

Е. В. Флисюк, А. В. Палечкин, М. А. Буракова, Л. М. Маркова, Е. И. Саканян,
Б. К. Котовский

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА ИСТИРАНИЯ ГРАНУЛ С РАСТИТЕЛЬНЫМИ ЭКСТРАКТАМИ В ПСЕВДООЖИЖЕННОМ СЛОЕ

Санкт-Петербургская государственная химико-фармацевтическая академия

Проведен анализ процесса истирания гранул растительных экстрактов в псевдоожигенном слое. Получены формулы для определения среднего размера частиц и дисперсии функции распределения. Экспериментально определено влияние основных параметров процесса истирания на гранулометрический состав и получено значение коэффициента интенсивности истирания.

Гранулирование любого порошкообразного вещества в аппарате с псевдоожигенным слоем имеет свои особенности. Для растительных экстрактов это особенно важно ввиду того, что из-за сложного химического состава они зачастую обладают неудовлетворительными физико-химическими и технологическими свойствами (низкой сыпучестью и прессуемостью, наличием пылевидной фракции, высокой гигроскопичностью). Поэтому для создания таблетированной лекарственной формы на основе сухих растительных экстрактов необходимой технологической операцией является гранулирование.

Объектами наших исследований являлись сухие экстракты, получаемые водной экстракцией растительного сырья с последующим распылительным высушиванием (сухой экстракт липы, гибискуса, шиповника и др.). Такие экстракты имеют достаточно высокую остаточную влажность и гигроскопичность. Анализ физико-химических и технологических свойств этих экстрактов подтвердил необходимость выбора вспомогательных веществ и предварительного гранулирования.

Процесс гранулирования в псевдоожигенном слое является многостадийным, поскольку представляет собой совокупность взаимосвязанных процессов: образование крупных частиц при смачивании гранулируемой массы увлажнителем, их дробление, истирание, высушивание [1]. Фракционный состав и качество получаемых при этом гранул зависят от многих факторов, наиболее важными из которых являются конструкция аппарата, скорость подачи оживающего агента, температура в слое, вид увлажнителя и скорость его подачи. Целью данной работы является изучение одного из частных процессов гранулирования — истирания гранул. Истирание преобладает в тот момент, когда прекращается подача увлажнителя и происходит подсушивание слоя. Причем, как показали предварительные эксперименты, большему истиранию подвергаются более крупные частицы, находящиеся в слое. Истирание существенно меняет фракционный состав гранулируемого материала.

Математическая модель процесса истирания в псевдоожигенном слое может быть представлена на основе уравнения неразрывности потока, которое в пространстве размеров частиц имеет следующий вид:

$$\frac{\partial f}{\partial t} - \frac{\partial(uf)}{\partial r} = 0, \quad (1)$$

где: $f(r, t)$ — плотность функции распределения гранул по их размерам; r — радиус гранулы, м; t — время, с; $u = u(r, t)$ — скорость истирания гранул.

Проведенные нами эксперименты показали, что скорость истирания в псевдоожигенном слое зависит от размера гранул, то есть можно предположить, что $u = A(t)r$; где $A(t)$ — коэффициент, характеризующий интенсивность истирания, зависящий в общем случае от времени. Такое допущение вполне оправдано с физической точки зрения, так как с увеличением размера частиц увеличиваются и неоднородности внутри них, уменьшается прочность гранул, что и способствует повышению их истирания. В этом случае уравнение (1) примет вид:

$$\frac{\partial f}{\partial t} - A(t)f - A(t)r \frac{\partial f}{\partial r} = 0. \quad (2)$$

Из этого выражения следует, что $N(t) = N_0$, то есть число гранул при истирании не изменяется, здесь:

$$N(t) = \int_0^{\infty} f(r, t) dr, \text{ а } N_0 = \int_0^{\infty} f(r, t) dr.$$

Если умножить уравнение (2) на rdr и проинтегрировать его в пределах от нуля до ∞ , то можно получить следующее дифференциальное уравнение для среднего радиуса частиц:

$$\frac{d\bar{r}}{dt} + A(t)\bar{r} = 0. \quad (3)$$

Интегрирование этого уравнения в соответствующих пределах дает выражение для определения среднего радиуса частиц:

$$\bar{r} = \bar{r}_0 e^{-\int_0^t A(t) dt}, \quad (4)$$

$$\text{где } \bar{r} = \int_0^{\infty} rf(r, t) dr, \text{ а } \bar{r}_0 = \int_0^{\infty} rf_0(r, t) dr.$$

Если умножить уравнение (2) на $r^2 dr$ и проинтегрировать его в пределах от нуля до ∞ , то можно получить

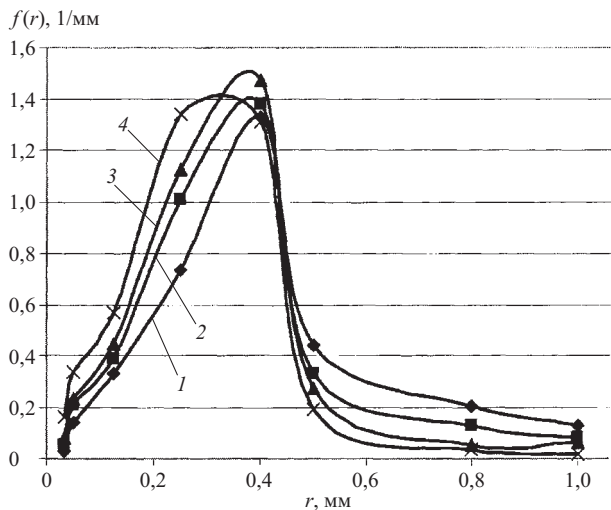


Рис. 1. Эволюция плотности функции распределения частиц по размерам: 1 — исходные гранулы; 2 — через 5 мин; 3 — через 10 мин; 4 — через 15 мин

дифференциальное уравнение для изменения среднего значения квадрата радиуса частиц:

$$\frac{d\overline{r^2}}{dt} + 2A(t)\overline{r^2} = 0, \quad (5)$$

интегрирование которого дает следующее выражение:

$$\overline{r^2} = \overline{r_0^2} e^{-2\int_0^t A(t)dt}, \quad (6)$$

где $\overline{r^2} = \int_0^\infty r^2 f(r, t) dr$, а $\overline{r_0^2} = \int_0^\infty r^2 f_0(r, t) dr$.

Заметим, что дисперсию функции распределения можно выразить как

$\sigma^2 = \overline{r^2} - \overline{r}^2$ [2], или с учетом полученных зависимостей (4) и (5):

$$\sigma^2 = \sigma_0^2 e^{-2\int_0^t A(t)dt}, \quad (7)$$

где $\sigma_0^2 = \overline{r_0^2} - \overline{r_0}^2$.

Из выражения (7) следует, что среднее квадратичное отклонение

$$\sigma = \sigma_0 e^{-\int_0^t A(t)dt}. \quad (8)$$

Если разделить выражение (8) на выражение (4), то получим равенство для определения вариации функции распределения частиц:

$$v = \frac{\sigma}{\overline{r}} = \frac{\sigma_0}{\overline{r_0}}. \quad (9)$$

Из него вытекает, что вариация функции распределения в процессе истирания сохраняется. Отсюда следует важный вывод, что система в процессе истирания

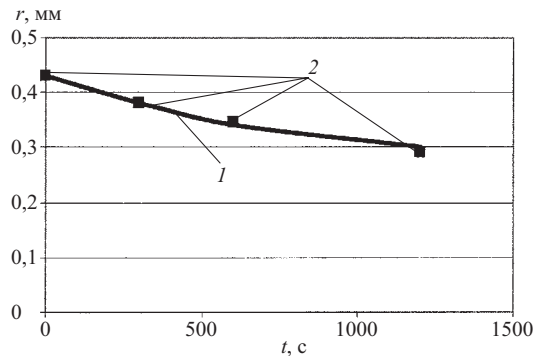


Рис. 2. Изменение среднего радиуса гранул во времени: 1 — расчетная зависимость при значении $A = 4,1 \cdot 10^{-4}$; 2 — экспериментальные значения

стремится к самоорганизации. Из равенства (9) также следует формула:

$$\sigma = \sigma_0 \frac{\overline{r}}{\overline{r_0}}, \quad (10)$$

которая удобна тем, что позволяет легко определить среднее квадратичное отклонение функции распределения, зная параметры функции распределения исходных частиц и средний размер гранул, полученных в процессе истирания. Отношение $\overline{r} / \overline{r_0}$ для процесса истирания всегда меньше единицы.

Кроме того, зная величины \overline{r} и $\overline{r_0}$, можно определить еще один важный параметр, характеризующий процесс — степень истирания частиц, которая определяется по выражению:

$$X(t) = 1 - \left[\frac{\overline{m}(t)}{\overline{m}_0} \right], \quad (11)$$

где $\overline{m}(t)$ и \overline{m}_0 — средняя масса частиц, полученных в результате процесса и исходных частиц соответственно.

Для экспериментального исследования процесса истирания частиц дисперсного материала использовали лабораторный аппарат фирмы “Аэроматик” (тип STREA-1). Проводили гранулирование каждого объекта при оптимальных условиях, полученных ранее в результате математического планирования эксперимента. Затем при заданных значениях расхода воздуха и температуры отбирали пробы через определенные интервалы времени. Пробы рассеивали на фракции через набор сит с диаметрами отверстий 0,063; 0,1; 0,2; 0,25; 0,315; 0,5; 0,8; 1,0; 2,0 мм, определяли массу каждой фракции.

Анализ результатов кинетических исследований истирания в аппарате с псевдооживленным слоем показал, что с течением времени в интервале от 5 до 15 мин истирание гранул составляет в среднем 30 %. Результаты этих опытов представлены на рис. 1.

Если принять в первом приближении, что коэффициент, характеризующий интенсивность истирания A , не изменяется во времени и является const для данных

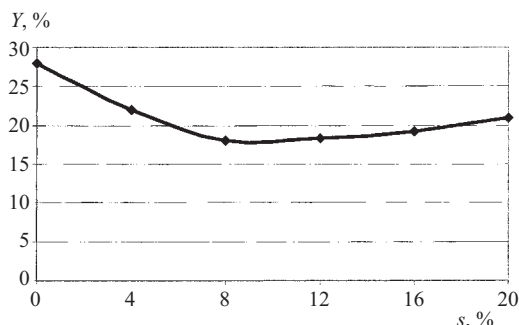


Рис. 3. Влияние живого сечения решетки на истираемость гранул: Y — доля мелкой фракции — частиц радиусом менее 0,1 мм; S — живое сечение решетки

параметров процесса, то выражение (4) упрощается и приобретает вид:

$$\bar{r} = \bar{r}_0 e^{-At}. \quad (12)$$

По результатам экспериментального исследования кинетики истирания было определено, что для кривых распределения, приведенных на рис. 1, значение коэффициента $A = 4,1 \cdot 10^{-4}$. Сравнение экспериментальных значений среднего радиуса частиц и вычисленных по формуле (12) (рис. 2) показало хорошую сходимость результатов, что свидетельствует о справедливости принятых допущений.

С течением времени скорость истирания уменьшается, и количество мелкой фракции (< 0,2 мм) в слое практически остается постоянным, это объясняется тем, что в начале процесса псевдооживления происходит разрушение наиболее крупных и менее прочных частиц, имеющих неправильную форму с выступающими углами; при этом они постепенно округляются. Сферическая форма частиц представляет меньше возможностей для истирания, чем неправильная. Образовавшиеся в слое мелкие частицы в начале процесса псевдооживления уменьшают истирание, так как смягчают столкновение более крупных частиц, являясь амортизатором при соударении. Наличие мелких частиц уменьшает также долю крупных частиц в слое и, следовательно, вероятность их соударения.

Существенное влияние на интенсивность истирания оказывает живое сечение воздухораспределительной решетки (рис. 3). При малом живом сечении решетки выход частиц размером менее 0,2 мм достигает 30 – 40 %. Частицы интенсивно истираются из-за вы-

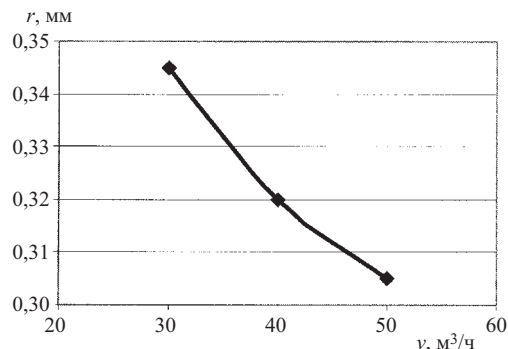


Рис. 4. Зависимость среднего радиуса частиц от расхода воздуха, подаваемого на псевдооживление (время процесса $t = 10$ мин)

сокой скорости воздуха в месте выхода струй из отверстий решетки. При увеличении живого сечения решетки скорость входа воздушной струи в слой снижается, и истираемость частиц значительно уменьшается. При живом сечении решетки более 10 % интенсивность истирания гранул вновь возрастает, хотя и незначительно, вследствие повышения неоднородности псевдооживления, образования воздушных каналов и поршневого эффекта.

Подобное влияние на интенсивность истирания оказывает скорость псевдооживляющего агента, которую меняли в пределах от 30 до 50 м³/ч при постоянном живом сечении воздухораспределительной решетки (рис. 4).

Результаты этих исследований показали, что с увеличением скорости продуваемого воздуха размер частиц уменьшается. Это объясняется тем, что при повышении скорости воздуха растет интенсивность перемешивания частиц, и число их взаимодействий (столкновений) друг с другом увеличивается, что способствует истиранию гранул. Очевидно, что для предотвращения значительного истирания гранул наиболее целесообразно процесс подсушки проводить в более мягких условиях псевдооживления.

ЛИТЕРАТУРА

1. Е. В. Флисюк, Л. В. Шигарова, *Хим.-фарм. журн.*, 37(2), 47 – 48 (2003).
2. Е. С. Вентцель, *Теория вероятностей*, Наука, Москва (1969).

Поступила 22.11.04

MODELING THE PROCESS OF ABRASION OF GRANULES WITH HERBAL EXTRACTS IN FLUIDIZED BED

E. V. Flisyuk, A. V. Palechkin, M. A. Burakova, L. M. Markova, E. I. Sakanyan, and B. K. Kotovskii

State Chemico-Pharmaceutical Academy, St. Petersburg, Russia

The process of abrasion of granules with herbal extracts in fluidized bed has been numerically simulated. Formulas for determining the average particle size and the dispersion of the size distribution function are obtained. The influence of the main parameters of the abrasion process on the granulometric composition distribution has been experimentally studied. The coefficient of abrasion intensity is determined.