

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ

ТЕМА: Настойки. Получение настоек методами мацерации и дробной мацерации. Расчет количества сырья и экстрагента.

ЦЕЛЬ ЗАНЯТИЯ: Освоить технологию настоек методом мацерации и дробной мацерации (производственный вариант).

Вопросы для подготовки к занятию

1. Основная характеристика экстракционных препаратов, классификация, основные понятия и термины.
2. Стадии процесса экстрагирования; процессы, происходящие при экстракции.
3. Капиллярное пропитывание и смачивание сырья, характеристика.
4. Набухание сырья, образование сока набухания.
5. Массообмен, общая характеристика.
6. Характеристика свободной и внутренней молекулярной диффузии.
7. Массообмен через пористые клеточные мембраны.
8. Массообмен от поверхности растительного материала в экстрагент (через диффузионный пограничный слой).
9. Конвективный перенос экстрагированных веществ.
10. Характеристика общего процесса массообмена (массопередачи).
11. Основные технологические характеристики растительного сырья, их значение для процесса экстракции:
 - ✓ поглощаемость сырьем экстрагента,
 - ✓ объемная и насыпная масса сырья,
 - ✓ пористость и порозность, измельченность сырья,
 - ✓ коэффициент вымывания,
 - ✓ внутреннее и внешнее трение сырья.
12. Определение и характеристика настоек как лекарственных форм.
13. Способы экстрагирования сырья, их классификация.
14. Классификация методов получения настоек.
15. Характеристика метода мацерации и варианты динамизации.

ЛИТЕРАТУРА для подготовки к занятиям:

1. Государственная фармакопея Российской Федерации / М-во здравоохранения. – 13-е изд. – М.: Изд-во «Науч. центр экспертизы средств медицинского применения», 2015.- Т.1.- 1470с.

2. Государственная фармакопея Российской Федерации / М-во здравоохранения. – 13-е изд. – М.: Изд-во «Науч. центр экспертизы средств медицинского применения», 2015.- Т.2.- 1004с.
3. Государственная фармакопея Российской Федерации / М-во здравоохранения. – 13-е изд. – М.: Изд-во «Науч. центр экспертизы средств медицинского применения», 2015.- Т.3.- 1294с.
4. Приказ Минпромторга России от 14.06.2013 N 916 «Об утверждении Правил организации производства и контроля качества лекарственных средств». – М., 2013.
5. ОФС.1.4.1.0016.15 «Настойки».
6. Технология лекарственных форм. Под редакцией Л.А. Ивановой, М."Медицина", 1991, Т.2, стр.364-368, 387-390.
7. Муравьев И.А. Технология лекарств, М."Медицина" 1980, т.1 стр.173-187.
8. Руководство к лабораторным занятиям по заводской технологии лекарственных форм. Под ред. А.И. Тенцовой, М."Медицина" 1986, стр. 142-160.
9. Фармацевтическая технология: руководство к лабораторным занятиям: учеб. пособие / В.А. Быков, Н.Б. Демина, С.А. Скатков, М.Н. Анурова. – М.: ГЭОТАР-Медиа, 2010. – С. 7-26
10. Материалы лекций.

Задание для внеаудиторной самостоятельной работы студентов

1. Проработать вопросы, выносимые на обсуждение
2. Законспектировать статью ГФ XIV изд. "Настойки".
3. Обратить внимание на характеристику процесса экстрагирования.
4. Составить схему процесса экстрагирования биологически активных веществ из лекарственного растительного сырья с использованием формул соответствующих диффузий.
5. Обратить внимание на характеристика лекарственного растительного сырья.
6. Обратить внимание на характеристику метода мацерации.
7. Решить обучающие задачи практикума.

Краткий теоретический материал к теме.

Tinctura Leonuri Настойка пустырника 1:5

Раздел 1. ХАРАКТЕРИСТИКА КОНЕЧНОГО ПРОДУКТА ПРОИЗВОДСТВА

Прозрачная жидкость зеленовато-бурого цвета, слабо ароматного запаха, горьковатого вкуса.

Плотность не менее 0,900. Сухой остаток не менее 1,4%. Содержание спирта не менее 64%.

Настойка пустырника должна отвечать требованиям ФС 42-2218-85.

Выпускают препарат в хорошо укупоренных стеклянных баллонах по 15-20 кг. Сохраняют настойку пустырника в прохладном, защищенном от света месте.

Применяют настойку пустырника как средство, успокаивающее нервную систему и понижающее кровяное давление при гипертонии.

Готовый продукт и исходное сырье анализируют:

Настойку пустырника по ФС 42-2278-85

Траву пустырника по ГФ XIV

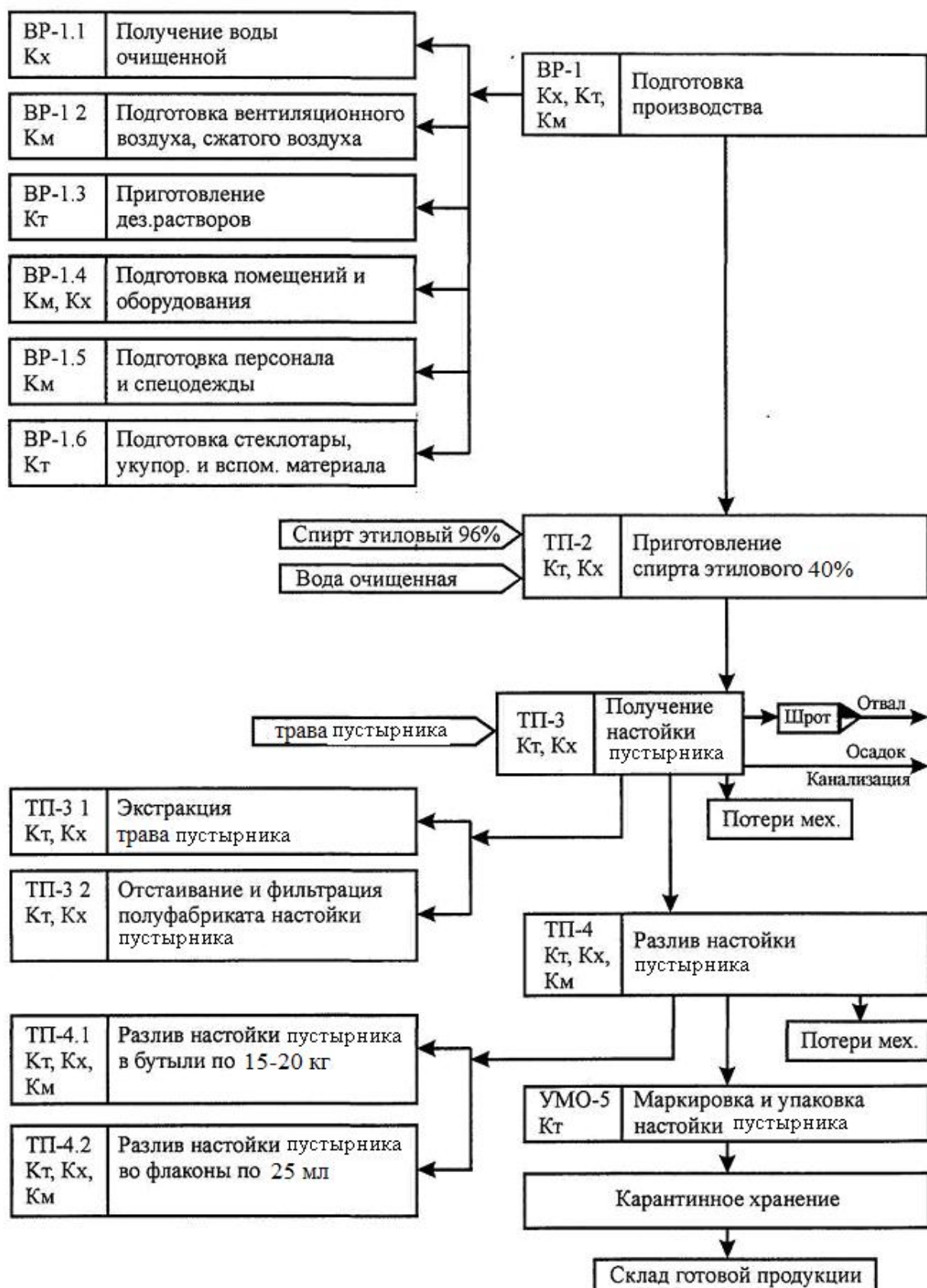
Спирт этиловый по ГФ XIV

Воду очищенную по ФС 42-26-19-89

Раздел 2. ХИМИЧЕСКАЯ СХЕМА ПРОИЗВОДСТВА

В процессе производства настойки календулы химических превращений не происходит.

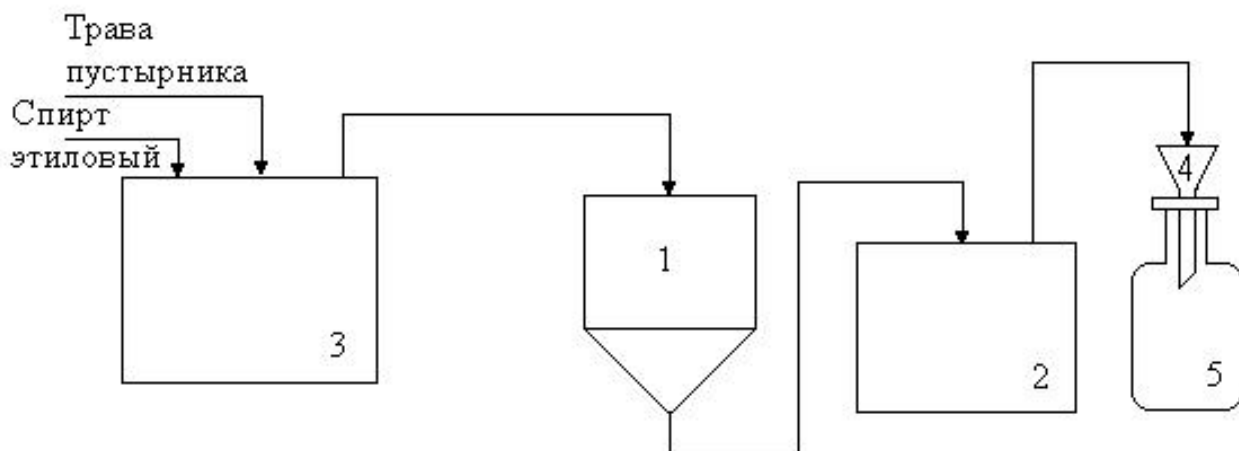
Раздел 3. ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ СХЕМА ПРОИЗВОДСТВА



Кт – контроль технологический
 Кх – контроль химический
 Км – контроль микробиологический

Раздел 4 АППАРАТУРНАЯ СХЕМА ПРОИЗВОДСТВА

АППАРАТУРНАЯ СХЕМА ПРОИЗВОДСТВА



Ведомость спецификаций оборудования, контрольно-измерительных приборов (КИП) и средств автоматизации (СА) с их техническими характеристиками

Таблица 2

Аппарат (оборудование) и его номер по схеме	Число аппаратов (предметов оборудования) одного назначения	Материал	Характеристика аппарата (оборудования)
Перколятор (1)	1	Стекло	Емкость 100-200 мл
Отстойник (2)	1	Стекло	Емкость 100 мл
Бак (3)	1	Стекло	Емкость 100 мл
Воронка для фильтрования (4)	1	Стекло	Диаметр 5,5 см
Склянка (5)	1	Стекло	Емкость 50 мл

Раздел 5. ХАРАКТЕРИСТИКА СЫРЬЯ, МАТЕРИАЛОВ И

ПОЛУПРОДУКТОВ

Таблица 3

№ фармакопейной статьи	Техническое или торговое название	Содержание %	Квалификация	Сортность
ГФ XIV	Трава пустырника	Экстрактивные вещества, не менее 15%, влажность не более 13%	Измельченная	По ГФ XIV
ГФ XIV	Спирт этиловый	95-96%	Ректификат	По ГФ XIV
ФС 24-26-19-89	Вода очищенная	—	Очищенная	По ФС 24-26-19-89

Раздел 6. ИЗЛОЖЕНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА

Для производства 50 мл настойки пустырника 1:5 на 70% этиловом спирте берут исходное сырье в следующих количествах:

трава пустырника, г	10,0
спирт этиловый в пересчете на 100 %, мл	52,5
или спирт 96%, г	44,1
вода очищенная, мл	25,0

Процесс производства настойки пустырника состоит из следующих стадий:

1.Загрузка

10 г измельченной травы пустырника помещают в бак (широкогорлую склянку) (3) и заливают двукратным количеством экстрагента (70% спирта), оставляют на 2 часа для набухания. Набухшее сырье переносят в перколятор

(1) с проложенной у дна марлевой салфеткой, сложенной в 3-4 раза.

Сырье плотно укладывают и сверху помещают марлевую салфетку и груз.

2.Экстрагирование

В первый день в перколятор заливают 70% спирт до "зеркала" и настаивают в течение 24 часов (студенты оставляют до следующего занятия). По истечении этого времени получают первый слив извлечения, объем кото-

рого должен составлять 1/4 от общего объема готового продукта, т.е. 12,5 мл. После слива добавляют в перколятор свежий экстрагент до "зеркала". Через 40 мин. делают второй слив готового продукта также в количестве 12,5 мл. Сверху заливают свежий экстрагент до "зеркала". Таким образом, в течение занятия делают 4 слива через равные промежутки времени, три раза заливая свежий экстрагент до "зеркала". Сливы объединяют в отстойнике (2). Отработанное сырье переносят в банку, заливают водой для последующей рекуперации спирта из промывных вод.

3. Отстаивание и фильтрование

Настойку пустырника перемешивают в отстойнике (2) и оставляют на 2 суток (студенты оставляют до следующего занятия) при температуре не выше 10 С. Затем настойку пустырника фильтруют через воронку (4) с тройным слоем марли и ватным тампоном в тарированную склянку (5).

4. Стандартизация

В настойке определяют плотность, сухой остаток (ГФ XIV), содержание спирта (ГФ XIV).

5. Упаковка и оформление

На склянки, заполненные профильтрованной продукцией, наклеивают этикетки с указанием лаборатории РГМУ, фамилии изготовителя, названия препарата по-латыни и по-русски, даты изготовления, веса тары и нетто. Склянку укупоривают и сдают преподавателю.

Карантинное хранение готового продукта

Готовый продукт «Настойка пустырника» сдается на склад готовой продукции только после карантинного хранения. Упаковки с настойкой пустырника, помещенные в контейнер, опечатываются, прикрепляется сигнальный ярлык, предупреждающий о том, что продукция находится на карантинном хранении (ярлык желтого цвета). Срок карантинного хранения определяется сроком проведения контроля на микробиологическую чистоту. В 1 мл настойки пустырника допускается наличие не более 5000 бактерий и 100 дрожжевых и плесневых грибов (суммарно). Не допускается наличие бактерий семейства Enterobacteriaceae, Pseudomonas, Staphylococcus aureus. При положительном заключении бак. лаборатории ОТК фабрики, готовая продукция передается на склад готовой продукции с сопроводительной документацией (сертификатом качества).

Раздел 7 МАТЕРИАЛЬНЫЙ БАЛАНС

Раздел 8. ПЕРЕРАБОТКА И ОБЕЗВРЕЖИВАНИЕ
ОТХОДОВ ПРОИЗВОДСТВА

Перерабатываемых отходов в производстве календулы нет.

Раздел 9. КОНТРОЛЬ ПРОИЗВОДСТВА И УПРАВЛЕНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИМ ПРОЦЕССОМ

В соответствии с «Инструкцией о порядке входного контроля качества сырья, материалов, приемки готовой продукции и ведения документации отделами технического контроля предприятий Министерства медицинской промышленности, вырабатывающих лекарственные средства» (И64-3-84), введенной в действие приказом министра медицинской промышленности № 615 от 14 января 1985 года, все виды сырья и материалов, поступающие на предприятия (заводские склады), проверяются ОТК предприятий на соответствие их требованиям НД, и лишь после подтверждения ОТК о соответствии их качества НД они вместе с паспортом передаются со склада в производственные цеха.

Исходные компоненты: трава пустырника, спирт этиловый, вода очищенная - должны соответствовать всем требованиям утвержденной на них НД.

Анализ готового продукта проводится согласно ФС 42-2218-85.

Далее в виде таблицы приводится перечень важнейших контрольных точек производства.

Раздел 10. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ, ПОЖАРНАЯ БЕЗОПАСНОСТЬ И ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ САНИТАРИЯ

ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОИЗВОДСТВА

Технологический процесс осуществляется согласно утвержденному регламенту. При осуществлении технологического процесса необходимо обеспечить условия, которые исключают возможность возникновения пожаров, взрывов, аварий, травм, отравлений, а также загрязнение отходами производства, сточными водами, вентиляционными выбросами.

Оборудование, находящееся в эксплуатации, постоянно должно находиться под наблюдением, подвергаться осмотру, ревизии и систематическому планово-предупредительному ремонту в соответствии с графиком.

Оборудование должно содержаться в технически исправном состоянии и чистоте. Замеченные неисправности, не влекущие за собой внеплановую остановку или аварию, ликвидировать которые во время осмотра не представляется возможным, заносятся в журнал и устраняются в период ближайшего планового ремонта или технологического простоя оборудования. Запрещается работать на неисправном оборудовании и оставлять без надзора работающую аппаратуру.

При работе с электрическим током тщательно проверяют состояние электропроводки и заземления. Пуск агрегатов производят с помощью кнопочного пускателя или рубильника. У каждого агрегата на полу лежат резиновые коврики.

Пуск агрегатов влажными руками строго запрещается.

Во время проведения технологического процесса вентиляционные установки работают безостановочно.

Работа с этиловым спиртом и спиртовыми жидкостями проводится только при включенной вентиляции. Подачу спирта производят по заземленному трубопроводу и в том количестве, которое необходимо для приготовления.

Все производственные помещения оборудованы средствами пожаротушения (ящики с песком, лопаты, огнетушители, вода, внутренние пожарные краны), а также пожарными извещателями. Весь противопожарный инвентарь находится в исправном состоянии. Обслуживающий персонал умеет пользоваться средствами пожаротушения и извещения о пожаре.\

Основные правила плановой остановки производства

Плановая остановка производства, его отдельных стадий, предусматривает замену оборудования, ремонт и ревизию арматуры, реконструкцию. Основанием для плановой остановки производства является приказ по фабрике.

В приказе указываются: сроки остановки, подготовки, ремонта и пуска; ответственные лица за организацию и проведение ремонта, за подготовку к ремонту аппаратуры и коммуникаций, за выполнение мероприятий по безопасному проведению работ и пуск аппаратуры после ремонта; исполнители ремонтных работ.

Для подготовки оборудования и коммуникаций к плановой остановке составляют:

- схемы освобождения оборудования и трубопроводов;

- схемы установки заглушек;
- схемы пропарки, продувки оборудования и трубопроводов, оставаемых на ремонт.

Указанные схемы должны быть подписаны главным инженером и зам.директора фабрики по производству.

Основные правила аварийной остановки производства и его отдельных стадий и аппаратов

Преждевременный выход из строя оборудования вследствие стихийного бедствия, неудовлетворительного ухода, нарушения правил технической эксплуатации, установленных технических режимов, использование его не по назначению, разрушение антикоррозионного покрытия - называется аварийной остановкой оборудования.

Порядок остановки:

- отключить силовую электроэнергию, прекратить подачу воды, прекратить технологические операции;
- освободить трубопроводы;
- включить вентиляцию (в случае загорания отключить вентиляцию); сообщить о случившемся начальнику цеха (или др. должностным лицам);
- выяснить причины, вызвавшие аварийную остановку;
- прекратить все работы до полного выяснения причин аварии и устранения по следствий аварии;
- к работе приступить только после устранения аварийной ситуации и письменного разрешения начальника цеха; составить акт соответствующей формы.

Основные правила пуска оборудования в эксплуатацию после его остановки на ремонт

Приемку оборудования после окончания ремонта осуществляет комиссия, назначенная приказом по предприятию. На принятое оборудование составляется акт.

При приемке оборудования осуществляется наружный и внутренний осмотр, проверка всех механизмов с апробированием на холостом ходу, надежность фланцевых соединений, исправность запорной арматуры, наличие и исправность защитного заземления, ограждения, блокировок, предохранительных клапанов, средств измерений и автоматического регулирования. Проверяется работа приточно-вытяжной системы вентиляции и других приборов безопасности.

Пуск механизмов после ремонта, осмотра, чистки разрешается после установки на место всех узлов.

Пуск в эксплуатацию и остановка отдельных технологических установок должны осуществляться в строгом соответствии с

технологическими инструкциями. Пусконаладочные работы должны проводиться специально обученным персоналом под руководством главного инженера или другого ответственного лица из числа ИТР.

Правила пуска и остановки производства в зимнее время

Производство расположено в капитальном отапливаемом здании, остановка производства на зимний период не производится.

Подготовка к работе в осенне-зимний период осуществляется в соответствии с общезаводскими мероприятиями.

В данном разделе в виде таблиц указываются: основные меры предотвращения и устранения аварийного состояния производства, пожаро-взрывоопасные свойства сырья, полупродуктов, готового продукта, отходов производства, а также их токсические свойства. Приведена классификация технологических блоков по взрывоопасности и др.

Раздел 11. ОХРАНА ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

В разделе 11 приводится расположение фармацевтического предприятия, ее границы с жилыми застройками. Указывается класс предприятия по СН 245-71, есть ли уклон поверхности в сторону водоемов. Выявляются источники выбросов и наименования веществ; приводится наличие устройств по их задержанию. Характеризуются сточные воды фабрики, которые образуются при производстве настойки календулы и куда они утилизируются.

Раздел 12. ПЕРЕЧЕНЬ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ

ИНСТРУКЦИЙ 12.1 Технологические инструкции

- ✓ Инструкция по приемке, измельчению и просеиванию лекарственного растительного сырья.
- ✓ Инструкция по приготовлению растворов этилового спирта.
- ✓ Инструкция по приготовлению настойки календулы.
- ✓ Инструкция по обработке стеклянной тары, крышек, пробок и вспомогательных материалов.
- ✓ Инструкция по разливу настоек во флаконы и бутылки.
- ✓ Инструкция по фасовке флаконов с настойкой в групповую и транспортную тару.
- ✓ Инструкция по получению воды очищенной.

12.2 Инструкции по технике безопасности, производственной санитарии и пожарной безопасности

- ✓ Инструкция по технике безопасности, промышленной санитарии и пожарной безопасности для рабочих стадий подготовки и измельчения растительного сырья.

- ✓ Инструкция по технике безопасности, промышленной санитарии и пожарной безопасности для рабочих стадий приготовления спиртовых растворов и настоек.
- ✓ Инструкция по технике безопасности, промышленной санитарии и пожарной безопасности для рабочих стадий мойки и сушки флаконов, бутылей, пробок, колпачков.
- ✓ Инструкция по технике безопасности, промышленной санитарии и пожарной безопасности для рабочих стадий разлива настойки и фасовки флаконов с настойкой в групповую и транспортную тару.
- ✓ Инструкция по технике безопасности теплоиспользующих установок.
- ✓ Инструкция по использованию спецодежды и средств индивидуальной защиты.
- ✓ Инструкция по эксплуатации вентиляционных систем.
- ✓ Инструкция по проведению огневых работ.
- ✓ Инструкция по проведению инструктажей рабочих и ИТР.
- ✓ Инструкция по работе сосудов под давлением. Инструкция по защите от статического электричества.

12.3 Инструкции по эксплуатации оборудования, средств измерения и автоматизации

- ✓ Инструкция по работе «Д-25», «Шарья-200».
- ✓ Инструкция по работе автоклава.
- ✓ Инструкция по эксплуатации вентиляционных установок.
- ✓ Инструкция по работе разливочной машины.
- ✓ Инструкция по технической эксплуатации манометров, контактных и ртутных термометров.

12.4 Инструкции по предупреждению микробной обсемененности

- ✓ Инструкция по приготовлению дезрастворов.
- ✓ Инструкция по подготовке вентиляционного воздуха, отбору проб и контролю микробной обсемененности воздуха помещений.
- ✓ Инструкция по санитарному режиму для работы фармацевтической фабрики.
- ✓ Инструкция по предупреждению микробной загрязненности при хранении и транспортировании продукции, вспомогательных веществ, сырья и тароупаковочных материалов.

Раздел 13 ТЕХНИКО-ЭКОНОМИЧЕСКИЕ НОРМАТИВЫ.

Раздел 14. ИНФОРМАЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Tinctura Millifolii.
Настойка тысячелистника.

**Раздел 1. ХАРАКТЕРИСТИКА КОНЕЧНОГО ПРОДУКТА
ПРОИЗВОДСТВА**

Прозрачная жидкость желтовато-бурого цвета, ароматного запаха, горького вкуса.

Числовые показатели. Сухой остаток не менее 2,8%.

Содержание спирта не менее 36%.

Упаковка. В хорошо закупоренных склянках с этикетками установленного образца.

Хранение. В защищенном от света месте.

Стандартизацию проводят по МРТУ 42 № 625-62.

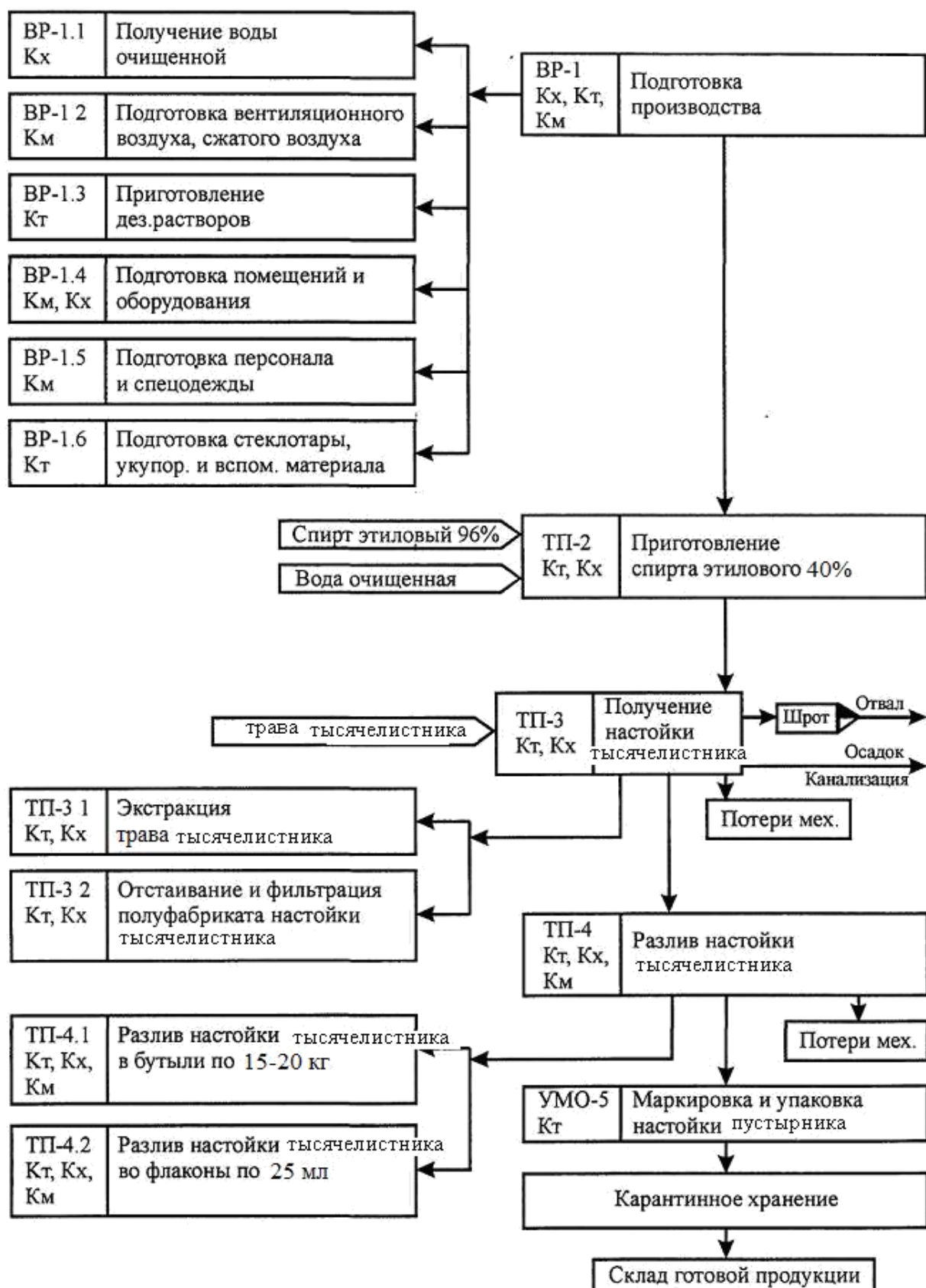
Определяют:

- а) внешний вид;
- б) содержание спирта (ГФ XIV);
- в) сухой остаток (ГФ XIV).

Раздел 2. ХИМИЧЕСКАЯ СХЕМА ПРОИЗВОДСТВА

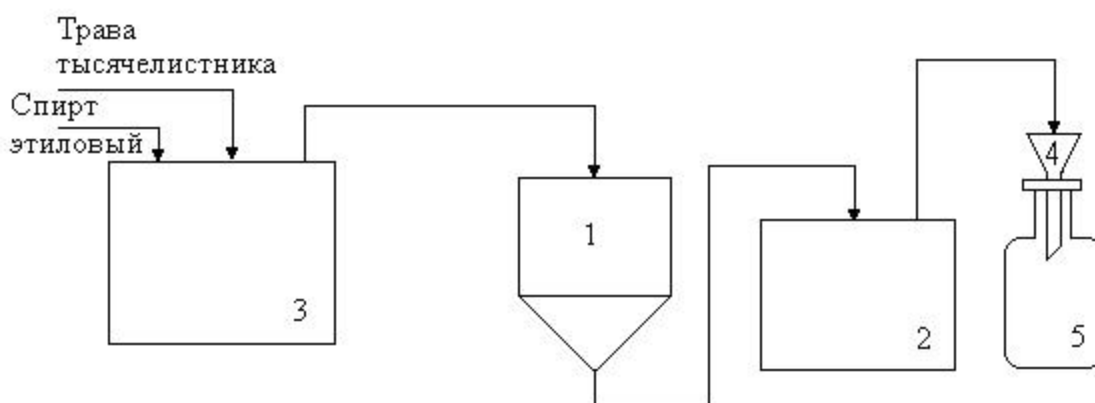
В процессе производства настойки календулы химических превращений не происходит.

Раздел 3. ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ СХЕМА ПРОИЗВОДСТВА



Кт – контроль технологический
 Кх – контроль химический
 Км – контроль микробиологический

Раздел 4 АППАРАТУРНАЯ СХЕМА ПРОИЗВОДСТВА АППАРАТУРНАЯ СХЕМА ПРОИЗВОДСТВА



Раздел 5. ХАРАКТЕРИСТИКА СЫРЬЯ, МАТЕРИАЛОВ И ПОЛУПРОДУКТОВ

Раздел 6. ИЗЛОЖЕНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА

Состав по МРТУ 42 N625-62:

Травы тысячелистника измельченной - 200г.

Спирта 40% достаточное количество для получения 1 л
настойки Расчет сырья и экстрагента на 50 мл настойки.

Экстрагент рассчитывается с учетом коэффициента поглощения для
травы, $K=2$.

Травы тысячелистника - 10 г.

Этанола 40% - $50 \text{ мл} + (10 \times 2) = 70 \text{ мл}$

Измельчение материала: Траву тысячелистника измельчают
ножницами на большом листе бумаги до размера частиц 3-8 мм и отсеивают
от пыли (10 г)

Загрузка: Настойником в лабораторных условиях служит
герметически закрывающаяся широкогорлая стеклянная банка. Из
мельченное сырье помещают в настойник и заливают экстрагентом,
плотно закрывают и настаивают до следующего занятия.

Настаивание: При получении настоек методом мацерации на
стаивание ведется при температуре 15-20 С в течение 7 суток. Для
более интенсивного экстрагирования растительного материала не
обходимо периодически производить перемешивание или встряхивание.

Получение вытяжки: Полученное извлечение сливают, осадок
выгружают из настойника, помещают в марлевую салфетку и отжимают.
Если объем вытяжки получился меньше, жмых вновь помещают в
настойник и заливают недостающим объемом чистого экстрагента и
оставляют на 2-3 часа для более полного удаления действующих
веществ. Затем остаток отжимают, промывают еще раз, вытяжки
соединяют и измеряют объем.

Полученную настойку сливают в отстойник (банку), который плотно закрывают и оставляют для отстаивания при температуре не выше 10 градусов до следующего занятия.

Очистка: Хорошо отстоявшуюся жидкость фильтруют через сухой складчатый фильтр с небольшим ватным тампоном или через тройной слой марли с подложенным ватным тампоном. Во избежание улетучивания спирта воронку закрывают стеклянной пластинкой или листом бумаги. Измеряют объём настойки.

Раздел 7 МАТЕРИАЛЬНЫЙ БАЛАНС

Раздел 8. ПЕРЕРАБОТКА И ОБЕЗВРЕЖИВАНИЕ ОТХОДОВ ПРОИЗВОДСТВА

Перерабатываемых отходов в производстве настойки тысячелистника нет.

Раздел 9. КОНТРОЛЬ ПРОИЗВОДСТВА И УПРАВЛЕНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИМ ПРОЦЕССОМ

Раздел 10. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ, ПОЖАРНАЯ БЕЗОПАСНОСТЬ И ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ САНИТАРИЯ

ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОИЗВОДСТВА

Раздел 11. ОХРАНА ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Раздел 12. ПЕРЕЧЕНЬ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ИНСТРУКЦИЙ

Раздел 13 ТЕХНИКО-ЭКОНОМИЧЕСКИЕ НОРМАТИВЫ.

Раздел 14. ИНФОРМАЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Обучающие задачи по теме настойки:

1. Рассчитайте необходимое количество сырья и экстрагента для получения 100 мл настойки валерианы.

2. Рассчитайте сколько миллилитров 96% этанола необходимо взять для получения 126 мл 70% этанола при изготовлении 100 мл настойки валерианы.

Рассчитайте необходимое количество сырья и экстрагента для получения 150 мл настойки белладонны.

Рассчитайте сколько миллилитров 96% этанола необходимо взять для получения 180 мл 40% этанола при изготовлении 150 мл настойки белладонны.

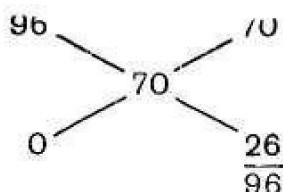
Рассчитайте скорость перколяции в каплях в минуту, если диаметр перколятора равен 6 см, высота слоя загруженного растительного сырья 12 см, в 1 мл перколята содержится 40 капель.

Примеры решений

1. Для приготовления 100 мл настойки из несильнодействующего сырья (1:5) необходимо взять 20 г корневищ с корнями валерианы. Экстрагентом для получения настойки валерианы является 70% этанол (ГФ X ст. 694), который рассчитывают с учетом $K=1,3$.

$$V = 100 + 20 \times 1,3 = 126 \text{ мл}$$

2. Расчет по правилу смешений:



$$96 \text{ ————— } 70$$

$$126 \text{ ————— } x$$

$$x = \frac{126 \times 70}{96} = 91,8 \text{ мл}$$

$$x = V \frac{b}{a} = 126 \frac{70}{96} = 91,8 \text{ мл}$$

Расчет по формуле:

Для получения 70% этанола отмеривают 91,8 мл 96% этанола и доводят объем в мерном цилиндре водой при перемешивании до объема 126 мл (температура 20 °С).

3. Для приготовления 150 мл настойки из сильнодействующего сырья (1 :10) необходимо взять 15 г травы красавки.

Экстрагентом при получении настойки белладонны является 40% этанол (ГФХ ст. 686), который рассчитывают с учетом $K=2$.

$$U = 150 + 15 \times 2 = 180 \text{ мл}$$

4. Расчет 96% этанола проводят по формуле:

$$x = 180 \frac{40}{96} = 75 \text{ мл}$$

Для получения 180 мл 40% этанола отмеривают 75 мл 96% этанола и доводят объем в мерном цилиндре водой при перемешивании до 180 мл (температура 20 °С).

5. Скорость перколяции вычисляют по формуле:

$$V = \frac{\pi d^2 h}{4 \times 24 \times 60} \text{ мл/мин}$$

$$V = \frac{3,14 \times 6^2 \times 12}{4 \times 24 \times 60} = 0,235 \text{ мл/мин}$$

$$1 \text{ мл} \text{ — } 40 \text{ капель}$$

$$0,235 \text{ мл} \text{ — } x$$

$$x = 9 \text{ — } 10 \text{ кап/мин}$$

Получено абсолютного этанола в готовом продукте:

$$x = 100 \frac{66}{100} = 66 \text{ л}$$

Рекуперировано абсолютного этанола: $x = 120 \frac{32,18}{100} = 38,6 \text{ л}$

Баланс по абсолютному этанолу:

$$110,7 = 66 + 38,6 + 6,1$$

Материальный баланс можно составить по типу приходно-расходной ведомости.

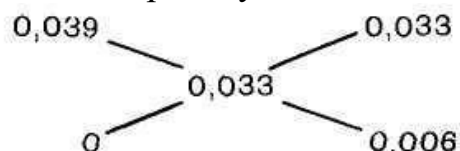
Взято экстрагента, л	Абсолютный этанол, л (20 °С)	Получено, л	Абсолютный этанол, л (20 °С)
Этанол 70,5% — 160(22 °С)	110,7	1. Настойка—100 (содержание этанола 66%; 20 °С) 2. Рекуперат —120 (содержание этанола 33%; 22 °С) 3. Потери	66 38,6 6,1

$$\eta = \frac{104,6}{110,7} \times 100 = 94,5\%$$

$$\epsilon = \frac{6,1}{110,7} \times 100 = 5,5\%$$

$$K_{\text{расх}} = \frac{110,7}{104,6} = 1,058$$

3. Расчет по правилу смешения:



$$33 \text{ — } 6$$

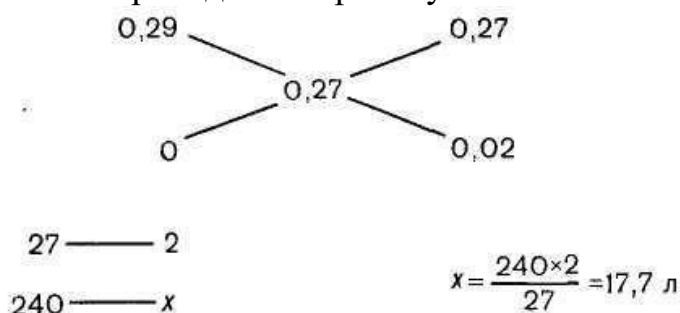
$$198 \text{ — } x$$

$$x = \frac{198 \times 6}{33} = 36 \text{ л}$$

Для получения настойки со стандартным содержанием алкалоидов к 198 л полученного полупродукта необходимо добавить 36 л 40% этанола.

4. Принимаем плотность настойки за 1 и 240 кг за 240 л. В норме содержание алкалоидов в настойке чилибухи должно быть 0,24—0,27%. Настойку необходимо разбавить 40% этанолом, добавив его 17,7 л.

Расчет проводят по правилу смешения:



Задача

Рассчитайте количество сырья и экстрагента для получения 120 л настойки ландыша, если коэффициент поглощения равен 2,0 см³/г.

Решение

Сырье – трава ландыша, измельченная до 8 мм (ГФ XI). Экстрагент – спирт этиловый 70%. Соотношение сырья и готовой продукции 1:10. Количество сырья: 120/10 = 12 кг.

Общее количество экстрагента для получения настойки рассчитывают по формуле:

$V = V_1 + P \cdot K$, где

V – общий объем экстрагента, л (мл)

V_1 – объем настойки (готового продукта), л (мл)

P – количество растительного сырья, кг (г)

K – коэффициент поглощения.

$V = 120 + 12 \cdot 2 = 144 \text{ л}$

Ответ: травы ландыша — 12 кг, спирта этилового 70% — 144 л.

Задача

Приготовить 120 л настойки боярышника методом перколяции, если $K_p = 2 \text{ см}^3/\text{г}$. Составить материальный баланс по абсолютному спирту, если выход составил 98%. Содержание спирта в настойке 65%

Решение:

Соотношение сырья и готовой продукции 1:10.

Сырье – плоды боярышника 120:10 = 12 кг.

Экстрагент – спирта этиловый 70%

$V = 120 + (12 \cdot 2) = 144 \text{ л}$

Количество полученной настойки (с учетом выхода продукции):

120 л – 100 % $x = (120 \cdot 98):100 = 117,6 \text{ л}$ настойки

x – 98%

Израсходовано		Получено	
Наименование	Содержание абсолютного спирта л	Наименование	Содержание абсолютного спирта л
Спирт этиловый 70% — 144 л	X = 144·70%:100% = 100,8 л	Настойка боярышника 117,6 л с содержанием спирта 65%	X = 117,6·65:100 = 76,44 л
		Потери: 100,8 – 76,44 = 24,36 л	
Итого:	100,8 л	Итого:	100,8 л

1) Выход $h = 76,44 \cdot 100 : 100,8 = 75,83 \%$

2) Трата $e = 24,36 \cdot 100 : 100,8 = 24,17\%$

3) $K_{\text{расч}} = 100,8 : 76,44 = 1,31$

Ответ: уравнение материального баланса имеет вид: выход 75,83%, трата 24,17%, расходный коэффициент – 1,31.

Задача

Приготовьте 100л настойки эвкалипта методом дробной мацерации по ВНИИФ, $K_n = 1,5 \text{ см}^3/\text{г}$. Количество экстрагента рассчитайте исходя из 84% спирта.

Решение.

Сырье – лист эвкалипта, экстрагент – 70% спирт этиловый, настойка эвкалипта готовится в соотношении 1:5.

Количество сырья: $M_{\text{сырья}} = 100 : 5 = 20 \text{ кг}$

Количество экстрагента: $V_{\text{экстрагента}} = 100 + 20 \cdot 1,5 = 130 \text{ л}$

Пересчет 70% спирта из 84%:

1. Масса 70% спирта равна:

$$m_{70\%} = 0,8856 (r_{70\%} \text{ спирта}) \cdot 130 = 115,1 \text{ кг}$$

2. Масса 84% спирта равна:

$$m_{84\%} = (115,1 \text{ кг} \cdot 62,36) : 78,16 = 91,94 \text{ кг}$$

Примечание: % по массе 70% = 62,36

% по массе 84% = 78,16

3. Количество воды: $m_{\text{воды}} = 115,1 \text{ кг} - 91,94 \text{ кг} = 23,16 \text{ кг}$

$$V_{84\%} = \frac{130 \cdot 70}{84} = 108,3 \text{ л}$$

4. Объем 84% спирта:

5. Контракция $(108,3 + 23,16) - 130 = 1,46 \text{ л}$.

Ответ: для получения 70% спирта необходимо смешать 108,3л 84% спирта и 23,16л воды.

Технологический процесс:

Сущность процесса заключается в последовательном экстрагировании растительного сырья дробными частями свежего экстрагента. В производственных условиях делают 4 слива.

Расчет экстрагента для 1 залива:

100(количество готовой продукции):4 (количество сливов)

Задача

Рассчитайте количество сырья и экстрагента для приготовления 280л настойки зверобоя, $K_n=1,5\text{см}^3/\text{г}$. Сколько потребуется воды и имеющегося в наличии 96% спирта для приготовления рассчитанного количества экстрагент?

Решение

Сырье – трава зверобоя, экстрагент – 40% спирт этиловый, настойки зверобоя в соотношении 1:5.

Количество сырья: $M=280:5=56\text{кг}$

Количество экстрагента: $V=280+56*1,5=364\text{л}$

1. Масса 40% спирта равна:

$$m_{40\%}=0,9480 (\rho_{40\%}\text{спирта}) * 364 = 345,07$$

2. Масса 96% спирта равна:

$$33,33 * 345,07 = 93,86 \text{ кг}$$

$$m_{96\%} = (345,07 \text{ кг} * 33,33) : 93,86 = 122,53 \text{ кг}$$

3. Количество воды:

$$m_{\text{воды}} = m_{40\%}\text{спирта} - m_{96\%}\text{спирта}$$

$$345,07 \text{ кг} - 122,53 \text{ кг} = 222,54 \text{ кг}$$

4. Объем 96% спирта:

$$V_{96\%} = \frac{m_{96\%}\text{спирта}}{\rho_{96\%}\text{спирта}} = \frac{122,53}{0,8074} = 151,7 \text{ л}$$

5. Контракция:

$$V_{96\%}\text{спирта} + V_{\text{воды}} - V_{40\%}\text{спирта} = (151,7 + 222,54) - 364 = 10,24 \text{ л}$$

Ответ: для получения 40% спирта смешиваем 151,7л 96% спирта и 222,54л воды и получаем 364л 40% спирта

Задача

Рассчитать количество сырья и экстрагента для получения 100л настойки валерианы. K_n равен $1,3\text{см}^3/\text{г}$. Описать приготовление настойки методом дробной мацерации по ВНИИФ. Составить материальный баланс по абсолютному спирту. В настойке содержится 64% спирта.

Решение.

Сырье: корневища с корнями валерианы, экстрагент: 70% этанол.

1. Расчет количества сырья:

Настойка валерианы готовится в соотношении 1:5; $y=5$

$$m_{\text{сырья}} = 100 : 5 = 20 \text{ кг}$$

2. Расчет количества экстрагента:

$$V_{\text{экстрагента}} = m_{\text{сырья}} * (K_n + y) = 20 * (1,3 + 5) = 126 \text{ л 70\% спирта этилового}$$

Загружают в перколтяор 20 кг сырья и заливают:

3. Расчет количества экстрагента для одного залива:

$$100 : 4 = 25 \text{ л;}$$

$$25 \text{ л} + (20 * 1,3) = 51 \text{ л 70\% спирта,}$$

где 20кг – масса сырья.

Оставляют на сутки. Сущность процесса заключается в последовательном экстрагировании растительного сырья дробными частями свежего экстрагента. В производственных условиях делают 4 слива.

Расчет экстрагента для 1 залива:

100(количество готовой продукции):4 (количество сливов)

Материальный баланс.

Израсходовано		Получено	
Наименование	Содержание абсолютного спирта, л	Наименование	Содержание абсолютного спирта, л
Спирт этиловый 70% 126л	Абсолютный спирт в л: $\frac{126 * 70}{100} = 88,2л$	1. Настойка 100л (содержание спирта 64%) 2. Потери	Абсолютный спирт в л: $\frac{100 * 64}{100} = 64л$ 24,2
ИТОГО	88,2	ИТОГО	88,2

Потери: 88,2-64=24,2л

$$\eta = \frac{64 * 100}{88,2} = 72,56\% \quad K_p = \frac{88,2}{64} = 1,37$$

$$\varepsilon = \frac{24,2 * 100}{88,2} = 27,44\%$$

Ответ: корневищ и корней валерианы 20 кг, спирта этилового 70% 126л;

η=72,56%; K_p=1,37; ε=27,44%

Задача

Рассчитать количество сырья и экстрагента для получения 150 л настойки красавки (K_n = 2 см³/г). Дать изложение технологического процесса методом перколяции. Количество экстрагента рассчитать исходя из 91,4% спирта этилового.

Решение.

1. Сырье – лист красавки, экстрагент – 40% спирт этиловый, соотношение фаз 1:10.

2. Расчет сырья: 150л:10=15кг

3. Расчет экстрагента: 150+(15*2) = 180л 40% спирта

4. Расчет массы 40 % спирта:

$$r_{40\% \text{ спирта}} = 0,9480$$

$$m_{40\% \text{ спирта}} = 0,9480 * 180 = 170,64 \text{ кг.}$$

5. Расчет массы 91,4% спирта:

$$X = \frac{170,64 * 33,33}{87,47} = 65,02 \text{ кг (91,4\% спирта)}$$

6. Расчет воды: $M = m_{40\% \text{ спирта}} - m_{91,4\% \text{ спирта}} = 170,64 - 65,02 = 105,62 \text{ кг}$

7. Расчет объема 91,4% спирта:

$$V_{91,4} = \frac{65,02}{0,8246} = 78,85 \text{ л}, \quad \rho_{91,4\% \text{ спирта}} = 0,8246;$$

8. Контракция: $V_{91,4\% \text{ спирта}} + V_{\text{воды}} - V_{40\% \text{ спирта}} =$
 $= 78,85 + 105,82 - 180 = 4,47 \text{ л}$

Ответ: 78,85 л 91,4% спирта и 105,85 л воды.

Технологический процесс:

1-й день. В перколятор загружают 15 кг сырья и заливают $30 + 30 = 60 \text{ л}$ экстрагента и оставляют на 24 часа для настаивания.

2-й день. Устанавливают скорость перколяции равную $1/24 - 1/48$ занимаемого рабочего объема перколятора и с той же скоростью добавляют чистый экстрагент. Перколируют до истощения сырья, затрачивая при этом рассчитанное количество экстрагента. Полученную настойку отстаивают при температуре не выше 10°C , не менее 2 суток, фильтруют, стандартизируют и расфасовывают.

Задача

Из 20 кг сырья листьев красавки с содержанием алкалоидов 0,36%, получили 200 л стандартной настойки, с содержанием алкалоидов 0,033%. Составить материальный баланс по действующим веществам. Дать изложение технологического процесса.

Решение.

Материальный баланс.

Израсходовано		Получено	
Наименование	Содержание алкалоидов, кг	Наименование	Содержание алкалоидов, кг
Листья красавки (содержание алкалоидов 0,36%) – 10кг	100 – 0,36	1. Настойка красавки (содержание алкалоидов 0,033%) – 200л 2. Потери	100 — 0,033
	20 – x		200 – x
	x=0,072		x=0,066
ИТОГО	0,072	ИТОГО	0,072

Потери: $0,072 - 0,066 = 0,006 \text{ кг}$

$$\eta = \frac{0,066 * 100}{0,072} = 91,67\% \quad K_p = \frac{0,072}{0,066} = 1,09$$

$$\varepsilon = \frac{0,006 * 100}{0,072} = 8,33\%$$

Ответ: h=91,67%; Kp=1,09; e=8,33%

Технологический процесс: В перколятор загружают 20 кг сырья, заливают 40% спиртом до зеркала и оставляют на сутки для настаивания. Через сутки устанавливают скорость перколяции, равную 1/24 – 1/48 рабочего объема перколятора, и с такой же скоростью подают в перколятор чистый экстрагент. Перколируют до истощения сырья, затрачивая при этом рассчитанное количество экстрагента. Полученную настойку отстаивают при температуре не выше 10°C, не менее 2 суток, фильтруют, стандартизируют и расфасовывают.

Задача

Приготовить 200 л настойки пустырника методом мацерации, Kп=1,8 см³/г. Составить материальный баланс по абсолютному спирту при условии, что выход настойки составил 95%. Содержание спирта в настойке равно 65%.

Решение.

1. Сырье – трава пустырника,

соотношение фаз 1:5, экстрагент – 70% этиловый спирт

2. Расчет количества сырья:

настойки пустырника готовится в соотношении 1:5

$$200:5=40 \text{ кг}$$

3. Расчет экстрагента:

$$200+(40*1,8)=272 \text{ л } 70\% \text{ спирта}$$

4. Выход настойки составил 95%

$$200 \text{ л} — 100\%$$

$$X \text{ л} — 95\% \quad X=190 \text{ л}$$

Материальный баланс.

Израсходовано		Получено	
Наименование	Содержание абсолютного спирта, л	Наименование	Содержание абсолютного спирта, л
Спирт этиловый 70% — 272 л	$X = \frac{272 * 70}{100} = 190,4 \text{ л}$	1. Настойка пустырника (содержание спирта 65%) – 190л 2. Потери	$X = \frac{190 * 65}{100} = 123,5 \text{ л}$ 66,9
ИТОГО	190,4 л	ИТОГО	190,4л

Потери: 190,4-123,5=66,9

$$\eta = \frac{123,5 * 100}{190,4} = 64,86\% \quad ; \quad K_p = \frac{190,4}{123,5} = 1,54$$

$$\varepsilon = \frac{66,9 * 100}{190,4} = 35,14\%$$

Ответ: h=64,86%; Kp=1,54; e=35,14%

Задача

Приготовить 150 л настойки валерианы методом перколяции, Kп=1,2см³/г. Составить материальный баланс по абсолютному спирту, если выход настойки составил 98%. В настойке содержится 66% спирта.

Решение.

1. Настойка валерианы готовится в соотношении 1:5, следовательно необходимо взять:

сырья :

$$150:5=30 \text{ кг,}$$

экстрагента (70% спирта):

$$150+(30*1,2)=186\text{л}$$

2. Выход настойки составил 98%, поэтому настойки получили:

$$\frac{150 * 98\%}{100\%} = 147\text{л}$$

Материальный баланс.

Израсходовано		Получено	
Наименование	Содержание абсолютного спирта, л	Наименование	Содержание абсолютного спирта, л
Спирт этиловый 70% — 186 л	$X = \frac{180 * 70}{100} = 130,2\text{л}$	1. Настойка красавки (содержание спирта 66%) – 147л 2. Потери	$X = \frac{147 * 66}{100} = 97,02\text{л}$ 33,18
ИТОГО	130,2 л	ИТОГО	130,2 л

Потери: 130,2-97=33,18

$$\eta = \frac{97,02 * 100}{130,2} = 74,52\% ; K_p = \frac{130,2}{97,02} = 1,34$$

$$\varepsilon = \frac{33,18 * 100}{130,2} = 25,48\%$$

Ответ: h=74,52%; Kp=1,34; e=25,48%