

## Wojciech LUDWIG

e-mail: wojciech.ludwig@pwr.edu.pl

Zakład Inżynierii Chemicznej, Wydział Chemiczny, Politechnika Wrocławska, Wrocław

# Hydrodynamika przepływu cząstek w aparacie z cyrkulującym złożem rzadkim

## Wstęp

*Tzw. suche powlekanie materiałów ziarnistych*, w którym wyeliminowano całkowicie lub częściowo zastosowanie cieczy [Bose i Bogner, 2007] rozwiązuje problemy występujące przy typowym mokrym powlekanii (duża zawartość rozpuszczalnika, wysokie koszty suszenia produktu). Od końca lat 90. XX w. różne metody suchego powlekania są badane pod kątem ich przydatności w przemyśle farmaceutycznym i chociaż mają potencjalnie duże możliwości zastosowania, jak dotąd doczekały się jedynie pojedynczych implementacji przemysłowych [Obara i in., 1999]. Ich podstawową wadą są stosunkowo duże straty kosztownej substancji powlekającej, która w przypadku dużego aparatu fluidalnych najczęściej jest wywiewana z urządzenia.

*Aparaty fontannowe* z dyszą ułożoną na dnie są uznawane powszechnie za konstrukcje optymalne spośród wielu znanych urządzeń stosowanych do powlekania cząstek i tabletek [Teunou i Poncelet, 2002]. W tym systemie prawdopodobieństwo zderzeń cząstek z kroplami roztworu powlekającego jest wysokie, co podnosi wydajność procesu i skraca czas suszenia. Jednak z powodu wysokiej koncentracji zwilżonych cząstek występuje duże ryzyko aglomeracji złoża tuż nad dyszą.

*Aparat Wurstera* jest pewną modyfikacją opisanego rozwiązania. Jest to aparat fontannowy z rurą wznoszącą oraz dodatkowym strumieniem powietrza fluidyzującego złożo (układ fontannowo-fluidalny). Zawieszona materiału powlekającego jest rozpylana przez dyszę lub kilka dysz i osadzana na cząstkach wówczas, gdy przepływają one przez strefę załadunku. Cząstki schną wewnątrz rury wznoszącej, przechodzą do strefy fontannowej, a następnie w strefie pierścieniowej opadają ponownie do strefy załadunku. Powtarzany ruch (regularna cyrkulacja) cząstek prowadzi do utworzenia zwartej i stosunkowo jednolitej warstwy na ich powierzchni. Relatywnie wysoka prędkość gazu w rurze wznoszącej umożliwia powlekanie małych cząstek (od 100 do kilkuset mikrometrów).

Aparat *Wurstera* uważany jest za najlepsze rozwiązanie w przypadku powlekania okresowego drobnych materiałów ziarnistych [Teunou i Poncelet, 2002]. Zastosowanie układu fontannowo-fluidalnego zapobiega częściowo aglomeracji cząstek w strefie powlekania, ale nie eliminuje go całkowicie. Ponadto mogą one zalepiać otwory dyszy. W związku z tym modyfikacje konstrukcji aparatu *Wurstera* dotyczą głównie jego dolnej strefy (zmiana dna sitowego, specjalne osłony dyszy).

Urządzenia stosowane do suchego powlekania to najczęściej przerobione, klasyczne aparaty służące do powlekania mokrego. W związku z tym wykazują one w tym procesie liczne niedoskonałości np. duże straty surowca [Obara i in., 1999; Ivanova i in., 2005].

*Aparat fontannowo-fluidalny własnej konstrukcji* [Ludwig i in., 2012; Szafran i in., 2012] będący rozwinięciem projektu *Wurstera* zastosowano w niniejszej pracy. Został on zaprojektowany specjalnie do suchego powlekania materiałów farmaceutycznych w celu produkcji leków dojelitowych bez użycia rozpuszczalników. Założeniem projektu było znaczne skrócenie procesu powlekania, przez zwiększenie prędkości cyrkulacji cząstek.

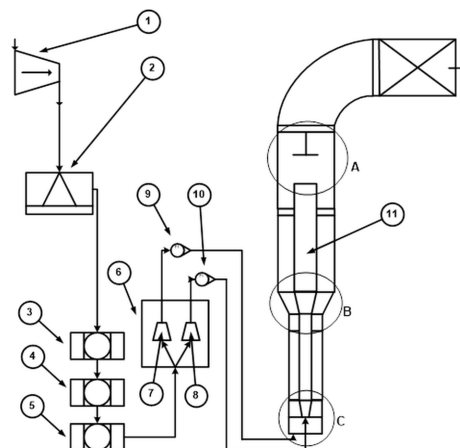
Celem prezentowanej pracy było wykonanie pomiarów prędkości oraz ułamka objętościowego cząstek, sprawdzenie poprawności działania poszczególnych części aparatu (strumienica, deflektor) i ich wpływu na hydrodynamikę przepływu ciała stałego.

## Badania doświadczalne

*Instalacja badawcza.* Wszystkie pomiary zostały przeprowadzone w instalacji badawczej przedstawionej na rys. 1 [Ludwig i in., 2012]. Powietrze tłoczone było do instalacji za pomocą kompresora śrubowego – 1) wyposażonego w chłodniczy osuszacz powietrza – 2. Gaz przepływał przez zestaw trzech filtrów – 3, 4 i 5 usuwających olej, a potem do rotametru – 8. Kontrolę natężenia przepływu głównego strumienia fontannującego umożliwiał zawór regulacyjny – 10. Następnie gaz tłoczony był do dolnej części kolumny – 11. Składała się ona z trzech głównych, cylindrycznych segmentów wykonanych z poliwęglanu, aluminiowego stożka (B) oraz dysz doprowadzających: powietrze, plastyfikator, a także substancję powlekającą. Nad oraz pod dolnym segmentem znajdowały się aluminiowe pierścienie z otworami służącymi do załadunku i odbioru cząstek (powlekanych rdzeni). W osiach segmentów umieszczono szklane rury wznoszące. W osi stożka (B) łączącego segment dolny ze środkowym znajdowały się dysze rozpylające plastyfikator oraz proszek powlekający rdzenie. Górny segment wyposażono w deflektor (D), który ograniczał wywiewanie cząstek poza instalację. W dolnej części urządzenia (C) do rozprowadzania powietrza zamontowano strumienicę.

Cząstki wyspane do aparatu swobodnie opadają na dno segmentu dolnego (C). Po włączeniu strumienia gazu fontannującego zastają one zassane i rozpędzane tak, by uzyskać odpowiednią prędkość cyrkulacji, przelatują przez stożek zaopatrzony w dysze proszku oraz plastyfikatora (B), a następnie przez rurę wznoszącą. Wylatując z rury wznoszącej kolejno odbijają się od deflektora (D), wpadają do strefy pierścieniowej, opadają na dno. W strefie załadunku pomiędzy dnem a dolną krawędzią rury wznoszącej są ponownie zassane.

*Materiały.* W badaniach wykorzystano kuliste cząstki mikrokryształicznej celulozy *Cellets® 500*, firmy *SYNTAPHARM*, o następujących właściwościach: gęstość cząstki 1570 kg/m<sup>3</sup>, zakres średnic cząstek 500÷710 μm, prędkość opadania swobodnego w powietrzu 2,6÷3,8 m/s, klasa A *Geldarta*. Są one bardzo często wykorzystywane jako nośniki przy produkcji leków dojelitowych.



Rys. 1. Schemat instalacji: 1 – kompresor, 2 – agregat ziębniczny, 3, 4, 5 – filtry powietrza, 6 – układ kontrolno-pomiarowy, 7 – regulator strumienia fluidyzującego (nieużywany w badaniach), 8 – regulator strumienia fontannującego, 9 – rotometr strumienia fluidyzującego (nieużywany w badaniach), 10 – rotometr strumienia fontannującego, 11 – kolumna: A – strefa fontanny z deflektorem, B – stożek z dyszami, C – dno kolumny ze strumienicą [Ludwig i in., 2012]

**Metodyka.** W badaniach wykorzystano optyczny układ pomiarowy, którego głównymi elementami były źródło światła oraz urządzenie rejestrujące obrazy. Pomiar wykonano stosując jako źródło światła zielony laser liniowy model Z40RG firmy Z-laser. Jego moc wynosiła 40 mW. Wykonywanie zdjęć, a także nagrywanie filmów odbywało się aparatem CASIO EXILIM EX F1. Prędkość cząstek wyznaczano metodą cyfrowej anemometrii obrazowej PIV (*Particle Image Velocity*), a koncentrację na podstawie sekwencji zdjęć w świetle laserowym.

**Opis badań.** Badania hydrodynamiki przepływu cząstek wykonane były według następującego schematu. Do urządzenia wprowadzono odmierzoną objętość złoża określonych cząstek [ $10^{-4} \div 10^{-3} \text{ m}^3$ ]. Następnie ustawiano laser w osi rury wznoszącej aparatu, uruchamiano kompresor i ustawiano odpowiednie natężenie przepływu głównego strumienia powietrza fontannującego na poziomie minimalnej prędkości stabilnej cyrkulacji, którą określano na podstawie obserwacji przepływu. Następnie wykonywano serię zdjęć przepływu w świetle laserowym przy odpowiednim doborze czasu naświetlania dla różnych stref aparatu.

## Wyniki i dyskusja

**Wartości udziału objętościowego cząstek** (zmierzone) są bardzo małe (Rys. 2) w porównaniu do wartości charakterystycznych dla typowych aparatów fontannowych z rurą wznoszącą lub w transporcie pneumatycznym. Urządzenie pracuje w zakresie złoża rozrzedzonego. Udział objętościowy ciała stałego w rurze wznoszącej i strefie pierścieniowej nieznacznie spada wraz ze wzrostem odległości od dna aparatu (podobnie jak w przypadku transportu pneumatycznego). Na tej samej wysokości aparatu udział objętościowy ciała stałego w strefie pierścieniowej jest niższy od udziału w rurze wznoszącej – cząstki z wąskiej rury wznoszącej wpadają do szerokiej strefy pierścieniowej. Profil udziału objętościowego ciała stałego w części pierścieniowej jest symetryczny – cząstki są równomiernie rozprowadzane w całej strefie. Można zauważyć także wzrost udziału objętościowego w strefie pierścieniowej przy ścianie rury wznoszącej. Było to spowodowane oblepianiem ścian przez cząstki związanym z ich elektryzowaniem się.

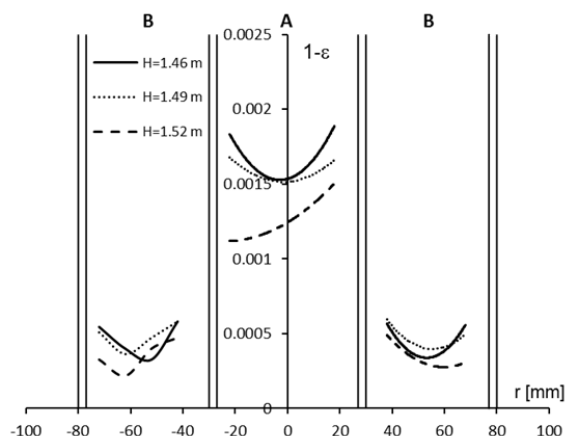
**Prędkość cząstek** w rurze wznoszącej w środkowym segmencie kolumny wraz z wysokością maleje. Cząstki obserwowane są już w dużej odległości od dyszy rozprowadzającej gaz fontannujący. Jednak ich prędkość ciągle utrzymuje się na wysokim poziomie (rzędu kilku metrów na sekundę). Warto zauważyć, że prędkość cząstek w strefie pierścieniowej jest porównywalna z tą w strefie rury wznoszącej i rośnie wraz ze zbliżaniem się do dna aparatu (Rys. 3). Jej wartość jest zbliżona do prędkości opadania swobodnego. Wynika to z działania strumienicy, która zasysa gaz z części pierścieniowej napędzając w ten sposób cząstki. Dodatkowo wysoką prędkość początkową na wlocie do strefy pierścieniowej cząstki uzyskują poprzez odbicie się od deflektora. Wszystkie te zjawiska powodują szybką cyrkulację cząstek.

## Wnioski

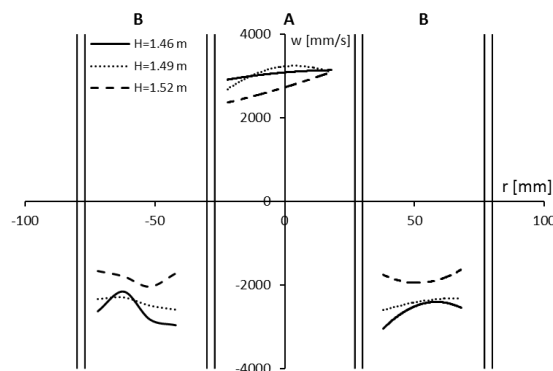
Doświadczenia przeprowadzone w aparacie z cyrkulującym złożem rzadkim potwierdziły jego prawidłowe działanie jako aparatu do cyrkulacji cząstek *Cellets*®.

Zastosowanie nowatorskich rozwiązań konstrukcyjnych – strumienicy w dolnej części urządzenia i deflektora w strefie pierścieniowej, spowodowało znaczącą zmianę charakteru przepływu ciała stałego w strefie opadania cząstek w porównaniu do klasycznego urządzenia *Wurster* [Li i in., 2009]. Zamiast opadać swobodnie są one rozpędzane do prędkości porównywalnych z tymi w rurze wznoszącej. Wszystko to powoduje wzrost intensywności cyrkulacji.

Aparat pracuje w reżimie złoża rozrzedzonego, szybkiego. W konsekwencji w trakcie procesu suchego powlekania zapobiega to zlepianiu się cząstek oraz znacznie skraca czas procesu, co zostało potwierdzone w badaniach [Ludwig i in., 2012; Szafran i in., 2012].



Rys. 2 Udział objętościowy cząstek ( $1-\varepsilon$ ) w płaszczyźnie przechodzącej przez osł aparaty na różnych wysokościach ( $H$ ) w środkowym segmencie aparatu ( $r$  - odległość od osi aparatu, A - strefa rury wznoszącej, B - strefa pierścieniowa). Objętość wsypanego złoża cząstek wynosiła  $300 \text{ cm}^3$



Rys. 3 Zależność prędkości cząstek ( $w$ ) w płaszczyźnie przechodzącej przez osł aparaty na różnych wysokościach ( $H$ ) w środkowym segmencie aparatu ( $r$  - odległość od osi aparatu, A - strefa rury wznoszącej, B - strefa pierścieniowa). Objętość wsypanego złoża cząstek: wynosiła  $300 \text{ cm}^3$

## LITERATURA

- Bose S., Bogner R. H., (2007). Solventless pharmaceutical coating processes: a review. *Pharm. Dev. Technol.*, 12, 115-131. DOI: 10.1080/10837450701212479
- Obara S., Maruyama N., Nishiyama Y., Kokubo H., (1999). Dry coating. An innovative enteric coating method using a cellulose derivative. *Eur. J. Pharm. Biopharm.*, 1, 47, 51-59. DOI:10.1016/S0939-6411(98)00087-3
- Teunou E., Poncelet D., (2002). Batch and continuous bed coating- review and state of the art. *J. Food Eng.*, 53, 325-340. DOI:0.1016/S0260-8774(01)00173-X
- Ivanova E., Teunou E., Poncelet D., (2005). Encapsulation of water sensitive products: effectiveness and assessment of fluid bed dry coating. *J. Food Eng.*, 71, 223-230. DOI:10.1016/j.jfoodeng.2004.10.037
- Li T., Pougatch K., Salcudean M., Grecov D., (2009). Numerical simulation of a spouted bed with a draft tube with and without liquid spray. *Can. J. Chem. Eng.*, 87, 237-251. DOI 10.1002/cjce.20161
- Ludwig W., Kmieć A., Szafran R.G., Dziak J., (2012). Dry powder coating in a modified Wurster apparatus. *Procedia Eng.*, 42, 480-490. DOI: 10.1016/j.proeng.2012.07.4
- Szafran R.G., Ludwig W., Kmieć A., (2012). New spout-fluid bed apparatus for electrostatic coating of fine particles and encapsulation. *Powder Technol.*, 225, 52-57. DOI: 10.1016/j.powtec.2012.03.031

**Praca była finansowana przez Ministerstwo Nauki i Informatyki w ramach projektu N208 010 32/4251) oraz przez Narodowe Centrum Nauki jako projekt UMO-2013/09/B/ ST8 /00157.**

**Autor pragnie podziękować firmie SYTAPHARM za bezpłatne udostępnienie cząstek *Cellets*®**