

Введение Использование сверхкритических флюидов в качестве экологически чистых, эффективных растворителей является в настоящее время быстро развивающимся направлением в разработке принципиально новых технологий как в крупных промышленно развитых странах мира (США, Великобритании, Германии, Австрия, Франции, Японии), так и в развивающихся странах (Сингапуре, Южной Корее и др.). Изучением флюидной тематики только в США занято 3 специализированных научных центра, не считая отдельных исследовательских групп при университетах и крупных фирмах. Следует подчеркнуть, что практически все национальные лаборатории США имеют подразделения, прекрасно оснащенные современным сверхкритическим оборудованием, активно используемым в различных исследованиях [1]. Широкое развитие технологий с применением сверхкритических растворителей связано с использованием их уникальных свойств [2]: · сочетание свойств газов при высоких давлениях (низкая вязкость, высокий коэффициент диффузии) и жидкостей (высокая растворяющая способность); · растворяющая способность сверхкритических флюидов очень чувствительна к изменению давления или температуры; · быстрый массоперенос, осуществляемый благодаря низкой вязкости и высокому коэффициенту диффузии; · сочетание пренебрежимо малого межфазного натяжения с низкой вязкостью и высоким коэффициентом диффузии, позволяющее сверхкритическим флюидам проникать в пористые среды более легко, по сравнению с жидкостями; · простота разделения сверхкритических флюидов и растворённых в них веществ понижением давления. Уникальные свойства сверхкритических флюидов стали широко использовать только в 1980-х гг., когда общий уровень развития индустрии стран Запада позволил производить установки различных масштабов для проведения таких процессов. В настоящее время в России отсутствует сертифицированное производство оборудования лабораторного, пилотного и промышленного масштаба по сверхкритической переработке сырья. Приобретение аналогичного зарубежного оборудования сдерживается высокими ценами и ограничениями на распространение высокотехнологических разработок (табл.1).

Наименование производителя	Назначение оборудования
Thar Technologies, Inc. (США)	Лабораторное и аналитическое оборудование для работы с СК растворителями
Natex (Австрия)	Промышленное оборудование
Serparex (Франция)	Оборудование позволяет выполнять весь спектр исследовательских работ и промышленного производства
SITEC (Швейцария)	Пилотное оборудование для сверхкритической экстракции, микронизации, стерилизации.
Eden Labs, LLC. (США)	Лабораторное оборудование
Kobelco (Япония)	Промышленное оборудование
Chematheur (Швеция)	Промышленное оборудование
ИТТ (Индия)	Промышленное оборудование
Китай	Промышленное оборудование
Испания	Промышленное оборудование
Экспериментальная часть	

В данной работе, для реализации процесса нанодиспергирования полимеров и фармпрепаратов с использованием метода сверхкритического антирастворителя, была разработана экспериментальная установка (рис. 1 и 2). Данная установка позволяет проводить диспергирование полимеров и фармпрепаратов в среде сверхкритического CO₂ при давлениях до 45 МПа, в диапазоне температур до 473,15K, с максимальной скоростью прокачки диоксида углерода 50 г/мин, максимальная скорость прокачки раствора активного вещества 50 г/мин. Экспериментальная установка состоит из систем создания, регулирования и измерения давления, систем измерения и регулирования температуры, системы подачи смеси «органический растворитель-полимер», сосуда образования частиц, ячейки улавливания частиц. Рис. 1 - Схема экспериментальной установки, реализующий метод сверхкритического флюидного антирастворителя. Методика проведения экспериментов заключается в следующем. По первой линии через фильтр осушитель подается диоксид углерода (CO₂), который поступает в холодильник и охлаждается до 268,15K, что обеспечивает переход CO₂ в жидкую фазу. Далее CO₂ сжимается плунжерным насосом фирмы Thar, который способен создавать давление до 60МПа, и поддерживать расход до 50 г/мин. Сжатый CO₂ подается в теплообменник, представляющий собой медный блок с намотанным электрическим нагревательным кабелем марки КМНСНХН. Температура в теплообменнике регулируется автоматически с помощью измерителя-регулятора ТРМ 202 и способен поддерживать температуру до 473,15K. Нагретый и сжатый до рабочих параметров CO₂ поступает в сосуд образования частиц. Для равномерного распределения температуры сосуд находится внутри медной «рубашки» с намотанным в него электрическим нагревательным кабелем и автоматически регулируется с помощью измерителя-регулятора ТРМ 202. Давление внутри сосуда измеряется образцовым манометром модели 1226 и датчиком давления «Корунд». По другой линии плунжерным насосом через теплообменник подается раствор активного вещества (полимер растворенный в органическом растворителе). Впрыскивание раствора активного вещества и подача сверхкритического CO₂ происходит одновременно через коаксиальное сопло [3]. При этом раствор полимера подается по внутреннему отверстию, а CO₂ по внешнему кольцевому отверстию. Рис. 2 - Общий вид экспериментальной установки. Далее раствор активного вещества попадает в сверхкритическую среду. Сверхкритический CO₂ растворять в себе органический растворитель, тем самым снижает растворяющую способность органического растворителя и приводит к выпадению в осадок полимера в форме наночастиц. Для сбора диспергированных частиц используется ячейка улавливания. Для подтверждения достоверности установки было проведено диспергирование полистирола, для которого в литературе имеются данные[4,5]. В качестве антирастворителя использован диоксид углерода с чистотой 99%, а роль

органического растворителя выполняет толуол. Результаты проведенных экспериментов представлены на рисунке 3. Рис. 3 - Зависимость среднего размера частиц от давления по результатам, представленных в [4], и, полученных в настоящей работе: при $T=313\text{K}$, диаметре сопла 70 мкм и 2% концентрации полистирола в толуоле. Как видно из результатов (рис. 3) расхождения лежат в пределах суммарной ошибки измерений размера частиц.

Выводы 1. Разработана установка для нанодиспергирования полимеров и фармпрепаратов по методу SAS при температурах до 473,15K и давлениях до 45 МПа. 2. Проведены тарировочные эксперименты по диспергированию полистирола. Погрешность измерения не превышает 3%. 3. Дальнейшее развитие этой работы предполагают нанодиспергирование фармпрепаратов.