

تجزئة الأجسام الصلبة

Particle size reduction

أهداف تصغير الأبعاد

- 1- تسهيل عملية مزج المساحيق وللحصول على مساحيق متجانسة
- 2- تسهيل تحضير المعلقات وذلك بالحصول على أبعاد معينة فيتم الحصول على راسب هش وبالتالي معلق جيد
- 3- تسهيل عمليات الاستخلاص من الخلايا
- 4- تصغير حجم المواد الكبيرة وبالتالي تسهيل عمليات النقل
- 5- تسريع الانحلال الضروري للامتصاص

تأثير خواص المواد على تصغير الأبعاد

توليد الشق والصلابة

يتحقق تصغير الأبعاد أو التجزئة بعملية توليد الشق حيث أن التوترات الموضوعة تنتج اجهاداً أو شدا Strain في الجزيئات والتي تكون كبيرة كفاية لتحداث قطعاً في الروابط وبالتالي توليد الشق. عادة تتولد الشقوق في المناطق الأكثر ضعفاً أو مناطق عدم الاستمرارية وهذا يتعلق بطاقة الاجهاد حسب نظرية Griffith. حيث أن الاجهاد في المادة يتركز في قمة الشق ومقدار تضاعف أو زيادة الجهد يمكن أن يحسب من العلاقة التي طورها Inglis:

$$\sigma_K = 1 + 2\frac{L}{2r}$$

حيث ان σ_K مقدار تضاعف الجهد الرئيسي في المادة حول الشق، L طول الشق، r نصف قطر تقعر قمة الشق.

في ابسط الحالات، عندما يكون شكل المنطقة التي يحدث فيها الشق كروي تكون $L=2r$ وعندها يصبح $\sigma_K = 3\sigma$. وفي حال كان الشق بشكل قرص disk وإذا كان $L=3\mu$ يصبح $\sigma_K=254\sigma$ وتنقص قيمته بالابتعاد عن مركز القرص. وعندما يتولد الشق عند القمة سينتشر الشق بسرعة تصل تقريباً إلى 40% من سرعة الصوت في المواد الصلبة ويكون هذا الانتشار سريعاً بحيث أن الطاقة الكبيرة الناتجة عن تمدد واسترخاء الشد أو الاجهاد تنفرق في المادة وتستقر في مناطق ضعيفة أخرى حيث تتولد شقوق أخرى وبالتالي تنكسر المادة.

لا تظهر كل المواد هذا النوع من التكسر ويمكن أن تقاوم الكسر عند اجهادات أعلى وهذا يحدث لأن هذه المواد تبدي تصرفاً بلاستيكيًا (لدناً) الذي يسمح بتمدد طاقة الاجهاد ولكن دون توليد الشقوق أو انتشارها. في هذا النموذج تنزلق الجزيئات والذرات فوق بعضها البعض وهذا التشوه يتطلب طاقة لذلك يتبين أن سهولة التجزئة تتوقف على مدى قابلية المادة للتكسر أو تتوقف على مدى بلاستيكيته.

قساوة السطح Surface hardness

بالإضافة إلى متانة المادة Toughness، تلعب قساوة السطح دوراً هاماً في تصغير الأبعاد. تصنف قساوة المادة حسب مقياس Mohs والذي فيه يقع الماس في قمة السلم مع قساوة أكبر من 7 والذي يستطيع أن يخدش أي مادة تقع تحته، وفي أسفل السلم نجد المواد ذات القساوة الأصغر من 3 والتي تخدش بأي مادة تقع فوقها. بشكل عام المواد عالية القساوة يكون من الصعب تجزئتها وتسبب خدوشاً في الطاحونة مما يسبب تلوثاً للمستحضر المطحون. وعلى العكس يكون أيضاً من الصعب تجزئة المواد ذات التصرف الإيلاستيكي الكبير مثل المطاط لأنه طري جداً.

بعض المواد يمكن أن تمتص كميات كبيرة من الطاقة عبر التشوهات البلاستيكية واليلاستيكية ولاتبدي توليداً أو انتشاراً للشقوق مثل المطاط الطري عند درجة الحرارة العادية والمواد التي تتلين بارتفاع درجة الحرارة مثل حمض الشمع , والمواد الدبقة Sticky مثل الصمغ. فالمواد المتلينة بدرجة الحرارة العادية أو المرتفعة يكون من السهل تجزئتها بانخفاض درجة الحرارة تحت درجة الانتقال الزجاجي Tg الخاصة بكل مادة, وعندها ستخضع المادة إلى تغير في تصرفها من البلاستيكي إلى التكسر ويسهل توليد الشقوق. كما أن المحتوى من الرطوبة يؤثر على توليد الشقوق حيث أن المحتوى الأقل من 5% مناسب للطحن الجاف والمحتوى الأعلى من 50% يكون مناسباً للطحن الرطب.

متطلبات الطاقة اللازمة لعملية التجزئة

يصرف مقدار قليل جداً فقط من الطاقة المقدمة لتجزئة المواد (2% من كل الطاقة المقدمة) ويضيع الباقي ويصرف بعدة أشكال مثل الطاقة المصروفة على التشوه الإيلاستيكي أو البلاستيكي بدون تكسر, أو المصروفة على التشوه لاحداث الشقوق, أو على تشوه اجزاء الآلة, أو على الاحتكاك أو توليد الحرارة أو الصوت أو الاهتزاز. هناك عدة فرضيات لربط العلاقة بين الطاقة المقدمة وبين درجة التجزئة مثل فرضية Ritinger:

$$E = K_R (S_n - S_i)$$

حيث أن E هي الطاقة, S_n مساحة السطح الجديدة و S_i مساحة السطح البدئية و K_R ثابتة Ritinger (طاقة/وحدة السطح). تفرض نظرية Kick أن الطاقة المصروفة للتشوه أو لاحداث الكسر تكون متناسبة مع نسبة تغير الأبعاد :

$$E = K_K \log \frac{d_i}{d_n}$$

حيث أن E هي الطاقة, d_n القطر الجديد و d_i القطر البدئي و K_K ثابتة Kick (طاقة/وحدة الكتلة).

وهناك شكل عام تفضلي للعلاقة بين الطاقة والتجزئة وهي علاقة Walker:

$$6E = -K \delta d/d^n$$

حيث أن d هو تكامل الأبعاد و n هي اس فعندما تكون قيمتها = 1 فإن التكامل يقود إلى فرضية Kick وإذا كانت قيمة n = 2 تنتج فرضية Ritinger. عند تصميم عملية طحن فإن العلاقة الأكثر ملاءمة هي التي تقوم بحساب مقدار الطاقة المصروفة أو المقدمة لتحقيق عملية الطحن لذلك تكون القيم الأفضل: n=1 لطحن الجسيمات الكبيرة اي الأكبر من 1 ميكرون حيث تطبق نظرية Kick وتكون قيمة n=2 لنموذج Ritinger لطحن الجسيمات الأصغر من 1 ميكرون والقيمة الوسطية 2/3 تدخل عندما لا يكون مناسب لانموذج Kick ولا نموذج Ritinger. افترض بعض الباحثين أن n ليست ثابتة وانما تتغير مع تغير الأبعاد.

تأثير عملية التجزئة على توزيع الأبعاد

خلال عملية التجزئة تتحطم الجزيئات وتبدي أبعاداً مختلفة حسب كمية الكسر الخاضعة لها. يتغير توزيع الأبعاد مع استمرار عملية الطحن حيث اظهر Heywood أن توزيع الأبعاد البدئي الطبيعي يتحول إلى أبعاد اصغر ثنائي المجموعات (نتيجة اختلافات تصرف الكسر على الجزيئات الكبيرة والصغيرة) ثم يتحول إلى مسحوق أكثر نعومة مائلة للأبعاد الأصغر (لأن الطاقة المقدمة غير كافية لتقوم بتصغير الأبعاد الصغيرة).

وبالتالي فإن الحد الأصغر للأبعاد يتوقف على الطاقة المقدمة وعلى خصائص المادة. فتحت الأبعاد 5 ميكرون تتغلب قوى التجاذب بين الأجزاء على جهد الطحن الذي ينتشر على السطوح الكبيرة المتشكلة وبالتالي فإن تجمع الأجزاء بشكل agglomerations يمكن أن تعارض وتمانع الكسر ويتوقف تصغير الأبعاد . في بعض الحالات تحدث التجمعات إلى درجة أن الطحن الزائد يمكن أن يسبب كبرا في الأبعاد .

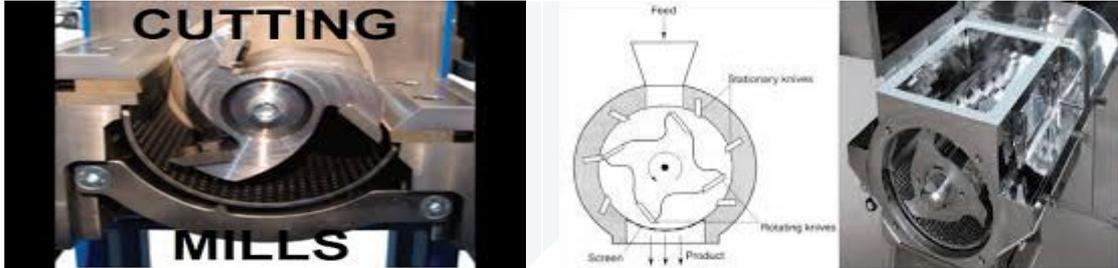
طرائق التجزئة

تصنف الطرائق حسب المبادئ التي تعتمد عليها كل طريقة وتجدر الإشارة إلى أن تصغير الأبعاد يتأثر بوقت الطحن.

طرائق تعتمد على التقطيع Cutting methods

مدى الأبعاد الناتجة: 100 إلى أقل من 100 000 ميكرون

المبدأ: تتكون الطاحونة القاطعة Cutter mill (الشكل 1) من مجموعة من السكاكين المثبتة على دوار أفقي وتتحرك مقابل سكاكين مثبتة داخل وعاء الطاحونة. خلال الطحن تحدث التجزئة نتيجة تكسر الجزيئات بين مجموعتي السكاكين والتي يكون بينها الفراغ من رتبة ميلليمترات قليلة، يوضع منخل أسفل وعاء الطاحونة لالتقاط الجسيمات ذات الأبعاد المطلوبة. أن معدلات القص العالية في هذا النوع من الطواحين مفيد للحصول على درجة مطلوبة من أبعاد الحثيرات المحضرة بالتحثير الجاف قبل الضغط وكذلك تستخدم لتجزئة العقاقير الليفية الخام مثل الجذور والقشور قبل الاستخلاص.



الشكل 1: الطاحونة القاطعة Cutter mill

طرائق تعتمد على الضغط Compression methods

مدى الأبعاد الناتجة: حسب نوع الطاحونة. في الطاحونة EndRunner mill: ≈ 30 إلى 10000 ميكرون في الطاحونة الدوارة: ≈ 800 إلى أكبر من 100000 ميكرون.

المبدأ: يحدث هذا النوع من الطحن على المستوى الصغير في الهاون والمدقة. تعتبر كل من EndRunner mill و Edge Runner mill نموذج آلي عن الطحن في الهاون (الشكل 2). في الطاحونة EndRunner mill تتحرك المدقة ذات الوزن نتيجة احتكاك المادة المارة تحتها حيث أن الهاون يدور بتأثير الطاقة المقدمة إليه أما في Edge Runner mill فإن المدقة توضع بشكل أفقي وتدور على سرير المساحيق ولذلك فإن تصغير الأبعاد يحدث بالاحتكاك والضغط وهذه الطرائق نادراً ما تستخدم حالياً في الصناعة الصيدلانية.



الشكل 2: (a) EndRunner mill (b) Edge Runner mill

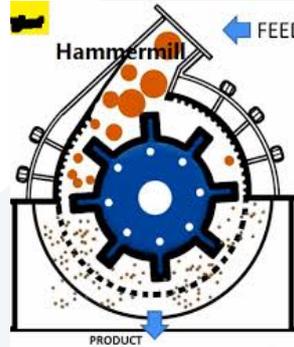
في الطاحونة الدوارة تدور اسطوانة وتكون الاخرى ثابتة ويجب تمييزها عن الطاحونة الدوارة التي تستعمل لطحن المراهم والمعاجين والمعلقات.

طرائق تعتمد على الصدم Impact methods

مدى الأبعاد الناتجة: حسب نوع الطاحونة. في الطاحونة الهزازة: 1 إلى 1000 ميكرون في طاحونة المطارق: ≈ 800 إلى أكبر من 100000 ميكرون.

المبدأ: تتألف طاحونة المطارق Hummer mill (الشكل 3) من أربع مطارق أو أكثر معلقة وتتأرجح على ذراع مركزي داخل وعاء معدني. خلال عملية الطحن تدور المطارق شعاعياً وتعطي السرعة الزاوية للمطارق معدلات اجهاد تصل ال 80 تا-1 بحيث تتكسر معظم الجسيمات. مع استمرار العملية لاتصطم الجسيمات الصغيرة وبالتالي فإن طاحونة المطارق تنتج جسيمات بتوزع أبعاد ضيق، ويتم استحصال الجسيمات بواسطة منخل يسمح بعبور جسيمات بأبعاد محددة حسب قطر

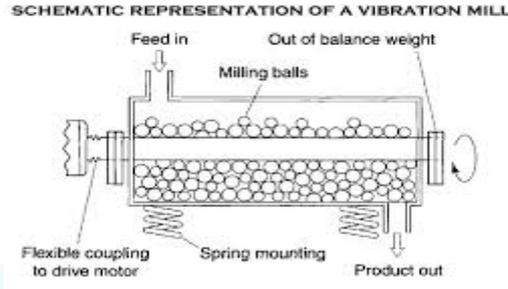
فتحاته. يمكن أن تكون الجسيمات اصغر من فتحات المنخل بكثير لأن الجسيمات تنقل حول الطاحونة بواسطة المطارق وتقترب من المنخل بشكل مماسي ولهذا السبب تستعمل شقوق مربعة أو بشكل مستطيلات وحسب هدف العملية يمكن أن تكون المطارق ذات وجه مربع وتستدق عند الحافة القاطعة أو أن تكون بشكل مدرج.



الشكل 3: طاحونة المطارق Hammer mill

الطاحونة الهزازة Vibration mill

تملا هذه الطاحونة بكرات فولاذية أو بورسلانية حتى 80% من حجمها (الشكل 4). خلال عملية الطحن يهتز كامل جسم الطاحونة ويحدث تصغير الأبعاد بواسطة الصدم المتكرر، تسقط الجسيمات المجزأة خلال منخل في قاعدة الطاحونة. تكون فعالية هذه الطاحونة أكبر من فعالية طاحونة الكرات التقليدية التي ستشرح لاحقاً.

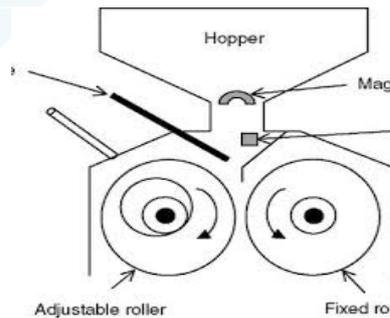


الشكل 4: الطاحونة الهزازة Vibration mill

طرائق تعتمد على الاحتكاك Attrition methods

مدى الأبعاد الناتجة: 1 إلى 300 ميكرون

المبدأ: تستعمل الطاحونة الدوارة Roll mill (الشكل 5) مبدأ الاحتكاك لانقاص أبعاد الجسيمات المستخدمة في المعالقات والمعاجين والمراهم. تثبت اسطوانتان دوارتان أو ثلاثة اسطوانات معدنية أو بورسلانية بشكل أفقي مع فراغ ضيق فيما بينها يمكن ضبطه حتى 20 ميكرون. تدور الاسطوانات الدوارة بسرعات مختلفة بحيث أن المادة تقص عند مرورها في الفراغات الضيقة وتنقل من الاسطوانة الدوارة الأبطأ إلى الأسرع وبعدها يزال المستحضر بواسطة كاشط Scraper.



الشكل 5: الطاحونة الدوارة Roll mill



طرائق تعتمد على الصدم والاحتكاك

مدى الأبعاد الناتجة: حسب نوع الطاحونة. في طاحونة الطاقة السائلة: 1 إلى 50000 ميكرون
في طاحونة الدبابيس: 10 إلى أكبر من 10000 ميكرون
في طاحونة الكرات: 1 إلى \approx 300 ميكرون.

المبدأ: تتالف طاحونة الكرات Ball mill (الشكل 6) من اسطوانة مجوفة مثبتة بحيث تدور على طول محورها الأفقي الطويل ويمكن أن يصل قطر الاسطوانة لأكثر من 3 م ولكن تستخدم صيدلانيا الطواحين ذات الأقطار الأصغر. تشكل الكرات حجم حوالي 30-50 % من الحجم الكلي وتعتمد أبعاد الكرات على التغذية وأبعاد الطاحونة فمثلا طاحونة 1م يمكن أن تكون كراتها ذات قطر 75 ملم. تحوي الطواحين عادة كرات مختلفة الأبعاد لتحقيق الاحتكاك حيث أن الكبيرة تستخدم لتحطيم المنتج كبير الأبعاد والكرات الأصغر تساعد في الحصول على منتج ناعم وذلك نتيجة لصغر الفراغ بين الكرات الصغيرة.



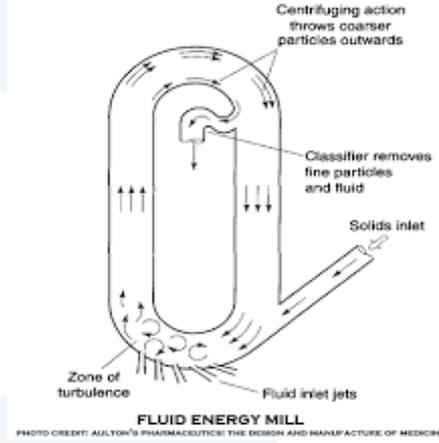
الشكل 6: طاحونة الكرات Ball mill

تلعب كمية المواد في الطاحونة دورا هاما حيث انه اذا كانت تعبئة المواد كبيرة يحدث تأثير الوسادة واذا كانت قليلة جدا تسبب ضياعا في فعالية الطحن وتسبب خدوشا في اجزاء الطاحونة ولكن العامل الأكثر أهمية هو سرعة الطاحونة حيث انه عند سرعات منخفضة تتحرك الكرات مع الاسطوانة إلى أن تتجاوز قوة الجاذبية قوة احتكاك السرير مع الاسطوانة وعندها تتحرك الكرات ككتلة إلى أسفل الاسطوانة وهذه الحركة تتكرر لتعطي حركة سيئة للكرات ويكون تصغير الأبعاد غير جيد وفي حدوده الدنيا، عند سرعات عالية تقذف الكرات على جدران الطاحونة تحت تأثير القوة النابذة ولا يحدث تصغير للأبعاد .

عند حوالي ثلثي من السرعة الزاوية الحرجة التي تحدث القوة النابذة يحدث فعل شلالي حيث ترفع الكرات إلى أعلى الاسطوانة ويتم تجاوز زاوية الراحة الحركية وعندها تسقط أو تتدحرج إلى قاعدة الاسطوانة على شكل شلال وعلى طول قطر الاسطوانة وبهذه الطريقة يحدث تصغير للأبعاد الاعظمي بواسطة صدم الجسيمات مع الكرات وبواسطة الاحتكاك كذلك تتوقف سرعة الدوران الافضلية على قطر الطاحونة ولكن عادة يكون من رتبة 0.5 تا-1.

طاحونة الطاقة السائلة Fluid energy mill وتسمى ايضا بالطاحونة النفثة Jet mill او Microniser

تتكون من تجويف حلقي بقطر 20-200 ملم حسب ارتفاع العروة والذي يمكن أن يصل إلى 2 م (الشكل 7). يدخل مائع Fluid عادة الهواء تحت ضغط عال عبر مرذ عند قاعدة العروة، تؤدي سرعة الهواء العالية ارتفاعا إلى منطقة الاضطراب والهبان حيث تغذى وتدخل المواد الصلبة المراد تصغير أبعادها. تسبب طاقة الهواء الحركية الكبيرة صدما للجسيمات مع بعضها البعض وبكمية حركة كافية ليحدث التكرس. يضمن الاضطراب الحاصل بأن يكون مستوى صدمات جسيمة-جسيمة عاليا كفاية لأن تصغر الأبعاد بالصدم وبعض الاحتكاك. يزود الجهاز بفتحة جانبية لاستحصال الجسيمات ذات الأبعاد المطلوبة والباقية تعاد إلى منطقة الهبان ليصار إلى تصغير أبعادها.



شكل 7: الطاحونة النفاثة Jet mill

طاحونة الدبابيس Pin mill

تحتوي على قرصين مزودين بدبابيس يدوران عكس بعضهما بسرعات عالية ويحدث تصغير الأبعاد نتيجة الصدم مع الدبابيس وبالاحتكاك بين الدبابيس مع حركة الجسيمات للخارج تحت تأثير القوة النابذة (الشكل 8).

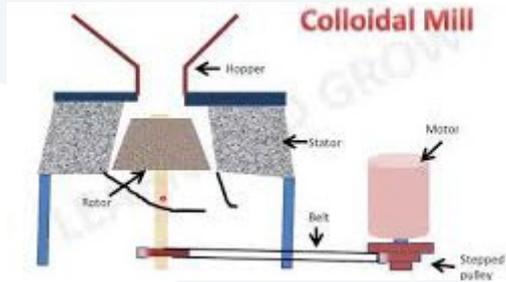


الشكل 8: طاحونة الدبابيس Pin mill

اختيار طريقة التجزئة المناسبة

بدءاً من المادة الاصلية يتم الحصول على عدة منتجات وذلك حسب الطاحونة المستخدمة فمثلاً: يمكن أن يختلف شكل الجسيمات فيما إذا كان تصغير الأبعاد يحدث كنتيجة عن الصدم او الاحتكاك وكذلك نسبة المواد الناعمة يمكن أن تختلف وبالتالي تختلف خواص المساحيق الناتجة. وعادة تتحكم الغاية المنتظرة من استخدام المساحيق بدرجة التجزئة ولكن أحياناً لا تكون الأبعاد الدقيقة مطلوبة وعندها يكون العامل المهم هو تكلفة التصغير حيث أنها تزداد مع تصغير الأبعاد لذلك ليس من المرغوب تصغير الأبعاد أكثر من المطلوب (من الناحية الاقتصادية). بعد تحديد الأبعاد المطلوبة فإن اختيار الطاحونة القادرة على هذه التجزئة يمكن أن تعدل بمعرفة خواص الجسيمات مثل القساوة، الصلابة....

ملاحظة: يمكن أن تستخدم الطاحونة الغرويدية Colloidal mill (الشكل 9) لتصغير أبعاد الأجزاء الصلبة المبعثرة في المعلقات وكذلك لتصغير أبعاد قطيرات الطور الداخلي المبعثر في المستحلبات. يقوم المبدأ على استخدام Rotor-Stator حيث أن الـ Rotor يدور ضمن الـ Stator الثابت ويوجد فراغ ضيق بينهما فعند مرور المستحضر في الفراغ ومع دوران الـ Rotor يحدث تصغير للأبعاد سواء كان صلب ضمن سائل أو سائل ضمن سائل.



الشكل 9 : Colloidal mill

انتهت المحاضرة

المراجع المعتمدة
.Michael E. Aulton: Pharmaceutics, The Science Of Dosage Form Design, 2nd edition, 2002