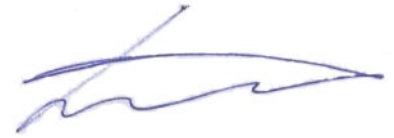


На правах рукописи



Диденко Александр Алексеевич

**Моделирование и анализ
энергопотребления различных способов
сублимационной сушки**

05.17.08 Процессы и аппараты химических технологий

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва – 2011

Работа выполнена в Российском химико-технологическом университете
им. Д.И. Менделеева

Научный руководитель	Доктор технических наук, профессор Меньшутина Наталья Васильевна
Официальные оппоненты	Доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «электротехники и электроники» Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева, Комиссаров Юрий Алексеевич Кандидат технических наук, доцент, кафедры «Машины и аппараты пищевых производств» Воронежский государственный университет инженерных технологий, Пойманов Владимир Викторович
Ведущая организация	Московский государственный университет инженерной экологии (г. Москва)

Защита диссертации состоится «28» декабря 2011г. в 13:00 часов
в Конференц-зале на заседании диссертационного совета Д 212.204.03
в РХТУ им. Д.И. Менделеева по адресу: 125047, г. Москва, Миусская пл., д. 9.

С диссертацией можно ознакомиться в Информационно-библиотечном центре
РХТУ им. Д.И. Менделеева.

Автореферат диссертации разослан « » ноября 2011 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета
Д 212.204.03



(Женса А.В.)

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Сублимационная сушка широко применяется в химической, фармацевтической и пищевой промышленности. Сублимационную сушку (сушку вымораживанием) используют в производствах капрона, лавсана и полиэтилена. Сублимационная сушка незаменима при получении антибиотиков, пищевых продуктов, медицинских препаратов (плазма крови, кровезаменители и т.п.). Технология сублимационного обезвоживания, позволяет сохранить ценные компоненты и полезные свойства термочувствительных продуктов.

В настоящее время на производстве используют вакуумную сублимационную сушку (ВСС), она достаточно проста в использовании, имеет хорошие показатели по выпуску готовой продукции. Однако это энергозатратный процесс. В ряде случаев после получения лиофилизата в ВСС его необходимо измельчить, что приводит к дополнительным энергозатратам, а также к разрушению структуры материала, а в случае получения взрывчатых веществ процесс измельчения крайне опасен.

Применение атмосферной сублимационной сушки (АСС) с использованием распыления и псевдооживления позволит решить ряд проблем, связанных с формой, размером частиц и структурой получаемого продукта. Отпадет необходимость в использовании дополнительного оборудования для измельчения и гомогенизации. В случае использования АСС и активного гидродинамического режима, возможно значительно улучшить тепло- и массообмен и интенсифицировать процесс в целом. В связи с этим, актуальной задачей является сравнение двух способов сублимационной сушки (атмосферной в активной гидродинамике и вакуумной полочной), с точки зрения энергосбережения.

Работа выполнялась в соответствии с заданием Министерства образования и науки РФ в рамках ФЦНТП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2012 годы»: ГК № 02.513.11.3359 «Индустриализация технологий получения наночастиц и наноструктурированных материалов».

Цель работы заключается в моделировании и анализе энергопотребления различных способов сублимационной сушки: авторской разработки – атмосферной сублимационной сушки в активной гидродинамике и традиционной вакуумной сублимационной сушки.

Для достижения указанной цели были поставлены следующие научно-технические задачи:

- конструирование лабораторной установки для проведения процесса атмосферной сублимационной сушки;
- проведение экспериментальных и аналитических исследований, включающих:
 - определение физико-химических свойств выбранных объектов исследования;
 - проведение экспериментальных исследований в атмосферной сублимационной установке с целью получения наноструктурированных сферических микрочастиц и

исследования влияния температурных режимов на скорость протекания процесса атмосферной сублимационной сушки;

– проведение экспериментальных исследований в вакуумной сублимационной установке и анализ влияния режимов теплоподвода на время процесса и качественные характеристики материала;

– комплексный анализ сухих материалов;

• разработка математического описания процессов атмосферной сублимационной сушки и вакуумной сублимационной сушки;

• разработка комплекса программ и проведение вычислительных экспериментов с целью выдачи рекомендаций для режимов ведения процессов атмосферной и вакуумной сублимационной сушки;

• подбор типового оборудования и разработка эскизной документации аппаратного комплекса атмосферной сублимационной сушки;

• анализ энергопотребления вакуумной сублимационной установки, разработанного аппаратного комплекса без рекуперации отходящего воздуха (изотермические и неизотермические условия) и разработанного аппаратного комплекса с рекуперацией отходящего воздуха (неизотермические условия).

Научная новизна. Разработана технология проведения процесса сублимационной сушки при атмосферном давлении в условиях активной гидродинамики с рекуперацией отходящего воздуха, позволяющая получать наноструктурированные микропорошки, характеризующиеся высокой пористостью и сферичностью.

Проведены исследования влияния температурных режимов на скорость протекания процесса атмосферной сублимационной сушки в активной гидродинамике. Рассмотрены варианты совмещения изотермического и неизотермического теплоподвода. Сделаны рекомендации по режимам теплоподвода.

Разработаны модели процессов атмосферной и вакуумной сублимационной сушки с использованием различных математических подходов (механика сплошных сред для описания псевдооживленного слоя, уравнения в частных производных для описания тепло- и массообмена в неподвижном слое, уравнения кинетики сушки), позволяющие вскрыть процессы и явления в каждой точке аппарата во времени, визуализировать их и провести анализ энергопотребления этих установок при различных вариантах теплоподвода.

Проведен анализ энергопотребления вакуумной сублимационной установки, разработанного аппаратного комплекса без рекуперации отходящего воздуха в изотермических и неизотермических условиях и разработанного аппаратного комплекса с рекуперацией отходящего воздуха в неизотермических условиях. Было установлено, что наиболее энергетически выгодным является организация процесса сублимации в разработанном аппаратном комплексе с рекуперацией отходящего воздуха и при неизотермическом теплоподводе.

Практическая значимость. Разработана и практически реализована конструкция лабораторной установки для проведения процесса атмосферной сублимационной сушки в активной гидродинамике.

Проведены серии экспериментов в атмосферной сублимационной сушке и вакуумной сублимационной сушке, направленные на выявление влияния температурных режимов на интенсивность тепло- и массопереноса и качественные характеристики полученных материалов. Проведен комплексный анализ высушенных порошков и подтверждены уникальные характеристики порошков, полученных в атмосферной сублимационной сушке (сферичность и узкое распределение частиц по размерам, высокая пористость, низкая плотность, сохранение химических или биологических свойств при сушке).

Разработан комплекс программ, позволяющий проводить вычислительные эксперименты и подбирать параметры ведения атмосферной и вакуумной сублимационной сушки, разработана визуализация процесса в атмосферной сублимационной установке, что позволяет обучать работе на оборудовании.

Осуществлен подбор типового оборудования для аппаратного комплекса атмосферной сублимационной сушки в активной гидродинамике и разработан проект эскизной документации, что позволяет в дальнейшем тиражировать данное оборудование.

Апробация. Основные результаты диссертационной работы были доложены на Международной конференции «CHISA-2006», Чешская республика – 2006 г.; «CHISA-2008», Чешская республика – 2008 г.; «Международной конференции молодых ученых по химии и химической технологии МКХТ-2007», Москва – 2009 г.; Международная конференция «WCSE-2009», Канада – 2009 г., Международной конференции «ESCAPE-2010» Италия – 2010 г., Международной конференции с элементами научной школы для молодежи, Россия – 2010 г.

Публикации. По теме диссертации опубликовано 12 печатных работ, из них 4 в журналах, рекомендованных ВАК.

Объем и структура работы. Диссертационная работа состоит из Введения, 4 глав, Заключения, Приложения 1, списка использованной литературы из 126 наименований. Общий объем работы составляет 181 страницу печатного текста, включая 15 таблиц и 63 рисунка.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во Введении отражена и обоснована актуальность поставленной задачи.

В первой главе рассматриваются теоретические основы процесса сублимационной сушки, при атмосферном давлении, а также в условиях вакуума. Проведен обзор способов реализации и аппаратного оформления процесса сублимационной сушки с их достоинствами и недостатками. Рассмотрены различные конструкции холодильных машин, описан ряд технических решений по созданию промышленного холода. Проведен литературный обзор математических моделей, описывающих тепло- и массообмен сублимационной сушки, гидродинамику процесса и кинетику.

В соответствии с целью работы и на основании результатов анализа литературных источников была поставлена задача исследования и намечена стратегия ее решения (рис. 1). Стратегия решения поставленной задачи основывалась на трех основных блоках: блок экспериментальных исследований, блок математического моделирования и блок анализа энергопотребления.

Во второй главе описан комплекс экспериментальных и аналитических исследований, который включал в себя: определение физико-химических свойств исследуемых веществ; экспериментальные исследования АСС в активной гидродинамике в изотермических и в неизотермических условиях; экспериментальные исследования влияния температурных режимов на время сушки в ВСС; комплексный анализ высушенных материалов.

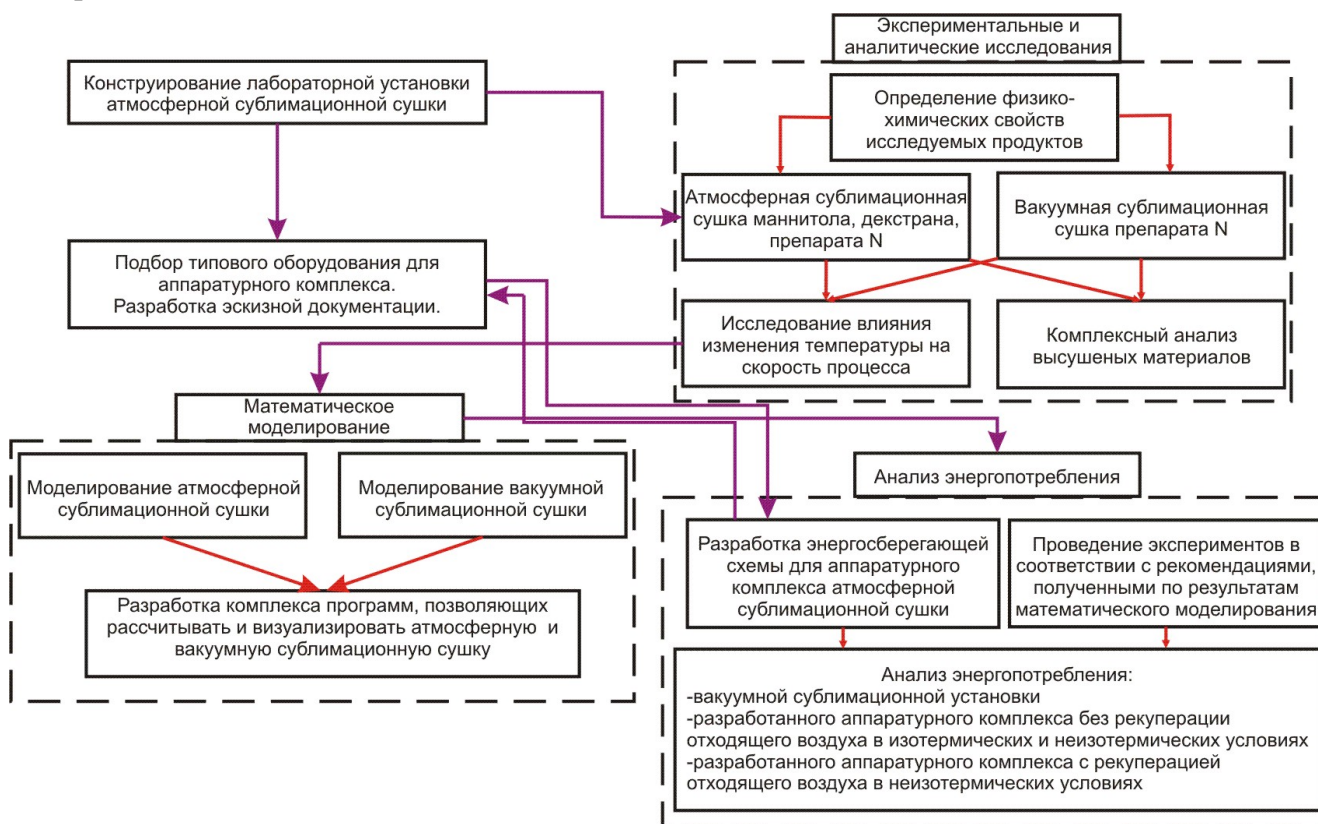


Рис. 1. Стратегия решения поставленной задачи

В качестве объектов сушки были использованы растворы декстрана, маннитола и раствор лекарственного препарата N на основе фосфолипидов. При исследовании физико-химических свойств определялись эвтектические температуры исследуемых растворов. Эти исследования проводились с целью установления необходимой температуры проведения процесса. Было установлено для декстрана $T_{эвт} = -18,2^{\circ}\text{C}$, для маннитола $T_{эвт} = -20,0^{\circ}\text{C}$ и для лекарственного препарата N $T_{эвт} = -23,0^{\circ}\text{C}$.

Исследования АСС проводились в сконструированной лабораторной установке (рис. 2). Процесс сублимационной сушки в разработанной установке проходит в периодическом режиме, состоящем из двух стадий: 1) замораживание; 2) атмосферная сублимационная сушка в псевдооживленном слое.

во второй главе диссертации). На графиках присутствуют линейная и нелинейная составляющие, характеризующие, соответственно, первый и второй периоды сушки. Анализ экспериментальных кривых позволил заключить, что при АСС декстрана, второй период наступает после 30 мин. сушки, а общее время составило 260 мин. Для маннитола второй период начался на 40 мин., а общее время составило 320 мин.; для препарата N на основе фосфолипидов второй период начался на 50 мин., а общее время составило 280 мин.

Для препарата N, содержащего фосфолипиды, были проведены исследования по неизотермической двухстадийной сушке. Неизотермическая сушка включает в себя изотермическую стадию и стадию увеличения температуры в ходе проведения процесса (см. табл. 1). Переход к неизотермической сушке позволил сократить время проведения процесса, следовательно, сократить затраты энергии. Также уменьшилось конечное влагосодержание материала.

Таблица 1.

Условия проведения экспериментов по неизотермической сушке

№ эксперимента	Первая стадия		Вторая стадия		Остаточное влагосодержание, %	Общее время сушки, мин.
	T, °C	t, мин.	T, °C	t, мин.		
1	-23	50	-3	Материал расплавился		
2			-5	140	1,5	190
3			-10	200	1,7	250
4			-15	250	1,5	300

После проведения неизотермической сушки для препарата N значение влагосодержания уменьшилось с 9% масс. до 1,5% масс., а время сократилось с 280 минут до 190 минут. Таким образом, было установлено, что проведение процесса в неизотермических условиях, с одной стороны, интенсифицирует процесс, сокращая время высушивания, а с другой стороны, несвоевременное повышение температуры может привести к расплавлению материала. В течение первого периода сушки температура сушильного агента (непрерывной фазы) должна быть постоянной и не должна превышать эвтектическую температуру; во втором периоде температура сушильного агента может быть увеличена таким образом, чтобы дисперсная фаза оставалась в области существования «твердого раствора» в соответствии с фазовой диаграммой (см. 2-ю главу диссертации).

Во второй части второй главы описаны эксперименты по ВСС, которые проходили на лабораторной установке Virtis AdVantage XL в лаборатории НИИ Биомедхимии РАМН. В ходе проведения исследований было определено, что на проведение процесса сильное влияние оказывает температурный режим сушки, время и скорость охлаждения и нагрева полок, а также время выдержки при определенной температуре.

Исследование ВСС заключалось в определении температурного режима, позволяющего минимизировать время процесса, а следовательно, энергопотребление, но при этом, не ухудшая требуемого качества материала. В ходе исследований подбирались время и скорость нагрева полок на каждой из стадий эксперимента (см. табл. 2): 1)

замораживание; 2) выход на режим сублимации; 3) изотермическая сублимационная сушка; 4) неизотермическая сушка; 5) изотермическая тепловая досушка.

Таблица 2

Условия проведения вакуумной сублимационной сушки

№	Этап	1	2	3	4	5	Общее время, ч
	Параметр						
1	Температура (°С)	от 20 до (-40)	от (-40) до (-23)	-----	от (-23) до 38	38	87
	Скорость (°С/ч)	6,7	1,4	-----	1,4	----	
	Время (ч)	13,3	-----	24,2	44,2	5,3	
2	Температура (°С)	от 20 до (-50)	от (-50) до (-28)	-28	от (-28) до 32	32	47,9
	Скорость (°С/ч)	15,6	10,5	-----	2,8	----	
	Время (ч)	4,5	2,1	9,8	21,8	9,7	
3	Температура (°С)	от 20 до (-65)	от (-65) до (-23)	-23	от (-23) до 35	35	33,8
	Скорость (°С/ч)	16,7	12,9	-----	4,5	----	
	Время (ч)	4,2	2,1	10	12,9	4,6	

Было установлено, что скорость сушки тем выше, чем температура проведения изотермической сублимационной стадии сушки ближе к температуре точки эвтектики для данного конкретного вещества. Отмечено, что на общее время сушки влияют время начала повышения температуры и скорости подъема.

После проведения экспериментов по сублимационной сушке в аппаратах АСС и ВСС, был проведен комплексный анализ высушенных материалов.

Сравнение качества высушенного материала в установках АСС и ВСС позволило сделать выводы о подобных свойствах (среднее значение площади внутренней поверхности для АСС – 120 м²/г; для ВСС – 90 м²/г; размер фосфолипидных мицелл после сушки практически не изменился, степень окисленности не изменилась), однако, на фотографиях (рис. 3) видно, что в установке АСС получены сферические частицы с диаметром 40-50 мкм, а в установке ВСС наблюдается аморфная структура с порами от 20 микрометров.

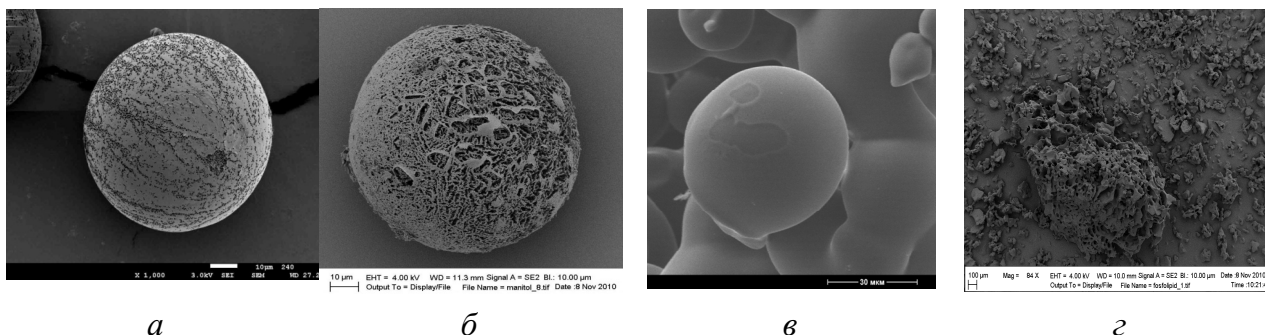


Рис.3. Фотографии образцов, полученных методом электронной микроскопии: а – декстран, б – маннитол, в – препарат N на основе фосфолипидов после АСС, г – препарат N на основе фосфолипидов после ВСС

Комплексный анализ свойств частиц, полученных при различных температурных режимах в АСС, подтвердил уникальность полученных частиц: их сферичность, узкое

распределение частиц по размерам; средний диаметр частиц разных веществ в зависимости от условий диспергирования ультразвуковой форсункой лежал в диапазоне от 30 до 100 мкм и не менялся во время сушки; средний размер пор в зависимости от вещества, концентрации раствора и скорости заморозки составлял от 2 нм до 50 нм; уникально высокую площадь внутренней поверхности от 100 м²/г до 180 м²/г.

Экспериментальные исследования позволили выявить влияние параметров процесса на качество материала, длительность процесса, подобрать устойчивые режимы работы аппаратов.

Третья глава посвящена математическому моделированию атмосферной сублимационной сушки в аппарате с активной гидродинамикой и вакуумной сублимационной сушки.

Математическое описание процесса атмосферной сублимационной сушки в активном гидродинамическом режиме базируется на положениях механики сплошных сред и представляет собой систему балансовых уравнений, включающих уравнения сохранения массы, импульса и энергии, записанные для непрерывной и дисперсной фаз.

Математическое описание разработано с учетом следующих допущений: 1) дисперсная фаза – монодисперсная, частицы имеют сферическую форму; 2) в процессе сушки отсутствуют такие явления как агломерация, усадка, истирание и разрушение частиц дисперсной фазы; 3) при столкновении частиц со стенками аппарата отсутствуют явления адгезии (отскок частиц); 4) при малых временных диапазонах – процесс квазистационарный; 5) отсутствуют потери тепла в окружающую среду через стенки аппарата (наличие рубашки); 6) отсутствует унос дисперсной фазы за пределы аппарата (наличие фильтров на выходе из камеры); 7) сплошная фаза проходит через камеру по направлению снизу вверх; 8) кинетика сушки частиц дисперсной фазы включает два периода: периоды постоянной и падающей скорости сушки.

Система уравнений математической модели:

Уравнения сохранения массы:

$$\frac{\partial}{\partial t}(\alpha_q \rho_q) + \nabla \cdot (\alpha_q \rho_q \vec{v}_q) = \sum_{p=1}^n m_{pq} \quad (1)$$

$$\frac{\partial}{\partial t}(\alpha_p \rho_p) + \nabla \cdot (\alpha_p \rho_p \vec{v}_p) = - \sum_{p=1}^n m_{pq} \quad (2)$$

Уравнения сохранения импульса:

$$\frac{\partial}{\partial t}(\alpha_q \rho_q \vec{v}_q) + \nabla \cdot (\alpha_q \rho_q \vec{v}_q \vec{v}_q) = -\alpha_q \text{grad} p + \nabla \cdot \vec{\tau}_q + \alpha_q \rho_q \vec{g} + \sum_{p=1}^n (\vec{R}_{pq} + m_{pq} \vec{v}_{pq}) \quad (3)$$

$$\frac{\partial}{\partial t}(\alpha_p \rho_p \vec{v}_p) + \nabla \cdot (\alpha_p \rho_p \vec{v}_p \vec{v}_p) = \nabla \cdot \vec{\tau}_p + \alpha_p \rho_p \vec{g} - \sum_{p=1}^n (\vec{R}_{pq} + m_{pq} \vec{v}_{pq}) \quad (4)$$

Уравнения сохранения энергии для дисперсной и газовой фаз:

$$\frac{\partial}{\partial t}(\alpha_q \rho_q h_q) + \nabla * (\alpha_q \rho_q \vec{v} h_q) = -\alpha_q \frac{\partial p}{\partial t} - \nabla \vec{q}_q - Q_{pq} - Q_{pl} \quad (5)$$

$$\frac{\partial}{\partial t}(\alpha_p \rho_p h_p) + \nabla * (\alpha_p \rho_p \vec{v} h_p) = -\alpha_p \frac{\partial p}{\partial t} - \nabla \vec{q}_p + Q_{pq} \quad (6)$$

где q, p – сплошная и дисперсная фаза; α_p, α_q – объемные доли фазы; ρ_p, ρ_q – истинные плотности фаз, кг/м³; v_q, v_p – скорости фаз, м/с; t_{pq} – массовый поток из фазы p в фазу q , кг/с; p – давление, Па; τ_q – тензор напряженности; g – ускорение свободного падения, м/с²; R_{pq} – сила взаимодействия между фазами, Н; ρ – плотность кг/м³; k – кинетическая энергия турбулентности, Дж; v – общая скорость, м/с; μ – динамическая вязкость, Па*с; ε – скорость диссипации кинетической энергии турбулентности Дж/с; G_k – производство кинетической энергии турбулентности, вызванное градиентом скорости, (Дж*кг)/(м³*с); σ_k и σ_ε – числа Прандтля для k и ε , соответственно; $C_{1\varepsilon}, C_{2\varepsilon}$ и $C_{3\varepsilon}$ – константы; h – удельная энтальпия; q – тепловой поток; Q_{pq} – интенсивность теплообмена между дисперсной и сплошной фазами.

Уравнения кинетики

$$-\frac{dW}{dt} = \beta_m (W_{равн} - W_\varepsilon) \quad (1\text{-й период}) \quad (7)$$

$$\frac{1}{D} \cdot \frac{\partial W}{\partial t} = \frac{\partial^2 W}{\partial k^2} + \frac{2}{k} \cdot \frac{\partial W}{\partial k} \quad (2\text{-й период}) \quad (8)$$

где W – влагосодержание материала, кг/кг; $W_{равн}$ – равновесное влагосодержание материала, кг/кг; W_ε – влагосодержание сушильного агента, кг/кг; t – время, с; β_m – коэффициент массоотдачи кг/м²ч; Nu – критерий Нуссельта, м/с; D – коэффициент молекулярной диффузии, м²/с; δ – диффузионный; k – расстояние от центра частицы, м.

Для описания массообмена первого и второго периода сушки использовались, соответственно, линейное уравнение массопередачи и уравнение молекулярной диффузии (2-й закон Фика), записанное в сферических координатах. Система уравнений была дополнена начальными и граничными условиями, для численного решения использовалась неявная разностная схема, которая решается методом прогонки.

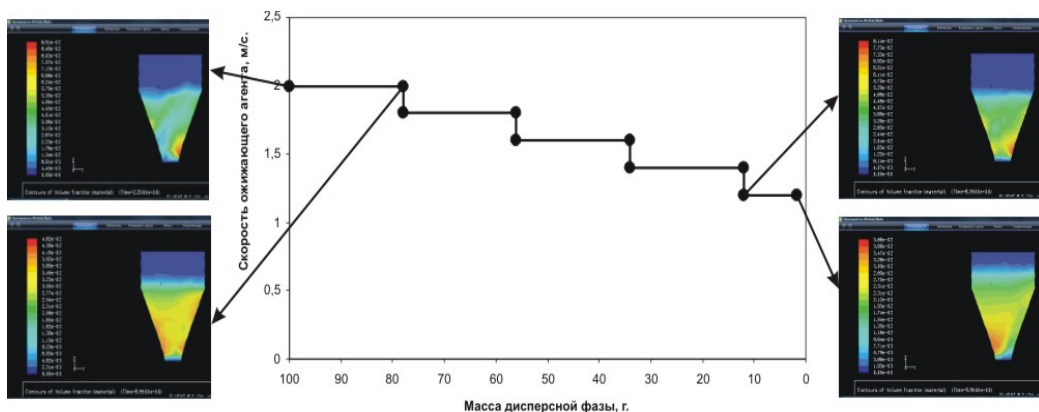


Рис. 4. Кривая изменения скорости оживающего агента и изображение распределения дисперсной фазы

В ходе моделирования был произведен расчет скорости оживающего агента. Это позволяет определить параметры устойчивого псевдооживления. В процессе сушки масса дисперсной фазы (материала) меняется почти в 10 раз, что связано с низкой концентрацией

высушиваемого вещества в диспергируемом растворе. На рис. 4 приведена кривая скорости оживающего агента в зависимости от массы высушиваемого материала и изображения распределения дисперсной фазы в процессе атмосферной сублимационной сушки в псевдооживленном слое в дискретные моменты времени при варьировании скорости воздушного потока оживающего агента.

Для определения влияния температурных режимов на интенсивность массопереноса в ходе процесса атмосферной сублимационной сушки с активной гидродинамикой было рассмотрено несколько вариантов ступенчатого варьирования температуры оживающего агента на входе в сушильную камеру.

На рис. 5 (акцентировано внимание на периоде падающей скорости сушки) изображены зависимости изменения влагосодержания лекарственного препарата N на основе фосфолипидов от времени процесса.

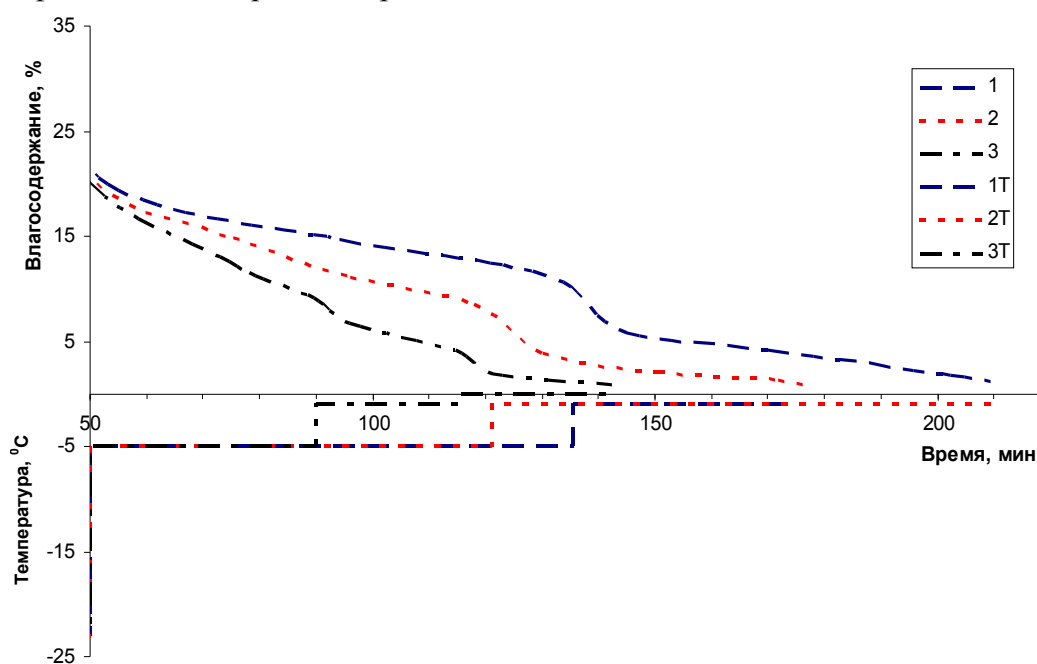


Рис. 5. Изменение влагосодержания препарата N от времени

В качестве примера воздействия температурного режима рассмотрены три варианта:

- 1) двухступенчатое изменение температуры $T_{нач}=-23$, $T_1=-5$, $T_2=-1$, время перехода, $t_1=50$ мин., $t_2=130$ мин.,
- 2) двухступенчатое изменение температуры $T_{нач}=-23$, $T_1=-5$, $T_2=-1$, время перехода, $t_1=50$ мин., $t_2=145$ мин.,
- 3) трехступенчатое изменение температуры $T_{нач}=-23$, $T_1=-5$, $T_2=-1$, $T_3=0$, время перехода, $t_1=50$ мин., $t_2=90$ мин., $t_3=115$ мин.

Моделирование процесса неизотермической сушки показало, что увеличение температуры во втором периоде сушки ускоряет процесс, что подтверждается и экспериментальными данными. В ходе моделирования было рассмотрено мультиступенчатое увеличение температуры в ходе процесса сублимационной сушки лекарственного препарата N на основе фосфолипидов. Результаты расчетов показали заметное увеличение скорости сушки при повышении температуры оживающего агента. В третьем случае сушка составила 140 мин.

Во второй части третьей главы описана модель вакуумной сублимационной сушки. При разработке математической модели были приняты следующие допущения: 1) все потоки тепла и массы в системе имеют одно измерение и направлены перпендикулярно к поверхностям; 2) сушка вымораживанием протекает под воздействием теплового излучения от полки сверху и кондуктивного теплоподвода от полки снизу; 3) во время сушки замороженный материал условно можно разделить на 2 части: верхняя часть – слой высушенного материала (R), нижняя часть – слой замороженного материала (C); 4) граница между слоями в процессе сушки движется сверху вниз; 5) влагосодержание замороженного материала принимается равным начальному, влагосодержание высушенного материала – равновесному; 6) высушенные и замороженные участки рассматриваются как гомогенные, с точки зрения постоянства теплопроводности, плотности и удельной теплоёмкости, описываемых при помощи равновесных значений.

Модель состоит из балансовых уравнений для областей (C) и (R) (рис. 6) и соответствующих граничных и начальных условий. Соответственно, дифференциальные уравнения и их граничные условия могут быть записаны в виде:

для слоя C (замороженный слой)

Уравнение теплопроводности для замороженного материала:

$$\lambda_{ef} \frac{\partial^2 T_C}{\partial x^2} = \frac{\partial T_C}{\partial t}, \text{ где } 0 \leq x < X(t), t > 0 \quad (9)$$

Уравнение изменения температуры тонкого слоя на границе с сухим слоем за счет испарения:

$$\lambda_{ef} \frac{\partial T_C}{\partial t} = (W_i - W_{eq}) \rho \Delta H_s \frac{\partial X_C}{\partial t}, \text{ где } x = X_C(t), t > 0 \quad (10)$$

Уравнение изменения влагосодержания в замороженном слое:

$$\frac{dW_C}{dt} = \frac{\lambda_{ef} (T_S - T_0)}{L \rho \Delta H_s X_C} \quad (11)$$

для слоя R (высушенный слой)

Уравнение теплопроводности для высушенного материала:

$$\lambda_{ed} \frac{\partial^2 T_R}{\partial x^2} = \frac{\partial T_R}{\partial t}, \text{ где } X_C(t) \leq x \leq L, t > 0 \quad (12)$$

Уравнение изменения температуры тонкого слоя сухого материала на границе с замороженным слоем:

$$\lambda_{ed} \frac{\partial T_R}{\partial t} = -(W_i - W_{eq}) \rho \Delta H_s \frac{\partial X_R}{\partial t}, \text{ где } x = X_C, t > 0 \quad (13)$$

Уравнение изменения влагосодержания в высушенном слое:

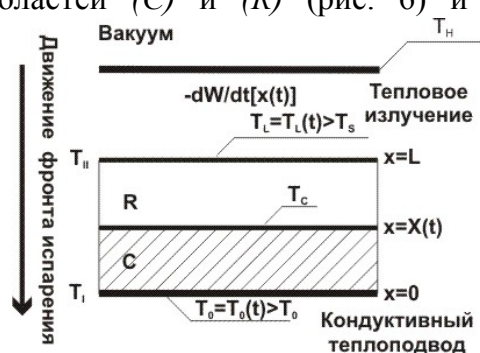


Рис.6 Схема процесса ВСС

$$\frac{dW_R}{dt} = \frac{\lambda_{ed}(T_S - T_L)}{L\rho \Delta H_S(L - X_R)}, \quad (14)$$

где, λ – коэффициент теплопроводности, Вт/м·К; L – толщина слоя материала, м; x – координата; t – время, мин.; W – среднее влагосодержание по исходному материалу, % масс.; ρ – насыпная плотность высушенного материала, кг/м³; ΔH_S – равновесная теплота сублимации, кДж/кг; X_C – положение границы между замороженным и высушенным слоями материала; T_R – температура в слое высушенного материала, °С; T_C – температура в слое замороженного материала, °С; T_O – температура полки, °С; T_S – равновесная температура сублимации, °С; T_H – температура излучающей поверхности, °С; T_L – температура поверхности материала, нагреваемой излучением, °С; X_R – положение границы между замороженным и высушенным слоями материала при наличии нагрева излучением; используемые в модели индексы: ef – замороженный слой; ed – высушенный слой; eq – равновесный слой; i – исходный (замороженный) слой.

На границе раздела фаз должно выполняться равенство температур $T_R=T_C$, а также равенство потоков тепла и влажности. Уравнения дополнены начальными и граничными условиями.

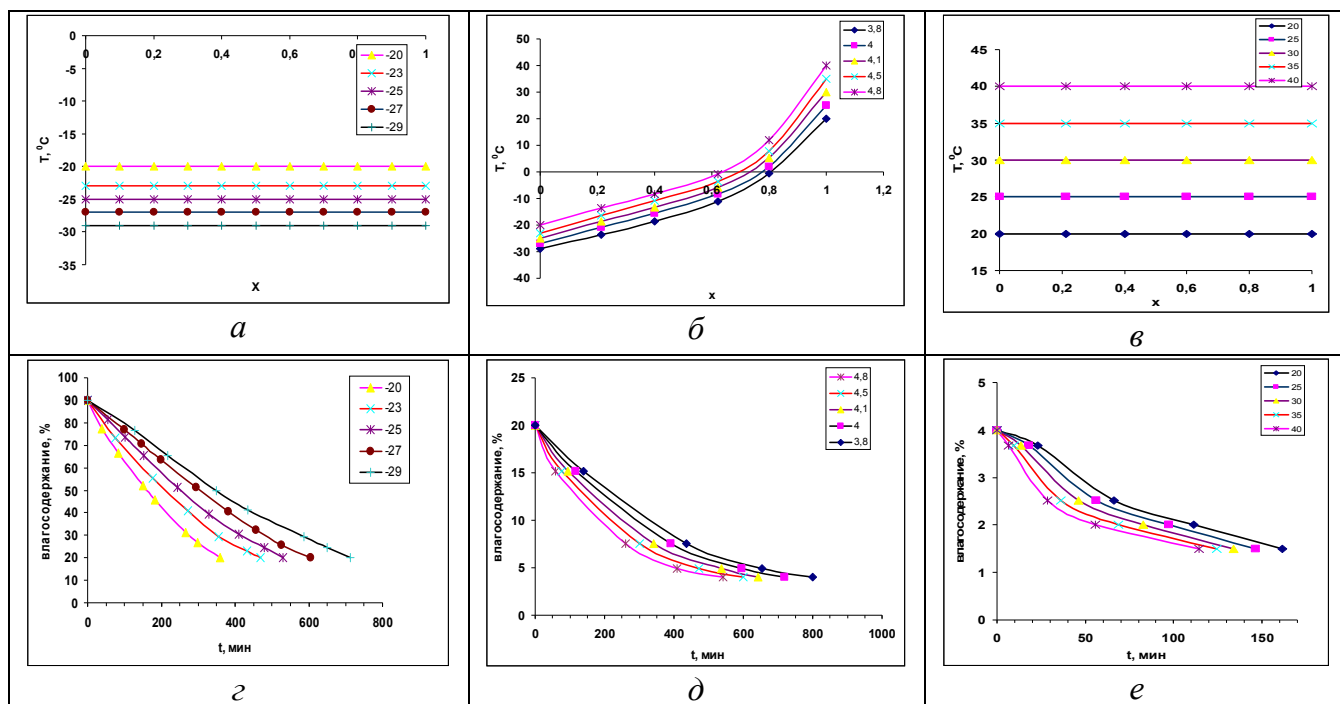


Рис. 7. Результаты расчета программного обеспечения для моделирования ВСС: а, в – температурные профили изотермических стадий, б – температурный профиль неизотермической стадии, г, д, е, соответствующие им зависимости влагосодержания от времени проведения процесса

В результате моделирования ВСС были рассчитаны температурные профили для трех участков сублимационной сушки и соответствующие им графики изменения влагосодержания во времени (рис. 7).

Графики сублимационной сушки показывают характер изменения температуры в процессе ВСС. На первой (рис. 7а) и третьей (рис. 7в) стадиях сушки температура не меняется, следовательно, во всем объеме высушиваемого вещества она остается неизменной.

На основе расчетов были определены параметры проведения процесса – его

температурный режим. Первая и вторая стадии процесса ВСС – заморозка и выход на режим сублимации – не рассматривались в математической модели, и скорость изменения температуры на них выставлялась максимально возможная для лабораторной установки. Третью стадию – сублимационную сушку – необходимо проводить в изотермических условиях при температуре -23°C и сушить 7,8 часа. На четвертой стадии неизотермичной сушки скорость подъема температуры должна составлять $4,2^{\circ}\text{C}/\text{ч}$ и длиться 10,5 часов. Пятую стадию – температурную изотермическую досушку необходимо проводить в изотермических условиях при температуре 22°C в течение 3,3 часа.

Проведя эксперимент ВСС по данным, полученным в ходе моделирования, удалось сократить время сушки с 33,8 часов, до 26,6 часов при сохранении качества материал.

В заключительном разделе третьей главы описан комплекс программ, состоящих из программы, предназначенной для расчета процесса ВСС, и виртуальной лабораторной программы для расчета атмосферной сублимационной сушки. Варьируя параметрами, пользователь наблюдает за результатами расчетов, определяя благоприятные условия ведения процесса вакуумной и атмосферной сублимационной сушки. Исследуя различные режимы процесса, можно повысить эффективность, уменьшив время сушки.

В четвертой главе осуществлен подбор типового оборудования для аппаратурного комплекса атмосферной сублимационной сушки в активной гидродинамике, и разработан комплект эскизной документации.

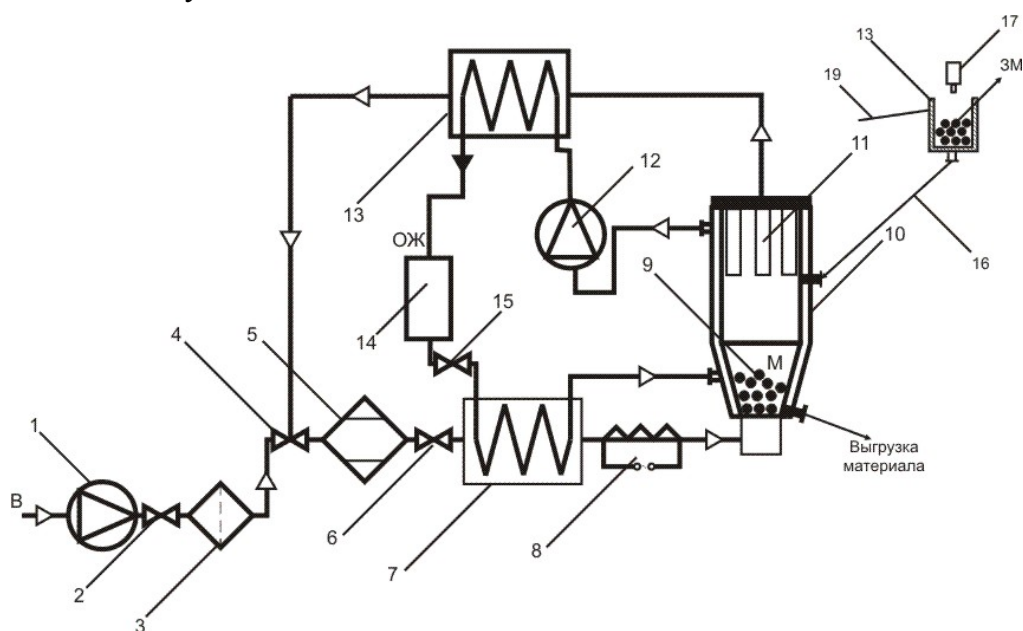


Рис. 8. Аппаратурный комплекс атмосферной сублимационной установки: 1 – компрессор; 2 – вентиль; 3 – воздушный фильтр; 4 – трехходовой клапан; 5 – осушитель воздуха; 6 – вентиль; 7 – испаритель хладагента холодильной установки; 8 – электрический подогреватель воздуха; 9 – сублимационная камера псевдоожигенного слоя; 10 – рубашка; 11 – патронные фильтры; 12 – компрессор холодильной установки; 13 – конденсатор холодильной установки; 14 – ресивер хладагента; 15 – дроссель; 16 – линия подачи замороженного материала; 17 – ультразвуковая форсунка; 18 – емкость для заморозки материала; 19 – линия подачи жидкого азота; В – воздух; ОЖ – ожженный газ; М – материал; ЗМ – замороженный материал

Во второй части четвертой главы проведен анализ энергопотребления различных способов организации сублимационной сушки: вакуумной сублимационной установки;

разработанного аппаратного комплекса без рекуперации отходящего воздуха в изотермических и неизотермических условиях; разработанного аппаратного комплекса с рекуперацией отходящего воздуха в неизотермических условиях.

Была предложена схема рекуперации отработанного холодного воздуха, которая позволила сократить энергетические затраты на охлаждение оживающего агента, а также снизить затраты на воздух (рис. 8). Система рекуперации заключается в том, что воздух, прошедший через патронные фильтры на выходе из сушильной камеры, идет на охлаждение конденсатора холодильной установки (13), далее воздух через трехходовой клапан (4) попадает снова в осушитель и цикл повторяется. Избыточный воздух выбрасывается из осушителя в процессе его регенерации. Данная организация системы позволит экономить на воздушном охлаждении, а также на затратах нагнетающего компрессора. Рассчитано, что при использовании данной схемы можно сократить энергопотребление на 47,5 кДж/(кг высушенного материала), что составляет 11%.

Приведен анализ энергопотребления четырех способов организации сублимационной сушки (см. табл. 3). Изучив процессы атмосферной и вакуумной сублимационной сушки, можно увидеть, что с энергетической точки зрения процесс атмосферной сублимационной сушки представляется более выгодным в сравнении с сублимацией в вакууме при соблюдении определенных условий: обеспечении интенсивного тепло- и массообмена и рекуперации отходящего воздуха.

Таблица 3.

Сравнительный анализ энергопотребления

Способ сублимационной сушки	ВСС	АСС (изотермические условия)	АСС (неизотермические условия)	АСС (неизотермические условия и система рекуперации)
Удельные затраты на кг материала, кДж/кг	844,66	634,67	430,67	383,17
Удельные затраты на кг испаренной влаги, кДж/кг	939,89	713,02	479,33	426,46

Таким образом, наиболее энергетически выгодным является организация процесса сублимации в разработанном аппаратном комплексе с рекуперацией отходящего воздуха и при неизотермическом теплоподводе.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ВЫВОДЫ

1. Разработана и практически реализована конструкция лабораторной установки для проведения процесса атмосферной сублимационной сушки в активной гидродинамике.

2. На лабораторной установке собственной конструкции проведены экспериментальные исследования атмосферной сублимационной сушки по получению наноструктурированных сферических микрочастиц. Способ атмосферной сублимационной сушки в аппарате с активной гидродинамикой является инновационным и имеет следующие преимущества: интенсивный тепло- и массообмен, высокую скорость удаления влаги, малое время

процесса, отсутствие вакуума, возможность получения порошкообразных материалов с заданными размерами частиц (сохранение первоначальной структуры и активных веществ). Получен патент на полезную модель.

3. Проведены исследования влияния температурных режимов на скорость протекания процесса атмосферной сублимационной сушки в активной гидродинамике. Рассмотрены варианты совмещения изотермического и неизотермического теплоподвода. Определено, что проведение процесса в неизотермических условиях, с одной стороны, интенсифицирует процесс, сокращая время высушивания, а с другой стороны, несвоевременное повышение температуры может привести к расплавлению материала. Сделаны рекомендации по режимам теплоподвода.

4. Проведены экспериментальные исследования по вакуумной сублимационной сушке препарата N, содержащего фосфолипиды. Исследовано влияние температурных режимов ведения процесса на интенсивность сушки. Основными параметрами, влияющими на скорость процесса, являются: температура заморозки и скорость ее достижения; температура на стадии изотермической сушки; скорость подъема температуры на стадии неизотермической сушки и температура тепловой досушки материала.

5. Проведен комплексный анализ высушенных порошков, включающий: определение остаточного влагосодержания, морфологию частиц и распределение частиц по размерам, оценку показателей качества препарата N, включающую в себя определение индекса окисленности и размера фосфолипидных мицелл в высушенном препарате N.

6. Разработаны модели вакуумной сублимационной сушки и атмосферной сублимационной сушки. Разработан комплекс программ, позволяющий проводить вычислительные эксперименты и выдавать рекомендации для режимов ведения процессов. Используя рекомендованные данные, удалось сократить время проведения процессов атмосферной и вакуумной сублимационной сушки.

7. Осуществлен подбор типового оборудования для аппаратурного комплекса атмосферной сублимационной сушки в активной гидродинамике, и разработан комплект эскизной документации.

8. Проведен анализ энергопотребления вакуумной сублимационной установки, разработанного аппаратурного комплекса без рекуперации отходящего воздуха в изотермических и неизотермических условиях и разработанного аппаратурного комплекса с рекуперацией отходящего воздуха в неизотермических условиях. Было установлено, что наиболее энергетически выгодным является организация процесса сублимации в разработанном аппаратурном комплексе с рекуперацией отходящего воздуха и при неизотермическом теплоподводе.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Диденко А.А., Троянkin А.Ю., Каталевич А.М., Меньшутина Н.В. Экспериментальные и аналитические исследования тонкодисперсных порошков,

полученных методом сублимационной сушки в условиях активной гидродинамики // Вестник МИТХТ. – 2011. Т. 6. № 1. С. 74-78.

2. Диденко А.А., Троянkin А.Ю., Катаевич А.М., Меньшутина Н.В. Сравнение двух способов сублимационной сушки // Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2011. Т. 54. Вып. 11. С. 122-125.

3. Диденко А.А., Ершова А.Н., Гордиенко М.Г., Меньшутина Н.В. Моделирование вакуумной сублимационной сушки // Программные продукты и системы. – 2011. №5 С. 182-185.

4. Диденко А.А., Мишина Ю.В., Меньшутина Н.В. Виртуальный лабораторный практикум по изучению гидродинамики псевдооживанного слоя // Информационные ресурсы России. – 2007. - №1. – С. 21-23.

5. Didenko A., Zerkaev A., Korneeva A., Menshutina N., Leuenberger H. Modeling of freeze drying in fluidized bed // CD-ROM Proceedings of 8th World Congress of Chemical Engineering (WCCE 2009). – Montreal, Canada. – 2009. – 3p.

6. Патент на полезную модель № 98672 Н.В. Меньшутина, А.И. Зеркаев, М.Г. Гордиенко, А.А. Диденко – дата приоритета 14.10.2008.

7. Катаевич А.М., Троянkin А.Ю., Диденко А.А., Зеркаев А.И., Леуенбергер Х. Атмосферная сублимационная сушка в фонтанирующем слое как процесс для получения фармацевтических микропорошков с заданной структурой // Инновации и инвестиции для модернизации и технологического перевооружения экономики России. Сб. материалов - ФГУ НИИ РИНКЦЭ, НП «Инноватика», 2010. - С. 232-234.

8. Makovskaya Y.V., Menshutina N.V., Gordienko M.G., Didenko A.A. Integrated System Approach To Modeling Of Optimal Quality Of Pharmaceutical Encapsulated Products // CD-ROM Proceedings of 20th European Symposium on Computer Aided Process Engineering – ESCAPE20 / S. Pierucci and G. Buzzi Ferraris (Editors), Elsevier B.V. - 2010. - 1509-1513 pp.

9. Диденко А.А. Катаевич А.М., Троянkin А.Ю., Зеркаев А.И., Леуенбергер Х. Тонкодисперсные фармацевтические порошки, полученные методом атмосферной сублимационной сушки в условиях активной гидродинамики // Инновационные материалы и технологии в химической и фармацевтической отраслях промышленности: Сборник докладов Международной конференции с элементами научной школы для молодежи /. - 2010. - С.102-104.

10. Didenko A. A., Matasov A., Mishina J. V. Virtual laboratory for the purpose of education in the field of chemical and pharmaceutical technology // CD-ROM of Full Texts of 17th International Congress of Chemical and Process Engineering, CHISA-2006, 27-31 August 2006, Prague, Czech Republic.

11. Didenko A.A., Puchkov M.N., Menshutina N.V., Leuenberger H. Innovation method in development of a virtual laboratory practicum // CD-ROM of Full Texts of 17th International Congress of Chemical and Process Engineering, CHISA-2008, 24-28 August 2008, Prague, Czech Republic.

12. Диденко А.А., Пучков М.Н., Леуенбергер Г., Меньшутина Н.В. инновационный метод создания виртуальных лабораторных практикумов // Международная конференция молодых ученых по химии и химической технологии «МКХТ 2006», РХТУ им. Д.И. Менделеева, Москва, 2007, XX.