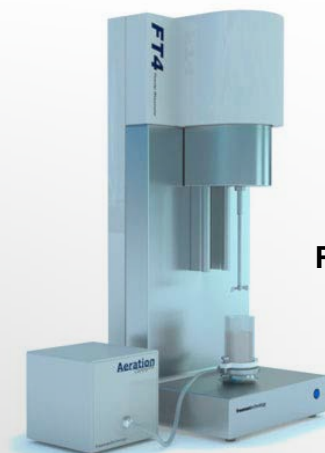


使用FT4 粉体流变仪™量化结块



从原材料、添加剂和中间体到终产品，食品、化学和制药行业中的许多材料都需要使用相对自由流动的粉体，以保证适合生产过程和最终应用。这些材料往往需要长时间的储存，在此期间，由于颗粒间的相互作用，一些粉体的强度可能增加。这种现象通常称为“结块”，大大地限制了粉体不间断通过加工流程的能力，也会对产品质量造成不利的影响。

结块由一项或多项机制产生，通常是机械、化学和热学机制。水分的转移和吸收往往影响最大。若要减少结块，可通过管理环境条件，使材料保持在最佳的状态；也可调节工艺参数（通常是限制材料静止的时间）或改变产品处方。



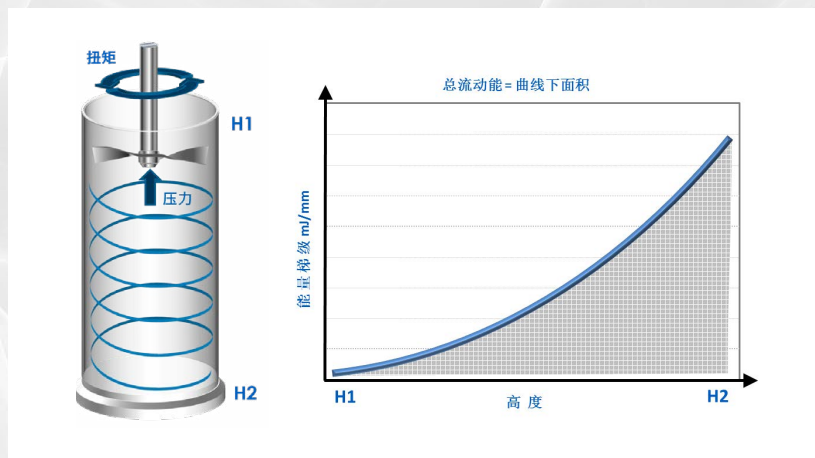
FT4 粉体流变仪™

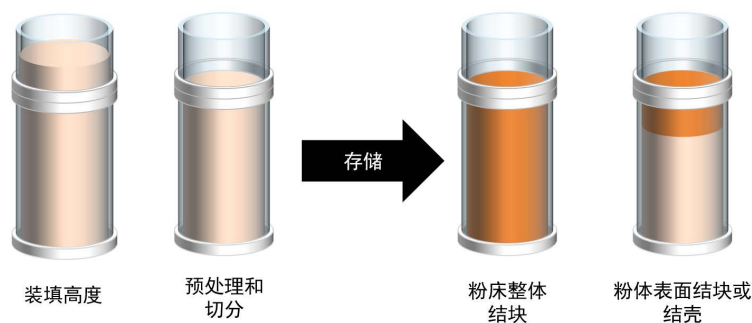
通过测试和理解各种材料的特性，可评估和降低过程中不同环节的结块风险，最大程度提高和保持产品质量。例如，粉体测试结果提供的信息有助于判断搅拌频率，以保持供后续加工的合适状态，或在袋包装、桶包装、散装容器或罐包装时能否保证质量。

无论是哪种机制，若要确定最小化结块概率的精确条件，需要全面理解这些机理所导致的流动性变化。

FT4粉体流变仪是一种通用型粉体测试仪，自动、可靠且全面地测量粉体材料特性。这些信息能够与加工经验相联系，以提高加工效率，帮助实现质量控制。FT4专门用于动态流动属性的测量，还集成了剪切盒，能够测量密度、可压性和透气性等整体属性。

在本研究中，使用动态方法测量粉体样品结块前后的流动能量，以量化流动性的改变。流动能量通过具有专利的测量原理确定，测量特殊形状的桨叶沿着预设路径在精确定量的粉体中运动的阻力。得到的扭矩和力的测量值被转换成流动能量^[1]。





样品准备过程中先用粉体填充测试容器，然后使用预设的预处理环节得到均匀的内部排列结构。随后切分容器，确保对应条件下固定的样品量。

大多数粉体当颗粒间形成很强的粘结，从而受到很大的流动阻力。有些时候这些变化是可逆的，但在更多情况下，粉体表面会发生变化，形成永久粘结。

湿度加剧结块作用

由于多种因素的相互作用，湿度对粉体的影响很复杂。吸收的水分会形成毛细管桥接，使得分离单个颗粒或团块所需的力增大。随着时间的增加，吸收的水分还会形成固体桥接，从而促进化学作用，使得主要发生在颗粒表面的分子运动增加，加剧塑性变形。

三种不同食品粉体在不同的相对湿度条件下存储48小时（RH），然后使用FT4测试，测量驱动桨叶以预设的流动模式在粉床中运动所需的流动能，以研究这些样品分别对不同条件的响应。

随着相对湿度的增大，食品A的流动能略微增大，说明该样品基本不受环境的影响。相反，食品C在相对湿度为76%时流动能显著增大，这可能是因为蔗糖晶体在高湿度条件下部分溶解，在颗粒之间形成较强的桥接。较高的流动能代表粉体在动态过程中难以移动，食品C在高湿度环境下长时间存储容易出现结块。

品B出现不同的趋势，表明水分吸收并非一定是不利因素。与室温条件的样品相比，56%相对湿度条件下观察到的流动能降低。吸收的水分会降低静电力，而在一些情况下，表面水分会起到润滑剂的作用，从而减小颗粒相互作用的强度。

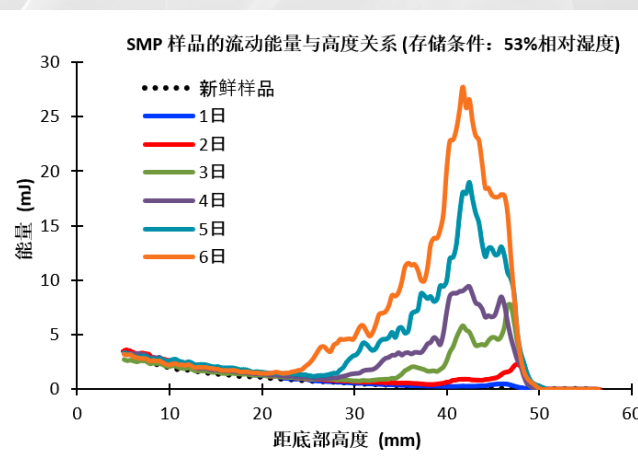
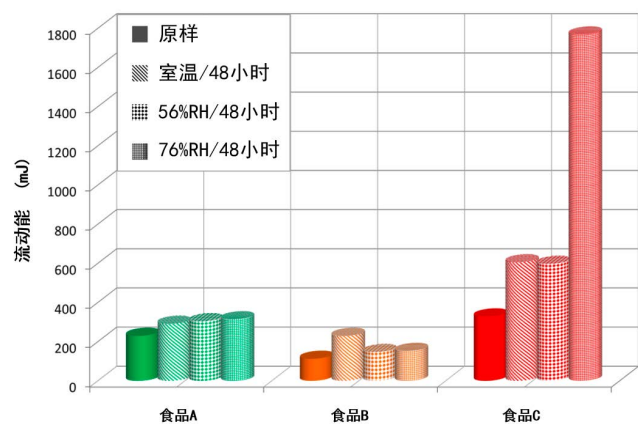
不均匀结块（结壳）^[2]

对于给定的粉体，暴露于相对湿度较高的条件下不一定形成均匀的结块。在一些情况下，结块主要形成于粉体—空气的接触面，导致强烈的“结壳”现象，比粉床下方部分更难流动。量化“结壳”对粉床的影响程度有助于揭示剩余多少粉体仍可使用。

其他粉体结块评估方法，例如剪切盒、穿刺硬度计和共轴测试等无法量化该现象。具有专利的FT4测试仪通过桨叶切过粉体评估相对于粉床高度的能量梯度，从而精确测量结壳的强度和深度。

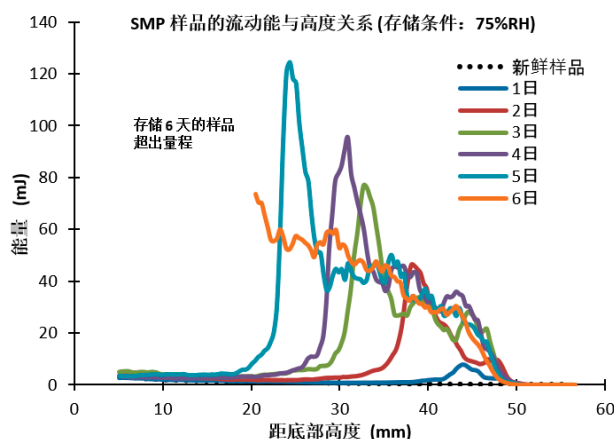
将脱脂奶粉（SMP）样品存储在相对湿度为53%和75%的环境中六天，其中一个样品每天使用FT4测试，评估粉床中固结的程度和位置。

对于存储在53%RH环境中的样品，可观察到一种明显的趋势—粉体—空气接触面形成固体结壳，并随着时间的推移，结构愈加完整，深度也随之增加。但深入粉床的固结极少，表明非多孔结壳的形成极大地抑制了粉床下部分的水分迁移。



当相同样品存储在高湿度的环境中(75%RH)时,可以观察到不同的趋势。同样,粉体与空气接触面形成固体结壳,但此时最高固结区域随存储时间的推移逐渐渗入粉床,少量固结区域处在“动态变化”的高固结区域上方,代表了水分渗透到样品中的深度。与53%RH测试相同,在结壳高度之下,粉体仍保持呈未固结状,结壳能保护它免受潮湿环境的影响。

在研究过程中,该湿度水平已足够渗透至容器底部,可通过六天存储后的样品的测试结果证实,此时样品已完全固化,无法测量流动能。



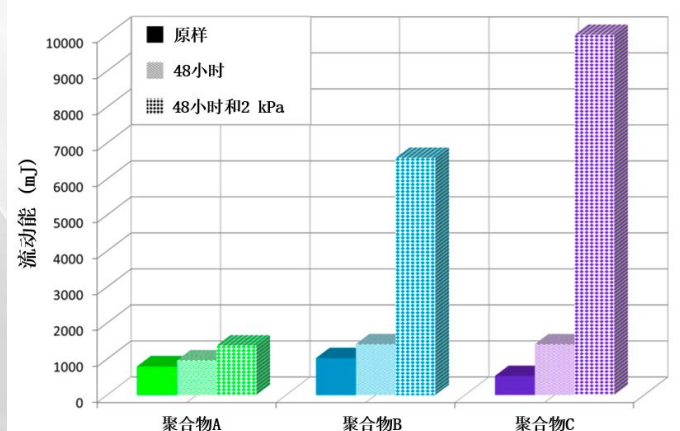
这种性能上的差异取决于粉体存储的相对湿度,表明湿度不仅对结块范围有影响,而且还对结壳形成的强度和深度以及水分在粉体中的迁移速度有影响。

温度加剧结块作用

在梯度增加的温度下,材料的分子流动性或粘弹性有所增强,颗粒硬度降低,导致材料经历更大的塑性变形。这也会增加颗粒之间的接触面积,粘结作用 (包括表面化学作用) 的程度由此增加,也促进了粉床中的结块。量化高温和固结负载这些影响的程度,将它们与其它粉体属性 (例如,聚合物的玻璃转化温度、粒径或表面形状) 相关联,就可更深入地了解粉体和存储条件之间的相互作用,为温控存储提供参考,或建议在温暖的气候条件下存储和加工粉体。

将三种不同聚合物粉体的等量样品在40 °C下存储48小时,分别无载荷或施加2 kPa常规负载,模拟小型筒仓中的存储环境。样品使用FT4进行测试,评估温度升高的影响,以及温度和少量固结状态结合对结块属性的影响。

样品和存储样品之间流动能差值增大,这表示如果长时间存储在高温环境中,三种材料都易于结块。但以未固结的状态存储时,三种样品显示除了具有一定差异的流动能变化。相比之下,聚合物B和C在固结状态下存储,流动能显著增大,这可能是由于高温和结固应力的联合作用导致塑性变形的程度增加。而聚合物A的流动能仅小幅增加。



这表明存储条件对最终特性有显著影响。少量的聚合物B和C存储在高温环境中,流动性不会有显著变化,但加大固结负载,例如存放在筒仓或袋中时,与聚合物A相比,它们的流动性将发生显著变化。

化学结块

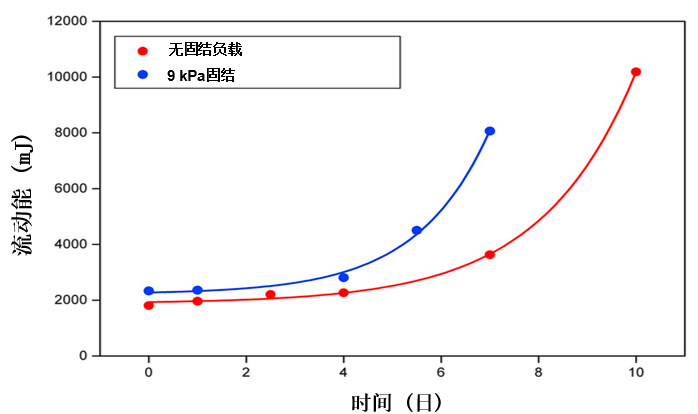
当粉体混合在一起时,不同成分可能会发生化学反应,形成稳定的化学键,导致松装的粉体变成团块。若能绘制此类结块过程的时间函数图表,工程师可据此优化存储时间和存储量,避免加工过程中出现问题。

将等量的三组分的粉体混合物(已知混合后会发生化学反应)在室温条件下存储十天,分别无载荷或施加9 kPa标准负载,模拟筒仓中的环境。每天使用FT4测试一份样品,评估存储导致的流动能增加情况。

在两组条件下,由于成分之间的反应很慢,前四天流动能小幅增加或基本不增加。但在此之后,反应速度加快,混合物开始结块。并随着反应的进行,颗粒表面的化学反应增加,混合物结块,流动能量快速增加。

在最初阶段,固结条件下的粉体比无载荷的样品略微容易结块,可能是颗粒间距减小,也是范德华作用增大的结果。四天后,当化学反应开始显著影响流动能时,相比无的载荷样品,固结条件下的流动能大幅增加,说明了颗粒紧密的排列结构加剧了结块反应。

此处的结果证明了深入了解松装粉体中化学作用的影响的必要性。



结论

随着时间的推移,一些粉体的理化性质会受到湿度、温度或应力的影响,导致形成结块结构。这是一系列机制共同作用的结果(显然并不局限于外部因素中的任何一种),会对流动属性,甚至是过程特性和最终产品质量造成严重的影响。这些外部因素大多会导致流动性降低,但并非总是如此,在特定的情况下,这些因素组合可能导致粉体比原样更易于移动。这表明粉体流动性并非固有的材料属性,而是取决于加工粉体的条件和设备。成功的加工过程需要粉体与工艺的完美配合,相同的粉体在一个过程中性能良好,而在另一个过程中却不佳的情况并不罕见。

无论是哪种机制,FT4都是有效量化粉体结块特性以及流动属性的强有力工具,转而帮助了解并最终优化粉体处方和加工环境,从而抑制结块并实现最佳加工能力。

参考

- [1] Freeman R., Measuring the flow properties of consolidated, conditioned and aerated powders – A comparative study using a powder rheometer and a rotational shear cell. Powder Technology, 25-33, 174, 1-2, 2007
- [2] Katrina Brockbank, Brian Armstrong, Jamie Clayton, Measurement and quantification of caking in excipients and food products with emphasis on the non-homogeneous interaction with ambient moisture. Particology, 2020 - <https://doi.org/10.1016/j.partic.2020.10.012>

欲知更多信息,或预约FT4演示,欢迎联系:

麦克默瑞提克(上海)仪器有限公司
地址:上海市民生路600号船研大厦1505-1509室
邮编:200135 电话:021-51085884
全国服务热线电话:400-630-2202

www.freemanttechnology.cn 电子邮件: info@freemanttechnology.cn

2017 © Freeman Technology Ltd