

МОДЕЛИРОВАНИЕ РАБОЧИХ ПАРАМЕТРОВ УСТАНОВКИ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ КОАЦЕРВАТНЫХ МИКРОКАПСУЛ

Александр ГУРАНДА, Кристина ГРАЖДЯН, Алексей БАЕРЛЕ, Ольга ДИМОВА

Технический Университет Молдовы

Abstract: The laboratory installation for the preparation of microcapsules, in order to determine the optimum operating parameters setting without undue consumption of expensive reagents on the test experiments was investigated. Processes of introducing the reagent into the reactor, heating and cooling of reactor and the effect of stirring speed on the stability of oil/water emulsions were studied. Manipulation conditions corresponding with equilibrium state of installation were determined. The data, obtained for the installation, offer more efficient use in the preparation of microcapsules by means of simple or complex coacervation.

Ключевые слова: микрокапсулирование, пилотная установка, моделирование, кинетика, стационарный режим, устойчивость эмульсии.

Микрокапсулирование – заключение небольшого количества вещества в оболочку из пленкообразующего материала. Содержимое микрокапсул может иметь различное состояние: твердое, жидкое, газообразное. Капсулированное вещество может быть как индивидуальным веществом, так и смесью различных веществ. В качестве материалов для оболочки капсул используют высокомолекулярные соединения: желатин, альбумин, декстраны, производные целлюлозы, природные смолы, синтетические полимеры [1]. Микрокапсулы позволяют длительно сохранять неустойчивые или быстро портящиеся вещества, придавать жидким веществам сыпучесть, осуществлять регулируемые введения реагентов в химические реакции. Решение проблемы получения устойчивых, дешёвых и безопасных микрокапсул является приоритетной задачей для многих лабораторий мира. Одним из методов получения микрокапсул является простая или сложная коацервация [2]. Коацервация – выделение из раствора "капель" (а точнее, сгустков), обогащенных растворенным веществом. Получаемые нами пищевые микрокапсулы состоят из масла, обогащенного β -каротином в качестве капсулируемого вещества и желатина в качестве пленкообразующего материала [3]. Капсулируемое масло с β -каротином диспергируется в растворе желатина. Пленкообразование в этом случае происходит из раствора пленкообразующего вещества.

Нами была предложена установка для получения микрокапсул, схематично представленная на Рисунке 1. Она состоит из реактора (1), подающих градуированных емкостей с нижними отводами (2), нагревателя (3), кранов (4), трубок (5), многоканальной пробки (6) и магнитной мешалки (7). В подающие сосуды заливаются необходимые реагенты, с помощью кранов моделируется скорость подачи реагентов в реактор, с помощью шкал регулируются объемы подаваемых жидкостей. Установка позволяет производить последовательный либо одновременный независимый ввод реактивов, осуществлять перемешивание с регулируемой скоростью, а также удобно и быстро отбирать пробы или производить разделение фаз, гибко моделировать рабочие параметры в лабораторных условиях.

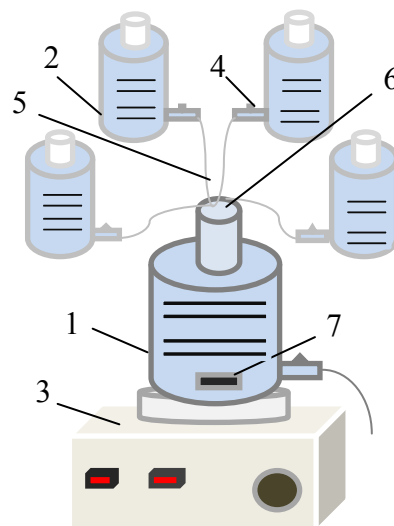


Рис. 1. Схема установки для синтеза микрокапсул.

Время выхода установки на стационарный температурный режим определяли следующим образом. Заливали в реактор 1000 мл воды. Установили интенсивность перемешивания 50 % и включили нагрев. Измеряли температуру воды в реакторе. Попутно определяли время гомогенизации подаваемого в реактор раствора с помощью красителя Ронсеау. Оно составило 2.0 ± 0.5 секунд. Строили температурную кинетику (Рисунок 2). Первые 15 минут нагревание происходило медленно из-за разогрева нагревателя. Далее 60 минут температура линейно росла, после чего скорость нагревания снижалась. Установка выходила на стационарный температурный режим при $t = 70^\circ\text{C}$, через 90 минут после включения.

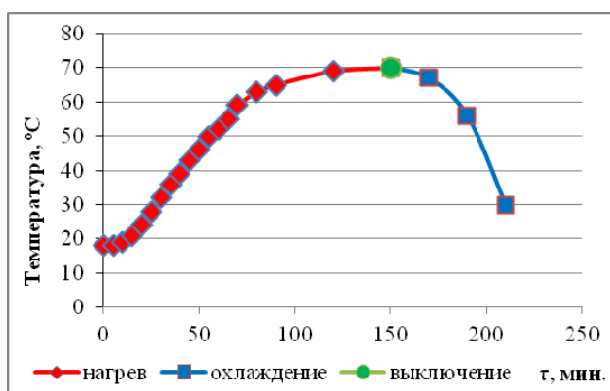


Рис. 2. Кинетика нагревания / охлаждения.

падала. Определяли скорость расслоения фаз эмульсии при различной интенсивности перемешивания. Для этого заливали в реактор 900 мл воды, доводили до стационарного температурного режима ($t = 70^\circ\text{C}$) при интенсивности перемешивания 50 %. Готовили 100мл 5%-ного раствора желатина, который вносили в реактор. Следовало введение 90 мл. подсолнечного масла "Florig" и 10мл концентрата β -каротина (маркера масляной фазы). Каждые 5 минут отбирали по 10мл проб эмульсий из сливного отверстия реактора. Измеряли время расслоения фаз (Рисунок 3). При 50%-ной интенсивности мешалки скорость расслоения фаз изменялась незначительно, что говорило об уже достигнутом стационарном режиме разделения фаз, и позволило рассчитать доверительный интервал: $\tau_{\text{рассл.}} = 83 \pm 11\text{с.}$ для уровня значимости $P = 90\%$. При 75%-ной интенсивности перемешивания время расслоения фаз значительно увеличилось ($\tau_{\text{рассл.}} = 269 \pm 18\text{с.}$), причём в этих условиях стационарный режим был достигнут только при 15-ти минутах эмульгирования.

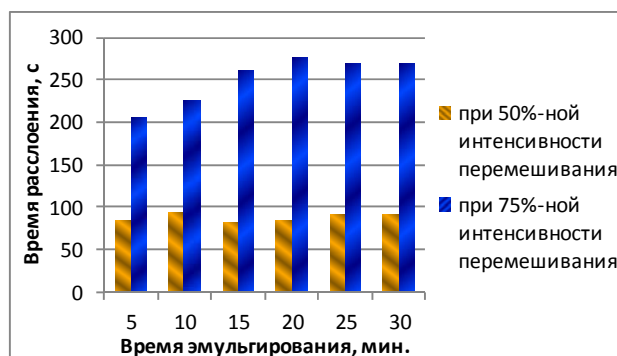


Рис. 3. Время расслоения эмульсии.

Выводы

- Скорость гомогенизации растворов реактивов, вводимых в реактор не превышает $2.0 \pm 0.5\text{с.}$;
- Рабочий стационарный температурный режим достигается примерно за 90 минут при нагревании 1 литра реакционной смеси непосредственно в реакторе. Чтобы сократить это время, можно вносить уже подогретые рабочие растворы в реактор с заранее разогретым 10-15 минут нагревателем;
- Время расслоения существенно зависит от интенсивности перемешивания, и равно $83 \pm 11\text{с.}$ при 50%-ной интенсивности мешалки. При 75% равновесие достигается за 15 минут, $\tau_{\text{рассл.}} = 269 \pm 18\text{с.}$
- Полученные данные позволят эффективнее использовать пилотную установку в процессе моделирования и оптимизации технологии получения коацерватных жидкофазных микрокапсул.

Библиография:

1. Takeko Eriko. *Method for production of microcapsules*. European Patent EP 2090308 A1. Publ. 19.08.2009
2. Lumson S. et.al. *Encapsulation of oils by coacervation*. World Patent WO 2005/105290 A1. Publ. 10.11.2005
3. Baerle A., Tatarov P., Dimova O., Cojohari C. *Procedeu de microincapsulare...* – Brevet de invenție de scurtă durată, MD. Numărul depozit: S2012 0073. Hotărâre de acordare No. 7308 din 11.09.2012.