



فصل نامه علوم و مهندسی گرمسار

Journal Homepage : <https://journal.fmgarmsar.ac.ir/>



دانشگاه گرمسار

مقاله کامل پژوهشی

بررسی اثر نانوذرات بر کیفیت لایه پوشش دهنده در فرآیند پوشش دهی در بستر سیال مخروطی

مریم صناعی مقدم^{*}، استادیار، گروه مهندسی شیمی، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه گرمسار، ایران

چکیده

نیاز روزافزون جامعه در صنایع مختلف از جمله صنایع غذایی و دارویی در راستای دریافت محصولاتی با بالاترین درجه کیفیت و کارایی، عاملی قوی برای حرکت رو به جلوی پرشتاب در زمینه پوشش دهی مواد غذایی- دارویی است. با توجه به سهولت استفاده از فناوری بستر سیال در مقیاس صنعتی در مقایسه با دیگر روش های پوشش دهی، استفاده از آن یکی از مناسب ترین و کارآمدترین روش ها است. در این پژوهش، از دستگاه بستر سیال مخروطی با پاشش از بالا برای پوشش دهی ذرات بی کربنات سدیم به عنوان هسته مرکزی استفاده شد. محلول پایه جهت پوشش دهی، ترکیبی از مالتودکسترین و هیدروکسی اتیل سلولز با قابلیت تعلیق و تثبیت کنندگی نانوذرات، در نظر گرفته شد. کشش سطحی محلول پوشش دهنده در حضور غلظت های مختلف از نانوذرات (۰-۱۵ درصد جرمی) از طریق روش قطره آویزان اندازه گیری شد. نتایج حاصل نشان دهنده افزایش کشش سطحی با افزایش غلظت نانوذرات به دلیل خودبه خودی تر شدن فرآیند خیس شدن ذرات جامد بود. هم چنین، افزایش میانگین اندازه دانه ها و یکنواخت تر شدن توزیع اندازه ذره، کاهش نفوذپذیری و یکنواخت تر شدن لایه پوشش دهنده آن با افزایش کشش سطحی مایع اتصال دهنده دیده شد.

تاریخچه مقاله:

دریافت: ۱۴۰۵/۲/۲۰

پذیرش: ۱۴۰۵/۰۴/۰۸

کلیدواژه ها:

بستر سیال مخروطی،
فرآیند پوشش دهی،
نانوذره،
کشش سطحی،
بی کربنات سدیم،
مالتودکسترین.

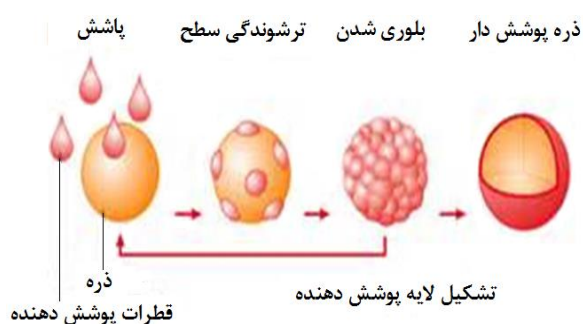
عهده دار مکاتبات: مریم صناعی مقدم

نشانی: ایران، سمنان، گرمسار، دانشگاه گرمسار

پیام نگار: m.sanaeimoghadam@gmail.com

۱- مقدمه

بسترهای سیال کاربرد فراوانی در فرآیندهای صنعتی فیزیکی و شیمیایی دارند. برخی از کاربردهای فیزیکی مهم عبارت از خشک کردن پاششی^۱ [۳-۱]، دانه بندی^۲ [۶-۴] و پوشش دهی^۳ [۹-۷] ذرات هستند. فرآیند پوشش دهی، یکی از کاربردی ترین فرآیندها در بسترهای سیال است. پوشش دهی، در واقع فرآیندی است که در طی آن، با اهداف مشخصی یک ذره جامد با یک فیلم پیوسته از مواد دیگر احاطه می شود. از جمله اهداف این فرآیند، می توان به اصلاح خصوصیات ظاهری ذرات جامد، رهایش کنترل شده ماده موثر، محافظت از ذره جامد در برابر اکسیژن و رطوبت محیط و غیره اشاره نمود [۱۰]. شکل ۱ مراحل مختلف پوشش دهی ذره را نشان می دهد.



شکل ۱- مراحل مختلف پوشش دهی ذره [۱۱]

اغلب مواد و محصولات مورد استفاده نیاز به پوشش دارند؛ چون نباید در طی مراحل تولید، بسته بندی، ورود به بازار و مهم تر از همه در موقع مصرف، خواص و ویژگی های خود را از دست بدهند. از طرفی پوشش ها قابلیت خش برداشتن، تکه تکه شدن و یا آسیب دیدگی در زمان استفاده، ساخت و حمل و نقل را دارند. با یافتن راه حل های مناسب می توان از آسیب دیدن روکش ها جلوگیری کرد. فناوری نانو ایجاد نانو پوشش ها را پیشنهاد می کند. در حقیقت نانو پوشش ها گونه ای از لایه های نازک

هستند که با ابعاد آن ها در حد نانو می باشد و یا زمینه ای دارند که ذرات ریز در ابعاد نانو در آن پراکنده شده اند و خواص ویژه ای را به آن می بخشند. یکی از مواردی که در حال حاضر فناوری نانو در آن به طور گسترده و مؤثری مورد استفاده قرار گرفته است، فرآیند نانو پوشش دهی است. بررسی های انجام گرفته بر روی نانو پوشش ها نشان می دهد که خواص آنها در بسیاری موارد نسبت به پوشش های معمولی بهبود چشم گیری دارد. نانو پوشش ها از ضریب انبساط حرارتی، سختی و مقاومت بالاتر در برابر خوردگی، سایش و فرسایش برخوردار هستند [۱۲-۱۳]. گرچه برای فرآیند پوشش دهی، روش ها و فرآیندهای مختلفی وجود دارد، اما برای انجام این فرآیند در مقیاس صنعتی، پوشش دهی در بستر سیال یکی از مناسب ترین و کارآمدترین روش ها است [۱۴].

طراحی بسترهای سیال، افزایش مقیاس، روش های کنترل و اندازه گیری عملیاتی، به منظور بهینه سازی محصولات تولیدی بر مبنای حداکثر کیفیت محصول، حداقل مصرف انرژی و کمترین تأثیرات محیط زیستی، قرار دارند. با توجه به این نیازهای صنعتی، تحقیقات در این زمینه به سمت مدل سازی، شبیه سازی و بهینه سازی روند عملیاتی پوشش دهی در بستر سیال حرکت کرده و پژوهش های بسیاری با بررسی اثر پارامترهای مختلف مربوط به بستر مانند هندسه، ابعاد و نوع افشانه، پارامترهای مربوط به ذره مانند شکل، اندازه، چگالی، تخلخل، سطح تماس و چسبندگی، پارامترهای مربوط به ماده پوشش دهنده مانند غلظت، گرانی، کشش سطحی و قدرت ترکنندگی و هم چنین اثر شرایط عملیاتی مختلف مانند فشار هوای اتمایزکننده، رطوبت و دمای هوای سیال کننده و شدت جریان هوای سیال کننده انجام شده است [۱۵-۱۷].

از اوایل دهه ۸۰ و با ورود علم نانو فناوری به صنعت،

¹ Spray drying

² Granulation

³ Coating

تحولی عظیم در فرآیندهای غذایی و دارویی در راستای بهبود کیفیت محصولات صورت گرفت. اما با وجود نوپایی علم نانو، نفوذ آن در علوم مختلف با سرعتی زیاد و رو به رشد در حال پیشروی است. از اوایل دهه ۹۰ نانوپوشش‌دهی در راستای افزایش کیفیت لایه‌های پوشش‌دهنده در صنایع مختلف پا به عرصه ظهور نهاد. روش‌های مختلف نانوپوشش‌دهی براساس کاربردهای مختلف آن ابداع شد. رسوب فیزیکی بخار^۱، رسوب شیمیایی بخار و رسوب الکتروشیمیایی از روش‌های مرسوم ایجاد نانوپوشش‌ها در صنایعی هم‌چون صنعت الکترونیک است. در صنعت دارو و صنعت غذایی روش‌هایی هم‌چون میکرو و نانوکپسوله کردن متداول‌تر است. در این حالت هسته مرکزی توسط لفاف خوراکی و معمولاً با روش غرقابی، خشک کردن پاششی و یا خشک کردن انجمادی پوشش‌دهی می‌شود. به عنوان مثال می‌توان از میکروکپسوله کردن روغن ماهی توسط مالتودکسترین، کیتوزان، نشاسته، سلولز و یا ترکیبی از آنها نام برد [۱۸-۲۰]. به عنوان مثالی دیگر می‌توان از نانوکپسوله کردن عطرها و طعم‌های مختلف در مواد غذایی به منظور کنترل رهاسازی عطرها و طعم‌ها در غذا نام برد. به منظور ارتقای کیفیت پوشش‌دهی استفاده از نانوذرات به‌ویژه نانوذرات با اثر ضد میکروبی (مانند نانوذره اکسید نقره) و نانوذره مواد مغذی (مانند کاروتنوئید) به سرعت در حال افزایش است [۲۱].

ژاله رجبی و همکاران [۲۲] اثر خواص اتصال‌دهنده زیست‌تخریب‌پذیر را بر رشد دانه‌های اوره در دانه‌ساز بسترسیال بررسی کردند. خواص اتصال‌دهنده بر پایه نشاسته از جمله گرانروی، کشش سطحی، زاویه تماس، زمان نفوذ و نیروی اتصال پل مایع بر عملکرد دانه‌سازی مورد مطالعه قرار گرفته است. هم‌چنین طراحی آزمایش فاکتوریل کامل برای ارزیابی عوامل فرآیندی مانند سرعت هوای سیال‌کننده و ورودی، دمای هوا، وزن ذرات اوره اولیه، نرخ پاشش و غلظت اتصال‌دهنده و اثرات متقابل آن‌ها

انجام شده است. براساس نتایج به‌دست‌آمده از این پژوهش، مایع اتصال‌دهنده با غلظت بیشتر دارای گرانروی و زمان نفوذ بیشتر بوده و پتانسیل بهبود عملکرد دانه‌سازی را خواهد داشت. علاوه‌براین، گرانروی و نیروی چسبندگی بیش‌تر میان اتصال‌دهنده و ذرات، موجب بزرگ‌تر شدن دانه‌ها و کاهش احتمال شکستگی فرسایشی شده است. با توجه به آنالیز واریانس انجام‌شده، عوامل فرآیندی سرعت و دمای هوا و هم‌چنین وزن ذرات اولیه اوره بیش‌ترین اثر را بر عملکرد دانه‌سازی داشته‌اند.

در جدول ۱ برخی کارهای مشابه در انواع بستر دانه ساز که در آن خواص محلول اتصال‌دهنده مورد مطالعه قرار گرفته، خلاصه شده است. بررسی نتایج این پژوهش‌ها نشان می‌دهد که سرعت نفوذ مایع اتصال‌دهنده در پودر جامد، زاویه تماس قطره مایع با پودر و به‌طور کلی ترکنندگی مایع اتصال‌دهنده نقش مهمی در سینتیک رشد و خواص نهایی دانه‌ها از جمله توزیع اندازه دانه‌ها و استحکام آن‌ها دارد. با توجه به مطالعات و پژوهش‌های صورت گرفته، خواص مایع اتصال‌دهنده از جمله گرانروی و کشش سطحی، در فرآیند دانه‌سازی مرطوب بسیار حائز اهمیت است. یکی از روش‌های متداول برای تغییر خواص سیالات، افزودن نانوذرات به آن‌ها است که موجب ایجاد خواص منحصربه‌فردی می‌گردد. از میان هزاران پژوهش انجام شده در این زمینه، تنها چند صد مورد آن مرتبط با خاصیت کشش سطحی، زاویه تماس و یا ترکنندگی نانوسیالات است. در واقع، در بیش‌تر موارد خواص ترموفیزیکی نانوسیالات از جمله چگالی، گرانروی و هدایت حرارتی مورد بررسی قرار گرفته و بررسی خواص کشش سطحی و ترکنندگی نانوسیالات محدود بوده است. مطالعات انجام‌شده بر روی خواص نانوسیال نشان داده است که ماهیت و نوع نانوذرات استفاده‌شده، غلظت، اندازه و شکل آن‌ها و هم‌چنین ماهیت سیال پایه، استفاده از مواد فعال سطحی و دما می‌تواند بر خواص نانوسیال از جمله

¹ Physical Vapor Deposition

کشش سطحی و ترکندگی تاثیرگذار باشد.

بنی شریف و همکاران [۳۱] در سال ۲۰۲۰، خواص هدایت حرارتی، گرانی و کشش سطحی نانوسیالات حاوی نانوذرات Fe_3O_4 و مواد فعال سطحی سدیم دودسیل سولفونات و اولئیک اسید با سیال پایه آب- اتیلن گلیکول ارزیابی کردند. آنها کشش سطحی سیال پایه و نانوسیالات را با روش قطره آویزان و با استفاده از تحلیل شکل قطره در دماهای $20^\circ C$ تا $20^\circ C$ اندازه گیری

کردند و نشان دادند افزودن مواد فعال سطحی باعث کاهش قابل توجه کشش سطحی سیال پایه می شود. این کاهش به دلیل تشکیل تک لایه مولکول های ماده فعال سطحی در سطح سیال با توجه به پدیده جذب گیس می باشد. آنها همچنین نشان دادند افزایش درصد حجمی نانوذرات از ۰/۱ تا ۰/۱ درصد نیز موجب افزایش کشش سطحی سیال پایه در حضور ماده فعال سطحی می شود.

جدول ۱- خلاصه پژوهش های انجام شده در زمینه بررسی خواص سیال اتصال دهنده در انواع بستر دانه ساز

پژوهشگران	دانه ساز	ماده جامد	اتصال دهنده	خواص	سال
راجنیاک و همکاران [۲۳]	بستر سیال	مانیتول و $CaHPO_4$	HPC	گرانی و چگالی و کشش سطحی	۲۰۰۷
چیتو و همکاران [۲۴]	مخلوط کن برش بالا	میکرو کریستال سلولز	PVP HPMC	گرانی، کشش سطحی، زاویه تماس، کار چسبندگی	۲۰۱۱
هو و همکاران [۲۵]	مخلوط کن برش بالا	مانیتول	PVP	کشش سطحی، انرژی سطح، ضریب پخش	۲۰۱۱
فوجیوارا و همکاران [۲۶]	بستر سیال	لاکتوز	HPC HPMC PVP	گرانی، چگالی، کشش سطحی، زاویه تماس، کار چسبندگی	۲۰۱۳
آی و همکاران [۲۷]	پیچشی دو قلو	میکرو کریستال سلولز	HPC	زاویه تماس و زمان نفوذ قطره	۲۰۱۸
برینس و بودن-گرین [28]	درام	بیوچار	HPMC آمونیم نترات ملاس	زمان نفوذ قطره	۲۰۲۰
وندویور و همکاران [۲۹]	پیچشی دو قلو	دی کلسیم فسفات	مالتودکسترین HPMC, PVP PVA	زاویه تماس، کشش سطحی و گرانی	۲۰۲۰
لی و همکاران [۳۰]	مخلوط کن	میکرو کریستال سلول، کلسیم کربنات و لاکتوز	HPMC HPC PVP	زاویه تماس، کشش سطحی، گرانی و انرژی سطحی	۲۰۲۱

لوئو^۱ و همکاران [۳۲] در سال ۲۰۲۲، گرانی و کشش سطحی نانوسیالات تیتانیا-پروپیلن گلیکول را در غلظت های جرمی مختلف از نانوذره (۰/۵ تا ۱۰ درصد) و

دماهای پنج تا ۲۵ درجه سانتی گراد بررسی کردند. نتایج اندازه گیری های آن ها نشان داد که کشش سطحی با افزایش غلظت نانوذره به آرامی افزایش یافته است. در بیش ترین

^۱ Luo

شده در زمینه بررسی اثر نانوذره بر خواص سیالات گزارش شده است. جمع‌بندی نتایج پژوهش‌های فوق نشان می‌دهد استفاده از نانوذرات در محلول اتصال‌دهنده در یک فرآیند دانه‌سازی و یا در محلول پوشش‌دهنده در فرآیند پوشش‌دهی نقش بسزایی در بهبود شاخصه‌های دانه‌های تولیدشده دارد. لذا در این پژوهش به بررسی اثر نانوذرات بر کشش سطحی مایع پوشش‌دهنده و همچنین اثر آن بر زاویه تماس محلول پوشش‌دهنده با پودر جامد، و نیز بررسی اثر دو پارامتر اخیر بر اندازه ذرات، توزیع اندازه ذرات و نفوذپذیری لایه پوشش‌دهنده پرداخته شد.

غلظت از نانوذرات TiO_2 کشش سطحی سه درصد افزایش داشته است.

در پژوهشی از تراسیاک^۱ و همکارانش [۳۳] چگالی، کشش سطحی و خواص نوری نانوسیال اتیلن گلیکول در حضور نانوذرات سیلیکا بررسی شد. در این پژوهش کشش سطحی با روش حلقه دونوی در دماهای ۲۸۳/۱۵ تا ۳۱۸/۱۵ کلوین و برای غلظت‌های یک تا پنج درصد جرمی از نانوذرات SiO_2 اندازه‌گیری شده است. نتایج حاصل حاکی از افزایش جزئی و نامحسوس کشش سطحی با افزایش غلظت نانوذرات است.

در جدول ۲ خلاصه‌ای از برخی پژوهش‌های انجام

جدول ۱- خلاصه برخی پژوهش‌های مرتبط با بررسی خواص نانوسیالات

پژوهشگران	سیال پایه	نانوذرات	محدوده غلظت	ماده فعال سطحی	خواص اندازه‌گیری شده نانوسیال	سال
چاکرابورتی و همکاران [۳۴]	آب	Cu-Zn-Al LDH	0-240 ppm		هدایت حرارتی، کشش سطحی، زاویه تماس و گرانیروی	۲۰۱۸
داس و همکاران [۳۵]	آب	TiO_2	0.1-1.0% V/V	CTAB, SDS, SDBS, AA	گرانیروی، هدایت حرارتی، کشش سطحی و پتانسیل زتا	۲۰۱۸
چاکرابورتی و همکاران [۳۶]	آب	Cu-Zn-Al LDH	160 ppm	SDS- Tween 20	هدایت حرارتی، کشش سطحی، زاویه تماس و گرانیروی	۲۰۱۹
هرنایز و همکاران [۳۷]	آب	گرافن اکسید، طلا، آلومینا	0.1 g/l 10 mg/l 0.1 vol. %	-	زاویه تماس	۲۰۱۹
ابوبکر و همکاران [۳۸]	روغن گیاهی	MWCNT	0.1-0.7 vol. %	Triton X	گرانیروی و زاویه تماس	۲۰۲۱
الچی‌اغلو و مورشد [۳۹]	آب	ZnO	0.05-0.4 vol. %	-	کشش سطحی	۲۰۲۱
کیم و همکاران [۴۰]	محلول الکلی	آلومینا	0.5 wt%	-	پایداری، کشش سطحی، زاویه تماس و هدایت حرارتی	۲۰۲۱
مانه و همادری [۴۱]	آب	$\text{CuO}+\text{Fe}_3\text{O}_4$	0.1 wt%	CTAB, TX-100, SDS	پایداری، هدایت حرارتی، گرانیروی، زاویه تماس	۲۰۲۲
سعید و همکاران [۴۲]	آب	f-MWCNT	0.05-0.2 vol. %		هدایت حرارتی، پتانسیل زتا، گرمای ویژه، زاویه تماس، کشش سطحی	۲۰۲۲

^۱ Traciak

۲- مواد و روش‌ها

۲-۱- مواد

در این پژوهش از بی‌کربنات سدیم (خریداری شده از شرکت مجللی اراک- ایران) به عنوان هسته مرکزی استفاده شد. مالتودکسترین^۱ به عنوان ماده پوشش‌دهنده اصلی برای محافظت از هسته مرکزی در برابر آثار محیطی در این مطالعه استفاده شد. مالتودکسترین مورد نیاز با مقدار متوسط DE برابر با ۲۰ از بازار داخل خریداری شده و تولید کشور چین بوده است. HEC (تولید شرکت مرک^۲) به عنوان پلیمر دوم به کار رفته است. نانوذرات مورد استفاده در این کار از بازار داخل تهیه شده و تولید امریکا (3302 Twig LeatLane, Houston, Tx77084, USA) بوده است.

۲-۲- شرح دستگاه

جهت فرآیند پوشش‌دهی از دستگاه بستر سیال مخروطی نیمه‌صنعتی با پاشش نازل از بالا و از جنس فولاد ضدزنگ، استفاده شد. (شکل ۲ الف) نمای واقعی و ب) نمای شماتیک دستگاه را نشان می‌دهد. قطر قسمت پایینی آن ۲۰ سانتی‌متر، قطر قسمت فوقانی ۴۰ سانتی‌متر و ارتفاع بستر حدوداً ۸۰ سانتی‌متر است. یک دمنده هوا با توان تقریبی ۲/۵ Kw و ۱۸۵۰ دور بر دقیقه، دبی مورد نیاز سیال ورودی را تامین می‌کند. از یک گرم‌کن با توان ۱۰۰۰ وات، برای تنظیم دمای هوای داغ ورودی استفاده می‌شود. نازل استفاده شده در این دستگاه، نازل دلاوان (Delavan, 0.5 GPH, 45°A) از نوع فشاری با پاشش مخروطی توپر می‌باشد. از یک پمپ پرستالتیک برای انتقال محلول پاششی استفاده شد. (جزئیات بیش‌تر دستگاه در مرجع [۴۳] ارائه شده است)

در هر آزمایش، بستر سیال با سه کیلوگرم پودر بی‌کربنات سدیم بارگیری شد. ابتدا بستر با دبی معین،

برمبنای طرح آزمایش، سیال و تا دمای تعیین‌شده توسط طرح آزمایش، گرم شد. با پایدار شدن دما و رطوبت داخل بستر، محلول پوشش‌دهنده در دمای ۲۰°C با فشاری پاشش می‌شد که برمبنای طرح آزمایش [۴۴-۴۵] تنظیم شده بود. در این پژوهش، طراحی آزمایش توسط نرم‌افزار Design Expert نسخه هفت صورت گرفت. تحلیل نتایج با استفاده از تحلیل واریانس (ANOVA)^۳ انجام شد و اثر متغیرهای مستقل بر پاسخ و نیز برهم‌کنش آنها بر پاسخ مورد بررسی قرار گرفت. اهمیت متغیرها با محاسبه مقدار F^۴ و اهمیت مقدار F با سطح احتمال ۰/۰۵ (P < 0.05) تعیین شد.

۲-۳- روش کار

محدوده شرایط عملیاتی مختلف در گام اول براساس آزمایشات قبلی انجام شده در این دستگاه [۴۶-۴۷]، تعیین و در گام بعد، با توجه به نوع ماده، با انجام آزمایشات اولیه در دستگاه بستر سیال تایید شد. سیالیت بستر از پنجره تعبیه‌شده در دیواره بستر قابل مشاهده است. کمینه و بیشینه دبی هوای سیال‌کننده بدین شکل تعیین شد که برای حالت کمینه، اختلاط کامل و یکنواخت بستر و تماس مناسب پودر و محلول پوشش‌دهنده، تایید شود. مقدار بیشینه دبی، مقداری در نظر گرفته شد که از طغیان و خروج ذرات پودر از بستر به همراه هوای سیال‌کننده، جلوگیری شود.

برای جلوگیری از فرونشست ناشی از رطوبت- کلوخه شدن، زمان پاشش به صورت زیر تعیین شد. پس از پایدار شدن دما و رطوبت بستر که توسط ثبت‌کننده‌ها قابل مشاهده است، پاشش شروع می‌شود. پاشش ادامه دارد و با مشاهده اولین توده کوچک کلوخه، از طریق پنجره شفاف در دیواره بستر سیال، متوقف می‌شود. زمان توسط زمان‌سنج ثبت و زمان پاشش، پنج ثانیه کمتر از این زمان در

¹ Maltodextrin

² Merck

³ Analysis of variance

⁴ F-value

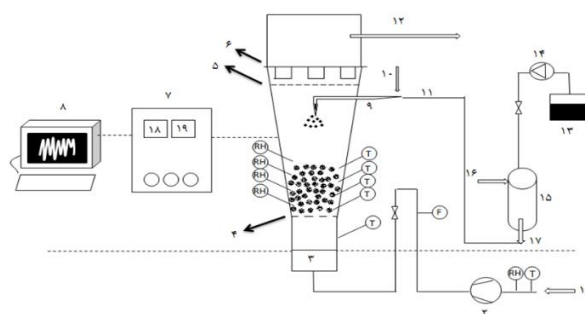
⁵ Probability level

این مقدار در آزمایشات مراحل بعد ثابت در نظر گرفته شد. زمان خشک کردن بعد از اتمام پاشش‌ها، بیش از ۳۰ دقیقه در نظر گرفته شد تا رطوبت باقی‌مانده در ذرات کمتر از چهار درصد باشد.

نظر گرفته شد. محدوده زمان خشک کردن بین هر دو پاشش، در هر آزمایش ثابت و به منظور جلوگیری از کلوخه شدن، باید بیش‌تر از ۱۵ دقیقه باشد. بعد از تعیین مقدار مناسب برای زمان خشک‌کردن بین هر دو پاشش،

(ب)

(الف)



شکل ۲- الف) نمای واقعی ب) نمای شماتیک از راکتور بستر سیال آزمایشگاهی: (۱) ورودی هوای، (۲) دمنده، (۳) گرم‌کن، (۴) صفحه توزیع‌کننده هوای ورودی، (۵) لامپ LED، (۶) فیلتر، (۷) تابلو برق، (۸) رایانه، (۹) نازل، (۱۰) ورودی هوای اتمایز کننده، (۱۱) مسیر محلول ورودی به نازل، (۱۲) خروجی هوا، (۱۳) ظرف محتوی محلول پوشش‌دهی، (۱۴) پمپ، (۱۵) ظرف یکنواخت‌کننده جریان مایع، (۱۶) هوای ورودی از کمپرسور، (۱۷) خروجی مایع، (۱۸) ثبت‌کننده دما، (۱۹) ثبت‌کننده رطوبت

۲-۵- اندازه‌گیری کشش سطحی نانوسیال

در این پژوهش، از دستگاه Jikan CAG 20 (شکل ۲) ساخته‌شده توسط شرکت مهندسی ژیکان استفاده شد که بر مبنای روش قطره آویخته عمل می‌کند. در این دستگاه، سیال از طریق یک سرنگ و یک پمپ سرنگی به‌صورت یک قطره آویزان درآورده شده و با تصویربرداری از آن به کمک روش آنالیز شکل قطره و از طریق حل معادله یانگ-لاپلاس با توجه به نیروی اعمال‌شده به قطره، کشش سطحی اندازه‌گیری می‌گردد. سرعت تزریق در این دستگاه ۰/۲ میکرولیتر بر ثانیه بوده و به‌صورت برخط بیش از ۲۰۰ اندازه‌گیری انجام می‌دهد. میانگین این اندازه‌گیری‌ها به‌عنوان کشش سطحی نانوسیالات گزارش شده و انحراف استاندارد^۲ برای هر اندازه‌گیری محاسبه شده است. میانگین انحراف استاندارد محاسبه‌شده ۰/۴۵ میلی‌نیوتن بر متر بوده که معادل

۲-۴- آماده‌سازی محلول‌های پوشش‌دهنده

محلول پوشش‌دهنده با مخلوط کردن مالتودکسترین و هیدروکسی‌اتیل سلولز با ترکیب درصد معین براساس طرح آزمایش آماده شد. همگن‌سازی، توسط هم‌زن مغناطیسی در دمای محیط تا انحلال کامل و دستیابی به محلول کاملاً شفاف ادامه داشت. در مورد محلول‌های حاوی نانوذره، غلظت بهینه به‌دست‌آمده برای محلول پوشش‌دهنده، به عنوان غلظت محلول پایه در نظر گرفته شد. سپس نانوذرات در اندازه‌ها و غلظت‌های معین بر مبنای طرح آزمایش اضافه شد- طرح آزمایش‌ها و نتایج آن در راستای تعیین محلول پوشش‌دهنده بهینه، در کار قبلی [۴۴] ارائه شده است.

سوسپانسیون حاصل به مدت ۲۰ دقیقه در فراصوت^۱ با توان ۲۰۰W قرار گرفته و بلافاصله به مخزن نگهداری محلول پوشش‌دهی برای انجام آزمایش مورد نظر انتقال یافت.

^۱ Ultrasonic

^۲ Standard deviation

با توزین دانه‌های قرارگرفته بر روی هر یک از الک‌ها، درصد جرمی دانه‌ها در اندازه‌های مختلف محاسبه شده و نمودار توزیع اندازه دانه‌ها ترسیم شده است.

۷-۲- تعیین میزان رهایش^۲ دی‌اکسیدکربن

در راستای بررسی کیفیت لایه پوشش‌دهنده، میزان نفوذپذیری لایه مورد مطالعه قرار گرفت. برای این منظور از بی‌کربنات سدیم به عنوان هسته مرکزی استفاده شد. میزان رهایش دی‌اکسیدکربن، شاخصه‌ای از میزان نفوذپذیری لایه است. رهایش یا آزادسازی کمتر دی‌اکسیدکربن، نشان دهنده نفوذپذیری کمتر لایه، کیفیت مناسب لایه و در نهایت پوشش‌دهی مطلوب است. از آنجاکه شروع رهایش دی‌اکسیدکربن از بی‌کربنات سدیم در دمای 50°C اتفاق می‌افتد، میزان رهایش از نمونه پوشش‌دار، در دماهای بالاتر، ۶۵، ۸۵ و 105°C بررسی شد. بدین منظور سه گرم از نمونه‌های تولید شده براساس طرح آزمایش [۴۴] توزین و درون بوتله چینی به مدت سه ساعت درون آون قرار گرفت.

جدول ۲- شماره الک و اندازه روزه‌ها

شماره الک	اندازه مش (میکرون)
۵۰	۲۹۷
۸۰	۱۷۷
۱۲۰	۱۲۵
۱۷۰	۸۸
۳۲۵	۴۴

مقدار دی‌اکسید کربن آزاد شده در این زمان، با روش تیتراسیون مطابق با روش ۲۰-۱۲ اندازه‌گیری گاز^۳، استاندارد AACC^۴ تعیین شد [۴۸].

۰/۹ درصد است. اندازه‌گیری کشش سطحی در دمای محیط ۲۵ درجه سانتی‌گراد انجام شد. شکل ۴ تصویر یک نمونه از اندازه‌گیری کشش سطحی در این پژوهش را نشان می‌دهد.



شکل ۳- دستگاه اندازه‌گیری کشش سطحی و زاویه تماس
Jikan CAG-20



شکل ۴- اندازه‌گیری کشش سطحی براساس آنالیز شکل قطره

۶-۲- بررسی توزیع اندازه ذرات

برای تعیین توزیع اندازه ذرات^۱ (PSD) از الک‌های استاندارد در اندازه‌های مختلف انجام شد. شماره و اندازه روزه‌های هر یک از الک‌های استفاده‌شده در جدول ۳ ارائه شده است.

¹ Particle Size Distribution

² Release

³ Gasometric 12-20 method

⁴ American Association of Cereal Chemists

۲-۸- بررسی ایزوترم های جذب و واجذب نیتروژن (روش BET)

به منظور بررسی کیفیت لایه پوشش دهنده، ساختار بافتی لایه سطحی شامل قطر حفرات، حجم کل حفرات و سطح ویژه پودر و غیره با استفاده از ایزوترم های جذب و واجذب نیتروژن (Belsorp Adsorption/Desorption data analysis software - version 6.4.0.0) و با استفاده از روش های ISO 15901 و ISO 9277 مورد مطالعه قرار گرفت.

۳- نتایج تجربی

به منظور بررسی اثر نوع، اندازه و غلظت نانوذره بر کیفیت پوشش دهی از دو نانوذره اکسید آهن و اکسید روی، با اندازه متوسط ذرات ۳۰، ۱۰۰ و ۳۰۰ نانومتر و با غلظت های ۰/۰۵، ۰/۱ و ۰/۱۵ درصد برای هر دو نوع از نانوذره در محلول پوشش دهی استفاده شد. از آنجاکه دما بر فرآیند تبلور در حضور نانوذرات، تاثیر بسزایی دارد، این عامل به عنوان یکی از متغیرهای اصلی در طرح آزمایش انتخاب شد. سایر شرایط عملیاتی برای انجام فرآیند پوشش دهی، برابر با بهینه به دست آمده از فرآیند پوشش دهی بدون حضور نانوذرات است [۴۴-۴۵].

۳-۱- بررسی اثر نانوذره بر کشش سطحی

محلول پوشش دهنده با غلظت های ۱۰ تا ۳۰ درصد وزنی- وزنی از مالتودکسترین و صفر تا ۰/۲ درصد وزنی هیدروکسی اتیل سلولز براساس طرح آزمایش تهیه شده و مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج حاصل از اندازه گیری کشش سطحی و زاویه تماس - بدون حضور نانوذره- در جدول ۴ نشان داده شده است. همان طور که مشخص است با افزایش غلظت هیدروکسی اتیل سلولز کشش سطحی تغییر محسوسی در کشش سطحی مشاهده نمی شود اما زاویه تماس با افزایش غلظت کم شده است. هم چنین

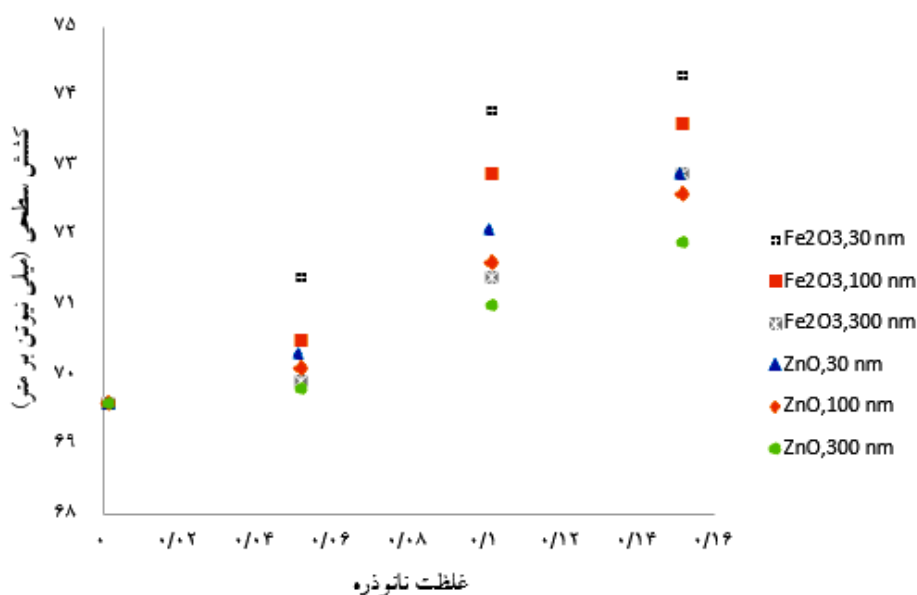
افزایش غلظت مالتودکسترین سبب افزایش کشش سطحی و کاهش زاویه تماس شده است. لذا از آنجاکه کشش سطحی بیش تر و زاویه تماس کوچک تر باعث افزایش ترشوندگی می گردد، غلظت های بالاتر ماده اتصال دهنده، غلظت مناسب تری برای ماده اتصال دهنده می باشد. از آنجاکه آزمایشات اولیه در بررسی عملکرد نازل نشان داد که افزایش غلظت HEC به سرعت سبب چکه کردن نازل می شود، غلظت ۰/۱ درصد وزنی از HEC و غلظت ۳۰ درصد وزنی از MD به عنوان غلظت سیال پایه برای محلول پوشش دهنده در مرحله بررسی اثر نانوذره استفاده شد. شکل ۵ تغییرات کشش سطحی در حضور نانوذرات اکسید آهن و اکسید روی در غلظت ها و اندازه های مختلف را نشان می دهد. کشش سطحی سیال پایه ۶۹/۶ میلی نیوتن بر متر بوده است که بیش ترین افزایش مربوط به افزودن نانوذرات اکسید آهن با اندازه ۳۰ nm و غلظت ۰/۱۵ درصد بود و کشش سطحی ۶/۷۵ درصد افزایش داشت. در هر دو نوع نانوذره، کاهش اندازه و افزایش غلظت نانوذره، سبب افزایش مقدار کشش سطحی شده است. در شرایط یکسان، نانوذرات اکسید آهن عملکرد بهتری در افزایش کشش سطحی از خود نشان داده است. روند افزایشی کشش سطحی نانوسیال با افزایش غلظت نانوذره در پژوهش های دیگر نیز برای نانوذره SiO_2 در سیال پایه آب [۴۹]، FeC در آب [۵۰]، نانوذره SiC در آب [۵۱]، TiO_2 آب دوست در آب [۵۲، ۵۳]، ZnO در اتیلن گلیکول [۵۴]، Al_2O_3 در آب [۵۵]، Al_2O_3 و MWCNT در آب و اتانول [۵۶]، اکسید گرافن در آب [۵۷] و Al_2O_3 در گلیسرین [۵۸] مشاهده شده است.

این افزایش می تواند به دلیل نیروهای جاذبه وان دروالسی میان نانوذرات در فصل مشترک مایع-گاز باشد. با افزودن نانوذرات به سیال پایه و حضور این نانوذرات در فصل مشترک مایع-گاز، نیروهای وان دروالسی میان نانوذرات و برهم کنش های میان نانوذرات و مولکول های سیال پایه باعث افزایش انرژی سطحی و در نتیجه افزایش

کشش سطحی نانوسیال شده است. با افزایش غلظت نانوذرات، فاصله میان نانوذرات کم شده و نیروی واندروالسی میان آن‌ها افزایش می‌یابد که در نتیجه موجب افزایش بیشتر کشش سطحی می‌گردد [۵۱، ۵۹-۶۲].

جدول ۴- کشش سطحی و زاویه تماس محلول پوشش‌دهنده با غلظت‌های مختلف اتصال‌دهنده

زاویه تماس (درجه)	کشش سطحی (نیوتن بر متر)	غلظت MD (درصد وزنی)	غلظت HEC (درصد وزنی)
۴۲٫۹۸	۶۸٫۲	۱۰	۰
۴۱٫۵۳	۶۸٫۲	۱۰	۰٫۱
۳۹٫۰۶	۶۸٫۷	۲۰	۰
۳۵٫۱۶	۶۸٫۹	۲۰	۰٫۱
۳۳٫۶۶	۶۹٫۶	۳۰	۰٫۱
۳۲٫۸۲	۷۱٫۰۱	۳۰	۰٫۲



شکل ۵- تغییرات کشش سطحی برحسب غلظت نانوذره

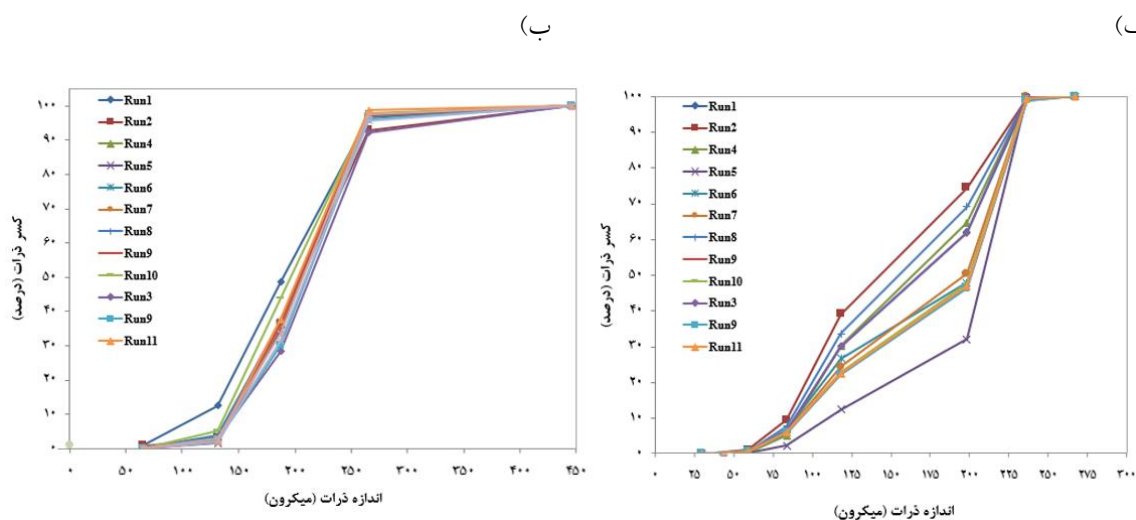
متناسب با استحکام پل‌های مایع ایجادشده میان ذرات بوده و به کشش سطحی مایع اتصال‌دهنده و زاویه تماس آن با پودر جامد بستگی دارد. در واقع با افزایش کشش سطحی و کاهش زاویه تماس استحکام دانه‌ها بیش‌تر می‌شود. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت با افزودن نانوذرات به مایع اتصال‌دهنده، کشش سطحی افزایش یافته، دانه‌های حاصل‌شده استحکام بیش‌تری داشته و در برابر سایش،

۳-۲- بررسی اثر نانوذره بر توزیع اندازه ذرات

شکل ۶ نمودار توزیع تجمعی اندازه ذرات پوشش‌دار را در حالت فاقد نانوذرات (الف) با حالتی که محلول پوشش‌دهنده حاوی نانوذرات اکسید آهن است (ب)، مقایسه می‌کند. همان‌طور که دیده می‌شود، ذرات حاوی نانوذره، توزیع اندازه یکنواخت‌تر و هم‌چنین میانگین اندازه بزرگ‌تری دارند. براساس مراجع [۶۵-۶۳]، استحکام دانه‌ها

نازل می‌شوند که این نیز باعث افزایش اندازه هسته‌های اولیه و در نتیجه افزایش اندازه دانه‌ها می‌گردد [۶۸-۶۶].

مقاومت بالاتری از خود نشان داده‌اند که در نهایت موجب ایجاد دانه‌هایی با اندازه بزرگ‌تر شده است. افزایش کشتش سطحی موجب افزایش اندازه قطرات مایع ایجادشده از



شکل ۶- توزیع تجمعی اندازه ذرات پوشش‌دار: الف) فاقد نانوذره؛ ب) حاوی نانوذره

را به شدت سرعت می‌دهد. همچنین در دمای بالاتر، تبخیر به سرعت انجام شده و فوق‌اشباعی نیز سریع‌تر اتفاق می‌افتد [۷۰-۶۹]. هنگامی که قطرات MD-HEC حاوی نانوذرات هستند، قطرات پاشش شده، کمی قبل از تماس با سطح ذرات هسته شروع به جامد شدن می‌کنند. بنابراین MD-HEC موجود در قطرات، به دلیل قرار گرفتن در میدان مغناطیسی نانوذرات-ناشی از عنصر الکترونگاتیو اکسیژن- تا قبل از تماس با سطح هسته مرکزی، ساختار منظم‌تری حین فرآیند انجماد به‌خود می‌گیرد [۷۲-۷۱]، که سبب ایجاد ساختار متراکم‌تر و یکپارچه‌تر در لایه پوشش‌دهنده می‌شود.

۳-۴- بررسی ایزوترم‌های جذب و واجذب نیتروژن

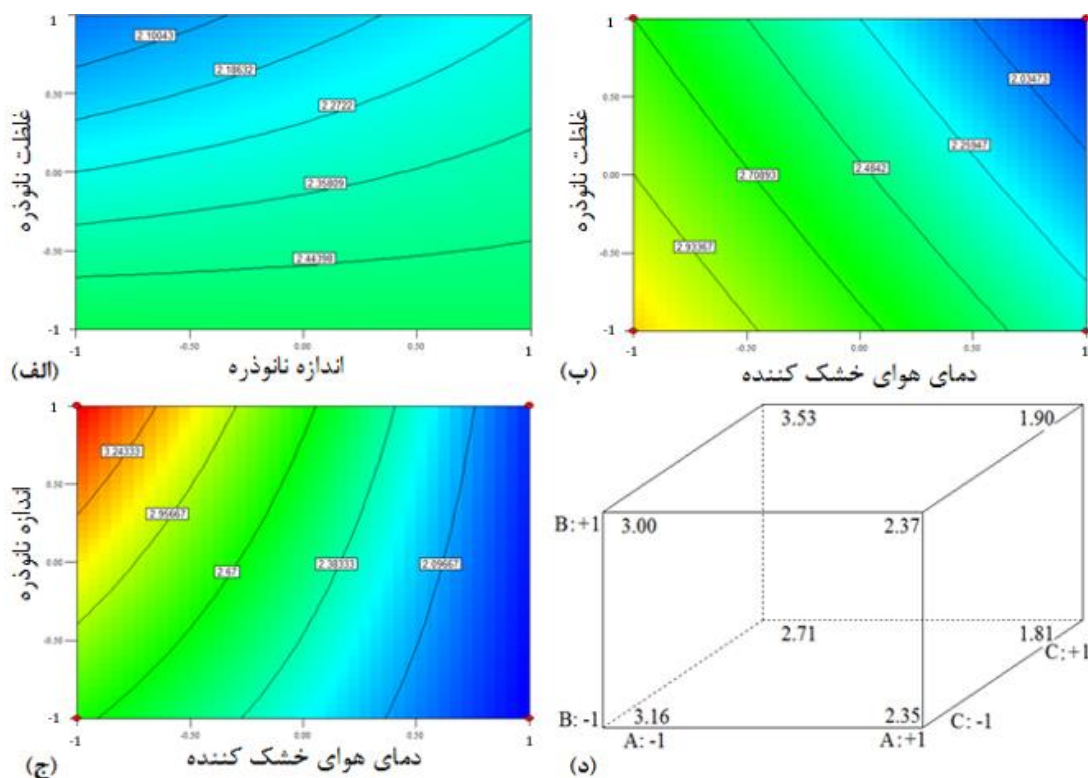
خصوصیات بافتی پودر پوشش داده شده، توسط ایزوترم‌های جذب و دفع نیتروژن در ۷۷ K مورد بررسی قرار گرفتند. سطح ویژه، عرض منافذ و حجم منافذ با استفاده از روش بروئر-امت-تلا (BET) تعیین شد که در

۳-۳- بررسی اثر حضور نانوذره بر میزان رهایش دی‌اکسیدکربن

در شکل ۷ ناحیه آبی نشان‌دهنده پوشش‌دهی مطلوب‌تر و ناحیه قرمز نمایان‌گر ناحیه نامناسب برای پوشش‌دهی است. اثر سه پارامتر دمای عملیاتی (A)، اندازه نانوذره (B) و غلظت نانوذره (C) در شکل نمایش داده شده است. (+۱) نمایشگر محدوده بالا و (-۱) نمایشگر محدوده پایین هر پارامتر است. پایین‌ترین میزان رهایش دی‌اکسیدکربن براساس نمودار مکعبی برابر ۱/۸۱ بوده و در دمای بالا (60°C)، اندازه پایین نانوذره (۳۰nm) و غلظت بالای نانوذره (۰/۱۵ درصد) به‌دست آمده است. این مقدار از رهایش دی‌اکسیدکربن، نشان‌دهنده کیفیت مطلوب و بسیار بالای پوشش ایجاد شده برای محصول به‌دست آمده است. هرچه اندازه نانوذره کوچک‌تر باشد، سطح ویژه بزرگ‌تری دارد. از طرفی نانوذرات به عنوان ماده خارجی، هسته اولیه در فرآیند هسته‌زایی تبلور را تشکیل می‌دهند غلظت بالاتر و تعداد بیش‌تر نانوذره فرآیند هسته‌زایی اولیه

ایزوترم جذب دارای پسماند مرزی^۴ در P/P_0 بزرگتر از ۰/۹ است، که نشان‌دهنده حضور غالب ماکروحفره‌هایی با ابعاد بزرگتر از ۵۰ نانومتر است. حضور این ماکروحفرات در نمونه پوشش‌دار بدون حضور نانوذرات در محلول پوشش‌دهنده، سبب رهایش دی‌اکسیدکربن در مقادیری است که به‌طور قابل توجهی بیش‌تر از مقدار رهایش در مورد نمونه پوشش‌دار با حضور نانوذرات در محلول پوشش‌دهنده است.

جدول ۵ ارائه شده است. شکل ۸ ایزوترم‌های جذب و دفع نیتروژن برای ذرات پوشش‌دار را در دو حالت، با حضور و بدون حضور نانوذره در محلول پوشش‌دهنده، نشان می‌دهد. بر مبنای طبقه‌بندی آیوپاک^۱، ایزوترم‌های جذب نمونه پوشش داده شده، در طبقه‌بندی نوع (V) با حلقه پسماند^۲ H3 قرار می‌گیرند که به‌طور معمول مربوط به مزو حفره‌های^۳ شکاف‌مانندی که اندازه و شکل‌های غیریکنواخت دارند، هستند [۷۳]. برای نمونه پوشش داده شده بدون حضور نانوذرات در محلول پوشش‌دهنده،



شکل ۷- (الف، ب و ج): کانتور ضرایب دارای برهم‌کنش و (د): نمودار مکعبی، برای رهایش دی‌اکسید کربن

ارائه‌شده در بخش قبل مطابقت دارد و نشان می‌دهد که حضور نانوذرات در محلول پوشش‌دهنده، با انجام فرآیند تبلور یکپارچه‌تر، سبب ایجاد لایه سطحی پوشش‌دهنده یکنواخت‌تری و نیز مسدود کردن حفرات می‌شود.

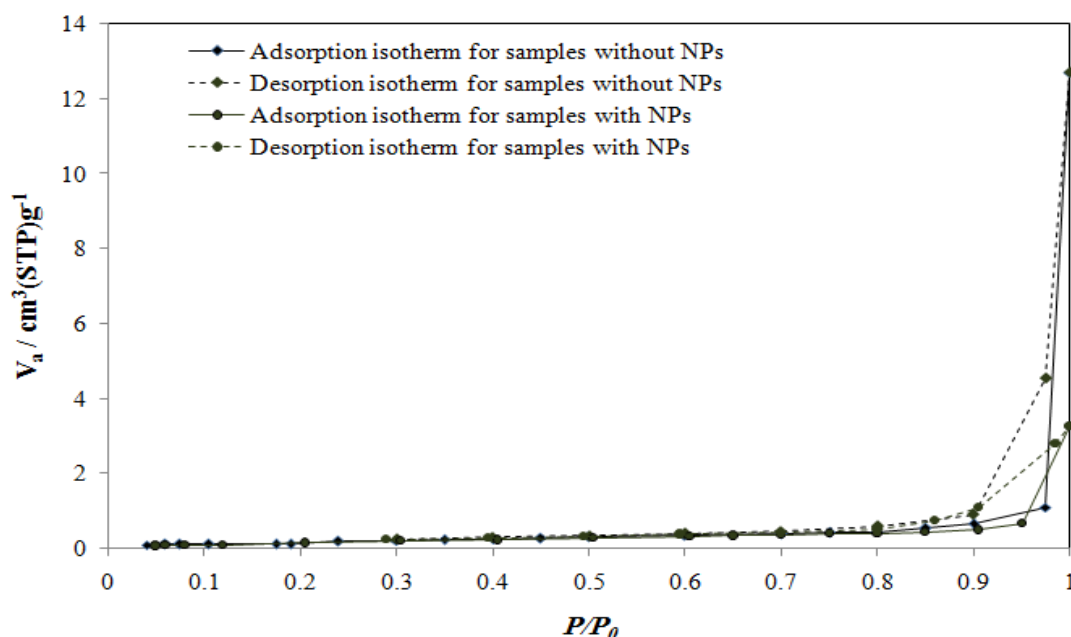
بر مبنای جدول ۵، عرض حفرات و حجم حفرات، برای حالتی که نانوذرات در محلول پوشش‌دهنده وجود ندارند، به ترتیب، ۲/۵ و ۱۴۱ برابر حالتی است که نانوذرات در محلول پوشش‌دهنده وجود دارند. این نتایج با نتایج

¹ IUPAC

² Hysteresis loop

³ Mesopores

⁴ Marginal hysteresis



شکل ۸- ایزوترم جذب و دفع گاز نیتروژن برای ذرات پوشش‌دار با و بدون حضور نانوذرات در محلول پوشش‌دهنده

جدول ۵- مقایسه خواص بافتی ذرات پوشش داده شده با محلول پوشش‌دهنده حاوی نانوذره اکسید آهن و محلول پوشش‌دهنده فاقد نانوذره

نمونه پوشش‌دار	میانگین عرض حفرات (nm)	حجم کل حفرات (cm ³ /g)	میانگین سطح ویژه ذرات (m ² /g)	حجم تک‌لایه جذب شده (cm ³ /g)
استفاده از نانوذره در محلول پوشش‌دهنده	۳۱/۱۶۱	$۴,۸۳ \times ۱۰^{-۳}$	۰/۶۱	۰/۱۴
عدم استفاده از نانوذره در محلول پوشش‌دهنده	۷۶/۵۶۰	$۶,۸۰ \times ۱۰^{-۱}$	۰/۶۹	۰/۱۶

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش به بررسی خواص نانوسیال در فرآیند پوشش‌دهی در بسترسیمال پرداخته شد. در این فرآیند نحوه خیس شدن ذرات جامد، خواص مایع اتصال‌دهنده و عوامل فرآیندی تاثیرگذار هستند. برای ایجاد شرایط ایده‌آل هسته‌زایی و زمان‌های نفوذ کم، قطره‌های کوچک، سیالات با گرانی کم و کشش سطحی زیاد مورد نیاز است. استفاده از نانوذرات یک روش مناسب برای ایجاد تغییرات در خواص یک سیال است. در این کار اثر اندازه و غلظت نانوذرات ZnO و Fe₂O₃ روی خواص کشش سطحی

محلول پوشش‌دهنده بررسی شد. کشش سطحی مایع پوشش‌دهنده از طریق روش قطره آویزان اندازه‌گیری شد. نتایج حاصل نشان‌دهنده افزایش کشش سطحی با افزایش غلظت نانوذراتی با اندازه کوچک‌تر بود. افزایش کشش سطحی مایع اتصال‌دهنده به دلیل افزایش مقاومت دانه‌ها باعث افزایش میانگین اندازه دانه‌ها و بهبود توزیع اندازه دانه‌ها شده است. هم‌چنین حضور نانوذرات به دلیل فراهم آوردن شرایط هسته‌زایی مناسب‌تر، سبب یکنواخت‌تر شدن، یکپارچگی بیشتر و نفوذپذیری کمتر لایه پوشش‌دهنده شد.

مراجع

- [1] R. Santiago-Adame, L. Medina-Torres, J.A. Gallegos-Infante, F. Calderas, R.F. González-Laredo, N.E. Rocha-Guzmán, L.A. Ochoa-Martínez, M.J. Bernad-Bernad, Spray drying-microencapsulation of cinnamon infusions (*Cinnamomum zeylanicum*) with maltodextrin, *LWT - Food Sci. Technol.* 64 (2015), 571–577.
- [2] C.A. Nayak, N.K. Rastogi, Effect of selected additives on microencapsulation of anthocyanin by spray drying, *Dry. Technol.* 28 (2010), 1396–1404.
- [3] P. Pourashouri, B. Shabanpour, S.H. Razavi, S.M. Jafari, A. Shabani, S.P. Aubourg, Oxidative stability of spray-dried microencapsulated fish oils with different wall materials, *J. Aquat. Food Prod. Technol.* 23 (2014), 567–578.
- [4] T. Närvänen, O. Antikainen, J. Yliruusi, Predicting Particle Size during Fluid Bed Granulation Using Process Measurement Data, *AAPS PharmSciTech.* 10 (2009), 1268–1275.
- [5] T. Lipsanen, T. Närvänen, H. Räikkönen, O. Antikainen, J. Yliruusi, Particle Size, Moisture, and Fluidization Variations Described by Indirect In-line Physical Measurements of Fluid Bed Granulation, *AAPS PharmSciTech.* 9 (2008), 1070–1077.
- [6] T. Jimenez, C. Turchiuli, E. Dumoulin, Particles agglomeration in a conical fluidized bed in relation with air temperature profiles, *Chem. Eng. Sci.* 61 (2006), 5954–5961.
- [7] P. D. Hede, P. Bach, A. D. Jensen, Two-fluid spray atomization and pneumatic nozzles for fluid bed coating/agglomeration purposes: a review, *Chem. Eng. Sci.* 63 (2008), 3821–3842.
- [8] R.L.G. Cunha, S.C.S. Rocha, Cassava flour enriched with açai (*Euterpe oleracea* Mart.) by coating and agglomeration, *Chem. Eng. Trans.* 32 (2013), 1819–1824.
- [9] D.J. Mills, S.S. Jamali, K. Paprocka, Investigation into the effect of nano-silica on the protective properties of polyurethane coating, *SURF COAT TECH.* 209 (2012), 137–142.
- [10] A. Gharsallaoui, G. Roudaut, O. Chambin, A. Voilley, R. Saurel, Applications of spray drying in microencapsulation of food ingredients: an overview, *Food Res. Int.* 40 (2007), 1107–1121.
- [11] M. Sanaeimoghadam, Effect of Nano-Particles on the quality of the coating layer in coating process in a conical fluidized bed. PhD thesis. (2017), Fig. 1-1. P: 2.
- [12] T. Phoo-ngernkham, P. Chindaprasirt, V. Sata, S. Hanjitsuwan, S. Hatanaka, The effect of adding nano-SiO₂ and nano-Al₂O₃ on properties of high calcium fly ash geopolymer cured at ambient temperature, *Mater. Des.* 55 (2014), 58–65.
- [13] S. Rao, P. Silva, J. de Brito, Experimental study of the mechanical properties and durability of self-compacting mortars with nano materials (SiO₂ and TiO₂), *Constr. Build. Mater.* 96 (2015), 508–517.
- [14] S. Srivastava, G. Mishra, Fluid bed technology: overview and parameters for process selection, *Int. J. Pharm. Sci. Drug Res.* 2 (2010), 236–246.
- [15] A. Jamekhorshid, S.M. Sadrameli, M. Farid, A review of microencapsulation methods of phase change materials (PCMs) as a thermal energy storage (TES) medium, *Renew. Sustain. Energy Rev.* 31 (2014), 531–542.

- [16] R.D. Andrade, O. Skurtys, F.A. Osorio, Atomizing Spray Systems for Application of Edible Coatings, *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf.* 11 (2012), 323-337.
- [17] A. Burggraef, T. Monteyne, C. Vervaet, J.P. Remon, T. De Beer, Process analytical tools for monitoring, understanding, and control of pharmaceutical fluidized bed granulation: A review, *Eur J Pharm Biopharm.* 83 (2013), 2-15.
- [18] C.P. Kaushik, K. Dowling, C.J. Barrow, B. Adhikari, Microencapsulation of omega-3 fatty acids: a review of microencapsulation and characterization methods, *J. Funct. Foods.* 19 (2015), 868-881.
- [19] J. Annamalai, D.C. Kothari, V. Gudipati, Oxidative stability of microencapsulated fish oil during refrigerated storage, *J Food Process and Preserv.* 39 (2015), 1745-4549.
- [20] N.J. Zuidam, E. Shimoni, Overview of Microencapsulates for Use in Food Products or Processes and Methods to Make Them. (2010), DOI 10.1007/978-1-4419-1008-0-2.
- [21] C.P. Coronel-Aguilera, M.F. San Martín-Gonzalez, Encapsulation of spray dried β -carotene emulsion by fluidized bed coating technology, *LWT - Food Sci. Technol.* 62 (2015), 187-193.
- [22] E. Zhalehrajabi, K.K. Lau, K.Z. Ku Shaari, S.M. Zahraee, S.H. Seyedin, B. Azeem, A. Shaaban, Effect of biodegradable binder properties and operating conditions on growth of urea particles in a fluidized bed granulator, *J. Mater.* 12 (2019), 2320.
- [23] P. Rajniak, C. Mancinelli, R. Chern, F. Stepanek, L. Farber, B. Hill, Experimental study of wet granulation in fluidized bed: Impact of the binder properties on the granule morphology, *Int. J. pharm.* 334 (2007), 92-102.
- [24] T.M. Chitu, D. Oulahna, M. Hemati, Wet granulation in laboratory scale high shear mixers: Effect of binder properties, *Powder technol.* 206 (2011), 25-33.
- [25] R. Ho, S.E. Dilworth, D.R. Williams, J.Y. Heng, Role of surface chemistry and energetics in high shear wet granulation, *Ind. Eng. Chem. Res.* 50 (2011), 9642-9649.
- [26] M. Fujiwara, M. Dohi, T. Otsuka, K. Yamashita, K. Sako, Influence of binder droplet dimension on granulation rate during fluidized bed granulation, *Chem. Pharm. Bull.* 61 (2013), 320-325.
- [27] Q. Ai, M.J. Hounslow, A.D. Salman, Twin screw granulation: An evaluation of using micronized lactose as a solid binder, *Chem. Eng. Res. Des.* 133 (2018), 281-293.
- [28] L. Briens, B. Bowden-Green, A comparison of liquid binders for drum granulation of biochar powder, *Powder technol.* 367 (2020), 487-496.
- [29] L. Vandevivere, P. Denduyver, C. Portier, O. Häusler, T. De Beer, C. Vervaet, V. Vanhoorne, Influence of binder attributes on binder effectiveness in a continuous twin screw wet granulation process via wet and dry binder addition, *Int. J. Pharm.* 585 (2020), 119466.
- [30] A. Ly, I.E. Achouri, R. Gosselin, N. Abatzoglou, Wet granulation end point prediction using dimensionless numbers in a mixer torque rheometer: Relationship between capillary and Weber numbers and the optimal wet mass consistency, *Int. J. Pharm.* 605 (2021), 120823.
- [31] A. Banisharif, M. Aghajani, S. Van Vaerenbergh, P. Estellé, A. Rashidi, Thermophysical properties of water ethylene glycol (WEG) mixture-based Fe₃O₄ nanofluids at low concentration and temperature, *J. Mol. Liq.* 302 (2020), 112606.
- [32] J. Luo, W. Shi, G. Fang, L. Chen, L. Zhang, Dynamic viscosity and surface tension of propylene glycol containing TiO₂ nanoparticles, *Chem. Eng. Commun.* 210 (2023), 1257-1265.

- [33] J. Traciak, J. Sobczak, R. Kuzioła, J. Wasąg, G. Żyła, Surface and optical properties of ethylene glycol-based nanofluids containing silicon dioxide nanoparticles: an experimental study, *J. Therm. Anal. Calorim.* 147 (2022), 7665-7673.
- [34] S. Chakraborty, I. Sarkar, A. Ashok, I. Sengupta, S.K. Pal, S. Chakraborty, Thermo-physical properties of Cu-Zn-Al LDH nanofluid and its application in spray cooling, *Appl. Therm. Eng.* 141 (2018), 339-351.
- [35] P.K. Das, A.K. Mallik, R. Ganguly, A.K. Santra, Stability and thermophysical measurements of TiO₂ (anatase) nanofluids with different surfactants, *J. Mol. Liq.* 254 (2018), 98-107.
- [36] S. Chakraborty, I. Sengupta, I. Sarkar, S.K. Pal, S. Chakraborty, Effect of surfactant on thermo-physical properties and spray cooling heat transfer performance of Cu-Zn-Al LDH nanofluid, *Appl. Clay Sci.* 168 (2019), 43-55.
- [37] M. Hernaiz, V. Alonso, P. Estellé, Z. Wu, B. Sundén, L. Doretto, S. Mancin, N. Çobanoğlu, Z. Karadeniz, N. Garmendia, The contact angle of nanofluids as thermophysical property, *J. Colloid Interface Sci.* 547 (2019), 393-406.
- [38] M. Abubakr, T.A. Osman, H.A. Kishawy, F. Elharouni, H. Hegab, A.M. Esawi, Preparation, characterization, and analysis of multi-walled carbon nanotube-based nanofluid: an aggregate based interpretation, *RSC Adv.* 11 (2021), 25561-25574.
- [39] E.B. Elcioglu, S.S. Murshed, Ultrasonically tuned surface tension and nano-film formation of aqueous ZnO nanofluids, *Ultrason. Sonochem.* 72 (2021), 105424.
- [40] G. Kim, S. Baek, W. Choi, A. Lee, S. Lee, H. Jeong, Y. Sung, Stability, surface tension, and thermal conductivity of Al₂O₃/water nanofluids according to different types of alcohol and their proportion, *CASE STUD THERM ENG.* 28 (2021), 101385.
- [41] N.S. Mane, V. Hemadri, Experimental investigation of stability, properties and thermo-rheological behaviour of water-based hybrid CuO and Fe₃O₄ nanofluids, *Int. J. Thermophys.* 43 (2022), 1-22.
- [42] Z. Said, M.A. Sohail, R. Walvekar, C. Liu, Impact of sonication durations on thermophysical properties, contact angle and surface tension of f-MWCNTs nanofluid for heat transfer, *J. Mol. Liq.* 358 (2022), 119164.
- [۴۳] [۴۳] صناعی مقدم، مریم، هرمزی، فرامرزی، عابدی، الهام، تولید کود اوره گرانولی با لایه پوشش دهنده گوگرد-پتاس در بستر سیال مخروطی، بیست و چهارمین کنفرانس بین المللی پژوهش‌های نوین در علوم و فناوری، (۱۴۰۱).
- [44] M. Sanaie-Moghadam, F. Hormozi, M. Jahangiri, Use of experimental design to investigate the coating process of sodium bicarbonate in a conical fluidized bed, *Powder Technol.* 319 (2017), 210-220.
- [45] M. Sanaei-Moghadam, F. Vafaei, M. Jahangiri, F. Hormozi, M. A. Mahdi, M. Salavati-Niasari, Evaluation of the effect of maltodextrin and hydroxyethyl cellulose solution containing ZnO and Fe₂O₃ nanoparticles on the CO₂ release in sodium bicarbonate coating process, *Fuel.* 331 (2023), 125522.
- [46] M. Sanaei-Moghadam, M. Jahangiri, F. Hormozi, An Experimental Study on the Spray Characteristics of Pressure Nozzle in a Fluid Bed Granulation, *Particul. Sci. Technol.* 3 (2017), 37.
- [47] M. Azadi, F. Hormozi, M. Sanaei-Moghadam, Sh. Yegane Sarkandy, The role of adding nanoparticles and surfactant to the enzyme liquid binder in fluidized bed granulation process. *Powder Technol.* 435 (2024), 119436.

- [48] American Association of Cereal Chemists. 1983. Approved Methods (AACC), 8th ed.
- [49] M. Bhuiyan, R. Saidur, R. Mostafizur, I. Mahbubul, M. Amalina, Experimental investigation on surface tension of metal oxide–water nanofluids, *Int. Commun. Heat Mass Transf.* 65 (2015), 82-88.
- [50] A. Huminic, G. Huminic, C. Fleaca, F. Dumitrache, I. Morjan, Thermal conductivity, viscosity and surface tension of nanofluids based on FeC nanoparticles, *Powder technol.* 284 (2015), 78-84.
- [51] G. Huminic, A. Huminic, C. Fleaca, F. Dumitrache, I. Morjan, Thermo-physical properties of water based SiC nanofluids for heat transfer applications, *Int. Commun. Heat Mass Transf.* 84 (2017), 94-101.
- [52] S. Zhang, X. Han, Y. Tan, K. Liang, Effects of hydrophilicity/lipophilicity of nano-TiO₂ on surface tension of TiO₂-water nanofluids, *Chem. Phys. Lett.* 691 (2018), 135-140.
- [53] R.G. Chaudhuri, S. Paria, The wettability of PTFE and glass surfaces by nanofluids, *J. colloid Interface sci.* 434 (2014), 141-151.
- [54] M. Moosavi, E.K. Goharshadi, A. Youssefi, Fabrication, characterization, and measurement of some physicochemical properties of ZnO nanofluids, *Int. J. Heat Fluid Flow.* 31 (2010), 599-605.
- [55] D. Zhu, S. Wu, N. Wang, Surface tension and viscosity of aluminum oxide nanofluids, *AIP Conf. Proc.* (2010), 460-464.
- [56] S. Tanvir, L. Qiao, Surface tension of nanofluid-type fuels containing suspended nanomaterials, *Nanoscale Res. Let.* 7 (2012), 226.
- [57] Z. Z. Zheng, Experimental investigation on surface tension of water-based graphene oxide nanofluids, *AMR Trans Tech Publ*, 1082 (2014), 297-301.
- [58] K.G. Sundari, L.G. Asirvatham, T.M.N. Kumar, N. Ahammed, Measurement of thermophysical properties of Al₂O₃/glycerin (G13) nanofluid for automotive radiator cooling applications, *Res. J. Chem. Environ.* 21 (2017), 3.
- [59] M. Bhuiyan, R. Saidur, M. Amalina, R. Mostafizur, A. Islam, Effect of nanoparticles concentration and their sizes on surface tension of nanofluids, *Procedia Eng.* 105 (2015), 431-437.
- [60] J. Luo, W. Shi, G. Fang, L. Chen, L. Zhang, Dynamic viscosity and surface tension of propylene glycol containing TiO₂ nanoparticles, *Chem. Eng. Commun.* 210 (2023), 1257-1265.
- [61] S. Chakraborty, I. Sarkar, D.K. Behera, S.K. Pal, S. Chakraborty, Experimental investigation on the effect of dispersant addition on thermal and rheological characteristics of TiO₂ nanofluid, *Powder technol.* 307 (2017), 10-24.
- [62] K.G. Sundari, L.G. Asirvatham, T.M.N. Kumar, N. Ahammed, Measurement of thermophysical properties of Al₂O₃/glycerin (G13) nanofluid for automotive radiator cooling applications, *RJCE.* 21 (2017), 3-11.
- [63] V. Pont, K. Saleh, D. Steinmetz, M. Hemati, Influence of the physicochemical properties on the growth of solid particles by granulation in fluidized bed, *Powder Technol.* 120 (2001), 97-104.

- [64] M. Hemati, R. Cherif, K. Saleh, V. Pont, Fluidized bed coating and granulation: influence of process-related variables and physicochemical properties on the growth kinetics, Powder Technol. 130 (2003), 18-34.
- [65] E. Zhalehrajabi, K.K. Lau, K.Z. Ku Shaari, S.M. Zahraee, S.H. Seyedin, B. Azeem, A. Shaaban, Effect of biodegradable binder properties and operating conditions on growth of urea particles in a fluidized bed granulator, J. Mater. 12 (2019), 2320.
- [66] S. Pathi, R. Kumar, V.K. Surasani, Investigation on agglomeration kinetics of acetaminophen using fluidized bed wet granulation, Asia-Pac. J. Chem. Eng. 15 (2020), e2416.
- [67] B. Rambali, L. Baert, D. Massart, Using experimental design to optimize the process parameters in fluidized bed granulation on a semi-full scale, Int. J. pharm. 220 (2001), 149-160.
- [68] M. Azadi, F. Hormozi, M. Sanaei-Moghadam, Sh. Yegane Sarkandy, The effect of SiO₂ NPs and surfactant on the wetting properties of an enzyme-based nanofluid as a liquid binder in the enzyme granulation process, Powder Technol. 426 (2023), 118671.
- [69] G. Wang, L. Yang, R. Lan, T. Wang, and Y. Jin, Granulation by spray coating aqueous solution of ammonium sulfate to produce large spherical granules in a fluidized bed, Particuology. 11 (2013), 483–489.
- [70] T. Laokuldilok, N. Kanha, Effects of processing conditions on powder properties of black glutinous rice (*Oryza sativa* L.) bran anthocyanins produced by spray drying and freeze drying, LWT-Food Sci. Technol. 64 (2015), 405–411.
- [71] Sh. K. Dhoke, A.S. Khanna, Effect of nano-Fe₂O₃ particles on the corrosion behavior of alkyd based waterborne coatings, Corros. Sci. 51 (2009), 6–20.
- [72] B. Rong, Y. Lu, X. Liu, Q. Chen, K. Tang, H. Yang, X. Wu, F. Shen, Y. Chen, Y. Tang, Y. Chen, Fabrication and characteristics of nano LiFePO₄/C composites with high capacity and high rate using nano Fe₂O₃ as raw materials, Nano Energy. 6 (2014), 173–179.
- [73] T. Taniike, P. Chammingkwan, V. Quoc Thang, T. Funako, M. Terano, Validation of BET specific surface area for heterogeneous Ziegler-Natta catalysts based on α s-plot, Appl. Catal. A Gen. 437– 438 (2012), 24– 27.