

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 высоко 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 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

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

Диспергирование кофеина проводилось при давлениях

$P=20$ МПа, $P=38$ МПа и температуре $T=350^{\circ}\text{C}$ 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, $T=35^{\circ}\text{C}$ 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, $T=35^{\circ}\text{C}$ 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.