

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ГИДРОКСИПРОПИЛМЕТИЛЦЕЛЛЮЛОЗЫ

М.А.Халикова
Д.А. Фадеева
Е.Т.Жилякова
О.О.Новиков
О.А.Кузьмичева
М.Г.Ковалева

*Белгородский государственный
университет*

e-mail: khalikova@bsu.edu.ru

В работе представлены результаты определения технологических показателей гидроксипропилметилцеллюлозы (ГПМЦ). Изучена форма и размер частиц, распределение частиц по размерам, сыпучесть, угол естественного откоса и насыпная плотность порошка.

Ключевые слова: гидроксипропилметилцеллюлоза, технологические характеристики, форма и размер частиц, сыпучесть, насыпная плотность.

Для оценки технологичности порошкообразных веществ, а также для прогнозирования поведения сыпучих масс в условиях промышленного производства определяют их технологические свойства [1].

К технологическим свойствам сыпучих материалов относят форму и размер частиц, гранулометрический состав, сыпучесть, угол естественного откоса и максимальную насыпную плотность.

Указанные технологические свойства оказывают влияние на организацию бесперебойного технологического процесса и качество конечного продукта, в связи с чем их значения необходимо поддерживать на оптимальном уровне и учитывать при проведении технологических операций.

Определение формы и размера частиц ГПМЦ. С целью изучения пространственного очертания, формы и размера частиц ГПМЦ нами изучены их микроскопические характеристики на растровом электронно-ионном сканирующем микроскопе Quanta 200 3D с электроннолучевой колонной, оснащенной вольфрамовым катодом, ускоряющее напряжение от 200 эВ до 30 кВ, разрешение (при оптимальном WD) 3,5 нм при 35 кВ; 3,5 нм при 30 кВ в режиме естественной среды; < 15 нм при 1 кВ в режиме низкого вакуума.

При съемке в режиме низкого вакуума, ускоряющего напряжения 20,00 кВ, увеличения 500, площади поля зрения – 0,541 мм получено изображение топографии частиц субстанции ГПМЦ, представленное на рис. 1.

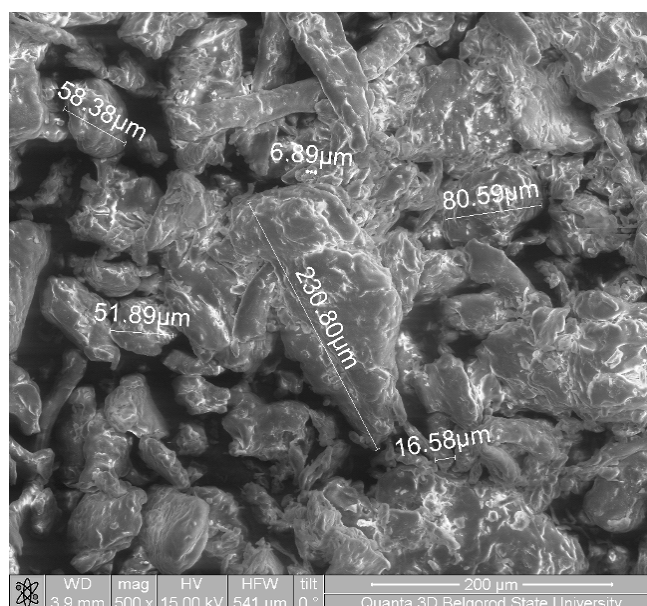


Рис. 1. Растровый электронно-микроскопический снимок исходного образца ГПМЦ

Из данных рис. 1 видно, что субстанция ГПМЦ морфологически представляет собой аморфные частицы неоднородной формы с неровной поверхностью, многочисленными микротрещинами, средний размер частиц составляет 65 мкм.

Определение гранулометрического состава исходных образцов полимеров. Для определения гранулометрического (фракционного) состава порошков исследуемых полимеров использовали лазерный анализатор размеров частиц «Analysette 22 NanoТес». По сравнению с «классическими» методами измерения – рассевом, седиментацией либо анализом по изображению – лазерная дифракция обладает рядом важных преимуществ, таких как краткое время анализа, хорошая воспроизводимость и точность, простая калибровка, большой диапазон измерений и высокая универсальность.

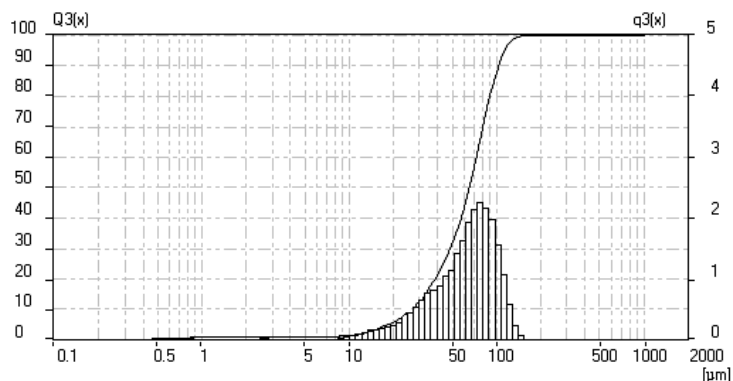


Рис. 2. Распределение по размерам микрочастиц ГПМЦ

На рис. 2 представлены: интегральная кривая в координатах $Q_3(x)=f(m)$ (левая шкала), показывающая, сколько процентов порошка ГПМЦ имеет размер частиц меньше либо равный данному, и гистограмма в координатах $q_3(x)=f(m)$ (правая шкала), показывающая количество образца с данным размером частиц.

Установлено, что средний размер частиц ГПМЦ составляет 65,11 мкм, арифметическое значение – 65,113 мкм, удельная площадь поверхности – 2006,74 см²/см³.

Информация дифракционных картин может использоваться не только для определения размера частиц полимера, но и для анализа их формы.

Форма частиц большинства полимеров не является сферической. Частицы несферической формы рассеивают излучение в их предпочтительных пространственных направлениях. Если в лазерный пучок попадает не слишком большое количество частиц, на основе получаемой информации может выполняться анализ их формы.

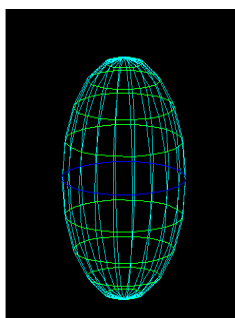


Рис. 3. Параметры формы микрочастиц порошка ГПМЦ

Установлено, что коэффициент элонгации частиц ГПМЦ размером 65,505 мкм составляет 1,34.

Также нами установлено, что для исследуемых полимеров характерно преобладание фракции частиц с размером от 74 до 81 мкм, что составляет 8,83% от общего объема пробы ГПМЦ.

Определение угла естественного откоса исходных образцов полимеров. Для определения угла естественного откоса использовали прибор ВП-12А с установленным угломером.

Угол естественного откоса – угол между образующей конуса из сыпучего материала и горизонтальной плоскостью. Угол естественного откоса изменяется в широких пределах – от 25 до 30° для хорошо сыпучих материалов, от 60 до 70° для

связных материалов. Таким образом, угол естественного откоса является показателем, определяющим потенциальную сыпучесть материала.

Для определения угла естественного откоса предварительно взвешенный на весах Sartorius LA220S исследуемый полимер в количестве 10,0 г с точностью до 0,001 г помещали в воронку с закрытой заслонкой. Затем включали для утряски порошка тумблер и по истечении 20 секунд открывали заслонку, при этом порошок высыпался на горизонтальную поверхность, образуя горку свободной насыпью. Подводя угломер к образованному порошком конусу, определяли угол естественного откоса по шкале. По шести повторным опытам рассчитывали среднее значение угла естественного откоса.

В соответствии с полученными результатами среднее значение угла естественного откоса для порошка ГПМЦ составляет 50°, а значит, данный полимер обладает недостаточной потенциальной сыпучестью.

Определение сыпучести исходных образцов полимеров. Сыпучестью или текучестью порошков называют способность испытуемого материала под силой собственной тяжести обеспечивать равномерное заполнение материального канала.

Наиболее точные результаты, с хорошей воспроизводимостью получают при определении сыпучести на стандартизованных приборах. В данной работе использовали стандартный прибор ВП12А, снабженный генератором вибраций.

Образцы исследуемых полимеров взвешивали на весах Sartorius LA220S в количестве 30,0 г с точностью до 0,001 г и осторожно, без уплотнения, засыпали в воронку, предварительно сняв крышку. Включали устройство тумблером при закрытой заслонке и одновременно включали электромагнит и секундомер. Электромагнит притягивает якорь, сжимая амортизатор. С частотой 50 Гц вибрация от якоря передается воронке, которая связана с якорем при помощи тяги и шарнира. После 20 секунд утряски, необходимой для получения стабильных показателей, открывали заслонку и отсчитывали секундомером с точностью до 0,2 секунд время истечения материала из воронки в приемный стакан. По окончании истечения порошка прибор выключали.

Сыпучесть исследуемых образцов полимеров рассчитывали по формуле 1:

$$V = \frac{m}{t-20}, \quad (1)$$

где V – сыпучесть, г/с; m – масса навески, г; t – полное время опыта, с; 20 – время утряски, с.

Из полученных результатов следует, что исследуемые образцы ГПМЦ обладают неудовлетворительным значением сыпучести (1,0 г/с). Таким образом, использование исследуемых образцов полимеров в производственных условиях может вызывать затруднения в обеспечении оптимального технологического процесса.

Определение максимальной насыпной плотности исходных образцов полимеров. Насыпная плотность — масса единицы объема свободно насыпанного порошка, определяемая путем свободной насыпи порошка в определенный объем со стандартным уплотнением.

Насыпная плотность зависит от формы, размера, плотности частиц порошка (гранул), их влажности. По значению максимальной насыпной плотности можно прогнозировать объемы матричных каналов, реакторов, питателей и прочих производственных емкостей, вовлеченных в технологический процесс.

Максимальную насыпную плотность исследуемых полимеров измеряли на приборе для определения насыпного объема модели 545Р-АК-3 Ждановского завода технологического оборудования медицинской промышленности (ЖЗТО).

На электронных весах Sartorius LA220S взвешивали 5,0 г исследуемого полимера с точностью до 0,001 г и засыпали его в измерительный цилиндр. Устанавливали амплитуду колебаний посредством регулировочного винта и после отметки по шкале прибора фиксировали положение контргайкой. Устанавливали амплитуду 35–40 мм. Частоту колебаний устанавливали при помощи автотрансформатора в пределах 150–200 кол/мин по счетчику. Далее включали прибор тумблером и следили за отметкой уровня порошка полимера в цилиндре.

Когда уровень порошка становился постоянным (через 5–10 мин), прибор выключали.

Максимальную насыпную плотность рассчитывали по формуле:

$$\rho_n^{max} = \frac{m}{V} = \frac{5 \times 10^3}{V}, \quad (2)$$

где ρ_n – объемная плотность кг/м³; V – объем порошка в измерительном цилиндре после утряски, м³; m – масса сыпучего материала, кг.

С целью получения статистически верных результатов проводили 6 повторных измерений и рассчитывали среднее значение максимальной насыпной плотности по формуле 2, которое для исследуемого образца ГПМЦ составило 625 кг/м³, что соответствует легким порошкам.

Таким образом, для обеспечения рентабельного технологического процесса, необходимо оптимизировать исследованные технологические показатели порошка ГПМЦ.

Работа выполнена совместно с Научно-образовательным и инновационным центром «Наноструктурные материалы и нанотехнологии».

Работа выполнена в рамках федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 годы, государственный контракт № П217 от 23 апреля 2010г.

Литература

1. Swarbrick, J. Encyclopedia of pharmaceutical technology [Text]. Third edition. Vol.1. / J. Swarbrick. – Pinehurst. : PharmaceuTech, Inc. : Informa Healthcare USA, Inc., 2007. – 4128 p.

DETERMINATION OF TECHNOLOGICAL PARAMETERS OF HYDROXYPROPYLMETHYLCELLULOSE

M.A. Khalikova
D.A. Fadeeva
E.T. Zhilyakova
O.O. Novikov
O.A. Kuzmicheva
M.G. Kovaleva

Belgorod State University

e-mail: khalikova@bsu.edu.ru

The article presents the results of the determination of technological parameters hydroxypropylmethylcellulose. Studied the shape and size of particles, particle size distribution, flowability, angle of repose and bulk density of powder.

Key words: hydroxypropylmethylcellulose, technological characteristics, the shape and size of particles, flowability, bulk density.