

正交试验法探索小型喷雾干燥仪用于教学的实验条件和参数

郭群, 蔡明凡

(武汉职业技术学院 生物工程学院, 湖北 武汉 430074)

摘 要: 用正交试验法探索 SY6000 小型喷雾干燥仪用于制药教学的实验条件和参数。建议用于教学的条件为: 实验材料为淀粉, 样品浓度为 75 g/l, 进料量为 60%, 进风温度为 160℃。并为喷雾干燥教学提供了指导理论和技术经验。

关键词: 喷雾干燥仪; 实验教学; 正交试验法

中图分类号: TH7-4

文献标识码: A

文章编号: 1671-931X (2014) 01-0091-04

一、引言

喷雾干燥是药物制剂中的一个重要工艺, 也是“药物制剂技术”教学的一个重要内容。生产用的喷雾干燥仪体积较大, 使用起来其物料和电的成本较高, 不便于教学。探索小型喷雾干燥仪用于药物制剂工艺课程的实践教学, 寻找可行的原料和工艺方案, 有很重要的意义。

喷雾干燥是一个较为复杂的工艺, 其仪器设备的构件也较多, 分为干燥系统、旋风分离系统、喷雾系统、控制系统等。进行喷雾干燥操作时, 如果实验条件和实验参数的设置不对, 容易造成喷口堵塞, 喷雾不成雾状, 物料沾到干燥器壁上, 物料以粘稠物状掉入干燥器废料收集管中, 物料从废气管飞出等情况, 因此, 有必要通过研究探寻合适的喷雾干燥工艺方案, 以便用于教学过程。

二、调试仪器和初步实验条件的选择

本研究所使用的仪器为小型喷雾干燥仪 SY6000(上海世远生物设备工程有限公司)。按照规

范安装, 并调试使用。仪器的工作原理示意图 1。仪器调试阶段, 仅使用水作为物料进行喷雾, 并按照仪器厂家的参数设置范围选择较中间的数值进行参数设置(进风温度 150℃, 鼓风机进风量 100%, 空气压缩机出风口压力 0.35~0.39MPa, 进料量设定值 50%, 自动清理喷嘴每隔 60 秒一次。), 试验显示能看见喷嘴有雾状物喷出, 说明仪器运行正常。

三、实验用原料的选择

(一) 淀粉浆喷雾干燥试验

称取淀粉 5.000g, 混溶于 100ml 水中, 放入加料瓶中, 设置进风温度 150℃, 进料量 40%(与蠕动泵转速有关, 控制器输出值), 空气压缩机出风口压力 0.35MPa, 空气流量表 700。试验中能看见喷嘴有细雾喷出, 在旋风分离器中可以看见白色的细粉旋转的现象。试验结束, 物料收集瓶中有白色细粉, 取出后观察, 细粉均匀细腻干燥。

(二) 奶粉浆喷雾干燥试验

称取奶粉以同样的实验条件进行试验, 能看见喷嘴有细雾喷出, 在旋风分离器中可以看见白色细

收稿日期: 2013-10-27

作者简介: 郭群(1959-), 女, 湖北武汉人, 武汉职业技术学院教授, 硕士, 研究方向: 制药技术。

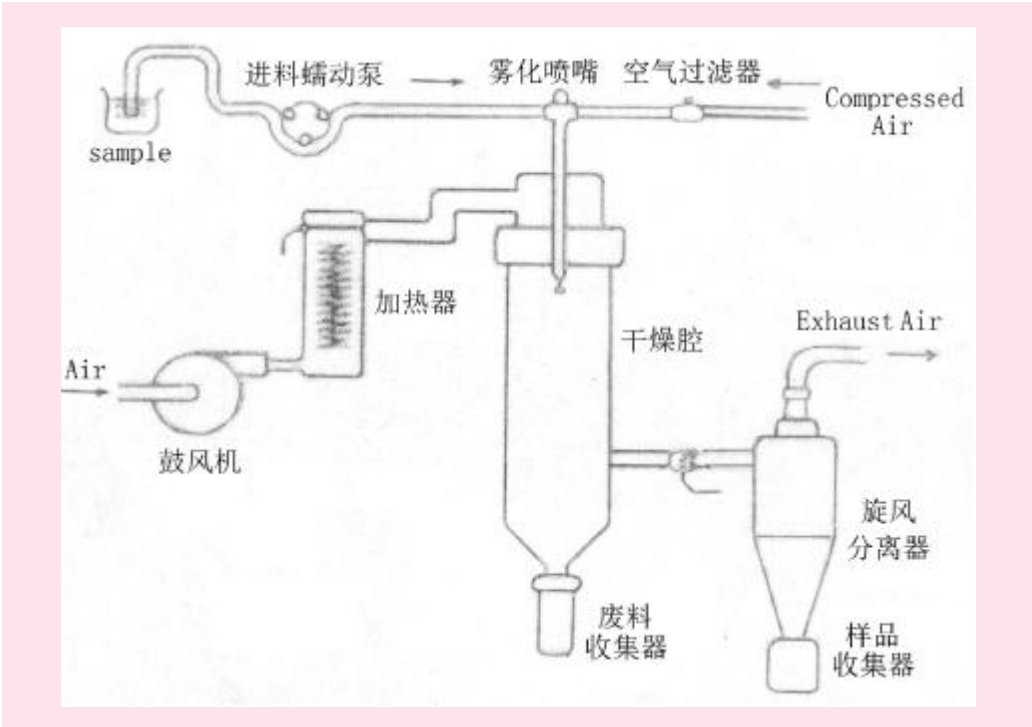


图1 喷雾干燥机工作原理示意图

粉旋转的现象,随着试验的继续,旋风分离器壁上逐渐沾上了一层白粉。试验结束,物料收集瓶中有白色细粉,取出后观察,细粉均匀细腻,但略带有粘性。

(三)小结

通过淀粉和奶粉的喷雾干燥试验,我们认为选择淀粉用于喷雾干燥的教学,比选择奶粉更有优越性。奶粉容易沾到旋风分离器的壁上,不利于学生观察粉末的旋风现象;旋风分离器每次都要清洗,而分组教学的时间很紧;奶粉的成本也比淀粉高。故拟采用淀粉作为喷雾干燥的教学材料。

四、淀粉浆喷雾干燥的条件和参数的正交试验

以上喷雾干燥试验分别对影响喷雾干燥结果的多种实验条件和参数进行了设置,为提高教学的效率和效果,选择最佳的实验条件和仪器设置参数用于教学,我们进行了以下的试验研究。

(一)正交试验方案与试验结果

考虑进行一个含三因素,每因素有三个水平的试验。如果作全面试验,需作 $3^3=27$ 次,但如果选择

正交试验法,则用 9 次试验就可以获得代表性很强,能反映出全面试验结果的数据,找出最佳水平组合。本研究设计的试验因素与水平见表 1。

选用 L9(3⁴) 正交表进行试验设计,试验方案与试验结果见表 2。进料浓度是称取淀粉(精确到百分之一),溶于水中计算得到;从旋风分离器的物料瓶中将物料收集后,按照药典水分测定法(第一法)干燥,测得水分值;收集的物料是干燥后的重量。

收集的物料量,主要反映生产的效率,即单位时间内所得到的产品的数量。由于收集的物料量与进料的浓度和进料量有明显的正相关性,它不能反映物料在喷雾过程中的损耗,即沾到干燥器壁上和掉入干燥器收集管中的未完全干燥的物料量,而物料的损耗反映生产过程的成本。因此,有必要考虑“物料的得率”这样一个重要的结果因素。“物料的得率”应该与“收集的物料量”成正比,而与“进料的浓度”和“进料量(蠕动泵的速率)”成反比。本实验设计即按此关系计算出物料得率因子,用以反映各实验条件下物料的得率情况。

表 1 试验因素与水平

水平	因素 A:进料浓度 (g/l)	因素 B:进料量 (蠕动泵速率,%)	因素 C:进风温度 (℃)
1	50	40	150
2	75	50	160
3	100	60	170

注:进料量为仪器的设定参数值,是蠕动泵的速率控制器的输出单位值。

表 2 正交试验表和试验结果

试验序号	A: 进料浓度(g/l)	B: 进料量(蠕动泵速率, %)	C: 进风温度(℃)	收集的物料量(按干品计, mg)	物料得率因子	物料的含水量(%)
1	1 (50)	1 (40)	1(150)	385	19.3	7.00
2	1 (50)	2 (50)	2(160)	395	15.8	7.71
3	1 (50)	3 (60)	3(170)	705	23.5	5.11
4	2 (75)	1(40)	3(170)	517	17.2	5.14
5	2 (75)	2 (50)	1(150)	596	15.9	6.29
6	2 (75)	3 (60)	2(160)	746	16.6	6.28
7	3 (100)	1(40)	2(160)	689	17.2	5.36
8	3 (100)	2 (50)	3(170)	759	15.2	5.12
9	3 (100)	3 (60)	1(150)	1058	17.6	5.87

表 3 试验结果分析

T 值	收集的物料量(mg)			物料得率因子			物料的含水量(%)		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C
T1	1485	1591	2039	58.6	53.7	52.8	19.82	17.50	19.16
T2	1859	1750	1830	49.7	49.9	49.6	17.71	19.12	19.35
T3	2506	2509	1981	50.0	57.7	55.9	16.35	17.28	15.37
t1	495.0	530.3	679.7	19.53	17.90	17.60	6.61	5.83	6.39
t2	619.7	583.3	610.0	16.57	15.63	16.53	5.90	6.37	6.45
t3	835.3	836.3	660.3	16.67	19.23	18.63	5.45	5.76	5.12
极差 R	340.3	306.0	69.7	2.96	3.6	2.1	1.16	0.61	1.33
较优水平	A3	B3	C1	A1	B3	C3	A3	B3	C3
主次因素	ABC			BAC			CAB		

$$\text{物料得率因子} = \frac{\text{收集的物料量 (mg)}}{\text{进料浓度 (mg/ml)} \times \text{进料量}}$$

(二) 试验结果分析

将试验结果进行分析计算, T 为因素试验结果之和(例如收集的物料量在因素 A 的水平 1 的 T 值, 即 $T1=385+395+705=1485$); t 为因素试验结果之和的均值; R 为 t 值中的差值, 即大数-小数, 它反映各列对数值指标的影响排序。

由于在试验中我们观察到, 在 A3 条件下的试验序号 8, 出现喷口挂物料柱的情况, 提示浓度太大, 溶液喷出的瞬间, 在温度 170℃ 下很快干燥, 因此, A3C3 组合被排除。

试验显示, 在试验的各种条件下, 含水量均在 5%-8% 之间, 能达到产品要求的含水量, 故含水量作为次要考虑因素。

综合以上结果和分析, 我们选择最佳条件为: A2 B3 C2, 即样品浓度为 75 g/l, 进料量为 60%, 进风温度为 160℃。

五、实验结论

1. 物料的浓度越大, 收集的物料量也越大。由于超过 100 g/l 浓度时容易堵塞喷口, 因此将其作为实验的极限值。

2. 实验时仪器的设置参数“进料量”越大, 各项指标也越好, 但仪器生产厂家有一个最佳进料量建议, 为 40%—60% 之间, 实验结果证明选择 60% 较理想。

3. 在各种温度条件下, 各种浓度和进料量条件下, 生产的样品的含水量差别并不是很大, 均能达到产品的质量要求, 说明本试验仪器设计的干燥器和旋风分离器的容受度很高, 只要能正常生产, 即喷口不堵塞的情况下, 产品均有较好的干燥度预期值。也说明本仪器用于喷雾干燥教学有很好的教学效果和稳定性。

4. 本试验也提示了实验条件和参数对实验结果的影响因素大小和顺序, 为喷雾干燥教学提供了相应的技术信息。

参考文献:

- [1] 刘广文.喷雾干燥实用技术大全[M].中国轻工业出版社, 2001.
- [2] 小型喷雾干燥仪操作使用说明书[Z].上海世远生物设备

工程有限公司,2009 版.

- [3] 姜同川.正交试验设计[M].济南:山东科学技术出版社, 1985.

[责任编辑:詹华西]

Exploring Teaching Experimental Conditions and Parameters of Mini Spray Dryer by Orthogonal Test

GUO Qun, CAI Ming-fan

(School of Biology Engineering, Wuhan Polytechnic, Wuhan430074, China)

Abstract: The experimental conditions and parameters of SY6000 Mini Spray Dryer used in the pharmaceutical teaching are explored by using orthogonal test in this paper. The conditions and parameters are suggested : experimental material is starch, sample concentration is 75 g / l, feed rate is 60%, inlet air temperature is 160 °C. The article supplies guiding theory and technical experience for spray drying teaching.

Key words: spray dryer; experimental teaching; orthogonal test

(上接第 75 页)

状态的读入和处理,探讨了 PLC 控制程序在 OSP 系统的应用,为数控机床设计和维修人员提供了必备知识。

- [2] 李英.基于 PLC 控制的煤矿提升机卷筒设计分析[J].煤矿机械,2012,33(8):13-15.

- [3] 郭艳萍.电气控制与 PLC 应用[M].北京:人民邮电出版社,2010:91-93.

- [4] 李俊秀,韩育民.基于 PLC 的多级输送带控制系统设计[J].煤矿机械,2011,32(4):152-154.

[责任编辑:詹华西]

Research on PLC Control Program for Spindle Speed Adjustment Based on OKUMA OSP System

YANG Yan-wei

(Xianning Vocational and Technical College, Xianning437100, China)

Abstract: CNC software and PLC software are two major parts of CNC system control software. Based on the analysis of the two softwares, the paper summarizes the reading and processing of data on spindle speed adjustment switching which is controlled by PLC program in OKUMA OSP system, including the data reading and check, format conversion, percentage decoding, etc. It aims to provide the necessary knowledge for personnel involved in electrical design and maintenance with NC machine tool.

Key words: PLC;OSP; ladder diagram; speed adjustment