

Практика нанесения покрытий в псевдооживленном слое – целенаправленное воздействие на свойства твердых веществ



■ **Михаэль Якоб**, доктор технических наук, «Глатт Инженертехник ГмБХ», Веймар

■ **Катя Майер**, Магдебургский университет им. Отто фон Герике

При разработке процессов нанесения покрытий первая задача разработчиков технологий и продуктов заключается в точной спецификации целевых параметров (нужных свойств продукта) и определении технологических, а также коммерческих краевых условий. На основании этих краевых условий подбирают соответствующую технологию изготовления нужного продукта. Этот процесс протекает, как правило, поэтапно: исходя из базовой концепции прорабатывают различные варианты производства и оптимизируют процесс с точки зрения свойств продукта и издержек.

Нанесение покрытий нашло применение в самых разных основных областях. Они охватывают многочисленные отрасли промышленности и включают в себя, например, такие применения, как:

- защита продукта или защита от продукта,
- улучшение стабильности свойств продукта при хранении,
- изменение или регулирование профилей выделения,
- уменьшение гигроскопичности твердых веществ,
- изменение текучести, структуры поверхности и внешнего вида,
- получение композитных частиц, изменение вкуса и запаха
- прочее

Для проведения процессов нанесения покрытий имеется ряд технологических аппаратов, различающихся своими основными принципами, а также главными сферами применения.

При классическом способе нанесения покрытий дисперсные продукты (например, грануляты, экструдаты, кристаллы, таблетки...) путем распыления жидкости, содержащей твердые частицы, покрываются наружным слоем (рис. 1). В аппарате для нанесения покрытий происходит процесс затвердевания, на который можно направленно влиять с помощью различных термических и аэрогидродинамических технологических параметров.

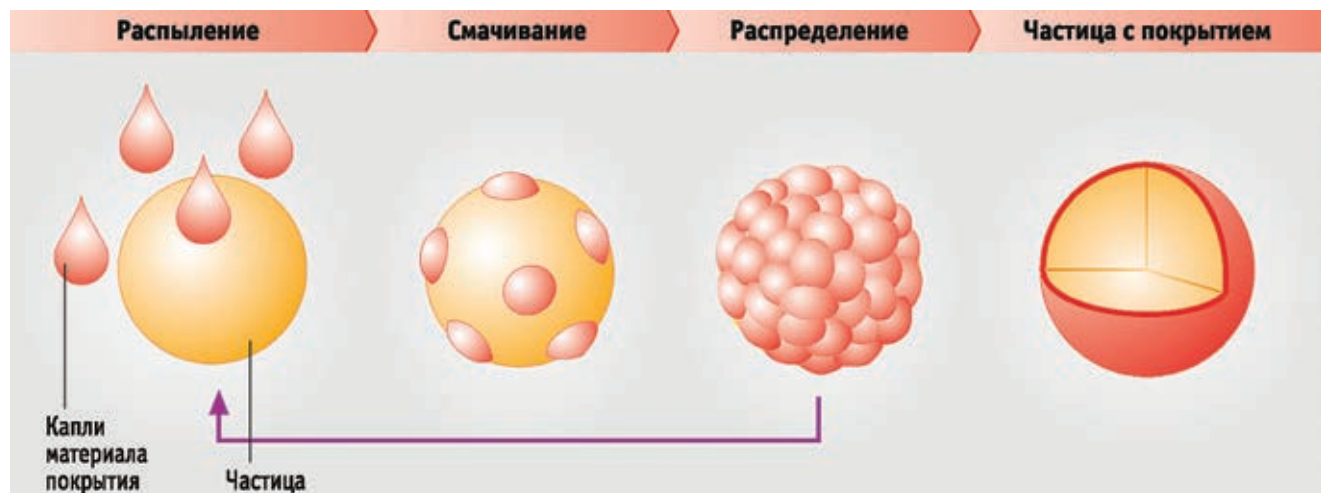


Рис. 1: Основной принцип нанесения покрытия



GPCG 10 – для сушки, гранулирования, нанесения покрытий и пеллетирования. Оптимальный размер партии 2 – 25 кг. Возможность в исполнении «PRO». Гибкий выбор комплектующих, проста в эксплуатации и очистке, легкая установка предварительно смонтированных технологических и технических узлов

Во время ведения процесса происходит распыление жидкого материала оболочки, и непосредственно на поверхности частицы в процессе сушки или затвердевания образуется очень плотная и однородная пленка покрытия.

Для реализации таких применений очень часто используются аппараты с псевдооживленным слоем. Псевдооживленный слой образуется при прохождении через сыпучий материал газообразного оживающего агента (которым, как правило, является воздух или азот), так что частицы переходят во взвешенное состояние и интенсивно перемешиваются. Ввод жидкости в технологическую камеру аппарата для нанесения покрытий через одно или несколько форсунок может осуществляться по-разному. В простейшем случае жидкость распыляется на псевдооживленный слой сверху (распыление сверху). В противоположность этому, особенно для вязких распыляемых сред или при повышенной клейкости, распыление можно осуществлять в псевдооживленный слой и снизу вверх (распыление снизу). На этой основе был разработан дополнительный вариант процесса, при котором частицы перемещаются через зону распыления контролируемо и равномерно (распыление снизу по Вурстеру). Это обеспечивается встраиванием стояка вокруг форсунки, а также использованием впускных днищ специальной конструкции. Это позволяет наносить весьма равномерные слои покрытия и оптимизировать качество. На рис. 2 (слева и посередине) графически показаны оба наиболее распространенных в промышленной практике варианта технологии – распыление сверху и распыление снизу по методу Вурстера.

Выбор той или иной технологии зависит от качества изготавливаемого продукта и свойств используемого сырья, а также твердых частиц, на которые наносится покрытие. Важными факторами влияния здесь являются, в частности:

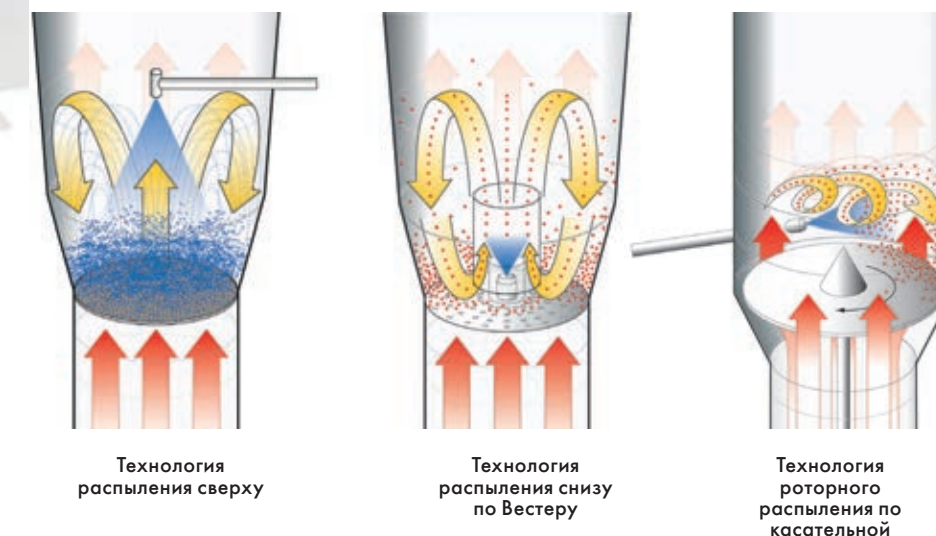
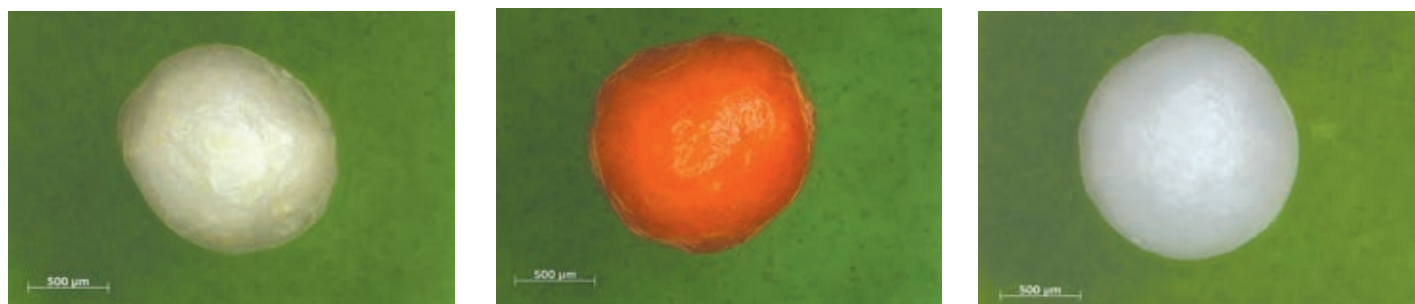


Рис. 2: Обзор технологических вариантов нанесения покрытий



Исходный пеллет

Пеллет со слоем модельного биологически активного вещества

Пеллет со слоем биологически активного вещества и покрытием пролонгированного действия

Рис. 3: Микроскопическое представление части

- распределение по размерам твердых частиц, на которые наносится покрытие,
- вязкость распыляемой жидкости, содержание воды (или растворителя) в распыляемой жидкости,
- толщина наносимого слоя покрытия (толщина пленки),
- вид распыляемой жидкости (раствор, суспензия, дисперсия... или расплав)
- требования к равномерности
- прочее

В дополнение к уже названным параметрам влияния, при нанесении покрытий можно также использовать аэрогидромеханические параметры. Например, в так называемых роторных аппаратах возможно высокоэффективное нанесение покрытий и на неравномерно структурированные изделия (например, экструдаты). В роторных псевдооживленных слоях дополнительно к псевдооживлению воздух вносит в перемешиваемый сыпучий материал механические силы, для чего вместо обычного впускного днища используется вращающийся диск. Этот роторный диск перемещает частицы наружу, где затем воздушный поток, поступающий в технологическую камеру через кольцевой зазор, транспортирует их вверх. За счет этого устанавливается интенсивный „спиральный“ поток твердых

частиц, в который можно весьма эффективно производить распыление по касательной (рис. 2) справа). Для получения различных свойств продукта при практическом применении можно использовать отдельные варианты технологии нанесения покрытий. Для демонстрации подобных эффектов, в рамках исследования сначала были покрыты слоем модельного биологически активного вещества (NaCl) исходные частицы (селлеты). Затем с использованием различных способов нанесения покрытий был нанесен функциональный слой (эудрагит) пролонгированного действия (SR: sustained release – замедленное высвобождение активного начала). Для обеспечения сопоставимости условий пленкообразования условия процесса между собой не варьировались.



Mini/Midi -Glatt – со сменными рабочими колоннами
Установка гранулирования в псевдооживленном слое для проведения испытаний сушки и гранулирования небольших партий и с максимальным качеством
Размер партии 25 – 375г (Mini-Glatt)
и 375 – 1350г (Midi-Glatt)

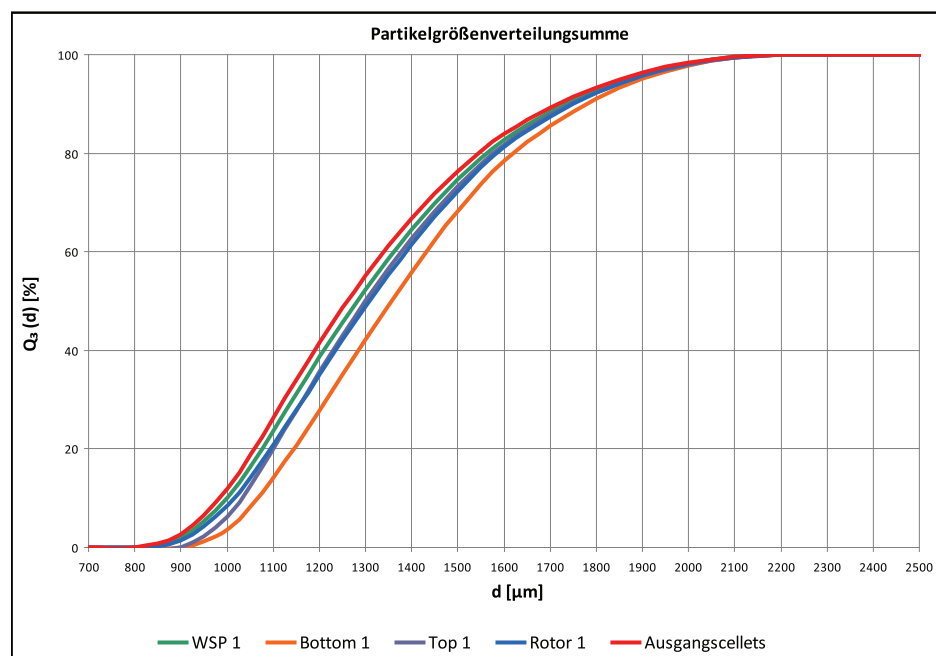


Рис. 4: Распределение частиц по размерам при различных вариантах технологии (питающий материал, WSP=метод Вурстера, Top=распыление сверху, Bottom=распыление снизу, Rotor=роторный метод)



ProCell-LabSystem – для гранулирования порошков и/или жидких растворов, нанесение покрытий на частицы. Модульные вставки для псевдооживления, распыления и роторных процессов. Для серийных или непрерывных процессов. Производительность 200 г-15 кг, скорость распыления 200 мл/ч-18 л/ч, полезный объем 400мл-38л

На рис. 3 показаны снимки частиц из отдельных фаз процесса. Для наглядности оба слоя покрытия выделены разными цветами. Оказалось, что при всех рассмотренных вариантах технологии удалось получить визуально весьма равномерные и плотные покрытия. Распределения частиц по размерам также незначительно отклоняются друг от друга. Незначительные различия, конечно, объясняются тем, что исходные частицы относительно крупные ($d_{50}=1250\mu\text{m}$), а оба слоя покрытия, при количестве нанесенного слоя 7% для модельного БАВ и 5% для покрытия пролонгированного действия, получаются малыми.

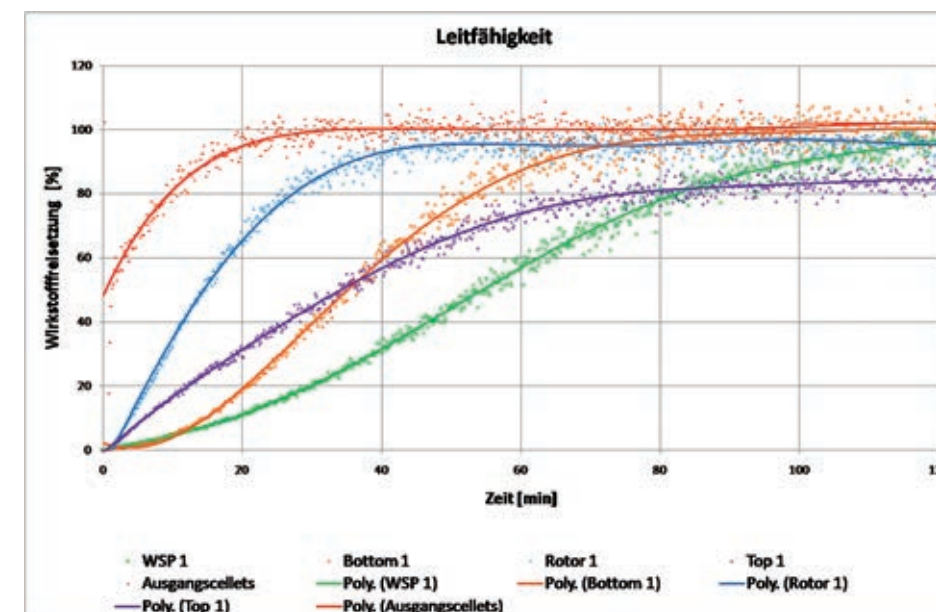


Рис. 5: Профили высвобождения при различных вариантах технологии (питающий материал, WSP=метод Вурстера, Top=распыление сверху, Bottom=распыление снизу, Rotor=роторный метод)

На рис. 5 показаны в качестве примера некоторые результаты измерений высвобождения. Здесь обнаруживаются заметные различия между отдельными профилями. При этом наиболее быстрое высвобождение активного начала имело место из пленочного покрытия, нанесенного в роторном аппарате, что объясняется сравнительно низкой прочностью или плотностью пленочного покрытия. Из всех вариантов технологии наиболее плотное покрытие было получено по методу Вурстера, так что здесь высвобождение происходило весьма медленно. По сравнению с ним весьма неравномерное высвобождение обнаружилось при распылении сверху. Предполагаемая причина – например, широкое распределение толщины стенок нанесенной пленки пролонгированного действия, вызываемое неравномерностью движения частиц через зону распыления. Профиль высвобождения по технологии распыления снизу без стояка располагается между профилями высвобождения по технологии распыления сверху и по методу Вурстера.

Подводя итог, можно отметить, что процессы нанесения покрытий весьма эффективно влияют на свойства твердых частиц, касающиеся технологии их применения. Имеющиеся варианты технологии, в дополнение к материальным (рецептурным) параметрам, открывают и другие возможности оптимизации.

При практическом внедрении процессов нанесения покрытий, на этапе разработки необходимо систематически анализировать применяемое производственное оборудование, чтобы получить продукт оптимального качества. Между вариантами технологии могут существовать значительные различия, что может затруднить, например, передачу продукции между различными производственными установками.

Во всех практических случаях на этапе разработки необходимо проводить экспериментальные исследования, которые можно выполнять в лабораторном и пилотном масштабе в Технологическом центре фирмы Глатт Инженертехник ГмбХ, Веймар, Германия. При этом можно тестировать аппараты для нанесения покрытий как периодического, так и непрерывного действия

www.glatt.ru

**ПРИГЛАШАЕМ ВАС ПОСЕТИТЬ
НАШ СТЕНД НА МЕЖДУНАРОДНОЙ ВЫСТАВКЕ
«ФАРМТЕХ 2012»,
которая пройдет в г. Москва, Россия на ВВЦ,
с 26.11.12 по 29.11.12.,
Павильон 75, зал А, Стенд № С115**



Глатт Инженертехник ГМБХ,
ул. Обручева, 23 – корп. 3,
117630 г. Москва / РФ,
Тел. +7 495 787 4289,
info.glatt-moscow@mastertelecom.ru,
www.glatt.ru