



brought to you by CO

provided by Central Repository of the Institute of Chemistry, Technology and Metallurgy (C



56. savetovanje Srpskog hemijskog društva

KNJIGA RADOVA

56th Meeting of
the Serbian Chemical Society

PROCEEDINGS

Niš 7. i 8. juni 2019.
Niš, Serbia, June 7-8, 2019



Srpsko hemijsko društvo



**56. SAVETOVANJE
SRPSKOG HEMIJSKOG
DRUŠTVA**

**KNJIGA
RADOVA**

**56th MEETING OF
THE SERBIAN CHEMICAL SOCIETY**

Proceedings

Niš 7. i 8. juni 2019.
Niš, Serbia, June 7-8, 2019

54(082)(0.034.2)
577.1(082)(0.034.2)
66(082)(0.034.2)
66.017/.018(082)(0.034.2)
502/504(082)(0.034.2)

СРПСКО хемијско друштво. Саветовање (56 ; 2019 ; Ниш)

Knjiga radova [Elektronski izvor] = Proceedings / 56. savetovanje Srpskog hemijskog društva, Niš, 7. i 8. juni 2019. = 56th Meeting of the Serbian Chemical Society, Niš, Serbia, June 7-8, 2019 ; [urednici, editors Dušan Sladić, Niko Radulović, Aleksandar Dekanski]. - Beograd : Srpsko hemijsko društvo = Serbian Chemical Society, 2019 (Beograd : Razvojno-istraživački centar grafičkog inženjerstva TMF). - 1 elektronski optički disk (CD-ROM) ; 12 cm

Sistemski zahtevi: Nisu navedeni. - Dostupno i na: www.shd.org.rs/56shd.pdf. - Nasl. sa naslovne strane dokumenta. - Tekst ćir. i lat. - Tiraž 6. - Bibliografija uz svaki rad. - Abstracts ; Apstrakti. - Registar.

ISBN 978-86-7132-074-0

a) Хемија -- Зборници б) Биохемија -- Зборници в) Технологија -- Зборници г) Наука о материјалима -- Зборници д) Животна средина -- Зборници

COBISS.SR-ID 276611852

56. SAVETOVANJE SRPSKOG HEMIJSKOG DRUŠTVA

Niš, 7. i 8. juni 2019.

KNJIGA RADOVA

56th MEETING OF THE SERBIAN CHEMICAL SOCIETY

Niši Sad, Serbia, June 7-8, 2019

PROCEEDINGS

Izdaje / Published by

Srpsko hemijsko društvo / Serbian Chemical Society

Karnegijeva 4/III, 11000 Beograd, Srbija

tel./fax: +381 11 3370 467; www.shd.org.rs, E-mail: Office@shd.org.rs

Za izdavača / For Publisher

Vesna Mišković STANKOVIĆ, predsednik Društva

Urednici / Editors

Dušan SLADIĆ

Niko RADULOVIĆ

Aleksandar DEKANSKI

Dizajn korica, slog i kompjuterska obrada teksta

Cover Design, Page Making and Computer Layout

Aleksandar DEKANSKI

OnLine publikacija / OnLine publication

www.shd.org.rs/56shd.pdf

ISBN 978-86-7132-074-0

Naučni Odbor
Scientific Committee

Dušan Sladić, predsednik/chair

Vesna Mišković-Stanković

Niko Radulović

Gordana Stojanović

Snežana Tošić

Aleksandra Pavlović

Aleksandra Zarubica

Tatjana Anđelković

Miloš Đuran

Ljiljana Jovanović

Marija Sakač

Janoš Čanadi

Velimir Popsavin

Mirjana Popsavin

Katarina Anđelković

Dragica Trivić

Maja Gruden Pavlović

Tanja Ćirković Veličković

Maja Radetić



Organizacioni Odbor
Organising Committee

Niko Radulović, predsednik/chair

Aleksandar Dekanski

Danijela Kostić

Dragan Đorđević

Emilija Pecev Marinković

Marija Genčić

Ana Miltojević

Milan Stojković

Milan Nešić

Milica Nikolić

Marko Mladenović

Dragan Zlatković

Miljana Đorđević

Milena Živković

Sonja Filipović

Milica Stevanović

Jelena Aksi



Savetovanje podržalo / Supported by



Ministarstvo prosvete, nauke i tehnološkog razvoja Republike Srbije

Ministry of Education, Science and Technological Development of Republic of Serbia

*Ova knjiga sadrži **20 radova**
(obima od najmanje četiri stranice)
pojedinih saopštenja prezentovanih na
56. savetovanju Srpskog hemijskog društva.*

*This book contains **20 Proceedings**
of some of the contributions presented at
the 56th Meeting of the Serbian Chemical Society.*

Ispitivanje dinamike granulacije praškastih materija u fluidizovanom sloju

Tatjana Kaluđerović Radoičić, Mihal Đuriš*, Drako Jaćimovski*, Zorana Arsenijević*

Tehnološko-metalurški fakultet, Univerzitet u Beogradu, Beograd, Srbija

**Institut za hemiju tehnologiju i metalurgiju - nacionalni institut, Univerzitet u Beogradu, Beograd, Srbija*

Uvod

Granulacija u fluidizovanom sloju je proces u kome se granulisane čestice dobijaju naprskavanjem rastvora, suspenzije ili rastopa odgovarajućeg veziva u fluidizovani sloj praškastog materijala¹. Granulacijom se poboljšavaju i kontrolišu mnoga svojstva praškastih materijala: reologija, permeabilnost, poroznost, rastvorljivost, pogodnost pri rukovanju, nasipna gustina, itd²⁻⁴. Granulacija je našla široku primenu u metalurgiji, prehrambenoj i farmaceutskoj industriji, industriji deterdženata, proizvodnji keramike i katalizatora, poljoprivredi i dr. S obzirom da postoji zavisnost između parametara procesa u fluidizovanom sloju i karakteristika dobijenog granulata, kontrola uslova izvođenja procesa je od izuzetnog značaja za dobijanje proizvoda željenih karakteristika. Upotrebom veziva u aglomeraciji u fluidizovanom sloju utiče se na promenu strukture aglomerata, te stoga veziva utiču na brzinu uvećanja veličine primarnih čestica, nasipnu gustinu i morfologiju nastalih granula⁵.

Fizička slika procesa mokrog granulisanja je veoma kompleksna (slika 1) i sastoji se od sedam mehanizama koji se dopunjuju i odvijaju istovremeno⁶. Razvoj pojedinog elementarnog potprocesa, mehanizma granulacije podstaknut je sudarima čestica nastalim kretanjem (mešanjem) praškastog materijala u granulatoru. U početnoj fazi granulacije za većinu čestica u granulatoru prevlađuje vlaženje i naknadna nukleacija.



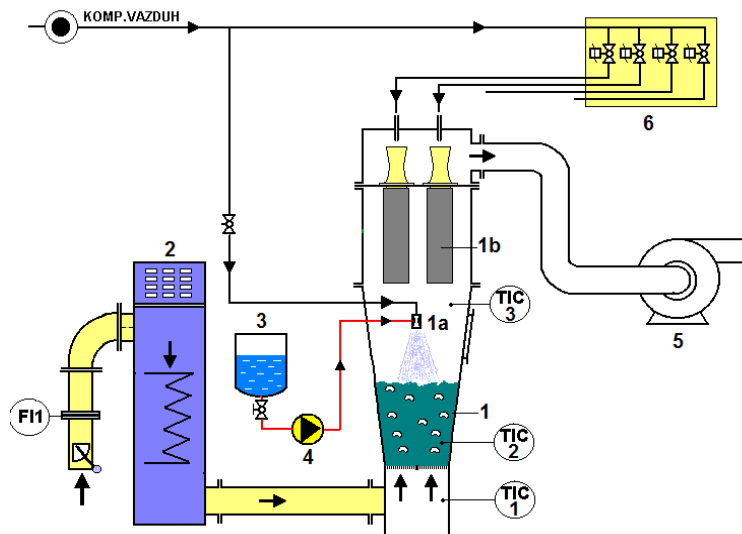
Slika 1. Mehanizmi procesa mokrog granulisanja

Na proces mokrog granulisanja u fluidizovanom sloju, samim tim i na posmatrano svojstvo dobijenih čestica/granula (raspodelu veličina čestica) utiču brojni faktori: brzina doziranja i koncentracija veziva, brzina fluida za fluidizaciju čestica, lokacija mlaznice, mase faza u procesu granulacije, dimenzije otvora mlaznice, širina mlaza, pritisak gasa za raspršivanje veziva, temperatura ulaznog vazduha, vreme kontakta itd.

Ekspirimentalni sistem

Na slici 2 je prikazan laboratorijski uređaj za granulaciju prahova u fluidizovanom sloju (1-kolona, konično-cilindrična, $D = 110$ mm na dnu, $D = 195$ mm na vrhu, 1a - dvofluidna mlaznica za vezivo, 1b - integrisan vrećasti filter, 2 - elek. predgrejač vazduha, 3 - rezervoar veziva, 4 - peristaltička pumpa, 5 - ventilator, 6 - elektromagnetni ventili vrećastog filtera, TIC1 - indikacija temperature i kontrola grejača, TIC2 - indikacija temperature u fluidizovanom sloju, TIC3 - indikacija temperature iznad fluidizovanog sloja, FI1 -merač protoka vazduha). Protok vazduha i temperature se podešavaju tako da pospeše ili zaustave dalji rast granula u fazi sušenja. Proces stvaranja granula traje oko 15 do 20 min, nakon čega se prekida doziranje veziva i počinje sušenje granula, koje se vrši u istoj aparaturi.

U ovom radu je ispitivana dinamika rasta čestica kukuruznog brašna (500 g po šarži) tokom granulacije, korišćenjem rastvora saharoze kao vezivnog sredstva. Koncentracije rastvora saharoze su iznosile 20, 30, 35 i 40 %. Temperatura u sloju tokom procesa granulacije se kretala u opsegu od 40-50°C. Eksperiment je izvođen tako što su u jednakim vremenskim intervalima ($\Delta t = 3$ min) uzimani uzorci iz fluidizovanog sloja tokom procesa granulacije. Svakom uzorku je određena vlaga, nasipna gustina i raspodela veličine čestica i upoređivanja sa početnim polaznim podacima. Nasipna gustina je određena na osnovu izmerene mase i zapremine svakog od uzorka. Raspodela veličine čestica merena je analizom skenirane slike svakog od uzorka u programskom paketu *ImageJ*^{7,8}. Operativni uslovi izvođenja eksperimenata prikazani su u tabeli 1.



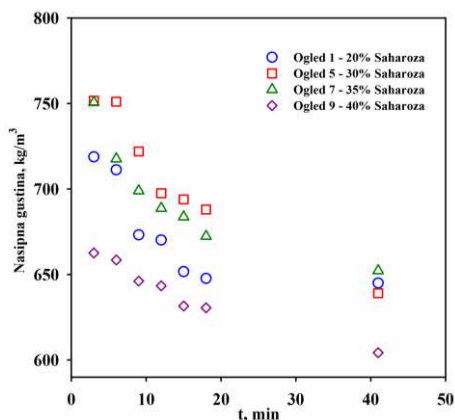
Slika 2. Šema uređaja za šaržnu granulaciju u fluidizovanom sloju

Tabela 1. Operativni uslovi granulacije kukuruznog brašna u fluidizovanom sloju

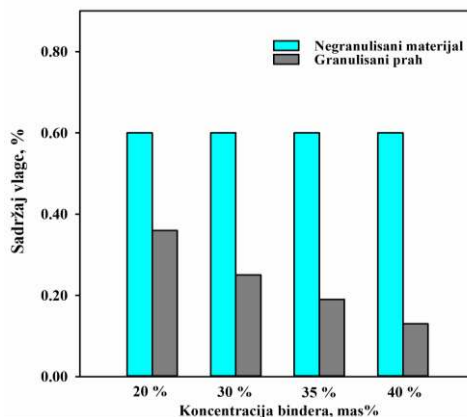
Red. broj	C _{veziva} / mas %	Temperatura, °C		Maseni protok veziva, g/s	Brzina vazduha, m/s	Vreme, min	
		u sloju	iznad sloja			granulacije	sušenja
1	20	39,3	39,1	0.162	2,69	15	17
2	20	39,9	40,5	0.169	2.50	15	18
3	20	44,9	47,4	0.04	2,26	15	18,5
4	20	51,6	50,8	0.174	2,68	16	18,5
5	30	42,3	38,0	0.0278	1,50	21	15
6	30	40,7	36,8	0.0278	1,56	18	22
7	35	45,6	39,4	0.0278	1,50	21	20
8	35	44,7	40,5	0.0278	1,44	21	20
9	40	44,8	40,9	0.0278	1,79	21	20
10	40	46,3	42,1	0.0278	1,72	21	20

Rezultati i diskusija

Na slici 3. data je zavisnost nasipne gustine od vremena za 4 odabrana oglada pri različitim koncentracijama vezivnog sredstva. Može se primetiti da tokom procesa granulacije dolazi do smanjena nasipne gustine čestica što potvrđuje da dolazi do granulacije čestica jer se aglomeracijom čestica formiraju šuplje strukture u materijalu, povećava se poroznost materijala što kao posledicu ima smanjene nasipne gustine. Takođe se vidi da pri granulaciji brasna sa 40 % rastvorom saharoze dolazi do najbrže aglomeracije čestica jer se u prva 3 minuta nasipna gustina smanjila sa početne 760 kg/m³ na 660 kg/m³, dok se za ostale koncentracije ova nasipna gustina postiže tek posle 15 minuta.



Slika 3. Zavisnost nasipne gustine od vremena

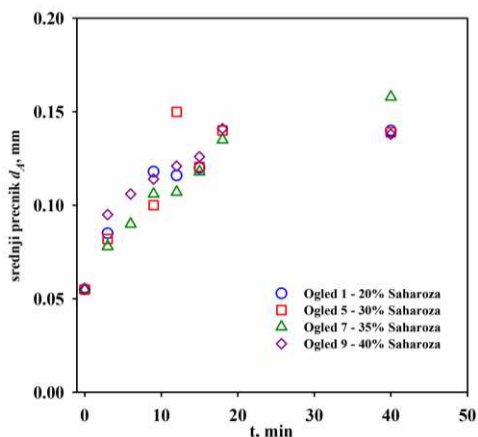


Slika 4. Poređenje sadržaja vlage negranulisaniog i granulisaniog uzorka

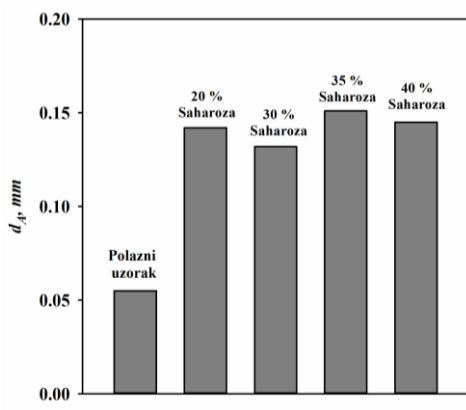
Nasipna gustina može biti pokazatelj uspešnosti granulacije materijala, jer se njenim merenjem posle procesa sušenja može videti da li je tokom procesa sušenja došlo do raspadanja granula usled sudara što bi kao posledicu imalo povećanje poroznosti. Smanjene nasipne gustine (slika 3.) pokazuje da tokom našeg ispitivanja ni u jednom ogledu nije došlo do raspadanja čestica, nego je zbog vlažnosti materijala došlo do dodatne aglomeracije čestica. S obzirom da tokom granulacije materijala u fluidizovanom

sloju mokrim postupkom dolazi do povećanja vlažnosti granulisanog materijala tokom vremena, neophodno je osušiti granulirani materijal da tokom pakovanja, transporta materijala i održavanje kvaliteta ne bi došlo do gubitka kvaliteta. Na slici 4. dato je poređenje sadržaja vlage negranulisanog i granulisanog uzorka što je jasni pokazatelj uspešnosti procesa sušenja jer krajnji granulirani proizvod ima manji sadržaj vlage od polaznog suvog praškastog materijala.

Za polazni materijal je na osnovu analize skeniranog uzorka u paketu ImageJ određena raspodela veličine čestica, na osnovu koje je određen srednji prečnik materijala $d_A=0.055$ mm. Dinamika rasta čestica tokom procesa granulacije prečena je tako što je tokom ogleada za svaki uzorak određena raspodela veličine čestica. Za analizu raspodele veličine čestica korišćeno je između 1000-2000 čestica za svaki uzorak da bi rezultat bio merodavan. Zavisnost srednjeg prečnika projektovane površine d_A od vremena data je na slici 5 za odabrana 4 ogleada u kojima je korišćena različita koncentracija veziva. Za svaki ogled primećuje se pravilan rast čestica tokom procesa granulacije i održavanje veličine granula tokom procesa sušenja.



Slika 5. Zavisnost srednjeg prečnika d_A od vremena



Slika 6. Uporedna analiza srednjeg prečnika čestica

Iako je iz rezultata za nasipnu gustinu čestica očekivano da će najveće čestice biti dobijeni pri korišćenju 40 % rastvora saharoze, uporednom analizom srednjeg prečnika za granulirani material (slika 6.), pokazano je da se najveće čestice dobijaju kada je korišćena koncentracija saharoze od 35 % kao vezivno sredstvo. Ova pojava može da se objasni sa formiranjem većih šupljina unutar granula (40 %) koje utiču na manju masu granula a samim tim i na manju nasipnu gustinu. Iz tog razloga za određivanje kvaliteta granulisanog neophodno je porediti više faktora (nasipna gustina, veličina čestica, vlažnost, kompresibilnost, raspadljivost itd) da bi se obezbedio zadovoljavajući kvalitet granulata.

Zaključak

U ovom radu ispitivana je dinamika granulacije kukuruznog brašna mokrim postupkom u fluidizovanom sloju. U eksperimentima su korišćene 4 različite koncentracije rastvora saharoze (20, 30, 35 i 40 %) koji je korišćen kao vezivno sredstvo za granulaciju. Dinamika

granulacije za svaki ogled rađena je uzimanjem malog uzorka iz fluidizovanog sloja u intervalu od 3 minuta i merenjem tri različita parametra (nasipna gustina, vlažnost i raspodela veličine čestica za svaki od uzoraka). Ukupno vreme granulacije je 18 minuta, dok je vreme sušenja trajalo 12 minuta. Poređenjem rezultata zaključuje se da za sve uzorke dolazi do smanjenja nasipne gustine što je jasan pokazatelj uspešne granulacije što su potvrdili i rezultati za raspodelu veličine čestica. Poređenjem sva tri ispitivana faktora došlo se do zaključka da se najbolji kvalitete granula postiže korišćenjem 35 % rastvora saharoze.

Zahvalnica: *Finansiranje ovog rada izvršeno je kroz projekat ON 172022 Ministarstva prosvete, nauke i tehnološkog razvoja Republike Srbije*

Investigation of the dynamics of fluidized bed granulation process

In this paper, experimental investigation of the dynamics of the process of fluidized bed granulation was performed, in order to find optimal process conditions and binder concentration to achieve the desired granules development. The experiments were performed in batch system using corn flour as starting material. Ten experiments were performed in which sucrose solution of different concentrations (20, 30, 35 and 40 %) was used as binder. The temperature of the system was kept constant during the granulation process and amounted to 40-50°C. Samples were taken from the fluidized bed at time intervals of 3 min. The dynamics of granulation was examined by determining three different factors (bulk density, moisture content and particle size distribution) for each of the samples. It has been found that bulk density continuously decreases during the granulation process, while in the drying phase it remains constant. Particle size distribution has shown that the average diameter of the projected surface increases uniformly during the process. By comparing all of the three investigated factors, it was shown that the best quality of granules is achieved using 35 % sucrose solution.

Literatura

1. P. Rajniak, R. Mancinelli, F. Chern, L. Stepanek, B. Farber, B. Hill, *Int. J. Pharm.* 334 (2007) 92
2. P. R. Mort, *Powder Technol.* 150 (2005) 86
3. J.N. Michaels, *Powder Technol.* 138 (2003) 1
4. G. Dacanal, F. C. Menegalli, *Powder Technol.* 203, (2010) 565
5. S. Keningley, P. Knight, A. Marson, *Powder Technol.* 91 (1997) 95
6. S. Iveson, N. Page, *Powder Technol.* 117 (2001) 113
7. T. Kaluđerović Radoičić, M. Đuriš, R. Garić-Grulović, Z. Arsenijević, Ž. Grbavčić, *Powder Technol.* 254 (2014) 71
8. M. Đuriš, Z. Arsenijević, D. Jaćimovski, T. Kaluđerović Radoičić, *Powder Technol.* 302 (2016) 177