

И. И. Гильмутдинов, И. М. Гильмутдинов,
И. В. Кузнецова, Р. И. Гиззатов, А. Н. Сабирзянов

ДИСПЕРГИРОВАНИЕ КОФЕИНА МЕТОДОМ БЫСТРОГО РАСШИРЕНИЯ СВЕРХКРИТИЧЕСКИХ РАСТВОРОВ (RESS)

Ключевые слова: сверхкритический флюид, кофеин, RESS, микрочастицы.

В данной статье представлены результаты диспергирования кофеина методом быстрого расширения сверхкритических растворов (Rapid Expansion of Supercritical Solutions (RESS)). В ходе эксперимента при разных давлениях, температурах и геометрии канала расширения выявлено, изменение морфологии, среднего размера и дисперсности частиц. Исследован средний размер частиц кофеина после диспергирования.

Keywords: supercritical fluid, caffeine, RESS, microparticles.

This article presents the results of the dispersion of caffeine by the rapid expansion of supercritical solutions (Rapid Expansion of Supercritical Solutions (RESS)). During the experiment, at different pressures, temperatures, and the geometry of the channel expansion revealed changes in the morphology, the average size and particle fineness. Investigated the average particle size after dispersion of caffeine.

Введение

Одним из наиболее доступных и перспективных методов микронизации органических веществ с применением сверхкритических флюидных (СКФ) технологий является метод быстрого расширения сверхкритических растворов (метод RESS). СКФ сочетая в себе свойства газов высокого давления (высокий коэффициент диффузии, низкая вязкость), позволяют отказаться от использования токсичных органических растворителей. Важным преимуществом RESS процесса является возможность управления средним размером, дисперсностью и морфологией получаемых частиц. В качестве диспергируемого вещества используется кофеин, который применяется при заболеваниях, сопровождающиеся угнетением центральной нервной системы, функций сердечно-сосудистой и дыхательной систем и др.

Экспериментальная часть

В процессе RESS первоначально исследуемое вещество растворяется в сверхкритическом растворителе. Затем сверхкритический раствор расширяется в атмосферные условия через канал микронных размеров. В результате больших перенасыщений образуется большое количество стабильных зародышей, способных к дальнейшему росту. При сбросе давления растворитель переходит в газообразное состояние, а растворенное вещество осаждается в виде мелкодисперсного аэрозоля на пластину [1].

Исследования в данной работе проводились на установке RESS 100, по аттестованной методике (ТУ 2294-048-020696339-2009) [2].

Микронные частицы проанализированы на оптическом микроскопе Levenhuk D670T, с увеличением 400 раз. Вещество после диспергирования попадает в виде монослоя на предметное стекло, изображение на котором через объектив микроскопа фокусируется на фотокамеру. Далее производится обработка графического

изображения, которое осуществляется с помощью программы Axio Vision фирмы Carl Zeiss.

Материалы

В настоящей работе в качестве осаждаемого вещества используется:

Кофеин - (также матеин, гуаранин) — алкалоид пуринового ряда, бесцветные горькие кристаллы. Является психостимулятором, содержится в кофе, чае и многих прохладительных напитках.

В качестве растворителя в процессе RESS используется диоксид углерода с чистотой 99% (ГОСТ 8050-85).

Результаты экспериментов

На первом этапе исследований в данной работе были получены фотографии частиц кофеина до диспергирования, а также произведен расчет среднего размера частиц. На рис. 1 представлена фотография частиц кофеина до диспергирования.

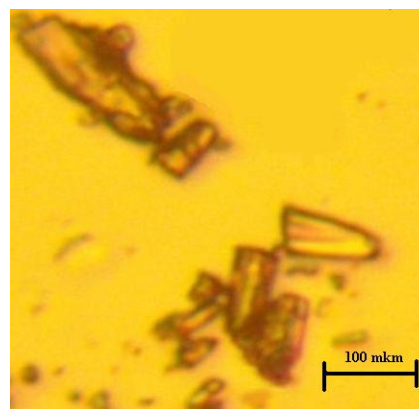


Рис. 1 - Фотография частиц кофеина до микронизации

Как видно из полученной фотографии, частицы кофеина имеют продолговатую форму со

средним размером частиц d_{cp} (вдоль)=98,942 мкм и d_{cp} (поперек)=43,153 мкм.

Результаты расчета средних размеров представлены в таблице 1.

Таблица 1 - Экспериментальные результаты

№	P, МПа	T, °C	L/D	d_{cp} (вдоль), мкм	d_{cp} (поперек), мкм
1	Исходное вещ-во			98,942	43,153
2	20	35	300/75	8,23	3,078
3	38	35	300/75	107,61	2,375
4	20	35	1000/200	54,17	3,084
5	38	35	1000/200	29,28	3,369

Диспергирование кофеина проводилось при давлениях P=20 МПа, P=38 МПа и температуре T=35°C с геометрией канала расширения L/D=300/75 и L/D=1000/200 (L-длина канала, D-диаметр канала).

В ходе анализа частиц кофеина после диспергирования выявлено изменение морфологии частиц. На рис.2 представлены результаты эксперимента под №4.

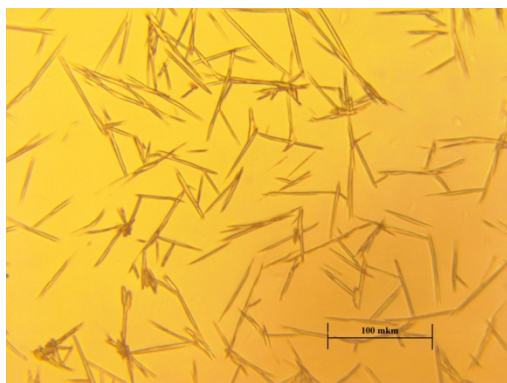


Рис. 2 - Фотография частиц кофеина после диспергирования методом RESS при P=20 МПа, T=35°C и L/D=1000/200

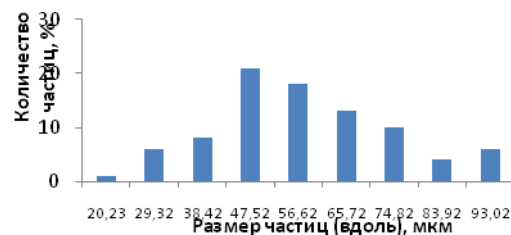
После процесса диспергирования кофеина методом RESS форма частиц изменилась на игольчатую. Это объясняется тем, что в ходе быстрого расширения происходят большие перенасыщения, что приводит к образованию частиц вытянутой формы.

На рис.3 (а,б) представлены гистограммы распределения частиц.

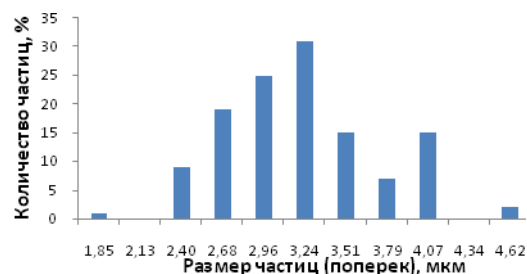
Как видно из рис.3, гистограмма частиц имеет широкое распределение по размерам частиц вдоль, а в случае размера частиц поперек имеет узкое распределение. Исходя из этого можно установить, что в процессе расширения частицы имеют тенденцию к удлинению.

На рис. 4 представлены результаты эксперимента №5.

В данном эксперименте наблюдаются аналогичные результаты. Изменилась морфология частица кофеина. Частицы стали иметь вытянутую форму.



(а)



(б)

Рис. 3 - Распределение частиц по размерам (а) - (вдоль), (б) – поперек

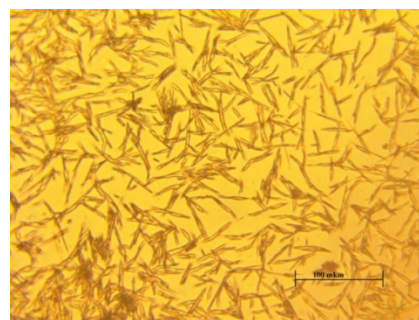
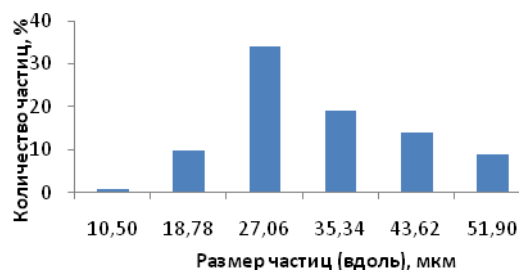
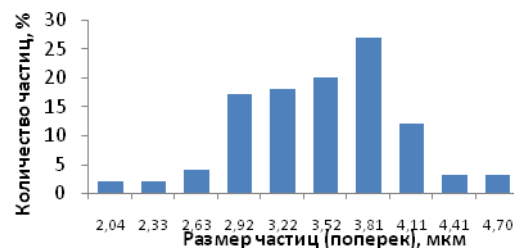


Рис. 4 - Фотография частиц кофеина после диспергирования методом RESS при P=38 МПа, T=35°C и L/D=1000/200

На рис.5 (а,б) представлены гистограммы распределения частиц.



(а)



(б)

Рис. 5 - Распределение частиц по размерам: (а) – вдоль, (б) - (поперек)

Из гистограмм эксперимента №5 наблюдается аналогичное явление, что и в эксперименте №4. В ходе быстрого расширения частицы образуются в широком распределение по размерам (вдоль).

Из результатов диспергирования видно, что значительно изменилась морфология частиц. Так же изменился средний размер частиц. В экспериментах №2, №4 и №5 продольный и поперечный средний размер частиц уменьшился. А в эксперименте №3 продольный размер частиц увеличился, но поперечный уменьшился. Это объясняется тем, что в эксперименте №3 из-за относительно высокого давления и меньшего диаметра канала расширения образуются частицы более растянутой формы.

Выводы

Проведена серия экспериментов по диспергированию кофеина быстрым расширением сверхкритических растворов (RESS). В ходе экспериментов выявлено изменение средних размеров и морфологии исследуемого вещества. После процесса RESS образовались частицы игольчатой формы.

Благодарность

Работа выполнено при финансовой поддержке грант оф РФФИ в рамках научного проекта №14-08-31319мол_а, соглашение №14-08-31319\14 от 14.02.2014.

Литература

1. Кузнецова И.В. Диспергирование ибупрофена методом быстрого расширения сверхкритического раствора / И.В. Кузнецова, Р.Р. Илалов, И.И. Гильмутдинов, И.М. Гильмутдинов, А.А. Мухамадиев, А.Н. Сабирзянов // Вестник технологического университета. – 2011. - т.14, №3.- С.38-44.
2. Кузнецова, И.В. Диспергирование фармацевтических препаратов, полимерных материалов с использованием сверхкритических флюидных сред / И.В. Кузнецова, И.М. Гильмутдинов, А.Н. Сабирзянов и др.// Вестник КГТУ.-2010.-№2.-С.321-328.
3. Qunsheng, Li. Solubility of solid solutes in supercritical carbon dioxide with and without cosolvents / Li Qunsheng, Zhang Zeting, ZhongChongli, Liu Yancheng, Zhou Qingrong // Departament of Chemical Engineering, Beijing University of Chemical Technology, P.O. Box 100, Beijing 100029, China.-accepted 14 January 2003

© И. И. Гильмутдинов – асс. каф. теоретических основ теплотехники КНИТУ, ilnur1988@inbox.ru; И. М. Гильмутдинов – канд. техн. наук, доц. той же кафедры КНИТУ, gilmutdinov@kstu.ru; И. В. Кузнецова – канд. техн. наук, доц. той же кафедры, Irina301086@rambler.ru; Р. И. Гиззатов – асп. той же кафедры; А. Н. Сабирзянов – д-р техн. наук, проф. той же кафедры, sabirz@kstu.ru.