КОНТРОЛЬ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ: АВТОМАТИЗИРОВАННЫЕ ПРИБОРЫ КОМПАНИИ GRANUTOOLS

УДК 620.17
БАК 01.02.04

Нехин М.Ю., АО "Найтек Инструментс", mnehin@nytek.ru

Порошковые материалы широко используются в самых разных отраслях промышленности – от фармацевтики до металлургии. Поэтому не теряют своей актуальности проблемы оптимизации технологических процессов, связанных с переработкой порошков. В настоящее время предлагается достаточно большой выбор измерительного оборудования для контроля параметров порошков, однако принципы действия многих приборов основаны на использовании устаревших методик, не отвечающих современным требованиям по точности и воспроизводимости результатов. В связи с этим большой интерес представляет появление на российском рынке приборов бельгийской компании GranuTools, которые имеют высокую автоматизацию и реализуют инновационные методики измерения технологических свойств порошков.

Поведение порошков при транспортировке и обработке в технологическом оборудовании обусловлено рядом свойств, которые зависят от адгезионно-когезионных взаимодействий частиц друг с другом и с поверхностью элементов оборудования. Такие взаимодействия определяются главным образом действием межмолекулярных и электростатических сил [1, 2]. Важнейшими технологическими свойствами порошков, которые необходимо контролировать в пищевой промышленности, фармацевтике, порошковой металлургии, производстве полимеров, аддитивных технологиях и других областях, являются текучесть, насыпная плотность и плотность после утряски.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕКУЧЕСТИ ПОРОШКА

Порошки способны течь под действием внешних сил, направленных тангенциально к поверхности их частиц. При этом отдельные частицы или их агрегаты отрываются от себе подобных или опорной поверхности и перемещаются в направлении действия внешних сил. Данное свойство используется при пересыпании и пневматическом транспортировании порошковых материалов и продуктов.

Для характеристики текучести порошка используется несколько методов контроля, которые могут применяться отдельно или же дополнять друг друга.

Измерение текучести порошка через отверстие

Один из наиболее распространенных и востребованных методов контроля текучести порошков – измерение массового или объемного расхода при вытекании пробы

определенной массы или объема, помещенной в емкость, через отверстие установленных размера и формы. Например, в ГОСТ 20899-98/ISO 4490, разработанном для порошковой металлургии, регламентируется метод определения текучести металлических порошков с помощью калиброванной воронки – прибора Холла. Масса навески составляет 50 г, воронку с круглым отверстием диаметром 2,5 мм рекомендуется изготавливать из стали марки 12Х18Н10Т. Время истечения навески замеряется секундомером.

В фармакопее USP1174 описан метод "Поток через отверстие". Рекомендуется использовать емкость цилиндрической формы, диаметр которой более чем вдвое больше диаметра круглого отверстия. Последний должен более чем в шесть раз превосходить размеры частиц порошка. Предпочтительна возможность изменения диаметра отверстия.

Недостатком метода, нормированного в ГОСТ 20899-98/ISO 4490, является получение только одного значения оценки массового расхода, в которое заложены все погрешности, связанные с условиями взаимодействия порошка с воронкой и влиянием человеческого фактора при выполнении измерений вручную. Поэтому воспроизводимость и точность результатов измерений, а также информативность метода оставляют желать лучшего.

Компания GranuTools разработала прибор и метод, лишенные указанных недостатков. В конструкции прибора GranuFlow (рис.1) используются емкость из нержавеющей стали объемом 500 мл и сменный диск с семью отверстиями диаметром от 1 до 38 мм. Масса вытека-

ющего из емкости порошка определяется автоматически электронными весами. Текучесть порошка измеряется в несколько шагов через отверстия разных диаметров. Размер отверстия быстро и легко изменяется с помощью оригинальной поворотной системы. На каждом шаге определяется зависимость массы вытекшего из емкости порошка от времени, и по наклону полученной кривой рассчитывается величина массового расхода. Затем строится реологическая кривая – зависимость массового расхода от размера отверстия (рис.2). На основе модели Беверлоо [3] рассчитываются показатель текучести и минимальный размер отверстия, необходимый для формирования непрерывного потока.

В настоящее время GranuFlow – единственный на рынке автоматический прибор для измерения текучести порошка через отверстие. Применяемый метод полностью отвечает требованиям фармакопеи USP1174. Массовый расход через отверстия разных размеров измеряется последовательно, без пауз для очистки прибора. Получение полной реологической кривой и расчет показателя текучести требует менее 5 минут, причем погрешность составляет не более 2% вне зависимости от квалификации пользователя. Входящее в комплект программное обеспечение выполняет все расчеты, собирает и сохраняет данные, генерирует отчеты и позволяет сравнивать результаты измерений для разных материалов.

Таким образом, GranuFlow автоматизирует классификацию порошков по текучести и обеспечивает быструю и точную проверку их совместимости с производственным оборудованием. Конфигурация прибора может быть адаптирована для емкостей разного объема. Также доступны дополнительные диски с отверстиями для порошков с высокой и низкой когезией. Для эксплуатации в полевых условиях разработана автономная версия прибора с ультразвуковым датчиком и электронным дисплеем.

Рис.1. Прибор GranuFlow для измерения текучести порошка через отверстие

Рис.2. По результатам испытаний GranuFlow автоматически строит реологические кривые – зависимости массового расхода от размеров отверстий

Измерение статического угла естественного откоса

Статический угол естественного откоса измеряется как угол между образующей конуса, сформированного при свободном насыпании порошка, и горизонтальной плоскостью. Его величина зависит от большого числа параметров, включая трение между частицами, их форму, а также силы взаимодействия. Чем меньше значение угла естественного откоса, тем выше текучесть порошка.

Методика определения угла естественного откоса, как правило, заключается в формировании на горизонтальной поверхности конусообразной горки порошка, после чего проводят измерение или вычисление угла

Рис.3. Прибор GranuHeap для измерения статического угла естественного откоса

при основании конуса [4]. Горка может быть получена путем высыпания навески порошка из емкости, насыпания через воронку либо с помощью цилиндрической трубки. В последнем случае порошок помещается в установленную вертикально трубку, затем она плавно поднимается и постепенно формируется горка. Для вычисления угла естественного откоса используют высоту конуса и диаметр его основания. Также порошок может насыпаться в закрытый контейнер с прозрачными стенками, имеющий форму параллелепипеда. В этом случае заполняется один из углов контейнера, а измерениям могут помочь угловые риски на его стенках.

К сожалению, методы измерения статического угла естественного откоса характеризуются низкой воспроизводимостью и высокой зависимостью полученных результатов от особенностей процедуры и квалификации персонала лаборатории. Чтобы повысить точность и воспроизводимость измерений, компания GranuTools разработала прибор GranuHeap, в котором реализован автоматический метод измерения формы горки порошка (рис.3). Горка создается с помощью трубки на верхнем горизонтальном основании цилиндра. Трубка заполняется навеской порошка, после чего поднимается с постоянной скоростью. Порошок высыпается из трубки, образуя коническую горку (рис.4). Цилиндр вращается вокруг вертикальной оси, и сформированный конус фотографируется с разных сторон цифровой КМОП-камерой со светодиодной подсветкой.

На полученных изображениях размером 400×600 пикселей встроенный в программное обеспечение алгоритм определяет положение границы раздела между порошком и воздухом. Угол естественного откоса измеряется на каждом изображении, то есть для разных ориентаций горки в пространстве, после чего вычисляется его среднее значение. Также для каждого изображения рассчитывается статический коэффициент когезии как отклонение формы проекции реальной горки от идеальной – равнобедренного треугольника (см. рис.4). Значение этого коэффициента пропорционально величине когезионных сил между частицами порошка.

Благодаря автоматическому режиму работы и анализу нескольких боковых проекций конуса GranuHeap значительно повышает воспроизводимость результатов оценки угла естественного откоса. После окончания измерения прибор быстро и легко очищается от остатков порошка. Для использования в фармацев-

Рис.4. В GranuHeap порошок образует конусообразную горку на верхнем горизонтальном основании цилиндра. Для каждого изображения (проекции) измеряется угол естественного откоса и вычисляется статический коэффициент когезии

тике и производстве драгоценных металлов предлагается специальная комплектация для проб объемом 4 мл.

Измерение динамического угла естественного откоса

Динамический угол естественного откоса – угол, образуемый текущим порошком относительно горизонтали. Меньшие значения угла естественного откоса соответствуют лучшей текучести порошка.

Для автоматического измерения динамического угла естественного откоса создан прибор GranuDrum (рис.5). В нем используется горизонтальный цилиндр из нержавеющей стали с прозрачными боковыми стенками, который наполовину заполняется образцом порошка. Цилиндр вращается вокруг своей оси с угловой скоростью от 1 до 70 об./мин, а цифровая КМОП-камера делает серии снимков для каждого значения скорости с интервалом от 0,5 до 2 с. Полученные изображения имеют размер 800×800 пикселей. При анализе определяется граница раздела порошка и воздуха, и на основе ее среднего положения находится динамический угол естественного откоса для каждой скорости вращения (рис.6). По колебаниям положения границы раздела рассчитывается динамический коэффициент когезии. Высокая когезия частиц обуславливает прерывистое течение порошка, в то время как низкая когезия – равномерное течение. Близкий к нулю динамический коэффициент когезии соответствует порошку со слабым сцеплением частиц. Также оценивается тиксотропия порошка – изменение когезии в процессе обработки.

GranuDrum прост в обслуживании – цилиндр легко и быстро заполняется порошком и очищается после окончания измерений. Поверхность цилиндра имеет высокую стойкость к абразивным воздействиям, и прибор позволяет измерять порошки с разными размерами частиц.

Рис.5. Прибор GranuDrum для измерения динамического угла естественного откоса

Анализ изображений, сбор и передача данных, а также генерация отчетов выполняются автоматически. Высокая воспроизводимость измерений обеспечивается для материалов как высокой, так и низкой плотности. Например, для порошков из нержавеющей стали максимальная ошибка составляет 1,8%, а для фармацевтических вспомогательных веществ – 4,2%.

Прибор может комплектоваться дополнительными цилиндрами объемом 10–40 мл для измерения небольших количеств порошка. Еще одна опция – термически стойкий цилиндр, который можно использовать при температуре до 200°C.

GranuDrum успешно применяется для классификации порошков по их текучести в разных отраслях промышленности, а также для оптимизации скорости транспортировки и оценки пригодности порошков к использованию в пневматических системах.

Рис.6. В GranuDrum горизонтальный цилиндр наполовину заполняется образцом порошка. При анализе находится динамический угол естественного откоса для каждой скорости вращения и рассчитывается динамический коэффициент когезии

Измерение электростатического заряда на поверхности частиц порошка

При прохождении потока порошка через различные устройства на поверхности его частиц в результате трибоэлектрического эффекта образуются электростатические заряды. Трибоэлектрический эффект возникает при трении частиц как между собой, так и с элементами оборудования. Величина электризации зависит от параметров порошка, а также природы материала, из которого выполнены контактирующие с ним элементы устройств. Электростатические заряды оказывают значительное влияние на текучесть порошка, а следовательно – и на его технологичность при транспортировке и обработке.

Для автоматического контроля величины электрических зарядов, образующихся при взаимодействии порошков с различными материалами, разработан прибор GranuCharge. Образец порошка объемом 10–50 мл проходит внутри V-образной трубки и попадает в цилиндр Фарадея, соединенный с электрометром

Рис.7. Прибор GranuCharge для измерения электростатического заряда на поверхности частиц порошка

(рис.7). Последний измеряет заряд, приобретенный порошком во время движения. Для повышения воспроизводимости результатов измерения V-образная трубка имеет вибрационный или ротационный привод. Измерения выполняются с точностью не менее 0,5 нКл и высокой повторяемостью (погрешность – около 4%).

GranuCharge может комплектоваться трубками из нержавеющей стали, стекла, ПЭНД, ПВХ, алюминия, что позволяет исследовать взаимодействие различных материалов и выбирать их оптимальные сочетания. Прибор дает возможность контролировать изменение плотности заряда во времени. Закрытая конструкция обеспечивает безопасность эксплуатации, при этом возможно управление условиями измерения – температурой, влажностью, составом атмосферы. GranuCharge прост в обслуживании – все измерения выполняются автоматически, очистка деталей занимает минимальное время.

ИЗМЕРЕНИЕ НАСЫПНОЙ ПЛОТНОСТИ И ПЛОТНОСТИ ПОСЛЕ УТРАСКИ

Насыпная плотность – это масса единицы объема свободно насыпанного порошка. Она зависит от формы и размера частиц, состояния их поверхности, фракционного соотношения и плотности самого материала [5]. Чем крупнее частицы и чем более правильной формой они обладают, тем больше насыпная плотность [6]. При утряске – виброобработке свободно насыпанного порошка – его объем уменьшается на 20–50% за счет перераспределения и более компактной укладки частиц. Максимальная плотность утряски достигается для порошков со сферическими частицами при минимальной шероховатости их поверхности. Отношение массы порошка к величине объема после виброобработки называют плотностью утряски. Насыпная плотность, плотность после утряски и их отношение – так называемый коэффициент Хауснера – важные параметры, которые должны учитываться при хранении, транспортировке и использовании порошка.

Метод определения насыпной плотности нормирован, например, в ГОСТ 19440-94, где описаны две возможные реализации процедуры для металлических порошков: заполнение емкости через воронку и через волюмометр Скотта – прибор, в котором частицы порошка в процессе свободного падения затормаживаются наклонными пластинами.

Также для металлических порошков разработан ГОСТ 25279-93/ISO 3953-85 для определения плотности после утряски. Согласно стандартизированной методике, навеска порошка помещается в градуированный стеклянный цилиндр и подвергается виброо-

бработке с помощью специального устройства с кулачковым приводом при амплитуде 3 мм и частоте 100–300 циклов/мин или вручную, ударяя им по жесткой резиновой пластине. Испытание проводят, пока не прекратится процесс уменьшения объема порошка.

Недостатками стандартизированных методик являются зависимость результатов измерения от человеческого фактора и отсутствие информации о динамике процесса уплотнения порошка в ходе виброобработки.

Компания GranuTools предлагает прибор GranuPack (рис.8), реализующий автоматизированный усовершенствованный метод исследования кинетики уплотнения. Прибор автоматически измеряет изменение объема порошка от исходной величины, соответствующей насыпной плотности, до конечной – после утряски. Коэффициент Хауснера, насыпная плотность и плотности после утряски измеряются с погрешностью до 0,4%. Кроме того, на основе полученных графиков уплотнения определяется динамический параметр уплотнения и экстраполируется значение максимальной плотности.

В GranuPack порошок помещается в трубку объемом 10–40 мл, а сверху на него устанавливается легкий стабилизатор, который обеспечивает плоскую форму поверхности раздела порошок/воздух в процессе утряски. Уплотнение осуществляется в результате подъема трубки с образцом порошка на высоту 1 или 3 мм и свободного падения вниз. После каждого цикла уплотнения автоматически измеряется высота порошкового слоя. Время между циклами утряски составляет 0,5–10 с.

GranuPack позволяет выявлять различия между партиями порошка, определять оптимальные материалы для прессования и таблетирования, классифицировать

Рис.8. Прибор GranuPack для исследования кинетики уплотнения

порошки по текучести и сжимаемости (рис.9). Прибор может комплектоваться дополнительными трубками для образцов малого объема, а также набором для утряски со сниженной интенсивностью.

Рис.9. В GranuPack порошок помещается в трубку объемом 10–40 мл. По результатам испытаний можно классифицировать порошки по текучести и сжимаемости

**ОБЛАСТИ И ПРИМЕРЫ ПРИМЕНЕНИЯ
ПРИБОРОВ GRANUTOOLS**

Поскольку порошок с неоптимальными технологическими свойствами может вызвать серьезные осложнения в производстве – засорение, агломерацию, сегрегацию и т.д., использование современных инструментов контроля является важнейшим условием достижения высокой производительности и сокращения затрат. Приборы компании GranuTools находят применение во всех отраслях промышленности, где используются порошковые материалы, включая фармацевтику, пищевую промышленность, металлургию, аддитивные технологии и др.

В фармацевтике с обработкой порошков связаны многие производственные процессы: таблетирование, влажная и сухая грануляция, смешивание и т.д. При таблетировании от текучести порошков зависят однородность состава таблетки и, следовательно, ее свойства. Оптимизировать процессы таблетирования можно с помощью приборов GranuFlow и GranuPack, добиваясь улучшения процесса наполнения матрицы и совершенствования прессования порошков.

В фармацевтических производственных линиях подача порошковых материалов в блендеры, просеиватели, мельницы, устройства наполнения капсул, таблеточные прессы часто осуществляется пневматическими системами. Они же применяются для транспортировки готовых таблеток и капсул. При этом критическими параметрами являются текучесть порошка и величина электрических зарядов, образующихся на поверхности его частиц в результате трения. Контролировать и оптимизировать эти параметры позволяют приборы GranuDrum и GranuCharge.

В пищевой промышленности используется широкий диапазон порошковых и гранулированных материалов: крупы, сахар, соль, кофе, мука и др., а также различные смеси порошков. Для оптимизации процессов их хранения, транспортировки и переработки необходима информация о текучести. Например, нетривиальной задачей является оптимизация переработки риса, поскольку зерна риса разных сортов отличаются как размером, так и формой. Прибор GranuFlow позволяет классифицировать сорта риса по показателю их текучести, прогнозировать

производительность технологического процесса и предотвращать возникновение проблем.

Текучесть сахара в очень большой степени зависит от размера частиц. Так, высокая доля в сахарном песке мелкой сахарной пудры, характеризующейся высокой когезией, может вызвать серьезные трудности в производстве. Для контроля показателей текучести целесообразно использовать приборы GranuHear и GranuDrum.

Прибор GranuPack также весьма эффективен при контроле технологичности порошков, например, он может применяться для изучения влияния на реологические свойства смешивания мелкозернистого порошка с крупнозернистым или коррекции технологических режимов – изменения температуры сушки и т.п.

Для решения большинства задач по контролю и оптимизации текучести, возникающих при работе с порошками в металлургии, успешно применяются приборы GranuHear и GranuDrum.

И, наконец, перспективной областью применения приборов GranuTools является 3D-печать, а именно аддитивные технологии группы PBF (Powder Bed Fusion – расплавление материала в заранее сформированном слое). В их число входят SLS (selective laser sintering – селективное лазерное спекание), SLM (selective laser melting – селективное лазерное сплавление) и EBM (electron beam melting – электронно-лучевое сплавление). Перечисленные технологии объединяет схожий принцип: последовательное послойное формирование изделия путем выборочного сплавления или спекания частиц порошка. Для получения высококачественных изделий на каждом шаге процесса требуется формировать тонкий и равномерный слой порошка. При этом необходимо добиться рационального сочетания размера частиц и текучести порошка. Оптимизировать скорость формирования слоя порошка поможет прибор GranuDrum, добиться минимизации пористости деталей и шероховатости поверхности – GranuPack, рационализировать повторное использования порошка – GranuCharge.

Таким образом, приборы компании GranuTools позволяют не только улучшать отдельные операции процесса переработки порошков, но и добиваться его комплексной оптимизации.

ЛИТЕРАТУРА

1. Гельфман М.И., Ковалевич О.В., Юстратов В.П. Коллоидная химия. СПб.: Лань, 2004. 336 с.
2. Фролов Ю.Г. Курс коллоидной химии. Поверхностные явления и дисперсные системы. 2-е изд. М.: Химия, 1988. 464 с.
3. Beverloo W.A., Leniger H.A., Van de Velde J. The flow of granular material through orifices // J. Chem. Eng. Sci. 1961. No. 15. P. 260–296.
4. Басов Н.И., Любартрович В.А., Любартрович С.А. Контроль качества полимерных материалов / под ред. В.А. Брагинского. 2-е изд. Л.: Химия, 1990. 111 с.
5. Андриевский Р.А. Порошковое материаловедение. М.: Металлургия, 1991. 205 с.
6. Гропянов А.В., Ситов Н.Н., Жукова М.Н. Порошковые материалы. СПб.: ВШТЭ СПбГУПТД, 2017. 74 с.

ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ЛЮБЫХ ПРОМЫШЛЕННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

GRANU
TOOLS™

www.nytek.ru
NYTEK
instruments

АО "Найтек Инструментс"
+7 495 098 0097
nytek@nytek.ru