

На правах рукописи



Задорожная Татьяна Анатольевна

**РАЗРАБОТКА БЕЗОПАСНОГО ПРОЦЕССА СУШКИ СУБСТАНЦИИ
ОКСАЦИЛЛИНА В АППАРАТЕ КИПЯЩЕГО СЛОЯ**

05.17.08 – Процессы и аппараты химических технологий

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Томск – 2016

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»

Научный руководитель: **Сечин Александр Иванович**
доктор технических наук, профессор

Официальные оппоненты: **Асламова Вера Сергеевна**
доктор технических наук, профессор,
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Иркутский государственный университет путей сообщения» (г. Иркутск), профессор кафедры «Техносферная безопасность»

Тимофеев Иван Егорович
кандидат технических наук, Березниковский филиал федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет (г. Березники Пермского края), доцент кафедры «Технологии и механизации производств»

Ведущая организация: Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» (г. Екатеринбург)

Защита диссертации состоится «27» декабря 2016 г. в 14:00 часов на заседании диссертационного совета Д 212.269.08 при ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» по адресу: 634050, г. Томск, пр. Ленина, 43, корпус 2, 117 ауд.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» и на сайте: <http://portal.tpu.ru/council/915/worklist>.

Автореферат разослан «___» _____ 201_ г.

Ученый секретарь диссертационного совета
Доцент, д.т.н.

 Ивашкина Е.Н.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Процесс сушки является одним из самых распространенных в промышленности процессов; важное место он занимает в производстве лекарственных препаратов химико-фармацевтической промышленности, причем объектами сушки могут быть разнообразные материалы на различных стадиях их переработки (сырье, полупродукты, готовые препараты). Их сушка, в силу специфических свойств, производится искусственным путем (в сушильных аппаратах) и является одной из значимых стадий производства, влияющих на свойства конечной продукции.

Вместо полочных атмосферных сушилок в химико-фармацевтической промышленности находят применение сушильные аппараты кипящего слоя, использование которых позволяет сократить количество обслуживающего персонала, уменьшить занимаемые площади, сократить время сушки. Широкое внедрение кипящего слоя обусловлено рядом его преимуществ. Кипящий слой характеризуется интенсивным перемешиванием частиц, в процессе которого происходит выравнивание поля температур, устраняется опасность значительного перегрева в слое материала, что обеспечивает сохранение всех биохимических свойств. Но при этом вопросы организации процесса сушки пожаровзрывоопасных фармацевтических продуктов и полупродуктов остаются весьма актуальными. Факторами возникновения и развития аварийной ситуации оказываются как особенности конструкций технологического оборудования, так и ошибочные действия обслуживающего персонала, близость значений технологических параметров к опасным уровням. В процессе сушки в технологических объемах сушильных установок образуются гетерогенные системы взрывоопасных концентраций (аэрозвеси горючих веществ в присутствии паровой фазы растворителя), происходит накопление зарядов статического электричества. Эти факты явились препятствием в использовании аппаратов с активными гидродинамическими режимами, в частности аппаратов кипящего слоя. Поэтому для надежной и устойчивой работы сушильных устройств, перерабатывающих фармацевтические продукты и полупродукты, которые классифицируются как взрывоопасные, в активных гидродинамических режимах, необходимо, использовать только инертные теплоносители (азот, углекислый газ), что влечет к удорожанию готовой продукции. Актуальность работы состоит в разработке безопасного способа сушки субстанции оксациллина в аппарате кипящего слоя с применением воздушного теплоносителя.

Степень разработанности диссертационной работы

В работе проанализированы сведения о современном состоянии сушильного оборудования с активными гидродинамическими режимами, в котором перерабатываются лекарственные субстанции. Одним из основных нормативных требований был запрет использования активных

гидродинамических режимов в процессе сушки лекарственных субстанций, категорируемых как взрывоопасные, в токе воздуха (Всесоюзный научно-исследовательский институт техники безопасности в химической промышленности ВНИИТБХП).

В ТПУ были определены показатели пожаровзрывоопасности веществ, такие как температура вспышки в открытом и закрытом тигле, температура воспламенения, концентрационные пределы воспламенения и другие, вошедшие в сборники отраслевой нормативно-технической документации, составляющей исходную базу для повышения безопасности ведения технологических процессов в химико-фармацевтической промышленности, в частности, процесса сушки.

Для повышения интенсивности и экономичности процесса сушки химико-фармацевтических субстанций вместо полочных сушилок предложено применение сушильных устройств, работающих в активных гидродинамических режимах. Вопросы обеспечения пожарной и взрывной безопасности данных сушильных установок являются неизученными. До настоящего времени не определены технологические параметры и условия, позволяющие проводить процесс сушки взрывоопасных лекарственных субстанций в аппарате кипящего слоя в токе воздуха.

Цель работы заключалась в разработке безопасного процесса сушки субстанции оксациллина в аппарате кипящего слоя на основе исследования пожаровзрывоопасных свойств гетерогенной системы.

Для достижения поставленной цели решались следующие **задачи**:

1. Изучение факторов, влияющих на начальную стадию развития аварийных ситуаций в технологическом оборудовании, к которым относятся концентрационные пределы распространения пламени, давление системы, присутствие паровой фазы флегматизатора.

2. Исследование области действия выявленных факторов с помощью установки и методики экспериментального определения критических условий распространения пламени в тройных паровоздушных системах, в интервале давлений 10–101,3 кПа в реакционном объеме.

3. Определение условий устойчивого функционирования технологического процесса сушки субстанции оксациллина в кипящем слое при иницирующем воздействии источника зажигания.

4. Разработка метода безопасного проведения процесса сушки оксациллина натриевой соли с использованием теплоносителя – воздуха, исключая пожары и взрывы в технологическом оборудовании.

5. Разработка рекомендаций для проведения безопасного процесса сушки субстанции оксациллина в аппарате кипящего слоя и внедрение их на действующем производстве.

Научная новизна:

1. Установлено, что при концентрации аэрозвеси оксациллина выше 111741 г/м^3 прекращается способность распространения пламени в гетерогенной системе горючее вещество-окислитель. Данное свойство предложено определить, как критерий безопасности μ_6 для системы горючее вещество-окислитель, показывающий соотношение горючего вещества к окислителю и использовать как основу при разработке технологических параметров процесса сушки в аппарате кипящего слоя, учитывающего, что перерабатываемый продукт является пожаро- и взрывоопасным.

2. Установлено, что при расчете технологических параметров сушилки кипящего слоя и выборе режима сушки оксациллина необходимо руководствоваться алгоритмом нахождения критерия μ_6 . Установлено, что если расчетная величина μ_6 для некоторого диаметра частиц располагается в левой области от полученной графической зависимости критерия безопасности, то гетерогенная система не способна к распространению пламени, а значит и развитию аварийной ситуации. Если же расчетная величина μ_6 располагается справа от зависимости, то гетерогенная система способна к распространению пламени, а значит и развитию аварийной ситуации.

3. Установлено, что высота расположения фильтра безопасности в аппарате кипящего слоя описывается уравнением вида $h = a - b \cdot t$ с коэффициентами a и b , и зависит от температуры сушки и высоты насыпного слоя субстанции оксациллина, что характеризует устойчивость гетерогенной системы к инициирующему воздействию источника зажигания. Данное уравнение может быть использовано при расчете сушилок кипящего слоя при сушке взрывоопасных продуктов от растворителей.

Теоретическая значимость работы заключается в развитии представлений о процессе сушки взрывоопасных химико-фармацевтических субстанций в сушилках кипящего слоя в токе воздушного теплоносителя, на основе исследования критических условий горения гомогенных и гетерогенных систем. Предложена методология организации технологического процесса сушки в соотношении концентраций горючее-окислитель в сушильной камере, не поддерживающих процесс распространения пламени.

Практическая значимость:

1. Разработан метод безопасного проведения процесса сушки субстанции оксациллина, исключающий возникновение пожара и взрыва в технологическом оборудовании и позволяющий осуществить процесс сушки веществ и материалов, классифицирующихся как взрывоопасные продукты, в условиях рабочих концентраций выше верхнего предела распространения воспламенения.

2. Предложен способ сушки субстанции оксациллина с помощью сушилки кипящего слоя в токе воздушного теплоносителя, которая заменила полочную сушилку и позволила сократить время процесса сушки 70 кг субстанции с 20 часов до 1 часа.

3. Предложены метод расчета расположения фильтра безопасности для сушилок кипящего слоя при сушке взрывоопасных продуктов от растворителей в токе воздуха, а так же критерий безопасности μ_6 , характеризующий устойчивость функционирования технологического оборудования, в котором перерабатываются аэродисперсные системы.

Методология и методы диссертационного исследования. Методологической основой диссертационного исследования являлся комплексный подход к анализу современных проблем в области обеспечения устойчивого функционирования процесса сушки взрывоопасных химико-фармацевтических субстанций в сушилках кипящего слоя в токе воздушного теплоносителя с использованием эффективных методов исследования.

Методы исследования. Исследования выполнены с помощью комплекса физико-химических методов, включающих определение характеристик ряда органических соединений как объектов исследования с точки зрения пожаро- и взрывоопасности по методикам ВНИИПО, структурно-механических характеристик химико-фармацевтических субстанций (микроскопический и ситовой методы анализа и другие), изучения кинетических особенностей процесса сушки. Определение технологических параметров ведения процесса сушки в кипящем слое на основе исследования критических условий горения гомогенных и гетерогенных систем проводили с помощью экспериментальной установки для изучения безопасности процесса сушки дисперсных материалов. Обработка экспериментальных данных осуществлялась с помощью методов математической статистики.

Реализация результатов исследования:

1. Основные научные положения и выводы используются в учебном процессе при чтении дисциплин «пожаровзрывозащита», «теория горения и взрыва» для студентов и магистрантов, обучающихся по специальности «техносферная безопасность».

2. Эффект от разработки и внедрения рекомендаций в технологический регламент производства оксациллина на стадии сушки в активном гидродинамическом режиме на ОАО «Органика» г. Новокузнецка состоит в увеличении дохода предприятия на 570 тыс. рублей в год.

Положения, выносимые на защиту:

1. положение о критических условиях распространения пламени в кипящем слое субстанции оксациллина и в тройных паровоздушных системах (концентрация, давление, температура, наличие примесей).

2. положение о зависимости высоты расположения фильтра безопасности в сушильных устройствах кипящего слоя от высоты насыпного слоя, температуры сушильного агента и воздействия источника зажигания.

Личный вклад состоит в построении структурно-методологической схемы исследования, постановке цели и задач исследования, участии в проведении экспериментов, обработке экспериментальных данных, в

обобщении результатов и формулировании выводов диссертационной работы, в подготовке и передаче полученных результатов ОАО «Органика».

Достоверность полученных результатов, представленных в диссертационной работе, подтверждается использованием широкого комплекса современных физико-химических методов исследований с применением аттестованных приборов и апробированных методик измерения, обсуждением основных положений работы на научных конференциях и их публикациях в соответствующих журналах, а также, в подготовке и передаче полученных результатов на действующее производство ОАО «Органика».

Апробация работы. Основные положения диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях:

Международной научной конференции «Химия, химическая технология и биотехнология на рубеже тысячелетий»/г. Томск, 2006; Двенадцатой Всероссийской научно-технической конференции «Энергетика: экология, надёжность, безопасность»/г. Томск, 2006 г.; Тринадцатой Всероссийской научно-технической конференции «Энергетика: экология, надёжность, безопасность»/г. Томск, 2007 г.; Одиннадцатом Международном научном симпозиуме студентов, аспирантов и молодых ученых им. академика М.А. Усова/г. Томск, 2007 г.; Шестой Всероссийской научно-практической конференции с международным участием «Инновационные технологии и экономика в машиностроении»/г. Юрга, 2008 г.; Четырнадцатой Всероссийской научно-технической конференции «Энергетика: экология, надёжность, безопасность»/г. Томск, 2008 г.; Пятнадцатой Всероссийской научно-технической конференции «Энергетика: экология, надёжность, безопасность»/г. Томск, 2009 г.; Шестнадцатой Всероссийской научно-технической конференции «Энергетика: экология, надёжность, безопасность»/г. Томск, 2010 г.; Восемнадцатой научно-технической конференции «Энергетика: эффективность, надёжность, безопасность»/г. Томск, 2012 г.; Двадцатой научно-технической конференции «Энергетика: эффективность, надёжность, безопасность»/г. Томск, 2014 г.; Двадцать первой научно-технической конференции «Энергетика: эффективность, надёжность, безопасность»/г. Томск, 2015 г.

Публикации. По материалам диссертационной работы опубликовано 17 печатных работ, в том числе 6 статей в изданиях, входящих в перечень ВАК.

Объем работы. Диссертация изложена на 152 страницах машинописного текста, состоит из введения, четырех глав, заключения, выводов, списка литературы, включающего 111 наименований. Содержит 10 таблиц и 23 рисунка, 6 приложений.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы исследования, сформулирована цель работы и определены задачи исследования, показана научная новизна и практическая значимость работы.

В первой главе представлен обзор литературы, отражающий современное состояние вопроса в области обеспечения пожарной и взрывной безопасности процесса сушки лекарственных препаратов. Представлена классификация дисперсных материалов как объектов сушки в химико-фармацевтической промышленности. Рассмотрены сушильные аппараты с активными гидродинамическими режимами взвешенного слоя на предмет соответствия высушиваемому материалу – оксациллина натриевой соли, рассмотрены их преимущества и недостатки с точки зрения пожарной и взрывной безопасности проводимого процесса. На основании анализа литературных данных, определены цель и задачи диссертационной работы.

Во второй главе приведены методики исследования скорости процесса сушки, определения структурно-механических характеристик, необходимые для правильного выбора аппарата и режима сушки оксациллина натриевой соли.

Рассмотрены характеристики ряда органических растворителей, которые чаще всего применяются в химико-фармацевтической промышленности для выделения и очистки полупродуктов и продуктов, с точки зрения пожаро- и взрывоопасности.

В результате анализа литературных данных была разработана методика и установка экспериментального определения концентрационных пределов распространения пламени в паровоздушных средах, позволяющая проводить данные исследования, как при нормальных условиях, так и при пониженных давлениях в реакционном сосуде, то есть при условиях моделирования технологической среды. Схема установки включает в себя следующие элементы (рис.1):

1. Реакционный сосуд (1) представляет собой цилиндр, внутренний диаметр которого 80 мм, высота 530 мм, а толщина стенок 8 мм. Сверху он закрывается фланцем, на котором установлены вакуумметр (5) и осевой вентилятор (4) для перемешивания реакционной массы и создания однородного поля температур. Реакционный сосуд имеет смотровое окно (2) для визуального наблюдения за распространением пламени.

2. Блок формирования бинарной паровоздушной смеси состоит из соединительных трубопроводов (9,10), один из которых соединен с вакуум-насосом (11), а два других с двумя испарителями (12). Также блок включает в себя воздухопровод (13), связанный с объемом термощкафа.

3. Блок формирования зажигающего импульса состоит из электродов (7), установленных горизонтально снизу реакционного сосуда, соединенных с высоковольтным источником постоянного тока (8).

В эксперименте за воспламенение смеси принимают такой результат, в котором фронт пламени распространяется до боковых стенок и верхнего фланца реакционного сосуда.

Данная методика исследований позволяет изучить критические условия распространения пламени (нижний и верхний концентрационные пределы воспламенения) по модельным паровоздушным смесям, учитывая которые можно снизить риск аварийных ситуаций на конкретном производстве.

С помощью экспериментальной установки (рис. 2), которая представляет собой сушилку кипящего слоя, исследовался процесс сушки следующих порошкообразных веществ (сахароза, глюкоза, крахмал, оксациллина натрияевая соль) в условиях моделирования аварийной ситуации.

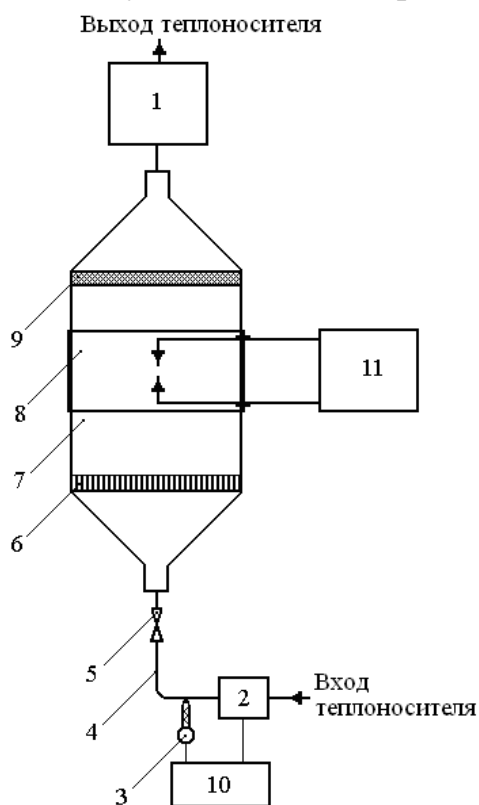


Рисунок 2 – Схема экспериментальной установки – сушилки кипящего слоя, работающей под разрежением
1 – ротационная установка; 2 – электрический нагреватель; 3 – контактный термометр; 4 – воздуховод; 5 – вентиль; 6 – распределительная решетка; 7 – корпус установки; 8 – смотровое окно; 9 – фильтр; 10 – регулятор напряжения; 11 – источник зажигания.

Сушильная камера цилиндрическо-конической формы, в нижней части которой расположена перфорированная газораспределительная решетка провольного типа с диаметром отверстий 2 мм. Конус камеры определяет гидродинамические особенности процесса: угол раскрытия 20° обеспечивает равномерное по всему сечению псевдооживление.

Исходный материал помещают на распределительную решетку (6). Ротационная установка (1) обеспечивает движение воздуха через экспериментальный объем. Материал переводится во взвешенное состояние и перемешивается. Включают питание нагревателя (2) и с помощью контактного термометра (3) устанавливают нужную температуру сушки. Из сушильной камеры воздух выходит через верхнее отверстие, снабженное фильтром.

Когда наступает установившийся режим сушки, включают источник зажигания и фиксируют результат опыта. Если в 10 опытах воспламенение не наблюдается, фильтр 9 поднимают на 10 мм выше, тем самым, увеличивая рабочий объем сушилки. Опыт повторяют до тех пор, пока не будет получено хотя бы одно воспламенение.

Данная установка позволяет определять условия безопасного ведения процесса сушки оксациллина натрияевой соли в активных гидродинамических режимах.

В третьей главе показаны результаты экспериментальных исследований по организации безопасного технологического процесса. В соответствии с методиками, рассмотренными во второй главе, проведены исследования, по определению структурно-механических свойств дисперсных материалов, таких как гранулометрический состав, насыпная, кажущаяся и истинная плотности, порозность неподвижного слоя, коэффициент динамического уплотнения, некоторые другие.

Исследования гранулометрического состава показали, что частицы оксациллина натриевой соли имеют одинаковый вид – шарообразные агломераты диаметром 1,5 – 2 мм. Для выяснения причины агломерации частиц вещества, проведен микроскопический анализ. Визуальное исследование образца под микроскопом позволило установить, что размер частиц изменяется в диапазоне от 50 мкм до 200 мкм. Частицы имеют форму параллелепипеда, облепленного мелкими частицами из-за большой способности к электризации, что подтверждается большим удельным объёмным электрическим сопротивлением $4,1 \cdot 10^{13}$ Ом·м. Согласно классификации, исследуемое вещество относится к области сильной электризации. Средний (эквивалентный) диаметр частиц составляет $100 \cdot 10^{-6}$ м.

Насыпная плотность образца оксациллина натриевой соли равна $305,9 \text{ кг/м}^3$, и по принятой классификации данное вещество относится к легким материалам.

Коэффициент динамического уплотнения равен 1,48, а порозность составляет 0,32. При таком показателе порозности насыпного слоя остаточная влажность может находиться в интервале 0,15–3%, что предполагает организацию процесса сушки в сушильных аппаратах кипящего слоя.

Реологические свойства материала характеризуются углом естественного откоса, который при влажности оксациллина 0,5% составляет 55° , что свидетельствует о склонности вещества к слипанию и комкованию. То есть, исследуемый материал относится к плохосыпучим телам или «связанным» сыпучим телам.

Таким образом, анализ результатов экспериментальных исследований показал возможность сушки субстанции оксациллина в сушильных устройствах с активными гидродинамическими режимами.

Результаты исследования скорости процесса сушки образца оксациллина насыщенного изопропанолом массой 3,4 г. показали следующее: время прогрева составляет 180 секунд. Около 480 секунд (8 минут) сушка протекает с постоянной скоростью равной $1,03 \text{ с}^{-1}$. В период постоянной скорости испаряется жидкая фаза с поверхности материала, капиллярная и осмотически связанная жидкость внутри материала. В период падающей скорости сушки испаряется адсорбционно-связанная с материалом жидкость. Период падающей скорости сушки не затянут во времени, поэтому можно сделать вывод о том, что материал имеет капиллярно-пористую структуру с незначительным

количеством адсорбционно – связанной жидкости. Общее время сушки образца оксациллина составляет 15 минут.

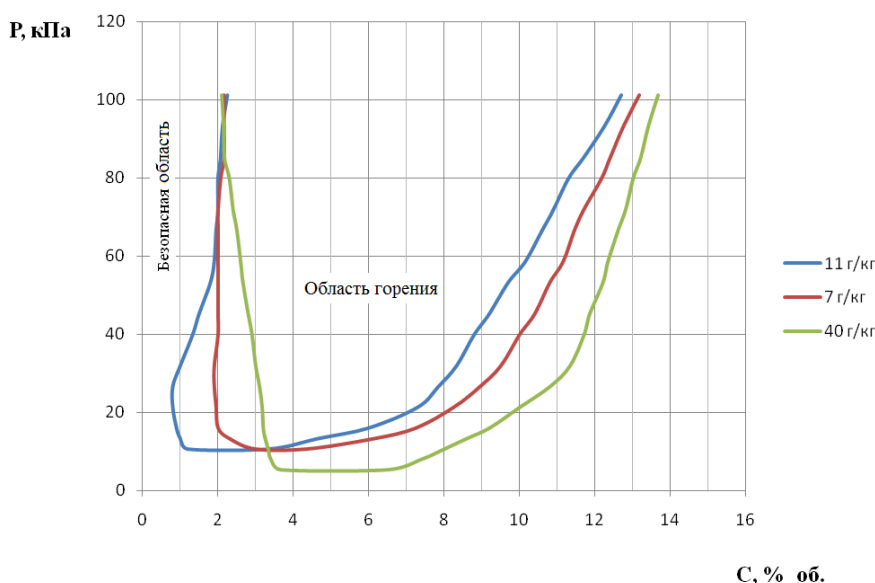
Полученные результаты исследования скорости сушки позволяют рекомендовать осуществлять сушку оксациллина натриевой соли в сушильных устройствах с активными гидродинамическими режимами, а именно, в сушилках, использующих фонтанирующий или кипящий слой и работающих под разрежением.

С помощью экспериментальной установки и методики для изучения критических условий распространения пламени в газо- и паровоздушных смесях проведены исследования некоторых ЛВЖ, которые чаще всего используются при синтезе лекарственных препаратов.

На рисунке 3 представлены результаты определения области горения паровоздушной смеси изопропилового спирта при понижении давления в реакционном сосуде, изменении концентрации горючего компонента и влагосодержания воздуха. Такие условия могут наблюдаться при работе сушильных аппаратов, работающих в активных гидродинамических режимах. Внутри представленных зависимостей расположена область горения тройной системы горючее – окислитель – пары воды.

Из рисунка 3 видно, что нижний предел распространения пламени в парогазовой смеси изопропилового спирта находится при концентрации паров растворителя 0,7 % об. и 7 % об. для верхнего предела при влагосодержании воздуха 11 г/кг и давлении в реакционном сосуде 20 кПа.

При влагосодержании воздуха 7 г/кг, наблюдается некоторое снижение активности горения смеси на нижнем пределе, а на верхнем пределе фиксируется некоторое его расширение до величины 8 % об. Установленный факт необходимо учитывать при организации технологических процессов, в которых применяется данное вещество. При влагосодержании воздуха 40 г/кг, наблюдается увеличение нижнего концентрационного предела воспламенения за счет эффекта флегматизации смеси.



Характер зависимостей, представленных на рисунке 4, также показывает, что уменьшение влагосодержания сдвигает область распространения пламени в направлении увеличения объемных концентраций горючего компонента.

Смещение верхней концентрационной границы влево при увеличении влагосодержания воздуха можно объяснить тем, что горючие свойства системы на верхнем пределе определяет недостаток кислорода, который разбавляется содержащимися в воздухе парами воды. При этом происходит охлаждение зоны реакции и уменьшение скорости горения, то есть наблюдается эффект флегматизации.

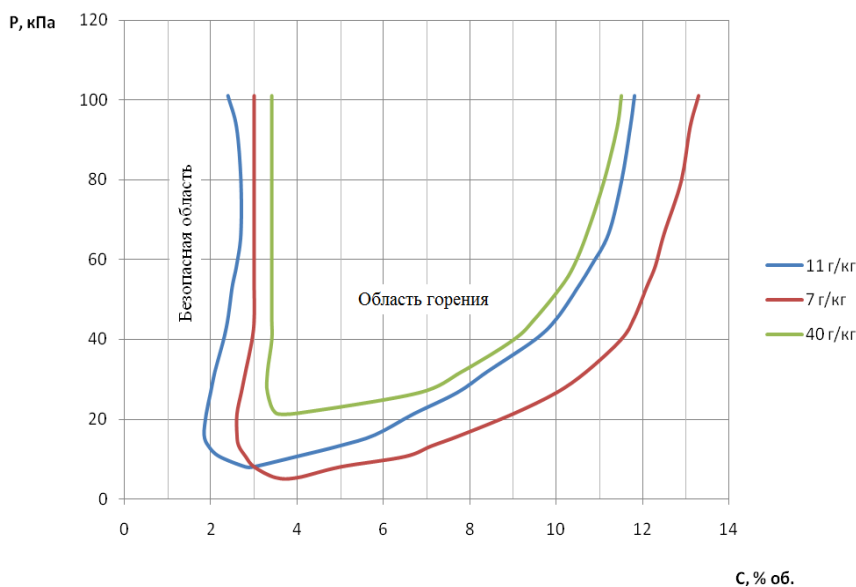


Рисунок 4 — Диаграмма области горения паровоздушной смеси ацетона при изменении давления в реакционном сосуде и влагосодержания воздуха: 11; 7; 40 г/кг

Подобные результаты получены и для других растворителей, с которыми проводились экспериментальные исследования по определению области горения.

Таким образом, область горения, находящаяся внутри зависимостей, определяющих условия распространения пламени по модельным системам, с понижением давления характеризуется возрастающей опасностью за счет уменьшения нижнего предела воспламенения. Все изученные системы характеризуются некоторым минимальным давлением, ниже которого горение при любых концентрациях отсутствует. При изменении концентрации горючего компонента и влагосодержания воздуха 40 г/кг, наблюдается начало эффекта флегматизации смеси и уменьшение области горения.

Данные выводы имеют принципиальное значение, так как позволяют проектировать производственные процессы, которые перерабатывают данные вещества в безопасных технологических режимах.

В четвертой главе решена задача по определению факторов, формирующих устойчивую работу сушилки кипящего слоя и нахождению параметров технологического процесса переработки гетерогенной системы.

Был определен критерий безопасности $\mu_{\text{безопасный}} - \mu_6$ для технологических объемов, характеризующий соотношение горючего вещества к окислителю.

В основу положено критериальное уравнение конвективной теплоотдачи (критерий Пекле), которое также описывает гашение пламени в узких каналах.

$$Pe = \frac{d_{\text{кр}} U_{\text{н}} C_{\text{р.см}} P}{RT_0 \lambda_{\text{см}}}, \quad (1)$$

где Pe – критерий Пекле, который принимается 65; $d_{\text{кр}}$ – критический диаметр пламегасящего канала; $U_{\text{н}}$ – нормальная скорость распространения пламени для содержания водорода, м/с; $C_{\text{р.см}}$ – теплоемкость смеси, кал/моль·град; P – атмосферное давление, кПа; R – газовая постоянная, $(\text{см}^3 \cdot \text{кПа})/^\circ\text{C}$; T_0 – начальная температура смеси, К; $\lambda_{\text{см}}$ – теплопроводность газовой смеси, кал/см·с·град.

Критерий Пекле на пределе гашения пламени определяется плотностью исследуемой системы. Показатель, характеризующий плотность рассматриваемой системы, обозначен как $\mu_{\text{безопасный}} - \mu_6$.

$$\mu_6 = 1 - \left(\frac{V - V_{\text{м}}}{V} \right), \quad (2)$$

где V – объем, занимаемый частицами с воздухом; $V_{\text{м}}$ – объем, занимаемый сухим материалом.

Теоретически рассчитан объем, который занимает аэрозоль оксациллина натриевой соли со средним диаметром частиц $100 \cdot 10^{-6}$ м при условии равномерного распределения в нем частиц, и в котором распространение фронта пламени невозможно, то есть определено соотношение количества высушиваемого материала с количеством теплоносителя – воздуха. При этом расстояние между взвешенными частицами, между которыми находится воздух, принято равным 1 мм, как критическое при прохождении пламени для системы $\text{H}_2 - \text{O}_2$, наиболее изученной системы с точки зрения пожаровзрывоопасности.

Таким образом, для высушивания материала – оксациллина натриевой соли массой 70 кг в сушилке периодического действия СП-60 необходимый объем воздуха, не поддерживающий горение, в случае возникновения аварийной ситуации, составил $215,6 \text{ м}^3$.

Критерий μ_6 или объемная доля материала в системе с диаметром частиц 100 мкм составляет $7 \cdot 10^{-4}$. Выражение (2) определяет μ_6 , при соблюдении которого сушильное устройство будет работать устойчиво как с точки зрения массо- и теплообменных процессов, так и пожаровзрывобезопасности.

Показано, что в зависимости от дисперсного состава исследуемой гетерогенной системы критерий безопасности μ_6 может находиться в интервале от $0,3 \cdot 10^{-4}$ до $62 \cdot 10^{-4}$. (рис. 5).

Если расчетная величина μ_6 для некоторого диаметра частиц располагается в области слева от представленной зависимости критерия безопасности μ_6 (рис. 5), то гетерогенная система не способна к

распространению пламени, а значит и развитию аварийной ситуации. Если же расчетная величина μ_6 располагается справа от зависимости, то гетерогенная система воспламеняется от источника зажигания и поддерживает горение.

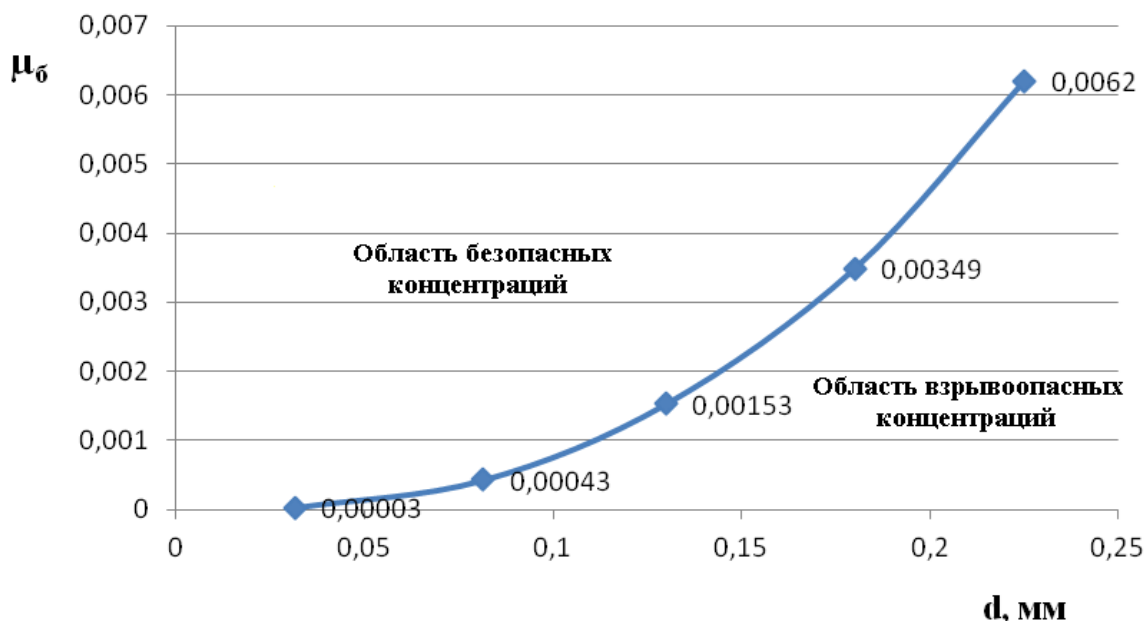


Рисунок 5 – Зависимость критерия безопасности μ_6 от диаметра частиц оксациллина натриевой соли

Полученный с помощью расчета критерий имеет существенное значение при выборе способа сушки взрывоопасных продуктов, как характеризующий чувствительность гетерогенной системы к иницирующему воздействию источника зажигания.

С помощью экспериментальной установки – сушилки кипящего слоя проведены исследования процесса сушки оксациллина натриевой соли от растворителя с возможностью ее зажигания. Результаты исследований показали, что начало развития аварийной ситуации зависит от температуры сушки и высоты насыпного слоя. С учетом полученных данных определена высота расположения разделяющего фильтра безопасности, который делит рабочий объем на зону с повышенной концентрацией высушиваемого вещества и зону с пониженной концентрацией высушиваемого вещества. Зона с повышенной концентрацией высушиваемого материала – это зона с концентрацией выше верхнего концентрационного предела распространения пламени. Зона с пониженной концентрацией высушиваемого материала – это зона с концентрацией ниже нижнего концентрационного предела распространения пламени. То есть, определены условия создания режима переработки гетерогенной системы вне области ее горения.

Полученная зависимость высоты расположения фильтра безопасности от температуры сушки и высоты насыпного слоя (рис.6) описывается уравнением вида:

$$\frac{h_2 - h}{h_2 - h_1} = \frac{t_2 - t}{t_2 - t_1}, \quad (3)$$

где $A(h_1, t_1)$, $B(h_2, t_2)$ – координаты точек прямой, h – высота расположения фильтра безопасности, t – температура сушки.

Для решения уравнения (3) выбраны точки А и В, принадлежащие любой из зависимостей 1–4 (рис.6) и получено уравнение с коэффициентами a и b :

$$h = a - b \cdot t \quad (4)$$

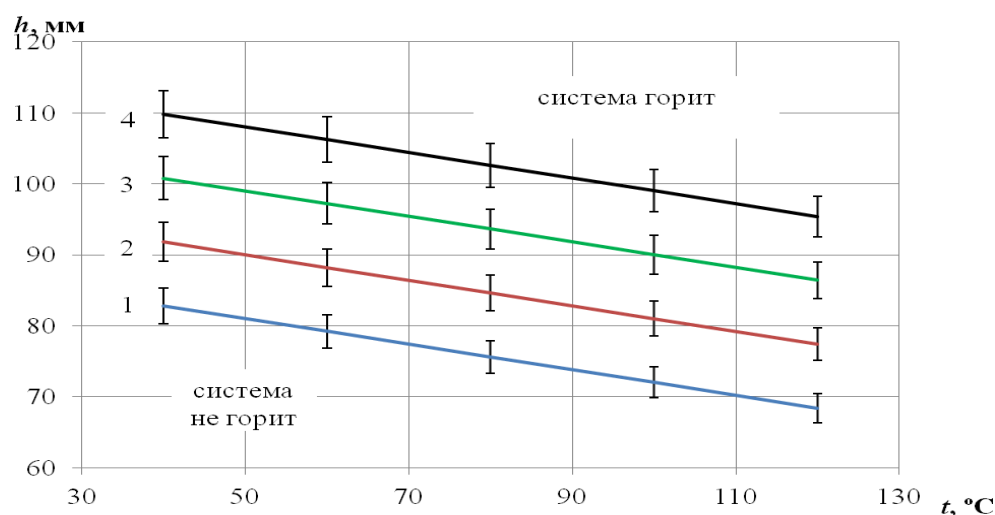


Рисунок 6 – Зависимость высоты расположения фильтра безопасности (h) от температуры сушки (t) и высоты насыпного слоя: 1– 30 мм; 2 – 60 мм; 3 – 90 мм; 4 – 120 мм субстанции оксациллина с количеством 5% об. растворителя (для периода постоянной скорости сушки)

Учитывая температуру сушки, величину высоты насыпного слоя и используя уравнение (4) и таблицу 1, определена величина высоты расположения фильтра безопасности, обеспечивающая проведение процесса переработки трехкомпонентной системы в сушилках кипящего слоя вне области горения. Для высоты насыпного слоя оксациллина натриевой соли 90 мм и температуры сушки, равной 110°C, высота расположения фильтра безопасности составила 88 мм от верхней границы насыпного слоя.

При проведении экспериментов в экспериментальной установке – сушилке кипящего слоя были получены результаты показывающие значение верхнего концентрационного предела воспламенения аэровзвеси, который составил величину 111741 г/м³.

Таблица 1 – Коэффициенты a и b , входящие в уравнение (4) для определения высоты расположения фильтра безопасности h в зависимости от высоты насыпного слоя $h_{н.с.}$ и температуры сушки t

$h_{н.с.}$ (мм)	a	b
30	90	180
60	99	
90	108	
120	117	

Для фильтра безопасности предложено использовать ткань полиэфирного состава, как наиболее устойчивого к действию пониженных (до -70°C) и повышенных (до 175°C) температур, к действию большинства кислот, окислителей, восстановителей, органических растворителей и высокой воздухопроницаемостью ($0,65 \text{ м}^3/\text{м}^2/\text{с}$).

Был проведен расчет сушилки кипящего слоя. Составлен материальный и тепловой баланс, рассчитаны гидродинамические параметры, высота кипящего слоя и общая высота аппарата. Высота кипящего слоя составила 240 мм. Для определения высоты расположения фильтра безопасности в сушильном устройстве рекомендуется использовать график (рис.6) или уравнение 4.

Для оценки устойчивости процесса сушки от растворителей и выбора регламентных условий процесса в сушилках с активными гидродинамическими режимами была проведена оценка опасности бинарных паровоздушных смесей, которые могут присутствовать в сушильном оборудовании при давлениях в реакционном объеме ниже атмосферного на основе принципа аддитивности, реализуемого формулой Ле-Шателье.

$$\text{НКПР} = \frac{100}{\frac{g_i}{c_i}}, \quad (5)$$

где g_i – содержание i -го горючего компонента системы $\sum g_i = 100$, % об.; c_i – НКПР i -го компонента системы, % об.

В основе принципа лежит предположение о том, что горючие свойства сложной смеси аддитивны, то есть превращение в пламени каждого из ее компонентов не оказывает взаимного каталитического или ингибирующего влияния.

Исследования проводили с помощью установки для определения области распространения пламени в газо- и паровоздушных смесях (рис.1).

Графическое определение опасной и безопасной зоны построено следующим образом: на оси ординат откладывается величина НКПР одного компонента из состава модельной системы, а на оси абсцисс – НКПР другого. Между ними проводится прямая линия, которая является разделительной

между областью горения и безопасной областью. Чем большее расхождение практических результатов от расчетных, тем большая величина погрешности проведенного эксперимента.

На рисунке 7 представлена область критических условий распространения пламени системы ацетон-изопропиловый спирт-воздух как при давлении 13,3 кПа, так и при давлении 101,3 кПа.

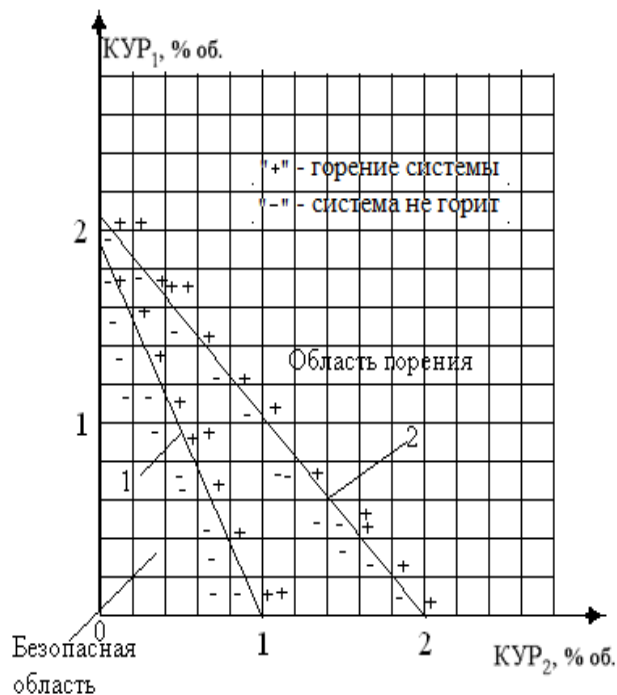


Рисунок 7 – Нижние предельные условия воспламенения модельной системы ацетон - изопропиловый спирт - воздух, где КУР₁ – НКПВ ацетона, КУР₂ – НКПВ изопропилового спирта:

1 – при пониженном давлении; 2 – при нормальных условиях в реакционном сосуде.

Показано, что ниже прямых 1, 2 – область не воспламенения системы, как при пониженном давлении, так и при давлении 101,3 кПа в реакционном сосуде. Выше прямых 1, 2 – область воспламенения системы ацетон - изопропиловый спирт - воздух при давлении 13,3 кПа, так и при нормальных условиях.

Таким образом, подтверждается, что исследуемые вещества при пониженном давлении, представляют еще большую опасность. Вследствие чего, риск использования технологических процессов повышается. Это значит, что технологическое оборудование и регламент производства должны учитывать эти условия.

Разработан метод безопасного процесса сушки химико-фармацевтических препаратов, на примере оксациллина натриевой соли, категорируемых как пожаро- и взрывоопасные продукты и исключая возникновение аварийных ситуаций. Последовательность операций представлена на схеме – рисунке 8.

На основе разработанного метода реализован способ сушки оксациллина натриевой соли – вещества, категорируемого как взрывоопасный продукт химико-фармацевтической промышленности в сушилке кипящего слоя с применением теплоносителя – воздуха, что позволило сократить время сушки 70 кг субстанции с 20 часов до 1 часа.

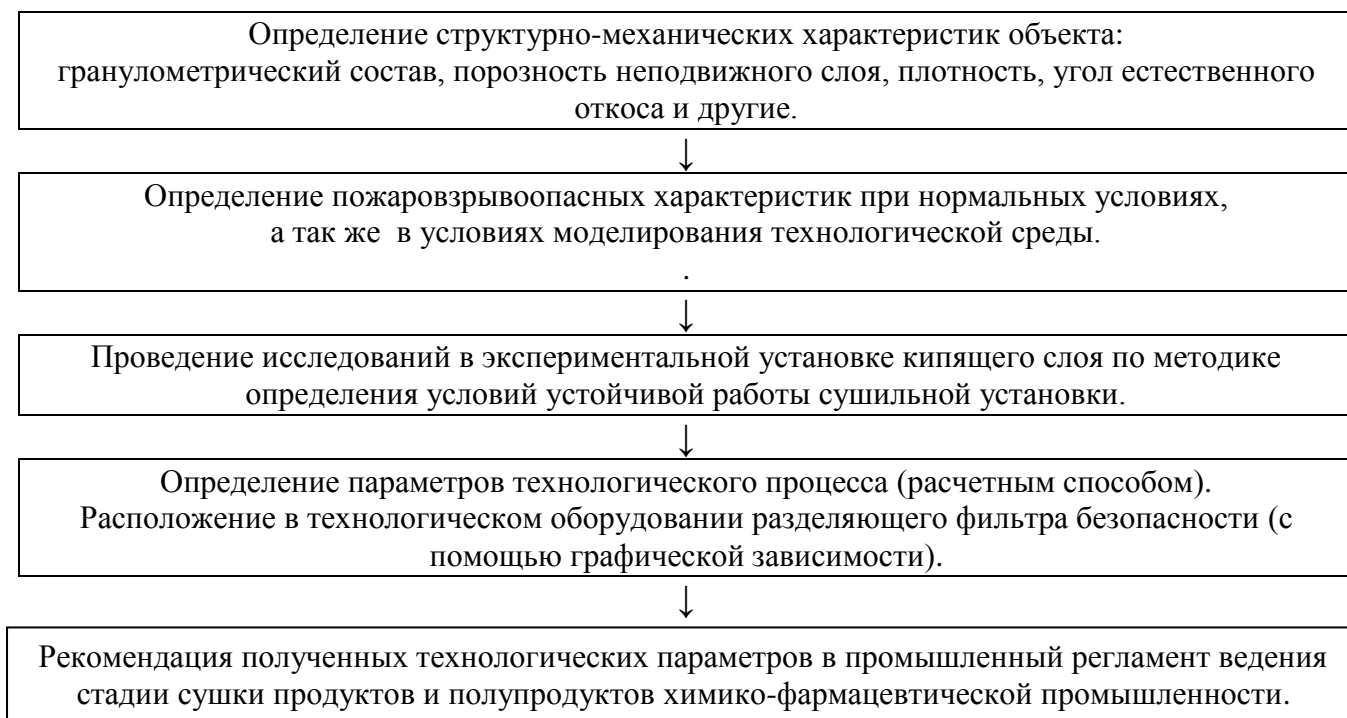


Рисунок 8 – Схема метода безопасного процесса сушки лекарственных веществ и материалов в условиях, исключающих вероятность пожаров и взрывов в технологическом оборудовании

Таким образом, для обеспечения технологической безопасности процесса сушки необходимо руководствоваться следующими технологическими параметрами:

- объект сушки: оксациллина натриевая соль, категорируемый как взрывоопасный порошок ($\text{НКПВ} < 65 \text{ г/м}^3$);
- удаляемый растворитель: маточный раствор изопропанола;
- сушильный аппарат: сушилка кипящего слоя СП-60;
- масса поступающего на сушку вещества: 70 кг;
- сушильный агент: атмосферный воздух;
- начальная влажность: 10 – 20%; конечная влажность: 0,3%;
- температура сушильного агента: 110°C;
- общий расход теплоносителя: 0,07 кг/с;
- высота расположения фильтра безопасности (при высоте насыпного слоя 90мм): 88 мм от верхней границы насыпного слоя;
- время сушки 55-65 минут.
- после останова технологического процесса сушки, во избежание поражения оператора электростатическим потенциалом, необходимо не проводить дальнейшие операции в сушильной камере в течение 12 минут.

Технологические параметры обеспечивают устойчивую работу при соблюдении критерия безопасности μ_6 , определяемого в соответствии с

формулой (2). Верхний концентрационный предел воспламенения аэровзвеси оксациллина для частиц со средним диаметром 100 мкм, который составил величину 111741 г/м³.

Разработанные технологические параметры рекомендованы в промышленный регламент производства оксациллина на стадии сушки субстанции в активном гидродинамическом режиме на ОАО «Органика» г. Новокузнецка, что подтверждает акт внедрения результатов диссертационного исследования.

В заключении подведены основные итоги выполненных исследований.

ВЫВОДЫ

1. Метод оптимизации процесса сушки лекарственных веществ и материалов, на примере оксациллина, заключается в создании безопасных режимов функционирования сушилки кипящего слоя производительностью до 100 кг/ч за счет введения в рабочий объем фильтра безопасности, с учетом структурно-механических, пожаровзрывоопасных характеристик объекта сушки, удаляемых паров растворителя, начальной и конечной влажности и других технологических параметров, необходимых для проектирования сушильных устройств, перерабатывающих дисперсные материалы.

2. К факторам, влияющим на начальную стадию развития аварийной ситуации в сушилке кипящего слоя, относятся концентрационные пределы распространения пламени в аэровзвесах и парогазовых системах, давление в системе, присутствие паровой фазы флегматизатора.

3. Разработанная экспериментальная установка и методика позволяют определять концентрационные пределы распространения пламени в паровоздушных смесях, которые всегда присутствуют как в процессах синтеза химико-фармацевтических препаратов при давлениях атмосферы в реакционном объеме 10 – 101,3 кПа, так и в процессах сушки. Представлены новые данные подтверждающие, что при пониженных давлениях органические растворители в смеси с воздухом и парами воды представляют еще большую опасность за счет уменьшения нижнего концентрационного предела воспламенения, чем при нормальных условиях. Эффект флегматизации смеси наблюдается при влагосодержании воздуха 40 г/кг.

4. Моделирование процесса сушки в условиях развития аварийной ситуации на разработанной экспериментальной установке кипящего слоя, при соблюдении критерия безопасности μ_6 позволило определить верхний концентрационный предел воспламенения аэровзвеси оксациллина для частиц со средним диаметром 100 мкм, который составил величину 111741 г/м³.

5. В целях оптимизации процесса сушки предложено вместо полочной сушилки использовать сушку в кипящем слое и токе воздушного теплоносителя, применив фильтр безопасности внутри технологического оборудования, что сократило время сушки 70 кг субстанции с 20 часов до 1

часа. Температура сушки составила 110°C, скорость теплоносителя 0,03 м/с, общий расход теплоносителя 0,07 кг/с.

6. Предложено руководствоваться в методе расчета аппарата для сушки в кипящем слое продуктов, относящихся к категории взрывоопасных веществ данными графической зависимости определения высоты расположения фильтра безопасности, который разделяет технологический объем сушилки на зоны, где развитие аварийной ситуации невозможно при известных параметрах ведения технологического процесса сушки – температуры сушки, высоты насыпного слоя, то есть $h = f(t, h_{н.с.})$. Установлено, что для оксациллина с насыпным слоем 90 мм, этот параметр составляет 88 мм от верхней границы насыпного слоя.

7. Эффект от разработки и внедрения рекомендаций в технологический регламент производства оксациллина на стадии сушки в активном гидродинамическом режиме на ОАО «Органика» г. Новокузнецка состоит в увеличении дохода предприятия на 570 тыс. рублей в год.

**Основные результаты диссертационной работы отражены в
следующих публикациях:**

Статьи в центральной печати (перечень ВАК):

1. **Задорожная, Т.А.** Влияние фактора давления на обеспечение безопасности производств с парогазовыми системами / **Т.А. Задорожная**, Д.А. Лаптев, А.И. Сечин, А.А. Сечин, В.И. Косинцев // Успехи современного естествознания. 2007. – № 8. – С. 78-80.

2. **Задорожная, Т.А.** К проблеме разработки комплексных мероприятий по обеспечению пожаровзрывобезопасности шахтных технологических процессов / **Т.А. Задорожная**, А.И. Сечин, Б.В. Бошнятов, В.И. Косинцев, А.А. Сечин, Д.А. Лаптев // Успехи современного естествознания. 2008. – № 4. – С. 140-142.

3. **Задорожная, Т.А.** Алгоритм Н.Н. Семенова и длительное хранение и транспортирование веществ / **Т.А. Задорожная**, А.И. Сечин, А.А. Шаталов, В.Я. Яшин, А.А. Сечин, Д.А. Лаптев // Известия Самарского научного центра Российской академии наук - Вып. 9. Специальный выпуск «Безопасность. Технологии. Управление». 2008. – С. 301-305.

4. **Задорожная, Т.А.** Некоторые вопросы моделирования зажигания пылевоздушной смеси с целью определения времени индукции процесса / **Т.А. Задорожная**, А.И. Сечин, С.И. Осипенко, И.Н. Долдин, Д.В. Терехин, М.С. Барский // Современные наукоемкие технологии. 2012 – №. 5 – С. 32-34.

5. **Задорожная, Т. А.** Разработка методического подхода к определению технологического риска химического процесса при увеличении коэффициента заполнения оборудования / **Т.А. Задорожная**, Д.А. Лаптев, А.И. Сечин, С.И. Осипенко // Современные наукоемкие технологии. 2012 – №. 5 – С. 44-48.

6. **Задорожная, Т. А.** Разработка подхода к пожаровзрывобезопасному секционированию шахтных технологических объемов / Т.А. Задорожная, А.И. Сечин, И.Л. Мезенцева (Морозова) // Контроль. Диагностика. – 2014 – № 13. – С. 106–111.

Другие публикации:

7. **Задорожная, Т.А.** Исследование пожаровзрывоопасности парогазовых систем обрабатываемых в технологическом оборудовании / Т.А.Задорожная, А.И. Сечин, А.А. Сечин // Энергетика: экология, надёжность, безопасность: Материалы докладов двенадцатой всероссийской научно-технической конференции – Томск: ТПУ, 2006. - С. 365-367.

8. **Задорожная, Т.А.** Разработка критериев к построению моделей огнепреградителей / Т.А. Задорожная, Д.А. Лаптев, А.А. Сечин, А.И. Сечин // Проблемы геологии и освоение недр: материалы XI Международного научного симпозиума студентов, аспирантов и молодых ученых им. академика М.А. Усова. – Томск: Издательство НТЛ. – 2007. –С. 643-645.

9. **Задорожная, Т.А.,** Действие некоторых факторов на предельные условия распространения пламени в газовых системах / Т.А. Задорожная, А.И.Сечин // Инновационные технологии и экономика в машиностроении: Труды VI Всероссийской научно-практической конференции с международным участием. – Томск: изд. НТЛ. – 2008. – С. 376-384.

10. **Задорожная, Т.А.** Разработка исходных данных для проектирования процесса сушки в производстве оксациллина / Т.А. Задорожная, А.И. Сечин, А.А. Сечин, Д.А. Лаптев // Энергетика: экология, надежность, безопасность: материалы докладов четырнадцатой всероссийской научно-технической конференции – Томск: ТПУ, 2008. – С. 195 – 196.

11. **Задорожная, Т.А.** Установление опасности технологического процесса при организации сушки левомецетина от ЛВЖ / Т.А. Задорожная, А.И. Сечин, А.А. Сечин, Д.А. Лаптев // Энергетика: экология, надежность, безопасность: Материалы докладов четырнадцатой всероссийской научно-технической конференции – Томск: ТПУ. – 2008. – с. 198-199.

12. **Задорожная, Т.А.** Рекомендации по пожаровзрывобезопасности при организации процесса сушки левомецетина / Т.А. Задорожная, А.И. Сечин // Энергетика: экология, надежность, безопасность: Материалы докладов шестнадцатой всероссийской научно-технической конференции – Томск: ТПУ. – 2010. – с.

13. **Задорожная, Т.А.** К вопросу разработки методологии организации интенсивного и безопасного способа сушки взрывоопасных пылеобразующих материалов / Т.А. Задорожная, А.И. Сечин, А.А. Сечин, М.В. Гуляев // Энергетика: эффективность, надежность, безопасность: материалы докладов восемнадцатой всероссийской научно-технической конференции – Томск: СПб Графикс. – 2012. – С. 383-386.

14. **Задорожная, Т.А.** Разработка безопасного метода гранулирования и сушки материалов / Т.А. Задорожная, А.И. Сечин, А.А. Сечин // Энергетика: эффективность, надежность, безопасность: Материалы докладов восемнадцатой всероссийской научно-технической конференции – Томск: изд. НИ ТПУ. – 2012. – С. 380-382.

15. **Задорожная, Т.А.** Рекомендации по обеспечению пожаровзрывобезопасности при организации процесса сушки субстанции оксациллина / Т.А. Задорожная, А.И. Сечин, А.А. Сечин // Энергетика: эффективность, надежность, безопасность: Материалы докладов восемнадцатой всероссийской научно-технической конференции «Энергетика: эффективность, надежность, безопасность – Томск: изд. НИ ТПУ. – 2012. – С. 508 – 510.

16. **Задорожная, Т.А.** Обеспечение устойчивой работы аппаратов кипящего слоя, перерабатывающих пожаровзрывоопасные продукты / Т.А. Задорожная, А.И. Сечин // Энергетика: эффективность, надежность, безопасность: Материалы трудов двадцатой всероссийской научно-технической конференции – Томск: изд. Томского политехнического университета. – 2014. – Т. II – С. 171 – 172.

17. **Задорожная, Т.А.** Результаты исследования статической электризации порошкообразных веществ и эффективности средств защиты / Т.А. Задорожная, О.С. Кырмакова, М.В. Гуляев, А.И. Сечин // Энергетика: эффективность, надежность, безопасность: Материалы трудов XXI научно-технической конференции «Энергетика: эффективность, надежность, безопасность. – Томск: Изд-во «Скан». – 2015. – С. 300–303.