



De drilske pulvere

Robuste og effektive produktionsprocesser kræver omhyggelig pulverkarakterisering.

Af Søren Vinter Søgaard og Jukka Rantanen, Institut for Farmaci, Københavns Universitet

Pulveres flydeegenskaber spiller en vigtig rolle for omkostningsniveauet og kvaliteten for flere af dansk industris produktionsvirksomheder. Ved brug af *shear testing* kan disse virksomheder opnå en bedre karakterisering af deres produkter, hvilket vil gøre det lettere at designe bedre produkter og opnå effektive produktionsprocesser. De fleste virksomheder har dog kun lille eller direkte begrænset erfaring med metoden og dens muligheder. Der ligger derfor en stor udfordring i at få formidlet denne viden til industrien.

Flydeegenskaber er afgørende for produktionsomkostninger og kvalitet

Hver eneste dag håndteres der enorme mængder af pulver i den danske industri. Dette gælder ikke mindst i den danske fødevarerindustri, kemiske industri samt medicinalindustri. Disse industrier har igennem de seneste årtier formået at skabe succesfulde pulverbaserede produkter, som i dag eksporteres til det meste af verden eksempelvis pga. deres høje fødevarerikkerhed, enzymaktivitet, katalytiske egenskaber eller medicinske effekt. Da denne type produkter udvikles med fokus på en særlig kemisk eller biologisk egenskab, er der som oftest i mindre grad fokus på produktets procesegenskaber – herunder pulverets flydeegenskaber, som er en del af pulverets mekaniske egenskaber. Ikke desto mindre er

pulverets flydeegenskaber afgørende for produktionsomkostningerne og kvaliteten af det færdige produkt. Pulverets flydeegenskaber har nemlig stor betydning for pulverets flydemønster, flydeevne, valg af egnet procesudstyr samt produktionshastigheden. Derfor opstår der ofte uforudsete procesproblemer, når der ikke har været foretaget en grundig karakterisering af pulverne. I tidens løb har der således været talrige eksempler

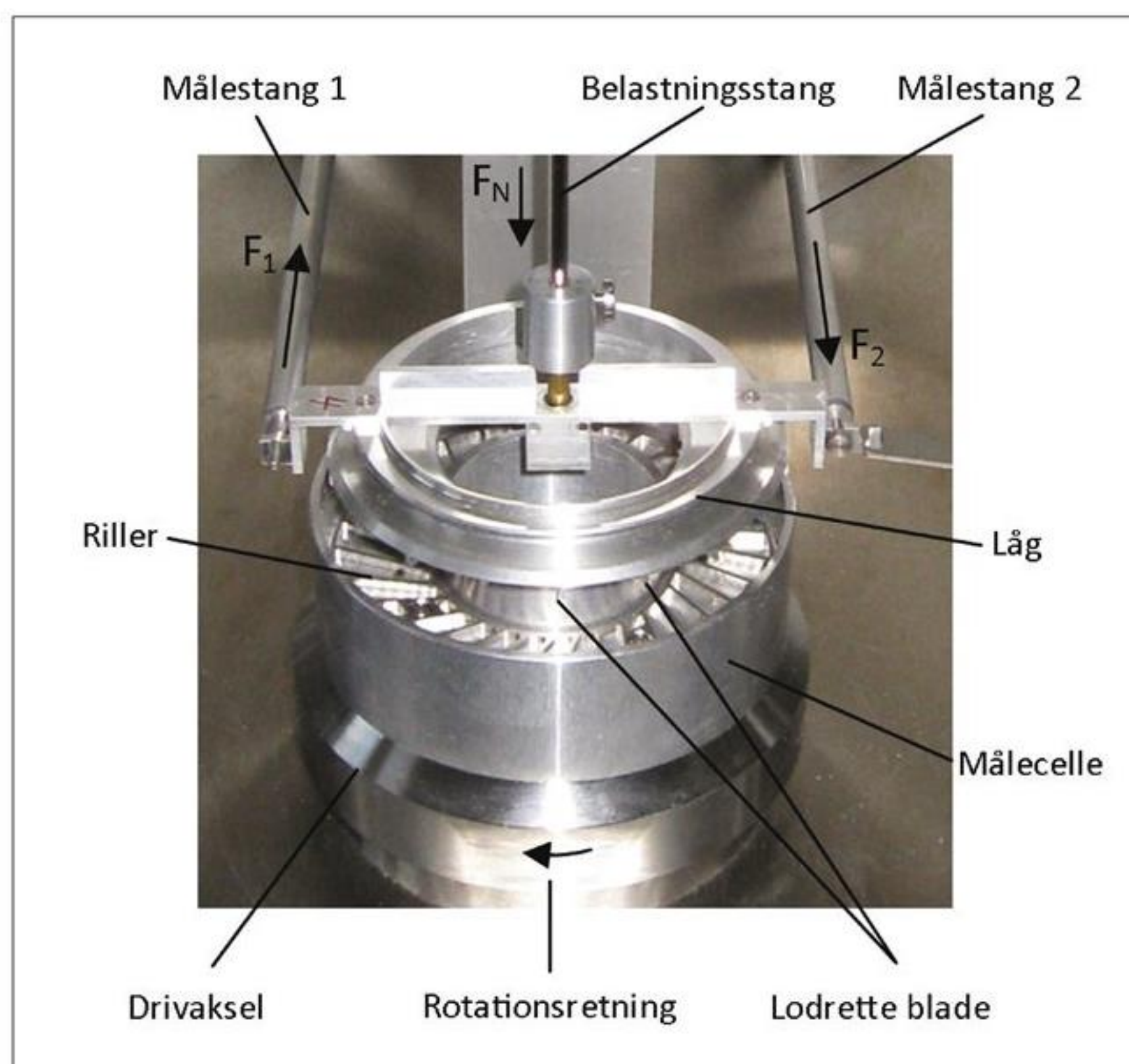
på problemer såsom afblanding af produkter, produktionsstop pga. utilstrækkelige flydeegenskaber og ukontrolleret agglomering ("caking"). Alle disse problemer kan imidlertid undgås. Det kræver dog, at der tages højde for pulverets flydeegenskaber, når nye produktionsprocesser designs, eller omvendt at flydeegenskaberne af nye produkter, som er under udvikling, tilpasses til det eksisterende produktionsapparat.

Flydeegenskaberne afhænger af både partiklerne og processen

Et pulvers flydeegenskaber afhænger af mange parametre, bl.a. partikelstørrelsesfordelingen, partikelformen, partiklernes kemiske sammensætning, vandindhold og temperatur [1]. Desuden er de

fleste pulveres flydeegenskaber afhængige af konsolideringstrykket, dvs. det tryk, som presser partiklerne sammen, når de f.eks. bliver opbevaret i en silo [1,2].

Da konsolideringstrykket ændrer sig afhængigt af mængden af pulver, der håndteres, er flydeegenskaberne afhængige af produktionens størrelse [1]. Dette gør opskalering af laboratorieforsøg til produktion til en udfordrende om end ikke umulig disciplin.



Figur 1. Forsøgsopstilling for sheartest i en 70 ml målecelle.

Karakterisering af pulveres flydeegenskaber

Der findes utallige metoder til måling af pulveres flydeegenskaber [3]. Mange af metoderne er dog etableret ud fra en empirisk tilgang, og de kan derfor kun anvendes under særlige forudsætninger, hvilket gør brugbarheden begrænset. I modsætning til disse empiriske metoder, er der i de seneste år udviklet en række teoretiske computermodeller til at simulere pulveres mekaniske egenskaber i processer f.eks. *discrete element method* (DEM) og *finite element method* (FEM). Modellerne er dog stadig meget forsimplede sammenlignet med rigtige pulvere, da partiklernes fordeling mht. størrelse og form er meget ensartet af hensyn til computerens beregningskapacitet. Modellerne bruges derfor primært til at øge procesforståelsen fremfor at være et egentligt optimeringsværktøj, som kan anvendes af industrien.

Der findes imidlertid en metode til karakterisering af pulveres flydeegenskaber, som direkte måler pulverets mekaniske egenskaber, og som desuden bygger på et teoretisk fundament: *Shear testing*. Dette gør, at metoden kan anvendes til en lang række formål.

Princippet bag metoden fungerer ved, at man placerer en pulverprøve, typisk mellem 3,5-70 ml, i en målecelle. Målecellen har form som en petriskål, hvis bund er udstyret med en ru overside med riller. Et låg med en ru underside placeres på målecellen, der kobles til to krafttransducere (F_1 og F_2) og et normalkraftssystem (F_N). Derved bliver det muligt at måle den indre gnidningsmodstand i pulveret ved forskellige tryk, når målecellens bund forskydes ift. målecellens låg (figur 1). Helt præcist måler man den indre gnidningsmodstand i pulveret, som skal overvindes, for at pulveret begynder at flyde. På samme måde kan pulverets gnidningsmodstand mod forskellige overflader også måles, f.eks. rustfrit stål, ved at udskifte målecellens bund med den overflade, som man ønsker at undersøge. En sådan test kaldes for en *wall friction*-test.

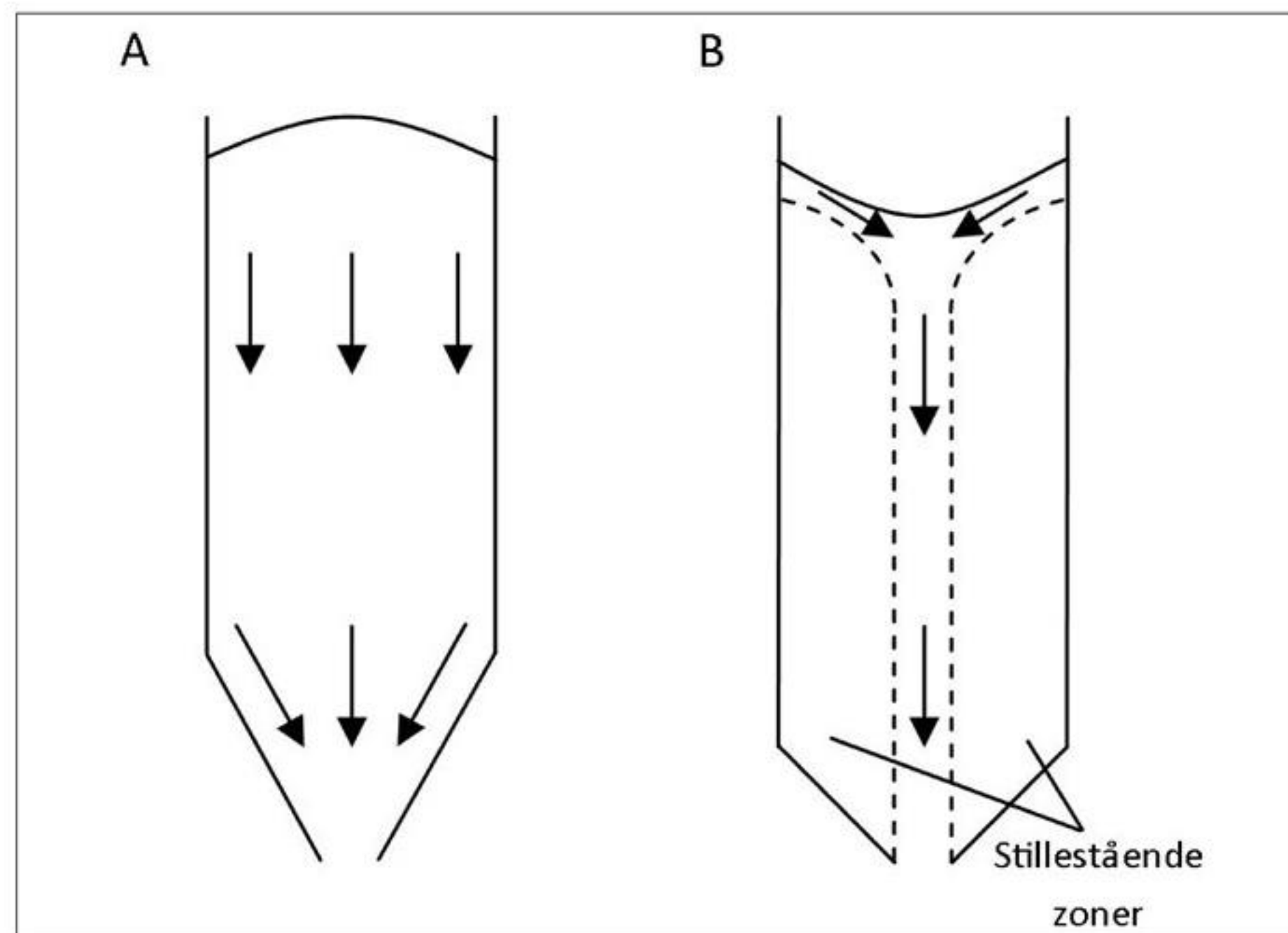
At flyde eller ikke at flyde

Med udgangspunkt i målingerne fra *shear*- og *wall friction*-testene kan man beregne om et pulver vil flyde eller ej i et givent procesudstyr, f.eks. en silo, tragt eller en anden form for produktbeholder. Desuden kan man også forudsige flydemønstret af pulveret. Flydemønstret er vigtigt, da visse flydemønstre medfører problemer.

Normalt skelner man mellem to typer af flydemønstre: Kanalstrømning og massestrømning (figur 2). Ved kanalstrømning vil en del af pulveret bevæge sig, mens resten vil være stillestående. Dette kan resultere i flydeproblemer som f.eks. varierende flydehastighed, caking og afblanding. I modsætning hertil vil al pulveret være i bevægelse, når en beholder tømmes ved massestrømning. Dvs. at pulveret både bevæger sig langs beholderens vægge såvel som i midten af beholderen. På den måde undgås stillestående zoner. Desuden resulterer massestrømning i mindre risiko for afblanding og en meget mere jævn flydehastighed ved tømning.

30 ml er nok til at simulere en silo

Ved brug af *shear*- og *wall friction*-testene kan de forhold, som eksisterer i en silo med f.eks. 2 tons pulver, efterlignes ved blot at bruge f.eks. 30 ml pulver. Dette gøres ved at udtage en prøve, som er repræsentativ mht. partikelstørrelsesfordeling, vandindhold, kemisk sammensætning osv. Pulveret placeres derefter i målecellen, hvor det udsættes for et tryk magen til det i siloen, imens pulverets indre gnidningsmodstand måles. På baggrund af målingerne kan de kritiske dimensioner og egenskaber beregnes, hvilket betyder, at man kan forudsige pulverets flydemønstre, og om det vil flyde eller ej. Brugen af små mængder



Figur 2. Flydemønstre ved udtømmning af pulvere fra beholdere. A: Massestrømning. B: Kanalstrømning.

pulver til bestemmelse af flydeegenskaber er især en fordel for industrier, hvor produkterne er meget kostbare, som f.eks. i medicinalindustrien.

Forskningssamarbejde giver mulighed for mere nøjagtige metoder

En mere fyldestgørende pulverkarakterisering vil ikke blot kunne spare industrien for mange mislykkede pilotforsøg rundt omkring i de danske udviklingsafdelinger. Det vil også kunne øge produktiviteten i produktionerne, fordi det gør det nemmere at identificere de optimale produktionsforhold. Omvendt giver det også mulighed for fremadrettet at designe bedre produkter gennem mere robuste og effektive processer, som vil resultere i færre kasserede produktenheder. Alt dette betyder, at der er et stort optimeringspotentiale indenfor dette område.

Indenfor de seneste par år er flere virksomheder begyndt at anskaffe sig en *shear tester*. Gruppen af virksomheder er dog fortsat lille, og langt de fleste virksomheder har kun lille eller direkte begrænset erfaring med metoden og dens muligheder. Der ligger derfor en stor udfordring i at få formidlet denne viden til industrien. Desuden har metoden vist sig at have sine begrænsninger ved meget små konsolideringstryk pga. krafttransducernes begrænsede opløsning [2] samt i de tilfælde, hvor der kun er meget små mængder af pulver til rådighed for karakterisering. Dette er især et problem for industrier, der skal håndtere små mængder af pulver meget præcist så som produktion af tabletter og kapsler i medicinalindustrien. Af den grund er det ikke blot nødvendigt med mere undervisning og formidling indenfor pulverkarakterisering, men i lige så høj grad mere forskningssamarbejde mellem universiteterne og industrien. På den måde kan der opnås mere nøjagtige metoder og modeller til at forudsige pulvernes procesegenskaber, som samtidig passer til industriens behov.

E-mail:

Søren Vinter Søgaard: soren.sogaard@sund.ku.dk

Jukka Rantanen: jukka.rantanen@sund.ku.dk

Referencer

- Schulze D. 2008. Powder and Bulk Solids: Behaviour, Characterization, Storage and Flow. 2008. 1st ed., Berlin: Springer.
- Søgaard SV, Pedersen T, Allesø M, Garnæs J and Rantanen J. 2014. Evaluation of ring shear testing as a characterization method for powder flow in small-scale powder processing equipment (submitted).
- Schwedes J. 2003. Review on testers for measuring flow properties of bulk solids. Granul Matters 5:1-43.