

Ewa Domian, Dominika Burdzanowska
Katedra Inżynierii Żywności i Organizacji Produkcji
Szkoła Główna Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie

WPLYW AGLOMERACJI W MECHANICZNIE GENEROWANYM ZŁOŻU FLUIDALNYM NA GĘSTOŚĆ I POROWATOŚĆ MODELWEJ ŻYWNOSCI W PROSZKU

Streszczenie

Celem pracy było zbadanie wpływu parametrów aglomeracji nawilżeniowej poprzez mieszanie (laboratoryjny mieszalnik lemieszowo-płuzący Lödige typ L5) na gęstość i porowatość otrzymywanych granulatów. Badano wpływ takich parametrów procesu jak: prędkość mieszadła impelerowego, czas mieszania, ilość i rodzaj cieczy nawilżającej. Zmiana poziomu zmiennych procesu miała bardziej znaczący wpływ na wymiar cząstek niż na gęstość nasypową, porowatość złoża czy gęstość rzeczywistą otrzymywanych aglomeratów.

Słowa kluczowe: aglomeracja, gęstość nasypowa, porowatość

Wprowadzenie

Nawilżeniowa aglomeracja prowadzona w warunkach mieszania mechanicznego lub pneumatycznego stwarza możliwość powiększania rozmiarów cząstek stałych mieszanin różnorodnych składników. Dobór metody aglomeracji i parametrów prowadzenia procesu ma istotne znaczenie [Rambali i in. 2001; Domian 2002; Pietsch 2003]. Warunki do tworzenia aglomeratów poprzez mieszanie występują przy pewnej równowadze między siłami wzrostu a siłami rozpadu. Czas i intensywność działania tych sił ma decydujący wpływ na wytrzymałość, porowatość i gęstość zaglomerowanych cząstek [Seville i in. 2000; Bocka i in. 2001; Faure i in. 2001].

Cel pracy

Celem pracy było zbadanie wpływu parametrów aglomeracji nawilżeniowej poprzez mieszanie w mechanicznie generowanym złożu fluidalnym na gęstość i porowatość otrzymywanych granulatów.

Metodyka

Aglomerację metodą mieszania mechanicznego przeprowadzono w laboratoryjnym mieszalniku lemieszowo - płużącym firmy Lödige typ L5. Materiał badawczy stanowiła mieszanina serwatki w proszku i izolatu białka sojowego w proszku (stosunek masowy 66:34). Skład mieszaniny, pod względem ogólnej zawartości białka i węglowodanów, odpowiadał składowi odtuszczonego mleka w proszku, w którym białko kazeiny zastąpiono białkiem sojowym. Mieszaninę o masie 400g przenoszono do zbiornika aglomeratora, mieszano przez 60s i aglomerowano przy zadanych parametrach procesowych (tabela 1).

Tabela 1. Parametry procesu aglomeracji
Table 1. Granulation parameters

Zmienna procesowa		Kod poziomu zmiennej procesowej			
		4	3	2	1
Zastosowanie dyszy rozpryskującej cieczi nawilżającą	r [-]	-	-	tak	nie
Prędkość mieszadła impelerowego	v [obr/min]	-	253	200	100
Czas granulacji	t [min]	6	3	2	1
Ilość cieczi nawilżającej / woda	w [g/100g]	23	18	13	8
Rodzaj cieczi nawilżającej (wodny roztwór węglowodanu / stężenie masowe / ilość)	n [-]	maltodekstryna 50% (35g/100g)	maltodekstryna 30% (25g/100g)	maltoza 50% (35g/100g)	maltoza 30% (25g/100g)

Ciecz nawilżającą podawano dwoma sposobami tzn. kropla po kropli bez zastosowania dyszy rozpryskowej (r1) oraz w postaci drobnych kropelek z zastosowaniem pneumatycznej dyszy rozpryskowej o rozmiarze 0,8 mm (r2). Wilgotny aglomerat suszono w suszarce owiewowej w temperaturze 50°C w czasie 30 minut. Następnie aglomerat przesiewano celem oddzielenia frakcji użytecznej (frakcji o najbardziej znaczącym udziale masowym): frakcji o rozmiarach cząstek 0,63-3,15 mm dla aglomeratów z parametrem r1 oraz frakcji 0,2-2 mm dla aglomeratów z parametrem r2. Dla każdego otrzymanego rodzaju aglomeratu (frakcji użytecznej)

oznaczano: średni wymiar cząstek d_{50} , gęstość nasypową pozorną (luźną) ρ_L , gęstość nasypową utręzioną ρ_T , gęstość rzeczywistą ρ oraz obliczano: porowatość złoza aglomeratu luźno usypanego $\varepsilon_L = (1 - \rho_L / \rho)$ i upakowanego $\varepsilon_T = (1 - \rho_T / \rho)$. Wymiar cząstek aglomeratów oznaczano przy zastosowaniu analizatora wielkości cząstek ciał stałych w powietrzu AWK – V 97 / Kamika Warszawa, zaś wymiar cząstek mieszaniny nieaglomerowanej przy zastosowaniu Master Sizer Microplus, Malvern Instruments. Gęstość pozorną (gęstość nasypowa materiału luźno usypanego) oraz gęstość nasypową utręzioną (gęstość nasypowa materiału upakowanego 1250 standardowymi postukiwaniem) wyznaczono przy zastosowaniu objętościomierza wstrząsowego STAV 2003 / Engelsmann AG. Gęstość rzeczywistą wyznaczono przy użyciu piknometru helowego Stereopycnometer / Quantachrome Instruments.

Wyniki

Porównując średnie średnice dla mieszaniny nieaglomerowanej i jej aglomeratów można jednoznacznie stwierdzić, że proces aglomeracji zmienia skład granulometryczny w stronę większych cząstek (tabela 2). Średnica d_{50} przyjmowała wartości w zakresie: 1274-1592 μm dla mieszanin aglomerowanych bez dyszy (parametr r1) oraz 237-604 μm dla mieszanin aglomerowanych z dyszą (parametr r2). Aglomeracja badanej mieszaniny bez dyszy zwiększyła wymiar charakterystyczny cząstek około 24-30 razy, natomiast aglomeracja z dyszą około 4-11 razy. W porównaniu z materiałem nieaglomerowanym, niezależnie od stosowanych parametrów procesowych, gęstość nasypowa utręzioną aglomeratów jest zdecydowanie niższa, zaś porowatość w stanie upakowanym oraz gęstość rzeczywista wyższa, wynosi odpowiednio $\rho_T 0,391 \div 0,490 \text{ g/cm}^3$, $\varepsilon_L 60-67\%$ i $\rho 1,191 \div 1,313 \text{ g/cm}^3$.

Dane liczbowe, wymiaru cząstek d_{50} , gęstości nasypowej ρ_L i ρ_T , gęstości rzeczywistej ρ oraz porowatości złoza ε_L i ε_T , zestawione w tabeli 2 poddano analizie statystycznej metodą Anova celem określenia istotności wpływu parametrów procesu r, v, t, w, n (oznaczenia i poziom zmienności parametrów podano w tabeli 1) na badane cechy fizyczne granulatu. Stwierdzono na badane d_{50} , ρ_L , ρ_T , ρ , ε_L i ε_T statystycznie istotny wpływ (przy poziomie istotności 0,05) ma ilość i rodzaj cieczy nawilżającej oraz, że pozostałe parametry, jak zastosowanie dyszy rozpryskującej ciecz nawilżającą, prędkość mieszadła impelerowego czy czas granulacji ma istotny na głównie na d_{50} .

Tabela 2. Wpływ parametrów aglomeracji na średni wymiar, gęstość nasypową i rzeczywistą oraz porowatość badanej mieszaniny w proszku

Table 2. Influence of granulation parameters on particle size, bulk density, apparent particle density and porosity of tested mixture of food powders

Lp	Parametry aglomeracji ^a					Średnia średnica d ₅₀ (μm)	Gęstość			Porowatość	
	r	v	t	w	n		ρ _L (kg/m ³)	ρ _T (kg/m ³)	ρ (kg/m ³)	ε _L (-)	ε _T (-)
1	Mieszanina nieaglomerowana					53±0,1	411±6	619±20	1139±10	0,64±0,01	0,46±0,02
2	1	1	3	2	-	1490±45	375±10	418±3	1231±4	0,70±0,01	0,66±0,00
3	1	2	3	2	-	1528±54	385±13	425±10	1242±4	0,69±0,01	0,66±0,01
4	1	3	3	2	-	1320±47	367±4	410±5	1214±2	0,70±0,00	0,66±0,00
5	1	1	4	2	-	1372±38	403±21	431±11	1226±3	0,67±0,02	0,65±0,01
6	1	2	4	2	-	1358±29	424±8	465±14	1198±9	0,65±0,01	0,61±0,01
7	1	3	4	2	-	1285±8	449±12	497±5	1227±4	0,63±0,01	0,59±0,00
8	1	1	3	3	-	1296±36	397±7	425±3	1224±3	0,68±0,01	0,65±0,00
9	1	2	3	3	-	1309±28	427±14	462±3	1349±6	0,68±0,01	0,66±0,00
10	1	3	3	3	-	1274±91	469±1	512±4	1263±2	0,63±0,00	0,59±0,00
11	1	2	1	3	-	1550±1	374±19	422±10	1224±2	0,69±0,01	0,66±0,01
12	1	2	2	3	-	881±42	336±10	377±10	1268±2	0,73±0,01	0,70±0,01
13	1	2	4	3	-	813±49	357±12	392±5	1131±2	0,68±0,01	0,65±0,00
14	1	2	3	1	-	1321±31	381±9	412±11	1192±2	0,68±0,01	0,65±0,01
15	1	2	3	4	-	1592±71	483±36	501±23	1289±5	0,63±0,03	0,61±0,02
16	2	1	3	2	-	351±9	414±31	480±15	1278±2	0,68±0,02	0,62±0,01
17	2	2	3	2	-	423±2	393±2	442±3	1269±5	0,69±0,00	0,65±0,00
18	2	3	3	2	-	271±10	414±7	458±5	1296±1	0,68±0,00	0,65±0,00
19	2	1	4	2	-	388±21	430±5	469±4	1313±2	0,67±0,00	0,64±0,00
20	2	2	4	2	-	378±7	416±4	454±2	1301±2	0,68±0,00	0,65±0,00
21	2	3	4	2	-	237±5	416±4	460±5	1301±1	0,68±0,00	0,65±0,00
22	2	1	3	3	-	486±97	379±6	432±3	1261±3	0,70±0,00	0,66±0,00
23	2	2	3	3	-	604±13	427±6	471±6	1216±0	0,65±0,01	0,61±0,01
24	2	3	3	3	-	320±15	365±12	413±19	1240±6	0,71±0,01	0,67±0,02
25	2	2	1	3	-	473±62	350±12	397±10	1224±6	0,71±0,01	0,68±0,01
26	2	2	2	3	-	390±34	400±6	449±9	1273±7	0,69±0,00	0,65±0,01
27	2	2	4	3	-	296±8	448±6	471±10	1265±1	0,65±0,00	0,63±0,01
28	2	2	3	1	-	309±12	345±1	409±3	1043±1	0,67±0,00	0,61±0,00
29	2	2	3	4	-	672±45	400±49	437±39	1273±7	0,69±0,04	0,66±0,03
30	2	2	3	-	1	481±11	384±7	433±4	1205±2	0,68±0,01	0,64±0,00
31	2	2	3	-	2	358±8	402±3	458±4	1223±0	0,67±0,00	0,63±0,00
32	2	2	3	-	3	430±13	394±6	451±4	1212±2	0,67±0,00	0,63±0,00
33	2	2	3	-	4	606±15	425±7	486±23	1205±3	0,65±0,01	0,60±0,02

^a Oznaczenia parametrów aglomeracji podano w Tabeli 1

Wpływ prędkości mieszadła impelerowego badano przy następujących parametrach procesowych (tabela 1, tabela 2): r1t3w2, r1t4w2, r1t3w3, r2t3w2, r2t4w2, r2t3w3. Niezależnie od ustalonych parametrów procesowych, zarówno dla aglomeratów otrzymywanych bez dyszy jak i z dyszą, wzrost prędkości mieszadła ze 100 do 200 obr/min i z 200 do 253 obr/min, wiąże się odpowiednio ze zwiększeniem a następnie ze zmniejszeniem wymiarów otrzymywanych aglomeratów. Nie znaleziono ścisłej zależności pomiędzy prędkością mieszadła impelerowego a gęstością nasypową, gęstością rzeczywistą czy porowatością otrzymywanych aglomeratów (tabela 2).

Przy parametrach procesowych r1v2w2 i r2v2w3 badano wpływ czasu granulacji w zakresie 1, 2, 3 i 4 min (parametr t1, t2, t3 i t4), natomiast przy parametrach r1v1w2, r1v2w2, r1v3w2, r2v1w2, r2v2w2, r2v3w2 – w zakresie 3 i 6 min (parametr t3 i t4; tabela 1). Niezależnie od ilości dodanej wody podczas granulacji i prędkości mieszadła impelerowego przedłużenie czasu granulacji z 3 do 6 minut powoduje zmniejszenie wymiarów otrzymywanych aglomeratów. Zaobserwowano wzrost gęstości nasypowej i zmniejszenie porowatości złoża otrzymywanych aglomeratów wraz ze zwiększeniem czasu granulacji z 3 do 6 minut. Nie zaobserwowano istotnej zależności pomiędzy czasem granulacji a gęstością rzeczywistą otrzymywanych aglomeratów (tabela 2).

Wpływ ilości cieczy granulującej w zakresie 8, 13, 18 i 23g wody/100 g mieszaniny analizowano dla aglomeratów r1v2t3 i r2v2t3 oraz w zakresie 13 i 18g wody/100g dla aglomeratów r1v1t3, r1v3t3, r1v2t4, r2v1t3, r2v3t3, r2v2t4. Dla aglomeratów otrzymywanych z użyciem dyszy (r2) zaobserwowano wzrost średniego wymiaru cząstek d_{50} wraz ze wzrostem ilości dodawanej wody, podczas gdy dla aglomeratów bez dyszy (r1) występuje tendencja odwrotna. Dla większości analizowanych aglomeratów zaobserwowano tendencję zwiększania się gęstości nasypowej wraz ze wzrostem ilości dodawanej wody (tabela 2).

Wpływ rodzaju cieczy nawilżającej (woda, 30 i 50%-owy roztwór maltozy, 30 i 50%-owy roztwór maltodekstryny) analizowano na podstawie aglomeratów otrzymanych przy stałych parametrach r2v2t3. Z każdym rodzajem cieczy nawilżającej do aglomerowanej mieszaniny wprowadzano taką samą ilość wody. Przy zastosowaniu roztworów węglowodanów jako cieczy nawilżającej, otrzymano aglomeraty o porównywalnej lub mniejszej średniej średnicy w odniesieniu do aglomeratu nawilżanego wodą. Analizowane aglomeraty nawilżane roztworami węglowodanów charakteryzowały się również podobnymi wartościami gęstości oraz porowatości złoża. Zaobserwowano tendencję zwiększania gęstości nasypowej i zmniejszania porowatości złoża wraz ze wzrostem stężenia roztworu (tabela 2).

Podsumowanie

Aglomeracja nawilżeniowa poprzez mieszanie w mechanicznie generowanym złożu fluidalnym mieszaniny serwatki i izolatu białka sojowego w proszku, niezależnie od stosowanych parametrów procesowych, powoduje istotne powiększenie średniej średnicy cząstek, porowatości złoża w stanie upakowanym i gęstości rzeczywistej oraz istotne zmniejszenie gęstości nasypowej. Zmiana poziomu zmieniających procesowych aglomeracji (zastosowanie dyszy rozpryskującej ciecz nawilżającą, prędkość mieszadła impelerowego, czas mieszania, ilość i rodzaj cieczy nawilżającej) ma bardziej znaczący wpływ na wymiar cząstek niż na gęstość nasypową, porowatość złoża czy gęstość rzeczywistą otrzymywanych aglomeratów.

Bibliografia

Bocka T. K., Ulrike Kraas U. 2001. Experience with the Diosna mini-granulator and assessment of process scalability. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics* 52, s. 297-303.

Domian E. 2002. Aglomeracja w przemyśle spożywczym. *Przemysł Spożywczy*, 8 (56), s. 80-86, 88.

Faure A., York P., Rowe R.C. 2001. Process control and scale-up of pharmaceutical wet granulation processes: a review. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 52, s. 269-277.

Pietsch W. 2003. An interdisciplinary approach to size enlargement by agglomeration. *Powder Technology*, 130, s. 8-13.

Rambali B., Baert L., Massart D.L. 2001. Using experimental design to optimize the process parameters in fluidized bed granulation on semi – full scale. *International Journal of Pharmaceutics*, 220, s. 149-160.

Seville J.P.K., Willett C.D., Knight P.C. 2000. Interparticle forces in fluidization. *Powder Technology*, 113, s. 261-268.

Badania w ramach pracy naukowej finansowanej ze środków Komitetu Badań Naukowych w latach 2003-2005 (projekt badawczy nr 3 P06T 041 25).

**THE INFLUENCE OF AGGLOMERATION IN MECHANICALLY
GENERATED FLUID BED ON DENSITY AND POROSITY
OF MODELED FOOD POWDERS**

Summary

The laboratory high-shear granulator (the Lödige Plughshare Mixer L5) was tested in a study investigating the influence of various granulation parameters (granulation time, the impeller speed and the amount of binder / water) on granules size, loose and tapped bulk densities, apparent particle density and porosity. Particles size was as a sensitive indicator of changes during granulation.

Key words: agglomeration, bulk density, porosity