



УДК 54.03:661.12.01/.09

ПОЛУЧЕНИЕ ЛАБОРАТОРНОГО ОБРАЗЦА СУБМИКРО-И/ИЛИ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОЙ ГЛИНЫ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ПОДТВЕРЖДЕНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ ЕГО СТРУКТУРЫ

**Е.Т. ЖИЛЯКОВА
А.В. БОНДАРЕВ**

*Белгородский
государственный
национальный
исследовательский
университет*

e-mail: alexbond936@yandex.ru

В статье рассмотрены результаты исследований глины до и после измельчения. Проведен выбор технологического оборудования для оптимизации процесса механохимической обработки. В работе использовались паровая вибрационная мельница МЛ-1 с измельчающими элементами и растровый электронно-ионный микроскоп Quanta 200 3D с увеличением до 10000X. Изучены физико-химические и технологические свойства субмикро- и/или наноструктурированной глины. Образец неизмельченной глины представляет собой элементы округлой формы с ровными краями, в процессе механической активации наблюдается образование пластинчатых элементов и их слипание.

Ключевые слова: глина, субмикроструктурирование, механоактивация.

Введение. На сегодняшний день доля отечественных субстанций, используемых в производстве лекарственных средств составляет всего 2% [1]. Необходима разработка отечественных субстанций, совершенствование методики их получения. Перспективным направлением является применение глины как субстанции с сорбционными свойствами, а также повышение ее полифункциональных свойств путем механической активации.

Развитие современных технологий, использующих процессы диспергирования, сделало весьма актуальной проблему оптимизации технологических свойств материалов, подвергнутых интенсивным механическим воздействиям. Работы в этом направлении стимулируются необходимостью получения активированных веществ с заданными свойствами. Закономерности измельчения твердых тел на основе положений физико-химической механики и сорбционной механохимии, химическое взаимодействие активированных пластинчатым деформированием поверхностных слоев частиц были рассмотрены в трудах ряда авторов [2-5].

В настоящее время глины широко используются в фармацевтической и пищевой промышленности. Введение в технологический процесс стадии механоактивации изменит реакционную активность глины. Особенности применения механохимических подходов в фармацевтической промышленности были рассмотрены российскими учеными [6-7].

Механоактивация – высокоэнергетический процесс измельчения и наноструктурирования исходных промышленных порошков в планетарных шаровых измельчителях, где обеспечивается ударное нагружение со сдвигом. Механоактивация позволяет уменьшить размеры частиц порошка в среднем от 60 до 0,250 мкм с наличием значительной доли частиц с размерами до 50 нм.

Активации кристаллических минералов в процессе механоактивации экспериментально подтвердила, что их сорбционная активность увеличивается не только под влиянием прироста свободной поверхности в результате измельчения, но также и из-за измененного состояния вещества, в зоне остаточного напряжения, происходящего в следствие механического воздействия [8].

Цель исследования. Получение лабораторного образца субмикро- и/или наноструктурированной глины и экспериментальное подтверждение изменения его структуры. Для получения субмикроструктурированного образца глины были поставлены задачи: определить форму и размер частиц образца глины до и после супрамик-



роструктурирования, выбрать режим измельчения, определить показатели изменения характеристик.

Материал и методы исследования. Для исследований был взят образец глины ТУ9158-003059830731-05. В работе использовались: электронные весы ВР 3100S фирмы Сартогосм, шаровая вибрационная мельница МЛ-1 с измельчающими элементами, растровый электронно-ионный микроскоп Quanta 200 3D с увеличением до 10000X. Расчет среднего размера частиц, распределение частиц по размерам и построение гистограмм осуществлялось в программе Microsoft Office Excel 2007.

Результаты исследования. Исследуемые образцы глины были высушены до постоянной массы. Подвергнуты измельчению в режимах: 5, 15, 30, 45 и 60 минут.

Электронная микроскопия образцов глины, проведенная на базе Центра коллективного пользования научным оборудованием «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» Белгородского государственного университета, показала изменение структуры и формы образцов глины. Для объективного анализа распределения по размерам частиц образцов были отобраны фотографии, сделанные при таком увеличении микроскопа, которое позволяло по масштабной линейке без затруднений определить минимальный и максимальный размеры исследуемого образца. В табл. 1 представлен выбор увеличения микроскопа при изучении исследуемого образца глины.

Таблица 1

Использованные варианты увеличения электронного микроскопа

Время измельчения, мин.	Неизмельченный образец	5	15	30	45	60
Кратность увеличения	1000X	2000X	2000X	5000X	5000X	5000X

На рис. 1-6 представлены электронные микрофотографии исследуемых образцов.

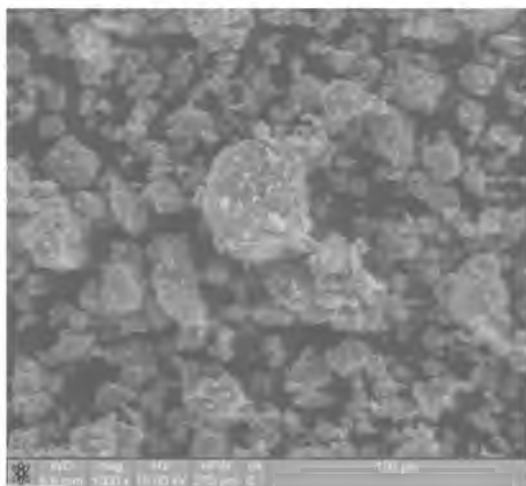


Рис. 1. Микрофотография исходного образца глины

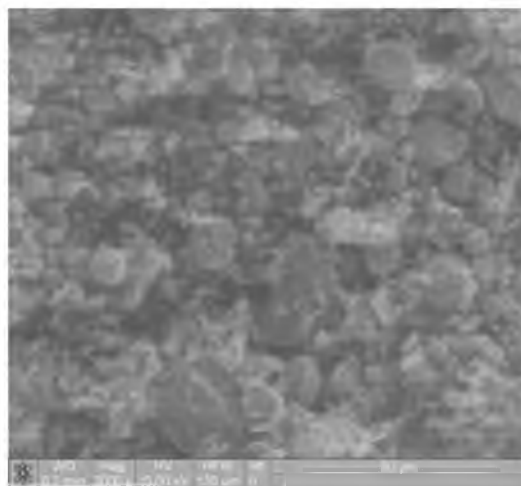


Рис. 2. Микрофотография образца глины после 5 минут измельчения

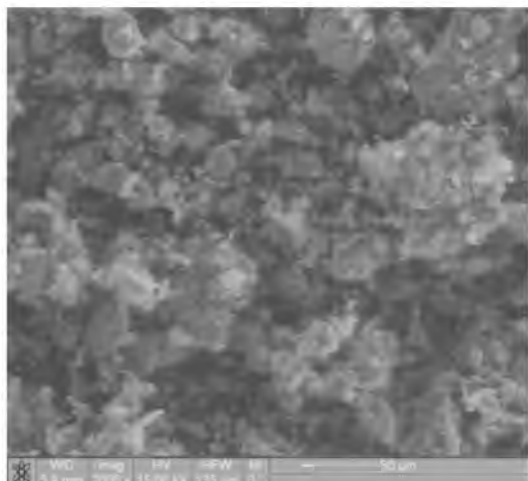


Рис. 3. Микрофотография образца глины после 15 минут измельчения

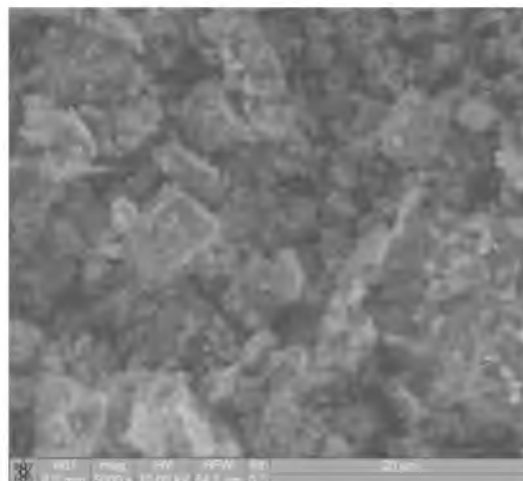


Рис. 4. Микрофотография образца глины после 30 минут измельчения

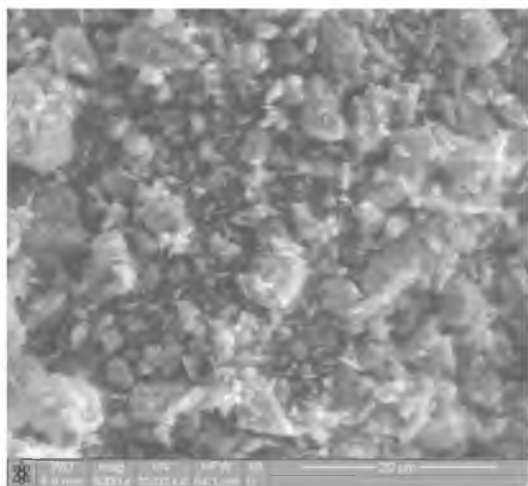


Рис. 5. Микрофотография образца глины после 45 минут измельчения

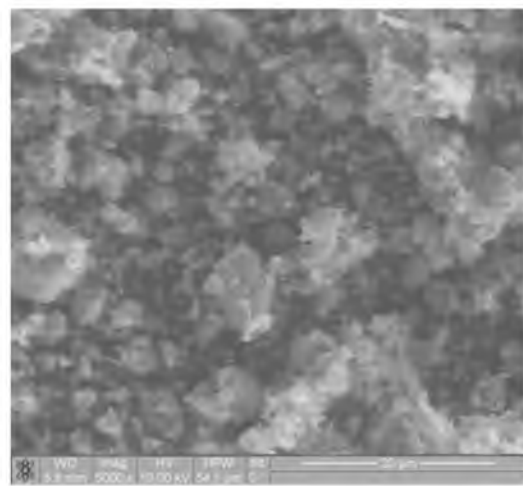


Рис. 6. Микрофотография образца глины после 60 минут измельчения

Неизмельченный образец представляет собой округлые элементы с ровными краями. В процессе измельчения наблюдается уменьшение размеров частиц и образование пластинчатых элементов размером 2-5 мкм.

Для неизмельченного образца глины характерно наличие частиц со средним размером 10-20 мкм, количество этой фракции составляет около 51%, количество фракции с размером частиц 20-30 мкм составляет около 24%. Крупные фракции с размером частиц 30-50 мкм и более 50 мкм составляют 6,5 и 1,5% соответственно.

Через 5 минут происходит диспергирование образца глины: количество частиц со средним размером 5-10 мкм увеличивается и составляет 48%, количество частиц с размером 10-20 мкм и 20-30 мкм уменьшается и составляет 32 и 15% соответственно.

Через 15 минут фракционная картина резко меняется: происходит слипание пластинчатых элементов, появление элементов с неровной поверхностью размером 10-20 мкм, увеличение количества этой фракции с 32% до 60%.

Через 30 минут появляются частицы размером 2-5 мкм, исчезают частицы размером 30-50 мкм. Количество частиц размером 5-10 мкм и 10-20 мкм составляет 49 и 31% соответственно.

Через 45 минут увеличивается содержание мелкой фракции 2-5 мкм с 28 до 63%, уменьшается количество фракции размером 5-10 мкм с 49 до 31%, исчезают фракции размером более 20 мкм.



Через 60 минут фракционная картина по сравнению с предыдущей меняется мало.

Расчет среднего размера частиц, распределение частиц по размерам представлены на рис. 7.

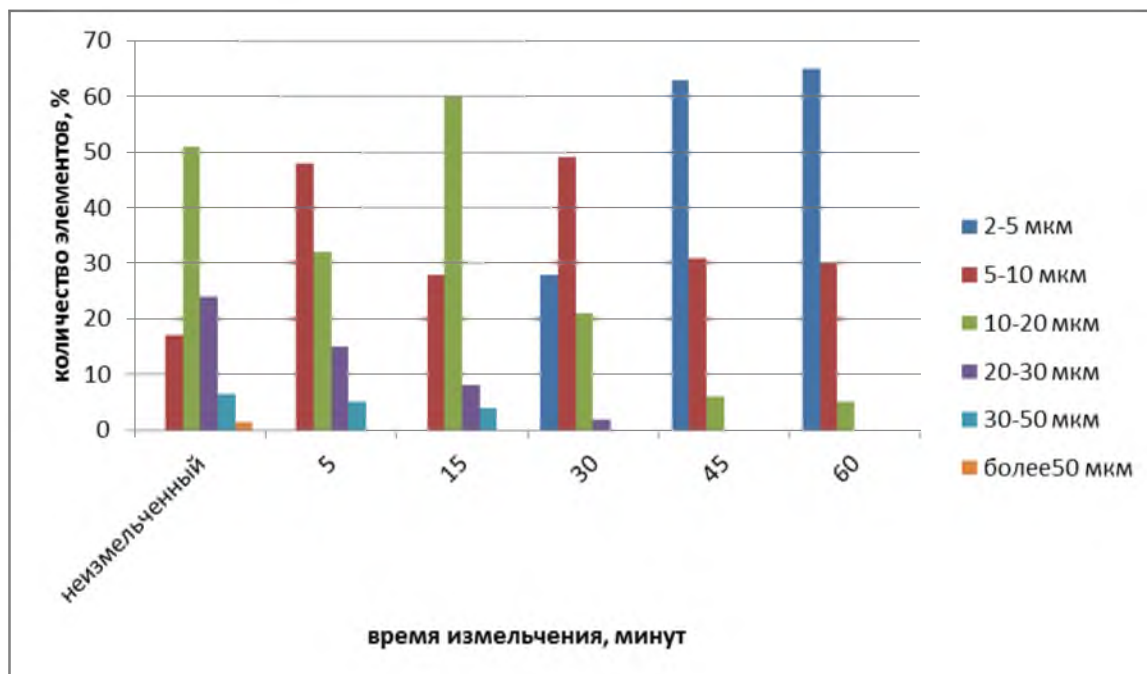


Рис. 7. Распределение по размерам микрочастиц глины в зависимости от степени измельчения

Для анализа изменения размеров частиц глины данные гистограммы сведены в табл. 2.

Таблица 2

Динамика изменения размеров частиц исследуемого образца глины

Время измельчения исследуемого образца глины, мин.	Размер частиц, мкм/% содержания фракции					
	2-5	5-10	10-20	20-30	30-50	более 50
Неизмельченный образец	-	17	51	24	6,5	1,5
5	-	48	32	15	5	-
15	-	28	60	8	4	-
30	28	49	21	2	-	-
45	63	31	6	-	-	-
60	65	30	5	-	-	-

Заключение. Проведена растровая электронная микроскопия полученных образцов глины. Доказано изменение структуры глины. Исследуемый образец неизмельченной глины состоит из элементов округлой формы, при увеличении в 10000X заметно, что элементы состоят из соединенных между собой пластин размером 2-10 мкм.

В результате исследования установлено, что размеры частиц глины уменьшаются с 50 мкм для режима 5 минут измельчения до 2-5 мкм для режима 60 минут измельчения. После 15 минут измельчения наблюдается слипание элементов. После 30 минут измельчения образуются пластинчатые элементы и наблюдается увеличение количества частиц с рваными краями, с небольшими дефектами на поверхности.

Далее планируется исследование физико-химических и фармакологических свойств изучаемых образцов глины. Полученные результаты можно использовать в фармацевтической технологии при разработке составов и технологий новых субстанций.



Работа выполнена в рамках Задания Министерства образования и науки РФ НИУ «БелГУ» №3.2473.2011 по теме «Технологические аспекты разработки новых составов инновационных лекарственных форм на основе субмикро/наноструктурированных субстанций»

Литература

1. Кожевникова, А. Фармкластеры – вместе в будущее / А. Кожевникова. – Новости GMP. – 2011. – № 1(2). – С.10-11. – [Электронный ресурс]. Режим доступа: <http://www.readoz.com/publication/read?i=1040425#page4>
2. Аввакумов, Е.Г. Механические методы активации химических процессов / Е.Г. Аввакумов. – Новосибирск : Наука, Сиб. отд-е, 1986. – 297 с.
3. Ребиндер, П.А. Физико-химическая механика дисперсионных структур / П.А. Ребиндер. – М. : Пищевая промышленность, 1966 – 371 с.
4. Ходаков, Г.С. Физика измельчения / Г.С. Ходаков. – М. : Наука, 1972. – 240 с.
5. Хинт, И.А. Об основных проблемах механической активации / И.А. Хинт // Материалы 5-го симпозиума по механоэмиссии и механохимии твёрдых тел. – Таллин, 1975. – Т. 1. – С. 10-14. – [Электронный ресурс]. Режим доступа: <http://www.tpribor.ru/hint4.html>
6. Ломовский? О.И. Механохимия в решении экологических задач: аналит. обзор / О.И. Ломовский, В.В. Болдырев ; Гос. публ. науч.-техн. б-ка Сиб. отд-я Рос. акад. наук; ИХТТМ СО РАН; НГУ. – Сер. Экология. – Новосибирск, 2005. – Вып. 79. – 221 с.
7. Ломовский, О.И. Прикладная механохимия: применение в пищевой промышленности и сельском хозяйстве / О.И. Ломовский // Обработка дисперсных материалов и сред. : междунар. период. сб. научн. тр. – 2002. – Вып. 12. – С. 133-149.
8. Струнникова, Н.А. Механоактивация природных алюмосиликатов как способ повышения их сорбционной активности / Н.А. Струнникова, М.Д. Джаманбаев, С.Т. Сагиева. – [Электронный ресурс]. Режим доступа: <http://arch.kyrlibnet.kg/uploads/STRUNNIKOVA.pdf>

GETTING A LABORATORY SAMPLE OF SUBMICRO- AND/OR NANOSTRUCTURED CLAYS AND EXPERIMENTAL CONFIRMATION OF ITS STRUCTURAL CHANGE

E.T. ZHILYAKOVA
A.V. BONDAREV

Belgorod National Research University
e-mail: alexbond936@yandex.ru

The article reflects the results of clay study before and after shredding. The choice of the technological equipment for optimization of the process of mechanico-chemical processing is organized. Ball vibratory mill ML-1 with reducing element and raster electronic-ion microscope Quanta 200 3D with 10000X increase were used. The physico-chemical and technological characteristics of sumicro- and/or nanostructured clays are studied. The sample of unground clay presents itself the rounded elements with even surface, the formation of plate element and their coalescence exist in process of the mechanical activation.

Key words: clay, submicrostructuging, mechanoactivation.