (Minimum sieben Meßgrößen) resultiert eine entsprechend große Anzahl an Meßfehlern und dadurch eine nicht exakt zu bestimmende Produktfeuchte. Probleme ergeben sich insbesondere bei Prozessen die eine schnelle Regelung erfordern, beispielsweise die Erfassung des Abschaltpunktes für das Sprühen beim Granulieren. Eine indirekte Messung der Produktumgebungsfeuchte kann durch einen kapazitiv messenden Fühler der direkt im Wirbelbett positioniert ist, erfolgen. In der Regel ist der eigentliche Meßfühler mit einer wasserdampfdurchlässigen Schutzkappe umgeben, durch die der Wasserdampf diffundieren muß, der dann entsprechend vom Fühler detektiert wird.

Problematisch ist hierbei, das es sich dabei um ein träges Meßverfahren handelt. Beim Granulieren wird sich in der Produktumgebung stets eine nahezu mit Wasser gesättigte Luftatmosphäre einstellen, die am Sensor zu Kondensation führen

kann (sog. Überfeuchten des Fühlers). Das kondensierte Wasser braucht wesentlich länger, bis es über die Schutzkappe wieder nach außen abgegeben wird. Während dieser Zeit liegt das Meßsignal stets bei 100 % Luftfeuchtigkeit.

5 Weiterhin können Verschmutzungen des Sensors zu erheblichen Fehlmessung führen. Außerdem ist infolge der teilweise stark abrasiven Kräfte durch das fluidisierte Produkt eine nur geringe Standzeit des Sensor vorhanden.

10 Mit Hilfe der NIR-Spektroskopie kann nur die Oberflächenfeuchte gemessen werden. Es ist hierbei in der Regel ein sehr hoher Kalibrieraufwand und eine aufwendige mathematische Auswertung und Mittelung des Meßsignals erforderlich.

15 Der IR-Sensor kann in der Wirbelschicht nur über ein wandbündiges Fenster integriert werden, so daß sich Probleme durch Zusetzen des Fensters ergeben, weil dies zur sofortigen Reflexion der Strahlung führt. Eine Messung ist dann ausgeschlossen.

Weiterhin ist durch die kurze Wellenlänge und die dadurch vorhandene, hohe Reflexion der Strahlung keine Eindringtiefe in die Wirbelschicht beziehungsweise das Produkt vorhanden.
20 Es kann also nur die Oberflächenfeuchte erfaßt werden.

Schließlich sind noch die Abhängigkeit des Meßsignals von der Korngröße und von der Schüttdichte und die Abhängigkeit des Meßsignals vom Farbwechsel und der daraus resultierende hohe Kalibrieraufwand nachteilig.

25

Eine Feuchtemessung kann auch über eine Impedanzmessung mit zwei Elektroden auf elektrisch isolierenden Substrat (PTFE), die über eine feuchteempfindliche Schicht eines elektrolytischen Festkörpers (Wasserdampf durchlässig) elektrisch leitend
30 miteinander verbunden sind, erfolgen. Gemessen wird eine Gleichgewichtsfeuchte, die sich in der Produktumgebung einstellt. Die direkte Produktfeuchte wird nicht gemessen. Die Standzeit des Sensors in der Wirbelschicht ist sehr unbefriedigend.

Weiterhin ist es bekannt, die Größen Zu- und Ablufttemperatur,

Volumenstrom, Zu- und Abluftfeuchte und die Sprühdrate zu erfassen. Über diese Größen sind in der Regel jedoch nur indirekte Informationen über das tatsächliche Produkt bzw. den sich im Produkt einstellenden Wassergehalt zu erwarten.

5 Sichere Aussagen sind in der Regel nur mit Offline-Meßverfahren wie Trockengewichtsbestimmung, Vakuum-Trockenschrank, Exsikkator-methode, Infrarotwaage oder durch die Karl-Fischer-Titration möglich.

Diese Verfahren sind jedoch sehr zeitaufwendig und erfordern
10 für eine Feuchtebestimmung einen Zeitaufwand von 10 min bis zu einem halben Tag, so daß diese Methoden keine prozeß-begleitenden Aussagen ermöglichen.

Eine weitere Möglichkeit das Ergebnis bzw. den Verlauf eines Granulationsprozesses zu erfassen, stellt die Möglichkeit dar,
15 die Partikelgröße bzw. die Korngrößenverteilung während eines Prozesses direkt zu bestimmen bzw. zu messen.

Die dafür bekannten Verfahren, wie Ultraschallmessung oder Laser-Beugungs-Spektroskopie, sind gekennzeichnet durch einen sehr hohen apparativen Aufwand und durch äußerst komplizierte
20 mathematische und statistische Auswerteverfahren.

Für die Messung sind in der Regel definierte Meßstrecken, z.B. ein definierter Bypass für das Produkt erforderlich, wodurch ein Einsatz direkt in der Wirbelschicht nicht möglich ist.

Eine Reproduzierbarkeit des Verfahrens ist in der Regel nur
25 bedingt gegeben.

Bei allen bekannten Verfahren zum Steuern beziehungsweise Regeln der eingangs erwähnten Prozesse ist nachteilig, daß sie entweder zu träge und/oder zu störanfällig und/oder nicht genau genug sind und daher nur für bestimmte Produkte eine begrenzte
30 Praxistauglichkeit vorhanden ist.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren der eingangs erwähnten Art sowie eine Vorrichtung zu schaffen, wobei zuverlässig unter den bei solchen Prozessen herrschenden, erschwerten Bedingungen insbesondere hinsichtlich der Zugänglich-

keit des Produkts, der Verschmutzung und der Standzeit des Sensors und dergleichen, mit hoher Meßgenauigkeit die Produktfeuchte gemessen und diese Meßgröße zum Steuern beziehungsweise Regeln des Prozesses verwendbar ist. Insbesondere soll diese

5 Feuchtemessung ein Ergebnis liefern, daß direkt als Maß für bestimmte Produkteigenschaften verwendbar ist.

Außerdem soll die Messung auch für unterschiedliche Produkte ohne aufwendige Anpassung und Kalibrierung anwendbar sein.

10 Zur Lösung dieser Aufgabe wird vorgeschlagen, daß zumindest während eines Prozeßabschnittes die Produktgesamtfeuchte weitgehend kontinuierlich zumindest im Sekundenbereich, berührungslos mittels elektromagnetischer Strahlung im Hochfrequenz- oder Mikrowellenbereich durch Auswertung der

15 Dämpfung als Maß für diese Produktgesamtfeuchte gemessen und unter Berücksichtigung der Produkttemperatur über einen Regelkreis durch Verändern der Sprütrate und/oder der Gastemperatur und/oder des Volumenstromes in einem vorgebbaren Bereich gehalten wird.

20 Der Erfindung liegt die Erkenntnis zugrunde, daß die Produktgesamtfeuchte und damit sowohl die Oberflächenfeuchte als auch die Feuchte, die im Produktinneren in den Kapillaren oder den Hohlräumen eines Granulatkorns vorliegt, eine Schlüsselinformation ist, über die eine exakte Beeinflussung des

25 jeweiligen Prozesses möglich ist.

Mit Hilfe der an sich bekannten Feuchtemessung mittels elektromagnetischer Strahlung stehen Meßdaten über die tatsächlich gerade vorhandene Produktgesamtfeuchte zur Verfügung, die somit unmittelbar als prozeßbegleitende Meßgröße zur Regelung

30 des gerade ablaufenden Prozesses, also "online", verwendet werden können.

Durch das kontinuierliche on-line Erfassen der Produktfeuchte erhält man zum Beispiel bei einem Granulationsprozeß eine reproduzierbare Korngrößenverteilung, wobei die Produkt-

gesamtfeuchte praktisch ein direktes Maß für die Korngrößenverteilung ist.

Nachfolgende Ausführungen verdeutlichen die Zusammenhänge zwischen Produktgesamtfeuchte und bestimmten Produkteigenschaften.

Über die Grenzflächenkräfte und den Kapillardruck an freibeweglichen Flüssigkeitsoberflächen besteht zwischen den Produktkörnern der erforderliche Zusammenhalt für die Granulatbildung aus mehreren Körnern. Dabei muß unterschieden werden, ob die

Hohlräume zwischen einzelnen Körnern nur teilweise (Ausbildung von Flüssigkeitsbrücken zwischen den Körnern) oder vollständig mit Flüssigkeit ausgefüllt sind (Ausbildung kapillarer Haftkräfte). Ebenso können mehrere Feststoffkörner mit einer vollständigen Flüssigkeitshaut umgeben sein, wodurch Oberflächen-

spannungskräfte zu einer Anlagerung mehrerer Tropfen führen können. Als Folge dieser Mechanismen entsteht beim Feuchtgranulieren sowohl eine definierte Kornvergrößerung als auch eine definierte Zerkleinerung bereits entstandener Granulate.

Neben produktspezifischen Eigenschaften, wie zum Beispiel Benetzbarkeit, Porosität und Hygroskopizität, geht ein wesentlicher Einfluß auf die Granulation vom absoluten Gehalt an Produktfeuchte aus. Die Produktfeuchte ergibt sich infolge der eingestellten Sprührate und der Trocknungsleistung im Verlauf der Granulation. (Zwischen der Partikelgröße, der Sprührate und dem Partikel-(Korn)).

Für das Größenwachstum und damit auch für die Korngrößenverteilung der Granulation, besteht für eine Feuchtgranulation im wesentlichen über die zum Austausch zur Verfügung stehende Partikeloberfläche folgender funktionaler Zusammenhang:

Die Granulation erfolgt durch Anhaften von noch nicht oder weniger stark granulierten Partikeln an der noch feuchten Partikeloberfläche anderer meist größerer Partikel.

Je größer die volumenbezogene Partikeloberfläche (d.h. je kleiner die Partikel) desto größer die Trocknungsleistung. Je größer

die Partikel, desto geringer die volumenbezogene Partikeloberfläche und desto kleiner wird die Trocknungsleistung. Gegen Ende der Granulation kommt es bei konstanter Sprühdrate dadurch leicht zu einer Überfeuchtung des Produkts, was zu unkontrollierter Agglomeration und Prozeßabbruch führen kann. Die Produktgesamtfeuchte stellt damit einen wesentlichen Parameter zum Steuern und Regeln eines Granulationsprozesses dar. Aufgrund des dargestellten Zusammenhangs resultiert ein reproduzierbarer Granulationsmechanismus. Die Produktfeuchte ist demnach ein direktes Maß. Das produktbezogene Ergebnis kann über die Korngrößenverteilung charakterisiert werden.

Es besteht auch die Möglichkeit, daß über die Messung der Produktgesamtfeuchte bei einem Granulierungs-/Coating-Prozeß die maximal zulässige Produktfeuchte für das Aufrechterhalten einer stabilen und homogenen Verwirbelung, und/oder eine vorgebbare, konstante Produktgesamtfeuchte geregelt und/oder der Granulationsendpunkt bestimmt wird.

Weiterhin besteht die Möglichkeit, daß über die Messung der Produktgesamtfeuchte bei einem Trocknungsprozeß das Prozeßende beim Trocknen auf einen gewünschten Endfeuchtegehalt bestimmt wird. Diese Möglichkeit ist insbesondere dann anwendbar, wenn die Trocknung die letzte Phase eines Granulationsprozesses zum Erreichen einer vorgegebenen Endfeuchte darstellt.

Schließlich kann durch die Messung der Produktgesamtfeuchte ein vorbestimmbarer Feuchteverlauf über eine direkte Korrelation von Sprühdrate und Produktfeuchte geregelt werden.

Besondere Vorteile ergeben sich auch beim Einsatz im Rahmen des sogenannten "Scale-up". Dabei wird bei einer Kalibrierung im Rahmen eines im Labormaßstab eingestellten Prozesses und darauf basierender Anpassung des Verfahrens auf einen tatsächlichen Produktionsmaßstab, die Einstellung der Sprühdrate ausschließlich über die Messung der Produktgesamtfeuchte als

apparateunabhängige Größe vorgenommen.

Insbesondere bei diesem Scale-up steht mit der mittels elektromagnetischer Strahlung gemessenen Produktgesamtfeuchte eine apparate-unabhängige Größe zur Verfügung, die als Maß die Übertragung der Prozeßbedingungen vom Kleinmaßstab zum Großmaßstab ermöglicht.

Die Erfindung betrifft auch einen lufttechnischen Apparat, insbesondere eine Wirbelschichtapparatur mit einem Behälter und einem Dichtverschluß, der ein in eine Behälterwand-Öffnung einsetzbares Verschlußteil mit einem Trägerkörper aufweist. Dieser Apparat ist dadurch gekennzeichnet, daß der Trägerkörper des Dichtverschlusses Teil eines Sensorhalters oder dergleichen Einbauteil ist und daß als Einbauteil ein Feuchtesensor vorgesehen ist, der als Mikrowellensensor ausgebildet ist.

Mit einem solchen lufttechnischen Apparat läßt sich das Verfahren besonders gut durchführen. In Verbindung mit dem vorgesehenen Dichtverschluß läßt sich der Sensor auf einfache Weise nachträglich noch nachrüsten.

Bevorzugt kommt hierbei ein Dichtverschluß zum Einsatz, der einen tottraumfreien Abschluß ermöglicht.

Zweckmäßigerweise ist dabei der Mikrowellensensor zu der Behälterwand etwa Innenwand-bündig in dem Dichtverschluß angeordnet, wobei der Trägerkörper vorzugsweise als mit der Behälter-Innenwand etwa bündig abschließende, vorzugsweise aus Polytetrafluoräthylen bestehende Schutzkappe für den Sensor ausgebildet ist.

Bei Verwendung eines Mikrowellensensors sind in vorteilhafter Weise spezielle Probennahmeverrichtungen oder Abdeckungen nicht erforderlich.

Der Einsatz des Mikrowellensensors in Verbindung mit dem tottraumfreien und leicht demontierbaren Dichtverschluß hat den wesentlichen Vorteil, daß die Anlage und die eingesetzten Komponenten - Dichtverschlüsse, Sensoren - leicht reinigbar

sind. Durch die Verwendung eines Mikrowellensensors ist ein direkter Eingriff in das Wirbelbett nicht erforderlich.

Der Sensor, der zum Beispiel als Planarsensors ausgebildet sein kann, läßt sich wandbündig in der Behälterwand in gleicher Weise wie ein Bullauge montieren.

Zusätzliche Ausgestaltungen der Erfindung sind in den weiteren Unteransprüchen aufgeführt. Nachstehend ist die Erfindung mit ihren wesentlichen Einzelheiten anhand der Zeichnungen noch näher erläutert.

Es zeigt:

Fig.1 eine Seitenansicht einer Wirbelschichtapparatur mit einem Dichtverschluß sowie einem Mikrowellensensor und

Fig.2 eine Schnittdarstellung der Behälterwand entsprechend dem Bereich "X" in Figur 1, mit einem Dichtverschluß und einem Sensor.

Fig. 1 zeigt als lufttechnischen Apparat eine Wirbelschichtapparatur 24, bestehend im wesentlichen aus einem Oberteil mit einem Filtergehäuse 25 sowie einem Materialbehälter 26 und einem Unterteil 27, bei dem sich auch eine Luftzufuhr 28 befindet. An dem Unterteil 27 erkennt man noch Anpreßzylinder 29 zum Verschließen der Anlage, wobei der Materialbehälter 26 gegen das Filtergehäuse 25 gepreßt wird. Die bei der Luftzufuhr 28 zugeführte Luft gelangt über das Unterteil und einen Sieb- oder Anströmboden 30 in den Materialbehälter 26 sowie das Filtergehäuse 25. Bei entsprechendem Luftdurchsatz bildet sich in dem Materialbehälter und dem Filtergehäuse ein Wirbelbett aus dem im Behälter befindlichem, zu behandelnden Material. Im oberen Bereich des Filtergehäuses 25 befinden sich strichli-

niert angedeutete Filter 31, auf deren Reingasseite sich eine Abluftführung 32 befindet.

An dem Materialbehälter 26 ist ein Dichtverschluß angeordnet, der einen Trägerkörper 12 als Teil eines Sensorhalters aufweist.

5 In dem Ausführungsbeispiel nach Fig. 2 ist der Trägerkörper 12 mit einem als Mikrowellensensor ausgebildeten Feuchtesensor 33 verbunden.

10 Im Ausführungsbeispiel gemäß Fig. 2 weist der Trägerkörper 12 des Dichtverschlusses 1 eine Aufnahmeöffnung 34 auf, in die der Feuchtesensor 33 von der Außenseite her eingesetzt ist. Der Sensor weist einen Befestigungsflansch 35 auf, an dem er durch den lösbaren Deckflansch 7 gehalten ist.

15 Der Trägerkörper 12 bildet für den Sensor 33 eine Schutzkappe und ist zur Behälterinnenseite 36 hin dicht geschlossen. Gut zu erkennen ist in Fig. 2 auch, daß die Innenseite des Trägerkörpers etwa bündig mit der Behälterinnenseite 36, d.h. mit dieser im wesentlichen fluchtend abschließt. Die Behälterinnenwand ist dadurch praktisch kontinuierlich fortgeführt, ohne daß störende Teile ins Behälterinnere ragen. Bei dem
20 Mikrowellen-Feuchtesensor 33 kann noch ein Temperatursensor angeordnet sein. Der oder die Sensoren sind über elektrische Kabel 37 mit einer Auswerteeinrichtung 38 verbunden, die Teil einer Prozeßsteuerung sein kann.

25 Mit dem Feuchtesensor können Granulations-, Agglomerations-, Pelletisierungs-, Instantisierungs-, Coating- und Trocknungsprozesse in einer Wirbelschicht oder in einem sogenannten Eintopfgranulator überwacht werden. Die Produktfeuchte stellt eine wichtige Prozeßgröße dar. Sie dient zur Überwachung beispielsweise der maximal zulässigen Produktfeuchte für ein
30 Aufrechterhalten einer stabilen und homogenen Verwirbelung, oder einer geeigneten konstanten Feuchte für gleichmäßige Granulation oder als Maß für das Prozeßende beim Trocknen auf einen gewünschten Endfeuchtegehalt. Mit Hilfe des Mikrowellen-Feuchtesensors 33 ist eine Online-Produktfeuchtemessung möglich,

durch die unter anderem eine höhere Sprührate und dadurch ein erhöhter Durchsatz möglich ist.

Ein geeigneter Sensor kann in Form eines Planarsensors mit einem
5 PTFE-Abschluß ausgebildet sein, der sich wandbündig in der
Behälterwand der Wirbelschichtapparatur in gleicher Weise wie
ein Bullauge montieren läßt. Dies ermöglicht sehr einfach eine
Nachrüstung bestehender Anlagen. Spezielle Probennahmever-
richtungen oder Abdeckungen sind nicht erforderlich. Der Sensor
10 kann über Standardflansche wie sie auch für Bullaugen und
Sprühdüsenhalterungen verwendet werden, leicht integriert werden.
Daraus ergibt sich ein wesentlicher Vorteil des Sensors: Aufgrund
der schwierigen Reinigbarkeit großer Wirbelschichtanlagen und
der Tatsache, daß in der Pharmazie teilweise hochwirksame,
15 gesundheitsgefährdende Substanzen verarbeitet werden ist es
wichtig, die Anlagen inklusive deren gesamter Zusatzkomponenten
möglichst vollständig automatisch und geschlossen zu reinigen
(**C**leaning-**I**n-**P**lace, CIP-Reinigung). Die Anlage und die
eingesetzten Komponenten müssen möglichst tottraumfrei und leicht
20 reinigbar sein. Aus diesem Grund scheiden sämtliche Sensoren,
die direkt in das Wirbelbett gebracht werden müssen und die
über Diffusion von Wasserdampf den Produktfeuchtegehalt
bestimmen, aus. Der berührungslos messende Mikrowellensensor
kann über ein spezielles Dichtsysteme mit der Behälterwand
25 tottraumfrei abgedichtet werden und kann durch die Abdeckung
mit einer Teflonkappe ohne Ecken und Kanten ähnlich wie ein
Bullauge vollständig gereinigt werden.

Bei der Messung der Produktgesamtfeuchte mittels elektro-
30 magnetischer Strahlung im Hochfrequenz- oder Mikrowellenbereich
ist eine bestimmte Eindringtiefe der Strahlung in die Wirbel-
schicht vorhanden und in Abhängigkeit der Produktfeuchte stellt
sich eine feuchteabhängige Resonanzfrequenz und eine ent-
sprechende Dämpfung der Strahlung ein.

Die Feuchte wird über einen im Bereich der Hochfrequenz kleiner als 100 MHz oder auch im Mikrowellenbereich arbeitenden Sensor gemessen. Dadurch wird eine geeignete Eindringtiefe in die Wirbelschicht erreicht. Es wird die tatsächliche Feuchte eines Partikels auf der Partikeloberfläche und im Inneren des Partikels gemessen (wichtig für Granulationsprozesse). Das Meßsignal ist im wesentlichen nur vom Feuchtegehalt der Partikel und der Produkttemperatur abhängig. Es kann sich z.B. bei hohen Temperaturen und geringer Produktfeuchte eine höhere Dämpfung ergeben als bei der gleichen Produktfeuchte und einer niedrigeren Temperatur. Dieser Einfluß kann jedoch dadurch kompensiert werden, indem bei verschiedenen Temperaturen (z.B. 20 °C, 40 °C, 60 °C und 80 °C) eine Kalibrierkurve hinterlegt wird, auf die während der Messung in Abhängigkeit der gemessenen Produkttemperatur entsprechend zugegriffen wird. Dafür kann eine entsprechende Regelung entwickelt werden.

Andererseits kann beim Trocknen der Einfluß der Temperatur insofern vernachlässigt werden, daß lediglich eine 2-Punkteichung durchgeführt wird (charakterisiert Ausgangsfeuchte und gewünschte Endfeuchte), so daß das am Ende gemessene Signal unabhängig von der Temperatur immer den gewünschten Endwert detektiert. Beim Granulation ist dagegen mit einer nahezu konstanten Temperatur (Kühlgrenztemperatur) zu rechnen. Der Temperatureinfluß kann dadurch vernachlässigt werden und es wird dadurch eine Eichung mit mehreren Punkten möglich, z.B. mit fünf Referenzpunkten.

Ein direkter Einfluß der Korngrößen in dem für Wirbelschichtprozesse typischen Bereich von 0,2 mm bis 20 mm ist nicht zu erwarten. Jedoch führt eine unterschiedliche Korngröße oder eine unterschiedliche Verteilung derselben zu einer veränderten Schüttdichte in der Wirbelschicht, welche einen Einfluß auf das Meßsignal hat. Der Einfluß einer unterschiedlichen Dichte kann jedoch im Rahmen einer geeigneten Kalibrierung und durch

gleichzeitiges Erfassen der Resonanzfrequenz und der Dämpfung kompensiert werden.

Die Resonanzfrequenz bezieht sich auf die gesamte Wirbelschicht bzw. auf Teile derselben und nicht auf ein einzelnes Partikel.

5 Aufgrund der guten Durchmischung in einer Wirbelschicht ist dieser Summenparameter repräsentativ für die Produktfeuchte.

Ein bestimmter Schichtaufbau (typisch für Wirbelschichten) auf dem Sensor kann aufgrund der Eindringtiefe der Strahlung in bestimmten Grenzne toleriert werden. Dies stellt einen

10 wesentlichen Unterschied zu den anderen Verfahren dar.

Durch die Eindringtiefe der elektromagnetischen Strahlung in das Produkt kann zwischen einer "feuchten Granulation" und einer "trockenen Granulation" während des Prozesses unterschieden werden.

15

Zum Kalibrieren eines mit elektromagnetischen Wellen arbeitenden Meßfühlers ist prinzipiell eine 2-Punkt- oder Mehrpunkt-, zum Beispiel 5-Punkt-Eichung möglich. Kalibriert wird direkt in der Prozeßanlage mit realem Produkt und realistischen Prozeßbedingungen, wobei diese müssen noch nicht optimiert sein müssen.

20

Es wird eine Meßkurve während des Prozesses aufgenommen und gegen eine genaue offline-Referenz (z.B. Trockengewichtsbestimmung über Waage) abgeglichen. Somit ergibt sich eine Korrelation zwischen elektronischen Meßsignal und der offline gemessenen Produktfeuchte. Die während des tatsächlichen Prozesses dann online gemessenen Produktfeuchten ergeben sich aufgrund dieser Kalibrierkurve.

25

Beim Scale-up kann man sich jeweils an der bereits ermittelten Kalibrierkurve orientieren und diese in einem ersten Kalibrierprozeß überprüfen und gegebenenfalls neu hinterlegen. Ein

30

zusätzlicher Kalibrier- oder statistischer Interpretationsaufwand ist nicht erforderlich.
Kurz zusammengefaßt ergeben sich folgende wesentlichen Vorteile des Verfahrens:

höhere Sprühdrate und dadurch erhöhter Durchsatz
Prozeß übertragbar nahezu unabhängig von der Zuluftbedin-
gungen (gut geeignet für Scale-up)

5 ideale Übertragung ermittelter Laborprozesses auf eine
Prozeßanlagen

gute Reinigbarkeit bei CIP-Prozessen

10

/Ansprüche

Ansprüche

1. Verfahren zum Überwachen und/oder Steuern und Regeln eines Granulations-, Agglomerations-, Instantisierungs-, Coating- und Trocknungsprozesses in einer Wirbelschicht oder einer bewegten Schüttung durch Bestimmung der Produktfeuchte, **dadurch gekennzeichnet**, daß zumindest während eines Prozeßabschnittes die Produktgesamtfeuchte weitgehend kontinuierlich zumindest im Sekundenbereich berührungslos mittels elektromagnetischer Strahlung im Hochfrequenz- oder Mikrowellenbereich durch Auswertung der Dämpfung als Maß für diese Produktgesamtfeuchte gemessen und unter Berücksichtigung der Produkttemperatur über einen Regelkreis durch Verändern der Sprühdrate und/oder der Gastemperatur und/oder des Volumenstromes in einem vorgebbaren Bereich gehalten wird.
5
10
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß über die Messung der Produktgesamtfeuchte bei einem Granulierungs-/Coating-Prozeß die maximal zulässige Produktfeuchte für das Aufrechterhalten einer stabilen und homogenen Verwirbelung, und/oder eine vorgebbare, konstante Produktgesamtfeuchte geregelt und/oder der Granulationsendpunkt bestimmt wird.
15
20
25
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß über die Messung der Produktgesamtfeuchte bei einem Trocknungsprozeß das Prozeßende beim Trocknen auf einen gewünschten Endfeuchtegehalt bestimmt wird.
30
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß über die Messung der Produktgesamtfeuchte bei einem Granulierungsprozeß eine mit der Produktgesamtfeuchte etwa korrelierende, reproduzierbare

Korngrößenverteilung durch Verändern der Sprütrate und/oder der Gastemperatur und/oder des Volumenstromes in einem vorgebbaren Bereich gehalten wird.

- 5 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, über die Messung der Produktgesamtfeuchte ein vorbestimmbarer Feuchteverlauf über eine direkte Korrelation von Sprütrate und Produktfeuchte geregelt wird.
- 10 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß bei einer Kalibrierung im Rahmen eines im Labormaßstab eingestellten Prozesses und darauf basierender Anpassung des Verfahrens auf einen tatsächlichen Produktionsmaßstab, die Einstellung der Sprütrate unter Zuhilfenahme von Meßwerten der Produktgesamtfeuchte als apparateunabhängige Größe erfolgt.
- 15
- 20 7. Lufttechnischer Apparat, insbesondere Wirbelschichtapparatur mit einem Behälter und einem Dichtverschluß, der ein in eine Behälterwand-Öffnung einsetzbares Verschlußteil (2) mit einem Trägerkörper (12) aufweist, zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Trägerkörper (12) des Dichtverschlusses Teil eines Sensorhalters oder dergleichen Einbauteil ist und daß als Einbauteil ein Feuchtesensor (33) vorgesehen ist, der als Mikrowellensensor ausgebildet ist.
- 25
- 30 8. Lufttechnischer Apparat nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Trägerkörper (12) vorzugsweise eine Höhlung (34) zur Aufnahme des Mikrowellensensors (33) oder dergleichen Einbauteil aufweist und daß ein lösbarer Deckflansch (7) zum lösbaren Halten des Einbauteiles vorgesehen ist.

9. Lufttechnischer Apparat nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Mikrowellensensor (33) zu der Behälterwand etwa Innenwand-bündig in dem Dichtverschluß (1) angeordnet ist, daß der Trägerkörper (12) vorzugsweise als mit der Behälter-Innenwand etwa bündig abschließende Schutzkappe für den Sensor ausgebildet ist, die vorzugsweise aus Polytetrafluoräthylen (PTFE) besteht.
10. Lufttechnischer Apparat nach einem der Ansprüche 8 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Mikrowellensensor (33), bezogen auf eine vorgegebene Ruhebett-Schütthöhe des jeweiligen Produktes innerhalb des Behälters (25,26), in einer Höhe von etwa bis zum Zweifachen der Ruhebett-Schütthöhe, vorzugsweise am oberen Randbereich des Ruhebettes innerhalb von dessen Ruhebett-Schütthöhe, angeordnet ist.

Fig. 1

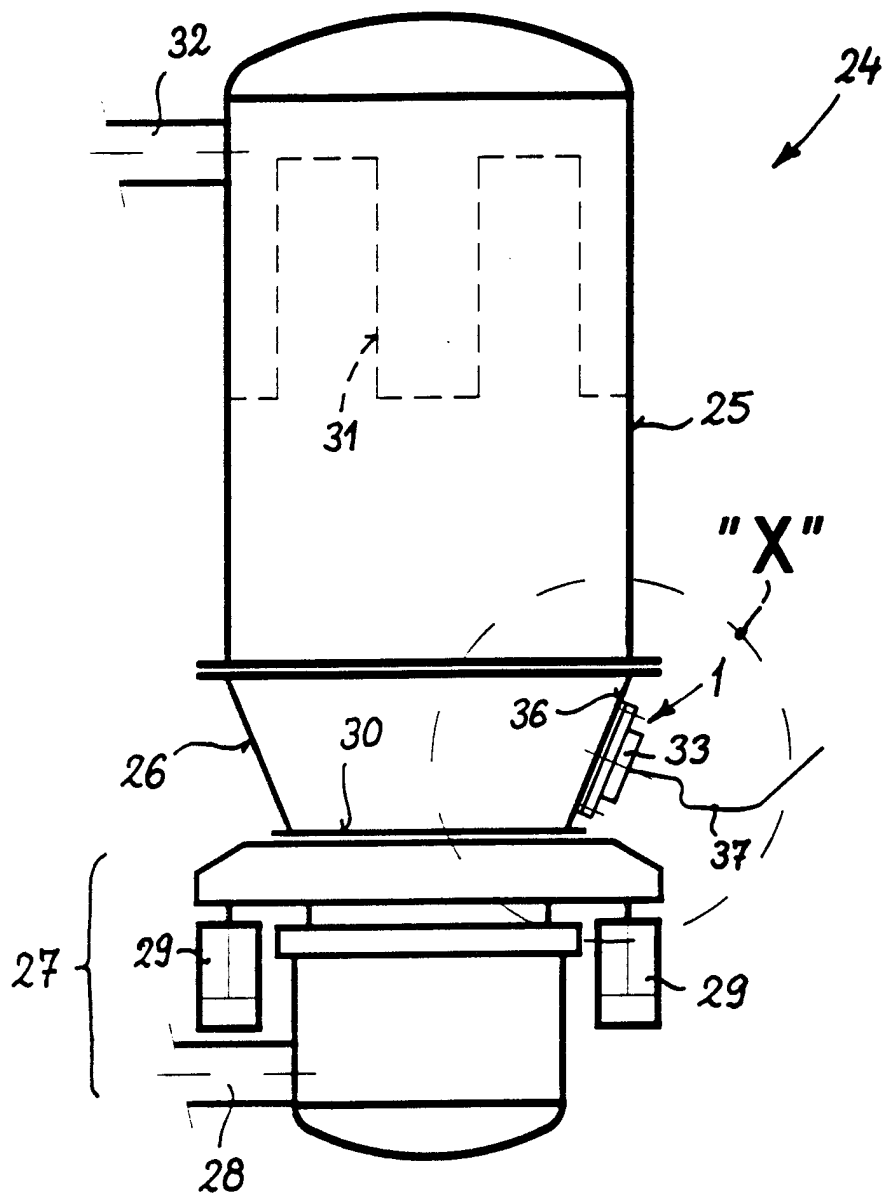
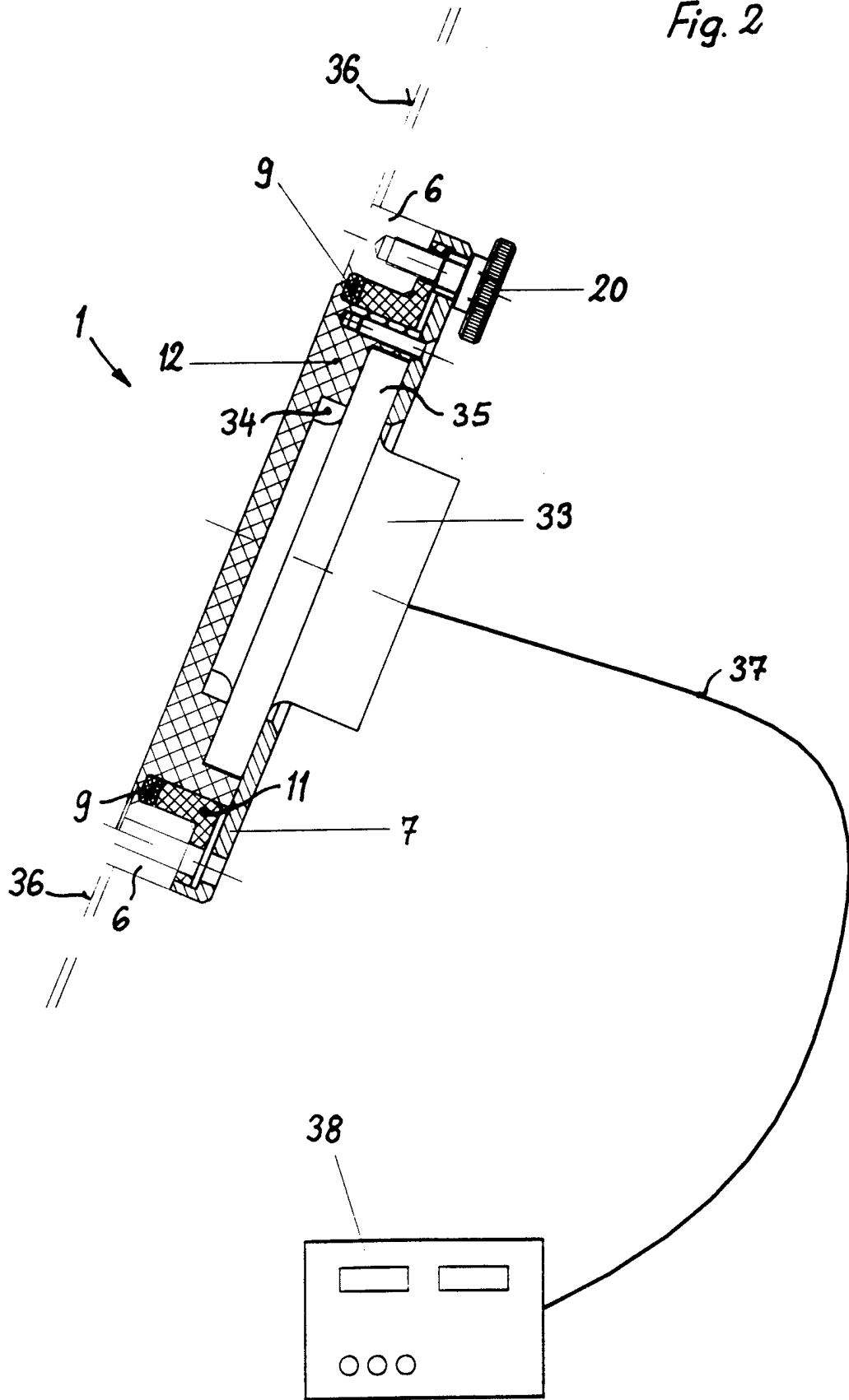


Fig. 2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. ional Application No

PCT/EP 98/01629

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 6 G01N22/04 B01J8/24 B01J2/16 B01D1/18 B01D1/00

According to International Patent Classification(IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 G01N B01J B01D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 403 820 A (GLATT GMBH) 27 December 1990 see page 2, line 1 - line 11 see page 3, line 20 - line 52 see page 6, line 3 - line 31 see page 7, line 13 - line 37 ---	1-4, 6, 7
A	HAUSCHILD T ET AL: "DENSITY MONITORING IN CIRCULATING FLUIDIZED BEDS USING A MICROWAVE SENSOR" PROCEEDINGS OF THE 23RD. EUROPEAN MICROWAVE CONFERENCE, MADRID, SEPT. 6 - 9, 1993, 6 September 1993, EUROPEAN MICROWAVE CONFERENCE MANAGEMENT COMMITTEE, pages 260-262, XP000629927 see page 260 --- -/--	1

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

3 July 1998

Date of mailing of the international search report

10/07/1998

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Hulne, S

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 98/01629

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DE 44 28 978 A (WEISSHEIMER FRIEDR MALZFAB) 30 March 1995 see column 5, line 7 - line 33; claim 14 -----	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

International Application No

PCT/EP 98/01629

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0403820	A	27-12-1990	US 4967486 A	06-11-1990
			DE 69002882 D	30-09-1993
			DE 69002882 T	20-01-1994
			DK 403820 T	10-01-1994
			JP 3143541 A	19-06-1991
<hr/>				
DE 4428978	A	30-03-1995	NONE	
<hr/>				

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES IPK 6 G01N22/04 B01J8/24 B01J2/16 B01D1/18 B01D1/00				
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK				
B. RECHERCHIERTE GEBIETE Recherchiertes Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) IPK 6 G01N B01J B01D				
Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen				
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)				
C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN				
Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.		
X	EP 0 403 820 A (GLATT GMBH) 27. Dezember 1990 siehe Seite 2, Zeile 1 - Zeile 11 siehe Seite 3, Zeile 20 - Zeile 52 siehe Seite 6, Zeile 3 - Zeile 31 siehe Seite 7, Zeile 13 - Zeile 37 ---	1-4, 6, 7		
A	HAUSCHILD T ET AL: "DENSITY MONITORING IN CIRCULATING FLUIDIZED BEDS USING A MICROWAVE SENSOR" PROCEEDINGS OF THE 23RD. EUROPEAN MICROWAVE CONFERENCE, MADRID, SEPT. 6 - 9, 1993, 6. September 1993, EUROPEAN MICROWAVE CONFERENCE MANAGEMENT COMMITTEE, Seiten 260-262, XP000629927 siehe Seite 260 --- -/--	1		
<table style="width:100%; border:none;"> <tr> <td style="width:50%; border:none;"><input checked="" type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen</td> <td style="width:50%; border:none;"><input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie</td> </tr> </table>			<input checked="" type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen	<input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie
<input checked="" type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen	<input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie			
<table style="width:100%; border:none;"> <tr> <td style="width:50%; border:none;"> ° Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist </td> <td style="width:50%; border:none;"> "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist </td> </tr> </table>			° Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist	"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist
° Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist	"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist			
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche <p style="text-align:center;">3. Juli 1998</p>		Absendedatum des internationalen Recherchenberichts <p style="text-align:center;">10/07/1998</p>		
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter <p style="text-align:center;">Hulne, S</p>		

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie ²	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	DE 44 28 978 A (WEISSHEIMER FRIEDR MALZFAB) 30.März 1995 siehe Spalte 5, Zeile 7 - Zeile 33; Anspruch 14 -----	1

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 98/01629

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 0403820 A	27-12-1990	US 4967486 A	06-11-1990
		DE 69002882 D	30-09-1993
		DE 69002882 T	20-01-1994
		DK 403820 T	10-01-1994
		JP 3143541 A	19-06-1991
<hr/>			
DE 4428978 A	30-03-1995	KEINE	
<hr/>			