



K. Žižek*

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije
Marulićev trg 19, 10 000 Zagreb

Granuliranje

Terminologija

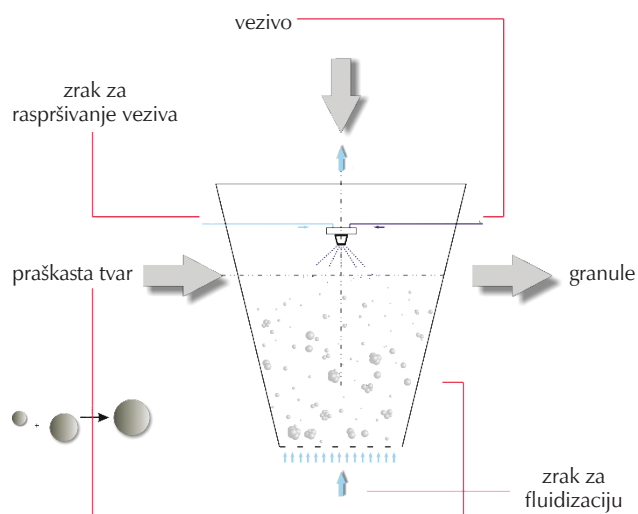
Stručna terminologija vrlo je specifična i prepoznatljiva za određenu temu, znanstveno područje ili disciplinu. Općepoznato je da mnogi termini imaju više značenja, a nerijetki se pogrešno upotrebljavaju. Termin granule kontinuirano se upotrebljava za identifikaciju različitih partikulskih sustava zbog njihova stanja disperznosti. Pelete se ponekad nazivaju granulama, pa čak i briketi, što je pogrešno. Granulu fundamentalno određuje proces u kojem nastaje, ne granulometrijsko stanje. Granula nastaje granuliranjem odnosno u izrazito dinamičnom i stohastičkom okruženju uslijed intenzivnog miješanja praškaste tvari. Ako disperzni sustav čvrstoga ne nastaje procesom granuliranja, tada ne možemo govoriti o granulama bez obzira na njihovo stanje disperznosti (veličinu čestica). Mnogi, pa čak i u akademskoj zajednici, pogrešno govore i upotrebljavaju terminologiju granule i granuliranje.

Granulacija (lat. *granulatio*) višeznačan je termin i primarno označuje pretvorbu tvari u kolektiv zrnja (lat. *granulum/a* u prijevodu zrno/zrnje). Dodatno, upotrebljava se i u zlatarstvu te medicini. U izradi nakita označuje proces kojim se tvore završni ukrasi lemljenjem malih zrnaca, dok u medicini ukazuje na zrnato tkivo. Termin granulacija upotrebljavamo i kao način iskazivanja stanja disperznosti uzorka. No **granuliranje** valja tumačiti jednoznačno i poimati kao proces okrupnjavanja u kojem je rast primarnih čestica potaknut nepravilnim stohastičkim kretanjem praškaste tvari.

Proces granuliranja

Tim kompleksnim procesom fizičke pretvorbe tvari moguće je dizajnirati sustav čestica (konačni proizvod ili intermedijer) i pripremiti formulaciju ciljanih primjenskih svojstava. Granuliranjem se poboljšavaju i kontroliraju mnoga svojstva partikulskog sustava: propusnost, tecivost, poroznost, nasipna gustoća, tvrdoća, topljivost, trošivost, mogućnost kompaktiranja, pogodnost pri rukovanju, ujednačenost sadržaja itd. Stoga, granuliranje nalazi široku primjenu u mnogim proizvodnim procesima metalurgije, prehrambene i farmaceutske industrije, industrije detergenata, keramike, katalizatora i agrikulturnih suplemenata.

Proces pretvorbe praškaste tvari u granule, sukladno metodologiji kemijskog inženjerstva, odvija se u procesnom prostoru (slika 1). Ulazni procesni tok čine praškasta tvar koja se nastoji okrupnjeti i vezivo koje će osigurati nužna kapljevita premoštenja među sudarajućim česticama. Izlazni procesni tok čini kolektiv okrupnjenih čestica odnosno granule ciljanih svojstava i, vrlo često, neokrupnjeni materijal.



Slika 1 – Shematski prikaz procesne tehnologije granuliranja: procesni prostor s pripadajućim procesnim tokovima

Znate li?

Cedevita, multivitaminski proizvod za pripravu instant-napitka, pripremljen je i dostupan na tržištu u formi granula. Ključni dio proizvodnog procesa odvija se u granulatorima s fluidiziranim slojem u kojima iz prethodno provjerenih i doziranih sirovina fizičkom pretvorbom nastaju Cedevita granule.



Granuliranje kroz povijest

Istraživanja fenomena granuliranja započinju prije šezdesetak godina. Pionirima granuliranja smatraju se Newitt i Conway-Jones te Capes i Danckwerts. Prva istraživanja napravljena su granuliranjem pijeska u bubnjastim granulatorima. Od tada, publiciran je velik broj izvornih znanstvenih i preglednih radova te knjiga na temu granuliranja.

Granuliranje je prepoznatljiva inženjerska disciplina više od tri deset godina. Danas, zahvaljujući brojnim istraživanjima na različitim procesnim sustavima i formulacijama, može se konstatirati da je razumijevanje fenomena granuliranja na zavidnoj razini. Daljnjim opsežnim istraživanjima i modeliranjem procesa dolazi se do novih i vrijednih spoznaja o granuliranju i kontinuiranom razvoju procesne tehnologije. Time, granuliranje može uspješno pratiti dinamična i izrazito zahtjevna tržišta i osigurati konkurentnost proizvoda.

* Izv. prof. dr. sc. Krunoslav Žižek
e-pošta: kzižek@fkit.hr

Opis procesa

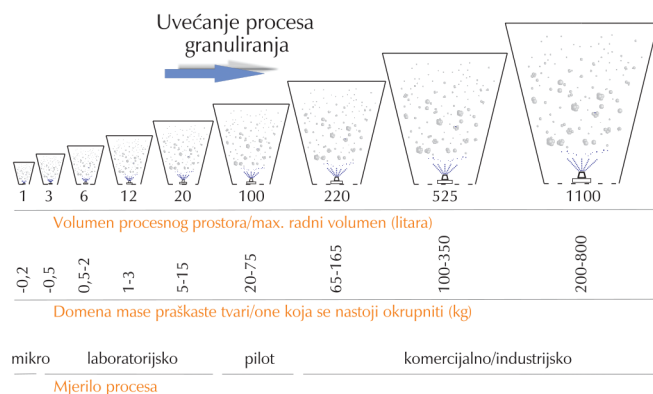
Granule nastaju u izrazito dinamičnom i stohastičkom okruženju uslijed intenzivnog miješanja praškaste tvari u adekvatnoj procesnoj geometriji. Takvo okruženje potiče i sinergistički pogoduje željenom razvoju brojnih događaja te mehanizama granuliranja. Uspješnom granuliranju nužno prethode brojni nasumični sudari čestica, adhezija kapljice veziva i čestica, penetracija veziva u pore čvrstoga, stvaranje kapljevutih premoštenja veziva među česticama i drugi događaji koji mehanistički osiguravaju razvoj konkurentnih i kompetitivnih potprocesa, mehanizama rasta i smanjenja čestica.

Takvo stohastičko okruženje ostvarivo je primjenom procesnih sustava (jedinica) za miješanje prašaka. Prema tome, poznato je ovisno o principu miješanja: granuliranje prevrtanjem, smično granuliranje i granuliranje u fluidiziranom sloju. Prevrtanjem čvrste tvari u disku, bubnju ili konusu uz dodavanje veziva rezultira pogodnim uvjetima za rast granula. Pri smičnom granuliranju, željeno nasumično kretanje praškaste tvari ostvarivo je vrtnjom rotirajućeg radnog elementa (miješala) unutar fiksne posude. U granulatorima s fluidiziranim slojem primjenjuje se fluidizacija sloja čvrstoga u ostvarivanju željenog stohastičkog kretanja tvari. Dodatno, ovisno o vrsti i načinu dodavanja veziva postoje: mokro granuliranje, suho granuliranje i granuliranje taljenjem.

Uvećanje procesa

Svako uvećanje procesa granuliranja (slika 2) provodi se s ciljem pravilnog odabira onih makroskopskih svojstava (procesni uvjeti i geometrija procesnog prostora iskazana simpleksima te dizajnom procesnih elemenata) koji će u granulatoru većih dimenzija, komercijalno orijentiranom (engl. *full-scale granulator*) rezultirati željenim svojstvima kolektiva granula (primarnim te posljedično sekundarnim/primjenskim), istovjetnim onima već dobivenim u manjim (laboratorijskim) granulatorima.

Ističu se različita pravila uvećanja procesa granuliranja. Skup pravila primjenjiv je za uvećanje šaržnog i/ili kontinuiranog procesa granuliranja, ali ne pogoduje željenom održanju svih karakteristika kolektiva granula. Testiranje primjenjivosti novih pristupa uvećanja procesa granuliranja iziskuje određeno razdoblje. Danas se uvećanju procesa granuliranja pristupa uglavnom primjenom *Litsterovih* pravila.



Slika 2 – Prikaz uvećanja procesa granuliranja u fluidiziranom sloju

Modeliranje procesa

U modeliranju procesa granuliranja primjenjuju se različiti pristupi: metoda diskretnih elemenata (*DEM* metoda), modeliranje populacijskom bilancom, hibridni modeli *DEM* s populacijskom bilancom te hibridni modeli populacijske bilance s integriranim metodama volumena fluida (*VoF* metode).



S populacijskim bilancama kemijski inženjeri mogu predvidjeti vremensku promjenu raspodjele bilo kojeg svojstva jedinki u populaciji čvrstih čestica, mjehurića, kapljica, polimera itd. U osnovi, populacijska bilanca je zakon očuvanja gdje je broj jedinki (čestica) određenog svojstva od značaja veličina koja se iskazuje bilancom. Populacijska bilanca je analogna bilanci množine tvari i sadrži članove za ulaz, izlaz čestica iz diferencijalnog volumena, član za akumulaciju te kinetičke izraze za svaki mehanizam kojim se mijenja promatrano svojstvo čestica u sustavu (npr. veličina čestica) slično kao što se postavlja kinetički model za kemijsku reakciju. U slučaju granuliranja populacijska bilanca se primjenjuje za modeliranje procesa fizičke pretvorbe tvari odnosno za predviđanje broja čestica određenog svojstva (veličine, poroznosti, sadržaja) tijekom procesa granuliranja.

U općem obliku ona glasi (*Randolph i Larson, 1971.*):

$$\frac{\partial n}{\partial t} = -\nabla \cdot \vec{v}_e n - \sum_{i=1}^m \nabla \cdot \vec{v}_i n + B - D \quad (1)$$

Višedimenzijaska, mikroskopska populacijska bilanca (jedn. 1) najopćenitiji je iskaz dinamičke promjene gustoće populacije određenog promatranog svojstva. Svaka jedinka populacije određena je svojim vanjskim i unutarnjim koordinatama. Vanjske koordinate jedinice (x, y, z) definiraju njezin smještaj u procesnom prostoru, dok unutarnje koordinate omogućuju njezinu kvantitativnu karakterizaciju (veličina, sastav, poroznost itd.). Doprinosi izmjene tvari procesnog prostora s okolinom (kontinuiranosti procesa) te svakog diferencijalnog mehanizma (habanje, oslojavanje, konsolidacija) sadržan je u drugom konvektivnom članu populacijske bilance. Diskretni članovi, funkcija nastajanja i funkcija nestajanja (B i D) predstavljaju promjenu u populaciji uslijed prisutnosti diskretnih, iznenadnih mehanizama promjene (nukleacija, koalescencija i lom).

Simboli

- B – funkcija nastajanja ("birth"), no. $m^{-1} s^{-1}$
- D – funkcija nestajanja ("death"), no. $m^{-1} s^{-1}$
- n – gustoća populacije određenog promatranog svojstva, no. m^{-1}
- t – vrijeme granuliranja, s
- \vec{v}_e – vektor brzine vanjskih koordinata, $m s^{-1}$
- \vec{v}_i – vektor brzine unutarnjih koordinata, $m s^{-1}$

Literatura

- *J. Litster, B. Ennis*, The science and engineering of granulation processes, Kluwer Academic Publishers, AH Dordrecht, The Netherlands, 2004., doi: <https://doi.org/10.1007/978-94-017-0546-2>.
- *K. Žižek*, Komparativna istraživanja granulacijskog procesa, Doktorska disertacija, Zagreb, Hrvatska, 2010.
- *S. M. Iveson, J. D. Litster, K. Hapgood, B. J. Ennis*, Nucleation, growth and breakage phenomena in agitated wet granulation process: a review, Powder Technol. **117** (2001) 3–39, doi: [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(01\)00313-8](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(01)00313-8).