

*Ewa Domian, Monika Jemielity*  
*Katedra Inżynierii Żywności i Organizacji Produkcji*  
*Szkoła Główna Gospodarstwa Wiejskiego w Warszawie*

## **WPLYW WARUNKÓW AGLOMERACJI W ZŁOŻU FLUIDALNYM NA GĘSTOŚĆ I POROWATOŚĆ GRANULATÓW**

### **Streszczenie**

Celem pracy było zbadanie wpływu parametrów aglomeracji nawilżeniowej w złożu fluidalnym (aglomerator STREA 1 / Nitro-Aeromatic AG) na gęstość i porowatość otrzymywanych granulatów. Badano wpływ takich parametrów procesu jak: temperatura powietrza wlotowego, natężenie przepływu i rozmiar dyszy rozpryskującej ciecz nawilżającą, ilość i rodzaj cieczy nawilżającej. Na wymiar cząstek, gęstość nasypową, porowatość złoża czy gęstość rzeczywistą otrzymywanych granulatów o charakterze białkowo-węglowodanowym najbardziej znaczący wpływ miała ilość i rodzaj cieczy nawilżającej.

**Słowa kluczowe:** aglomeracja, złożo fluidalne, gęstość nasypowa, porowatość

### **Wprowadzenie**

Celem powiększania rozmiarów cząstek poprzez aglomerację jest polepszenie pewnych właściwości fizycznych systemu zdyspergowanego. Dla cząstek ciał stałych, takie właściwości jak gęstość nasypowa, sypkość, dozowność, unikanie segregacji składników czy tworzenia pyłu mają podstawowe znaczenie. Ponadto artykuły spożywcze w proszku z przeznaczeniem do dyspersji w płynie powinny charakteryzować się właściwościami instant, co oznacza ich dobrą zwilżalność, opadalność, dyspergowalność i rozpuszczalność. Zależnie od metody aglomeracji powyższe kryteria są spełniane w różnym stopniu [Rambali i in. 2001; Domian 2002; Pietsch 2003].

Polepszenie wszystkich właściwości jakościowych jednocześnie nie jest możliwe. Zwiększenie stabilności aglomeratu zazwyczaj wiąże się z pogorszeniem właściwości instant. Sposób formowania aglomeratów w danym procesie determinuje ich właściwości. Niezbędnym jest również poznanie parametrów aglomeracji prawdopodobnie dominujących w danym procesie [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 pneumatycznie generowanym złożu fluidalnym na gęstość i porowatość otrzymywanych granulatów.

## Metodyka

Aglomerację metodą mieszania pneumatycznego przeprowadzono w laboratoryjnym aglomeratorze STREA 1 /Nitro-Aeromatic AG/. Materiał badawczy stanowiły mieszaniny A i B tworzone na bazie następujących surowców w proszku: serwatka (S), izolat białka sojowego (IBSj) izolat białek serwatkowych (IBSw), glukoza (Glu). Badane mieszaniny w % masowych zawierały: A (S 66%, IBSj 34%) B (IBSw 16,5%, IBSj 34%, Glu 49,5%). Skład obu mieszanin pod względem ogólnej zawartości białka i węglowodanów odpowiadał składowi odtuszczonego mleka w proszku. Mieszaninę o masie 300g przenoszono do zbiornika aglomeratora, mieszano przez 60s i aglomerowano przy zadanych parametrach procesowych (tabela 1).

*Tabela 1. Parametry procesu aglomeracji w złożu fluidalnym*  
*Table 1. Process variables of agglomeration in fluid bed*

Zmienna procesowa		Kod poziomu zmiennej procesowej			
		4	3	2	1
Temperatura powietrza wlotowego	q [°C]	60	50	35	25
Natężenie przepływu cieczy nawilżającej / woda	p [g/min]	-	45	35	25
Rozmiar dyszy rozpryskującej ciecz nawilżającą	d [-]	-	-	0,8	0,5
Ilość cieczy nawilżającej / woda	w [g/100g proszku]	-	27	20	13
Rodzaj cieczy nawilżającej (wodny roztwór węglowodanu / stężenie masowe / ilość)	n [-]	maltodekstryna/ 50% / 120g	maltodekstryna/ 30% / 86g	maltoza/ 50% / 100g	maltoza/ 30% / 86g

Aglomerowanie prowadzono z przerwami, to znaczy nawilżanie przerywano, kiedy złożo fluidalne zaczynało opadać i/lub pojawiały się lokalne zbrylenia na skutek przewilżenia. Wilgotny aglomerat dosuszano przy temperaturze powietrza wlotowego  $50^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  w czasie 15 minut. Dla każdego otrzymanego rodzaju aglomeratu (frakcji użytecznej o rozmiarach cząstek 0,2-2 mm) oznaczano: średni wymiar

cząstek  $d_{50}$ , gęstość nasypową pozorną (luźną)  $\rho_L$ , gęstość nasypową utręzioną  $\rho_T$ , gęstość rzeczywistą  $\rho$  oraz obliczano porowatość złoża 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

W tabeli 2 zestawiono wartości oznaczanych właściwości fizycznych dla badanych mieszanin, odpowiednio w formie proszku i aglomeratów otrzymywanych przy zadanych parametrach procesowych. Porównując wyniki średniej średnicy dla mieszanin nieaglomerowanych i ich aglomeratów można jednoznacznie stwierdzić, że proces aglomeracji zmienia skład granulometryczny w stronę większych cząstek. Aglomeraty w porównaniu z materiałem nieaglomerowanym, niezależnie od rodzaju mieszaniny i od stosowanych parametrów procesowych, charakteryzują się niższą gęstością nasypową i gęstością rzeczywistą oraz wyższą porowatością (tabela 2).

Dane liczbowe, wymiaru cząstek  $d_{50}$ , gęstości nasypowej  $\rho_L$  i  $\rho_T$ , gęstości rzeczywistej  $\rho$  oraz porowatości złoża  $\varepsilon_L$  i  $\varepsilon_T$ , zestawione w tabeli 2 poddano analizie statystycznej metodą Anova celem określenia istotności wpływu parametrów procesu q, p, d, w, n (oznaczenia i poziom zmienności parametrów podano w tabeli 1) na badane cechy fizyczne granulatu. Stwierdzono statystycznie istotny wpływ (przy poziomie istotności 0,05): temperatury powietrza wlotowego i rodzaju cieczy nawilżającej na  $d_{50}$ ,  $\rho_L$ ,  $\rho_T$ ,  $\rho$ ,  $\varepsilon_L$  i  $\varepsilon_T$ ; natężenia przepływu i ilości cieczy nawilżającej na  $d_{50}$ ,  $\rho_T$ ,  $\rho$  i  $\varepsilon_T$ ; rozmiaru dyszy na  $d_{50}$ .

Wpływ temperatury powietrza wlotowego badano na przykładzie aglomeratów otrzymanych przy następujących stałych parametrach procesowych: p 25 g/min, d 0,8mm, w 20g/100g mieszaniny (parametry odpowiednio p1d2w2 w tabeli 1). Wzrost temperatury powietrza podczas aglomeracji z 25-30°C do 50-60°C (tabela 1 i 2) wiąże się ze zwiększeniem wymiarów otrzymywanych aglomeratów. Gęstość nasypowa otrzymywanych aglomeratów przyjmuje tendencję rosnącą wraz ze wzrostem temperatury powietrza wlotowego, zaś gęstość rzeczywista i porowatość – malejącą, zwłaszcza w przypadku mieszaniny trójskładnikowej B.

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

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

Lp.	Mieszanina	Parametry aglomeracji <sup>a</sup>					Średnia średnica d <sub>50</sub> (µm)	Gęstość			Porowatość	
		q	p	d	w	n		$\rho_L$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\rho_T$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\varepsilon_L$ (-)	$\varepsilon_T$ (-)
1	A	Mieszanina nieaglomerowana					53±0,01	411±6	619±20	1139±10	0,64±0,01	0,46±0,02
2	B	Mieszanina nieaglomerowana					66±0,01	370±4	530±4	1222±15	0,70±0,01	0,57±0,01
3	A	3	1	2	2	-	380±1	295±4	339±6	1017±5	0,710±0,002	0,667±0,005
4	A	1	1	2	2	-	386±5	280±8	323±13	1036±4	0,729±0,008	0,688±0,014
5	A	2	1	2	2	-	±	279±1	312±7	1173±6	0,762±0,007	0,733±0,008
6	A	4	1	2	2	-	±	272±4	319±4	1145±10	0,765±0,009	0,726±0,011
7	A	3	1	2	1	-	290±0	308±9	351±13	1036±6	0,703±0,008	0,662±0,012
8	A	3	1	2	3	-	443±13	301±10	329±14	1055±4	0,715±0,008	0,689±0,013
9	A	3	2	2	2	-	378±5	253±9	291±8	949±4	0,734±0,009	0,693±0,007
10	A	3	3	2	2	-	398±14	289±9	326±9	1010±4	0,714±0,008	0,677±0,008
11	A	3	1	1	2	-	394±17	297±8	341±5	1057±2	0,719±0,007	0,677±0,004
12	A	3	1	2	-	1	497±8	280±7	308±12	1011±1	0,723±0,007	0,695±0,012
13	A	3	1	2	-	2	437±9	260±3	393±5	1112±2	0,676±0,002	0,647±0,004
14	A	3	1	2	-	3	525±15	372±12	422±16	1097±2	0,661±0,011	0,615±0,014
15	A	3	1	2	-	4	687±3	484±12	522±8	1174±2	0,588±0,011	0,556±0,007
16	B	3	1	2	2	-	346±3	274±12	313±19	1117±1	0,755±0,011	0,720±0,017
17	B	1	1	2	2	-	221±7	274±11	307±9	1081±4	0,747±0,010	0,716±0,008
18	B	2	1	2	2	-	±	243±2	289±2	1206±8	0,799±0,009	0,761±0,014
19	B	4	1	2	2	-	±	216±1	255±5	1209±9	0,821±0,013	0,789±0,010
20	B	3	1	2	1	-	238±7	276±13	311±18	1108±5	0,751±0,011	0,720±0,015
21	B	3	1	2	3	-	301±3	254±13	285±11	1051±3	0,758±0,012	0,729±0,010
22	B	3	2	2	2	-	322±5	291±16	332±16	1075±4	0,729±0,014	0,691±0,013
23	B	3	3	2	2	-	285±10	268±10	296±18	1078±3	0,752±0,009	0,726±0,016
24	B	3	1	1	2	-	291±4	288±12	321±10	1110±3	0,741±0,010	0,711±0,008
25	B	3	1	2	-	1	301±9	239±15	264±16	1012±3	0,764±0,014	0,739±0,015
26	B	3	1	2	-	2	270±17	275±13	323±18	1092±2	0,748±0,011	0,704±0,016
27	B	3	1	2	-	3	346±9	256±18	294±19	1080±3	0,763±0,016	0,728±0,017
28	B	3	1	2	-	4	392±9	280±17	324±20	1324±5	0,789±0,013	0,755±0,014

<sup>a</sup> Oznaczenia parametrów aglomeracji podano w Tabeli 1

Przy stałych parametrach aglomeracji  $q$  50°C,  $d$  0,8mm,  $w$  20g/100g (parametry procesowe  $q3d2w2$ ), badano wpływ natężenia przepływu cieczy nawilżającej – wody (tabela 2) i nie znaleziono jednoznacznej zależności. Zaobserwowano tendencję zwiększania wymiarów otrzymywanych aglomeratów, zmniejszenie gęstości nasypowej i rzeczywistej oraz wzrost porowatości złoża otrzymywanych aglomeratów wraz ze zwiększeniem natężenia przepływu wody. Zauważono podobną tendencję zmiany gęstości i porowatości wraz ze wzrostem rozmiaru dyszy (przy stałych parametrach  $q3p1w2$  tabela 1 i 2).

Wpływ ilości cieczy nawilżającej (wody) w zakresie 13, 20 i 27g /100g mieszaniny analizowano dla wybranych aglomeratów otrzymanych przy stałych parametrach  $q3p1d2$ . Niezależnie od rodzaju mieszaniny, wraz ze wzrostem ilości wody, występował istotny wzrost średniego wymiaru cząstek aglomeratów, zmniejszenie gęstości nasypowej i wzrost porowatości złoża. Nie zaobserwowano istotnej zależności pomiędzy ilością dodawanej wody, a gęstością rzeczywistą otrzymywanych aglomeratów. Wpływ rodzaju cieczy nawilżającej (woda, 30 i 50% - owo roztwór maltozy, 30 i 50%-owy roztwór maltodekstryny) analizowano na podstawie aglomeratów otrzymanych przy stałych parametrach  $q3p1d2$  (tabela 1 i 2). Przy zastosowaniu roztworów węglowodanów jako cieczy nawilżającej otrzymano aglomeraty o porównywalnej lub zdecydowanie większej średniej średnicy w odniesieniu do aglomeratu nawilżanego wodą. Zaobserwowano wzrost średniego wymiaru aglomeratów wraz ze wzrostem stężenia roztworu węglowodanu, zwłaszcza dla mieszaniny A przy zastosowaniu roztworu maltodekstryny jako cieczy nawilżającej. Dla obydwu mieszanin A i B zauważono wzrost gęstości nasypowej i rzeczywistej wraz ze wzrostem stężenia cieczy nawilżającej, przy czym wyższe wartości gęstości występowały dla roztworu maltodekstryny. Porowatość złoża aglomeratu dla mieszaniny A zmniejszała się wraz ze wzrostem stężenia roztworu węglowodanu, dla mieszaniny B odwrotnie. W porównaniu z wodą, mieszaniny A i B nawilżane roztworem maltozy 30% oraz mieszanina B nawilżana roztworem maltodekstryny 30%, charakteryzują się niższą gęstością nasypową i rzeczywistą oraz wyższą porowatością.

### **Podsumowanie**

Agglomeracja nawilżeniowa poprzez mieszanie w pneumatycznie generowanym złożu fluidalnym badanych mieszanin w proszku, niezależnie od stosowanych parametrów procesowych, powoduje istotne powiększenie średniej średnicy cząstek i porowatości złoża oraz istotne obniżenie gęstości nasypowej i gęstości rzeczywistej. Spośród badanych zmiennych procesowych aglomeracji, najbardziej znaczący wpływ na wymiar cząstek, gęstość nasypową, porowatość złoża czy gęstość rzeczywistą otrzymywanych granulatów o charakterze białkowo-węglowodanowym, ma temperatura powietrza wlotowego oraz ilość i rodzaj cieczy nawilżającej.

*Ewa Domian, Monika Jemielity*

## **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 CONDITIONS IN FLUID BED ON DENSITY AND POROSITY GRANULATES**

### **Summary**

The laboratory fluid bed granulator (the Nitro-Aeromatic STREA 1) was tested in a study investigating the influence of process variables (inlet air temperature, spray droplet size, spray rate, the amount of binder liquid / water) on granules size, bulk density and porosity, apparent particle density. Granules properties are mainly affected by binder solution.

**Key words:** agglomeration, bulk density, porosity