

На правах рукописи

Сечин Андрей Александрович

**РАЗРАБОТКА ИНТЕНСИВНОГО И ВЗРЫВОБЕЗОПАСНОГО
ПРОЦЕССА СУШКИ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТОВ**

05.17.08 – Процессы и аппараты химических технологий

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Томск – 2002

**Работа выполнена на кафедре общей химической технологии Томского
политехнического университета**

Научный руководитель:

Кандидат технических наук, доцент

Бабенко С.А.

Официальные оппоненты:

доктор физико-математических наук, профессор

Ильин А.П.

кандидат технических наук, доцент

Патраков Ю.Ф.

Ведущая организация:

Государственное предприятие
Новокузнецкий научно-исследовательский
химико-фармацевтический
институт, г. Новокузнецк

Защита состоится 2 июля 2002 г. в 14.00 часов на заседании диссертационного Совета Д 212.269.08 в Томском политехническом университете по адресу: 634034, г. Томск, пр. Ленина, 30, корп. 2, ауд. 117.

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке Томского политехнического университета.

Автореферат разослан _____ мая 2002 г.

Ученый секретарь

Диссертационного Совета, к.т.н.

Петровская Т.С.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Основными направлениями экономического и социального развития России предусматривается увеличение производства лекарственных препаратов, не снижая при этом их качества. Выполнение этой задачи связано с необходимостью использования новых технологий и материалов, оснащения производств системами электроники, автоматики, электромеханики.

Сушка является конечной стадией производства большинства готовых продуктов, а часто и полупродуктов в том случае, когда их необходимо накапливать или передавать на следующую стадию обработки в сухом виде, предпочтительнее пневмотранспортом.

В современной технологии химико-фармацевтической промышленности (ХФП) сушка и пневмотранспорт являются одной из важнейших операций, определяющих не только качественные показатели готовой продукции в целом, но и экономические показатели производства.

В процессе эксплуатации ряда сушильных установок в полостях аппаратов образуются взрывоопасные концентрации паро- и пылевоздушных смесей, с одновременным накоплением зарядов статического электричества. Эти факторы явились причиной того, что наметившиеся тенденции к интенсификации тепло- и массообменных процессов в промышленности в результате использования высокоактивных режимов и аппаратов в настоящее время несколько снизилась. На ряде промышленных предприятий участились случаи взрывов, загорания сушильных установок и вспомогательного оборудования. Нередко вопросы проектирования, строительства и эксплуатации нового сушильного оборудования решаются в отрыве от задачи обеспечения пожаровзрывобезопасности технологического процесса.

В связи с этим в основу разработки мероприятий, направленных на интенсификацию и безопасность процесса сушки лекарственных препаратов, положен новый способ высушивания – аэрофонтанная сушилка с пневмотранспортом сухого продукта на последующую стадию производства.

О важности решения этих вопросов свидетельствуют федеральная программа по развитию фармацевтической промышленности и лекарственного обеспечения Российской Федерации (1994-1996 гг.), постановление Правительства Российской Федерации № 1122 от 20.11.94 г. “О мерах по увеличению производства лекарственных средств и современной медицинской техники на 1995-1997 гг.” и Федеральная целевая научно-техническая программа “Развитие медицинской промышленности на 1998-2000 гг. и на период до 2005 г.” в свете которых выполнена работа.

Цель работы заключалась в разработке высокоэффективного и безопасного процесса сушки лекарственных препаратов. Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи:

- разработать метод интенсификации процесса сушки взрывоопасных продуктов в условиях снижающих пожаровзрывоопасность;
- разработать технологический регламент ведения процесса сушки левомецетина в аэрофонтанном режиме с пневмотранспортом сухого продукта;
- проверить в производственных условиях рекомендации по высокопроизводительному и безопасному процессу сушки левомецетина;
- разработать модель распределения частиц в объеме камеры, воспроизводящей производственные условия в сушильном оборудовании при сушке в активных гидродинамических режимах, при различном давлении в реакционной камере;

- проверить модель на экспериментальной установке по исследованию гидродинамики потока;
- разработать установку и методику экспериментального определения предельных условий распространения пламени в аэровзвеси с учетом температуры инициирующего источника зажигания, позволяющие определять его критическую температуру, а также позволяющую проводить исследования при пониженных давлениях атмосферы;
- определить необходимые пожаровзрывоопасные характеристики левомецетина и других лекарственных веществ.

Научная новизна.

- Разработан метод интенсификации процесса сушки взрывоопасных продуктов в условиях снижающих пожаровзрывоопасность.
- Установлено, что при расчетах сушильного устройства и режима сушки взрывоопасных продуктов необходимо руководствоваться: линейным характеристическим размером l_k ; концентрацией высушиваемого продукта равной отношению массы транспортируемого материала к массе транспортирующего потока $\mu = \frac{G}{L}$, при обязательном выполнении условия $\mu \leq \text{НКПР}$.
- Впервые показано, что в физико-химической картине процессов протекающих в зоне реакции также наблюдаются кинетические особенности, характеризующие влияние температуры инициирующего источника зажигания на уровень химических реакций в зоне горения. В тоже время полученные кинетические зависимости наглядно характеризуют изменение чувствительности аэровзвеси определенных фракционных составах.
- Впервые показано, что пылеобразующее вещество при пониженных давлениях, представляет еще большую опасность, чем при нормальных условиях. Это повышает риск использования технологических процессов, в которых при пониженных давлениях обращается данное вещество.
- В номенклатуру определяемых показателей пожаровзрывоопасности аэровзвесей предлагается ввести параметр «температура воспламенения аэровзвеси» T_v , что существенно дополнит информацию, необходимую при анализе опасности пылевых взвесей. Она рассматривается как температура, при которой экзотермическая реакция имеет столь высокую скорость, что эффектом выделения тепла уже нельзя пренебречь. Такое определение позволяет установить T_v с высокой точностью.

Практическое значение выполненных исследований.

- Разработана установка и методика экспериментального определения предельных условий распространения пламени в аэровзвеси с учетом температуры инициирующего источника зажигания, позволяющая определять его критическую температуру, а также позволяющая проводить исследования при пониженных давлениях атмосферы.
- Разработана методика определения температуры воспламенения аэровзвеси. На основе полученного результата сформулированы условия пожаровзрывобезопасности при использовании пылеобразующих веществ и материалов.
- Изученные новые пожаровзрывоопасные характеристики левомецетина и других пылеобразующих материалов положены в основу технологического регламента производства левомецетина.
- Предложен новый способ сушки левомецетина: замена полочной сушилки на аэрофонтанную, данная сушилка, по своим характеристикам, хорошо подходит к действующей схеме производства, сократив время сушки 70 кг с 10 часов до 1 часа.

- Разработан технологический регламент ведения процесса сушки левомицетина в активном гидродинамическом режиме с пневмотранспортом сухого продукта.

Реализация результатов исследования.

Основные научные положения и выводы внедрены на Новокузнецком ОАО «Органика» в технологическом регламенте производства левомицетина, что повысило экономический эффект в выпуске готовой продукции и дает экономию в 270 тыс. рублей в год.

На защиту выносятся:

- Метод интенсификации процесса сушки взрывоопасных продуктов в условиях снижающих пожаровзрывоопасность.
- Новый способ сушки левомицетина, позволяющий сократить время сушки, технологический регламент ведения процесса сушки в активном гидродинамическом режиме с пневмотранспортом сухого продукта.
- Установка и методика экспериментального определения предельных условий распространения пламени в аэровзвеси с учетом температуры иницирующего источника зажигания, позволяющая определять его критическую температуру и проводить исследования при пониженных давлениях атмосферы.
- Результаты показывающие, что испытуемое вещество при пониженных давлениях, представляет еще большую опасность, чем представлено в литературе. Повышается риск использования технологических процессов, в которых при пониженных давлениях обращается данное вещество.
- Параметр «температуры воспламенения аэровзвесей», введенный в номенклатуру определяемых показателей пожаровзрывоопасности, что существенно дополняет информацию, необходимую при анализе опасности пылевых взвесей.

Апробация работы. Результаты проведенных теоретических и экспериментальных исследований обсуждались и получили признание на следующих научных форумах: Третьем сибирском конгрессе по прикладной и индустриальной математике "ИНПРИМ-98"/г. Новосибирск, Институт математики СО РАН, 1998 г.; Второй Международной научной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых им. академика М.А. Усова «Проблемы геологии и освоение недр»/г. Томск, 1998 г.; Четвертой областной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых "Современные техника и технологии"/г. Томск, 1998 г.; Третьей Всероссийской научно-практической конференции "Проблемы безопасности в природных и технических системах" "БЕЗОПАСНОСТЬ-98"/г. Иркутск, 1998 г.; Четвертом всероссийском научно-техническом семинаре "Энергетика: надежность, безопасность, экология"/ г. Томск, 1998 г.; Третьем Международном научном симпозиуме студентов, аспирантов и молодых ученых имени академика М.А. Усова «Проблемы геологии и освоение недр» / г. Томск, 1999 г.; Пятой областной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Современные техника и технологии»/ г. Томск, 1999 г.; The Third Russian-Korean International Symposium on Science and Technology, KORUS'99/ Novosibirsk, Novosibirsk State Technical University, 1999.; Пятой Всероссийской научно-технической конференции "Энергетика: экология, надежность, безопасность"/ г. Томск, 1999 г.; Четвертом Международном научном симпозиуме имени академика М.А. Усова студентов, аспирантов и молодых ученых «Проблемы геологии и освоение недр» / г. Томск, 2000 г.; Шестой Всероссийской научно-технической конференции "Энергетика: экология, надежность, безопасность"/ г. Томск, 2000 г.; Седьмой международной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Современные техника и технологии»/ г. Томск, 2001 г.; Седьмой Всероссийской научно-технической конференции "Энергетика: экология, надежность, безопасность"/ г. Томск, 2001 г.

Публикации. По материалам диссертационной работы опубликовано 21 печатная работа, в том числе одно свидетельство РФ и одно положительное решение.

Объем работы. Диссертационная работа изложена на 141 странице машинописного текста; состоит из введения, пяти глав и выводов, включая 2 таблицы и 31 иллюстрацию, списка литературы из 93 источников отечественных и зарубежных авторов.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обосновывается актуальность темы исследования, формулируется цель работы и определены задачи исследований, показана научная новизна работы.

В первой главе рассмотрено состояние вопроса в области обеспечения взрывобезопасности процесса сушки и основные направления развития сушильной техники в химико-фармацевтической промышленности, дана классификация продуктов химико-фармацевтической промышленности как объектов сушки, представлен обзор методов сушки и используемого технологического оборудования, рассмотрена пожаро- и взрывоопасность сушильных установок, произведен выбор оптимального способа и режима сушки, а также приведено технико-экономическое обоснование. Рассмотрена методология безопасного ведения процесса сушки. Определены цели и задачи работы.

Во второй главе рассматривается математическая модель, описывающая внешние габариты струи и облака с равномерно распределенными частицами при различном давлении в реакционном сосуде и различной величине распыляющего импульса. (Это позволяет моделировать гидродинамические процессы, протекающие в сушильных установках, пневмотранспорте и рукавном фильтре при нормальном и пониженном атмосферном давлении.)

Для равномерного распределения частиц в камере был использован метод импульсного распыления вещества из форсунки. Механизм процессов переноса в струях, связанный с передачей импульса окружающей среде и вовлечением ее в движение, позволяет нам использовать при исследовании основные закономерности развития турбулентных струй.

Граница струи на основном участке расположена на расстоянии $R_{гр}$ от оси потока и определялась по выражению

$$R_{гр} = \frac{3,3 * R_o * w_o}{w_m}, \quad (1)$$

где w_o – начальная скорость потока, м/с; w_m – скорость на оси струи основного участка, м/с.

Затухание скорости на оси струи определялось из соотношения

$$\frac{w_m}{w_o} = \frac{0,96}{0,29 + a * S/R_o}, \quad (2)$$

где S – расстояние от среза сопла до точки на оси, где определяется затухание скорости, м.

Скорость в поперечном сечении струи w (м/с) вычисляется по формуле

$$w = w_m * \left[1 - \left(\frac{y}{R_{гр}} \right)^{3/2} \right]^2, \quad (3)$$

где y – расстояние от оси струи, м.

Плотность газа рассчитывалась на основе уравнения состояния для идеальных газов.

Была составлена программа на TURBO PASCAL 7.0, которая позволила рассчитать внешние габариты струи, а соответственно и облака с равномерно распределенными частицами при различном давлении в реакционном сосуде и различной величине распыляющего импульса, на основании которого можно определить необходимые размеры установки для проведения эксперимента.

Из большого объема результатов по изменению скорости частиц по оси потока при различных временах выхода из сопла представляют интерес два крайних условия:

- 1) при начальной величине распыляющего импульса 30,3 кПа, так как меньшее значение распыляющего импульса не будет вовлекать пылевые частицы в воздушный поток;
- 2) при начальной величине распыляющего импульса 70,7 кПа, большее значение не целесообразно из-за того, что будет возникать большая турбулизация потока, что повлечет образование областей с неравномерной концентрацией пылевых частиц.

Эти зависимости представлены на графиках (рис. 1 и рис. 2), они характеризуют изменение гидродинамики потока во времени. По мере протекания процесса, частицы начинают двигаться по всему объему охваченному потоком с одинаковой скоростью, что должно обеспечивать равномерное распределение частиц в моделируемом пылевом облаке.

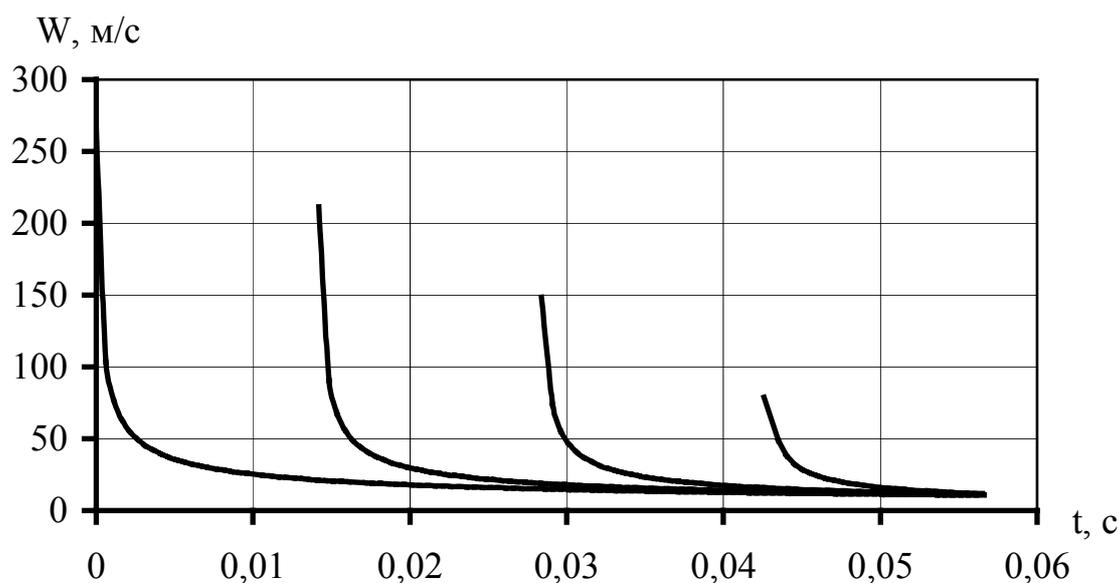


Рис. 1 – Изменение скорости частиц на оси потока, вылетевших из сопла форсунки в различные моменты времени, при начальном распыляющем импульсе 70,7 кПа.

Из рис. 3 и рис. 4 видно, что частицы вылетевшие в последующие моменты времени преодолевают большее расстояние, чем предыдущие за это же время. Это обуславливается торможением потока в реакционной камере.

Автором работы установлено, что высота реакционной камеры может не позволить использовать время распыления 0,04 с для распыляющего импульса 30,3 кПа и 0,0568 с для распыляющего импульса 70,7 кПа. Так как за это время некоторая часть частиц уже осядет на дне реакционного сосуда, что создаст погрешность в плотности создаваемого пылевого облака.

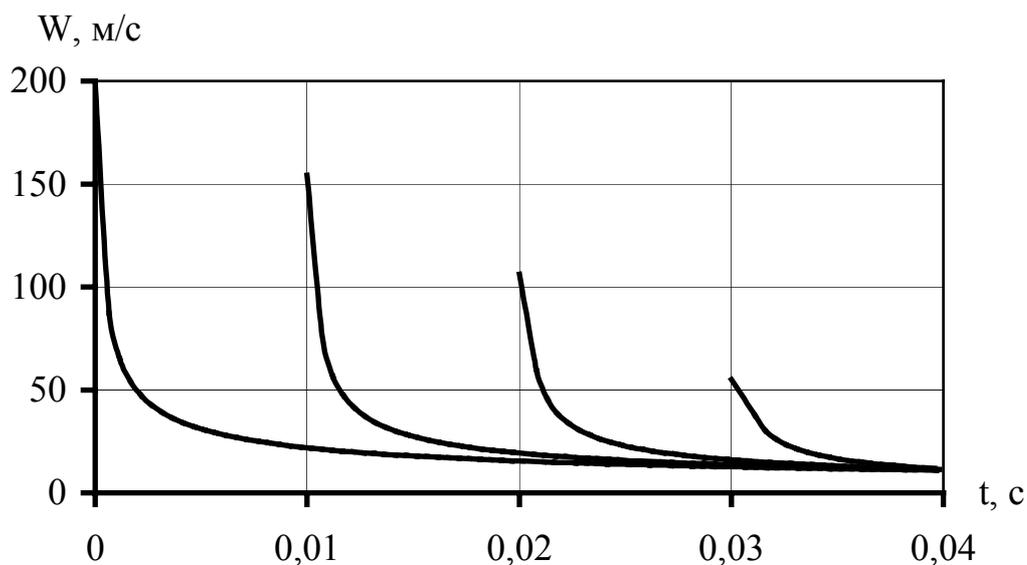


Рис. 2 – Изменение скорости частиц на оси потока, вылетевших из сопла форсунки в различные моменты времени, при начальном распыляющем импульсе 30,3 кПа.

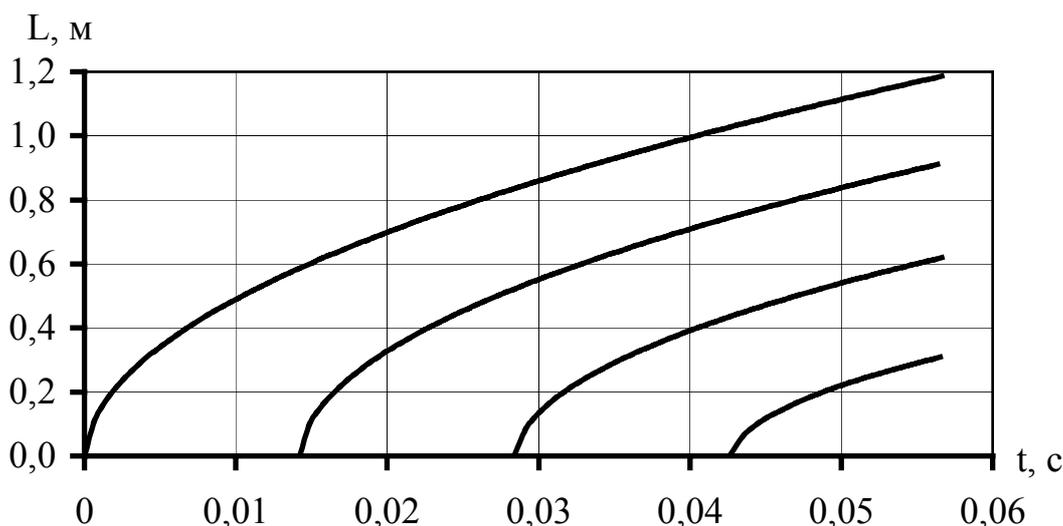


Рис. 3 – Расстояние, которое преодолевает частица, вылетевшая из сопла форсунки в различные моменты времени, при начальном распыляющем импульсе 70,7 кПа.

Это следствие было учтено при разработке методики эксперимента. А также: высота реакционного сосуда не менее 0,6 м, но не более 1,2 м. Величину же распыляющего импульса рекомендуется варьировать в зависимости от объема и удельного веса распыляющей навески, но не менее 30,3 кПа.

Из анализа полученных результатов видится необходимость рассмотрения распределения скоростей частиц по сечению потока (рис. 5 – рис. 6). Кривая 1 характеризуется большим перепадом скоростей по сечению потока. По мере расширения диаметра струи, и удаления от среза сопла характер кривой описывающей поле скоростей становится более пологим.

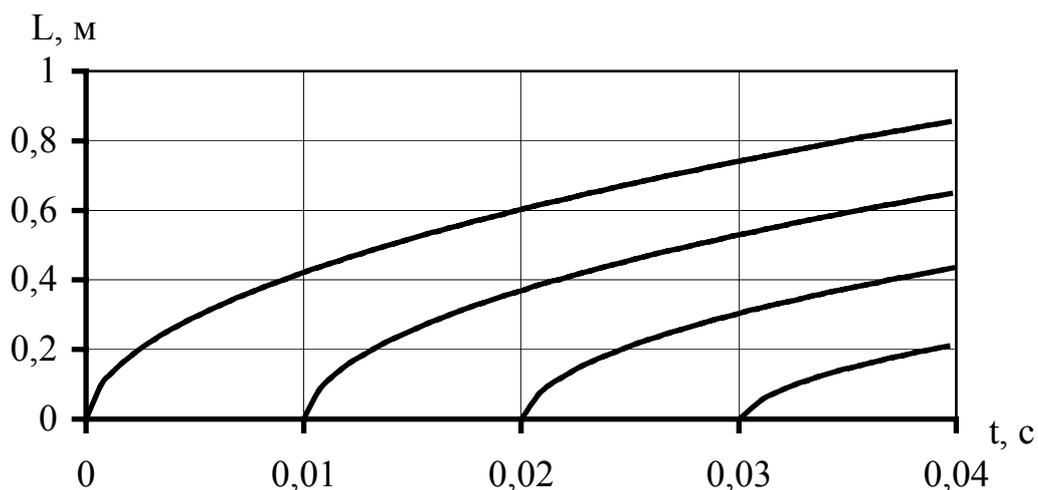


Рис. 4 – Расстояние, которое преодолевает частица, вылетевшая из сопла форсунки в различные моменты времени, при начальном распыляющем импульсе 30,3 кПа.

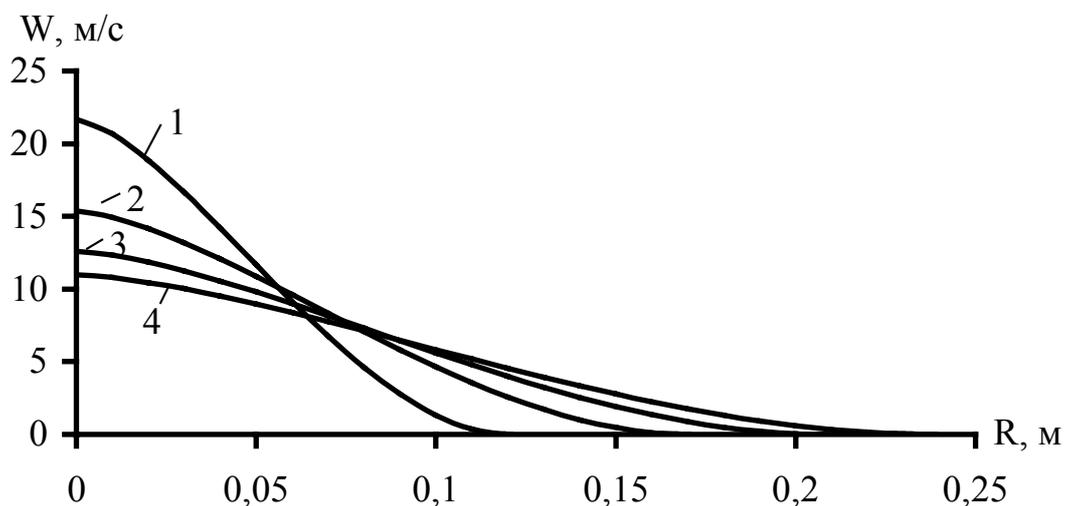


Рис. 5 – Поля скоростей по сечению потока для частиц вылетевших в первый момент времени с начальной скоростью 198,556 м/с, при $P=30,3$ кПа: 1 – через 0,01 с после вылета частицы; 2 – 0,02 с; 3 – 0,03 с; 4 – 0,04 с.

Из анализа рис. 5 и рис. 6 видно, что минимальный диаметр реакционной камеры необходимо брать не менее 0,08 м, максимальный 0,3 м.

Анализируя результаты полученных полей скоростей по сечению потока при величине распыляющего импульса 70,7 кПа мы пришли к выводу, что минимальный диаметр реакционной камеры необходимо брать не менее 0,12 м, а максимальный - 0,4 м.

Однако применение реакционных камер с диаметрами большими 0,3 м, очевидно, будет иметь практическое затруднение, так как при величине распыляющего импульса близкого к 101 кПа у частиц возникают, в силу большой турбулизации потока, большие горизонтальные составляющие, что может повлечь образования в пылевом облаке областей с неравномерной концентрацией.

Из полученных результатов можно сделать вывод о габаритах реакционного сосуда, в котором будет достигаться равномерное распределение частиц по объему камеры. Такое распределение частиц необходимо для достижения чистоты эксперимента и соответственно его воспроизводимости.

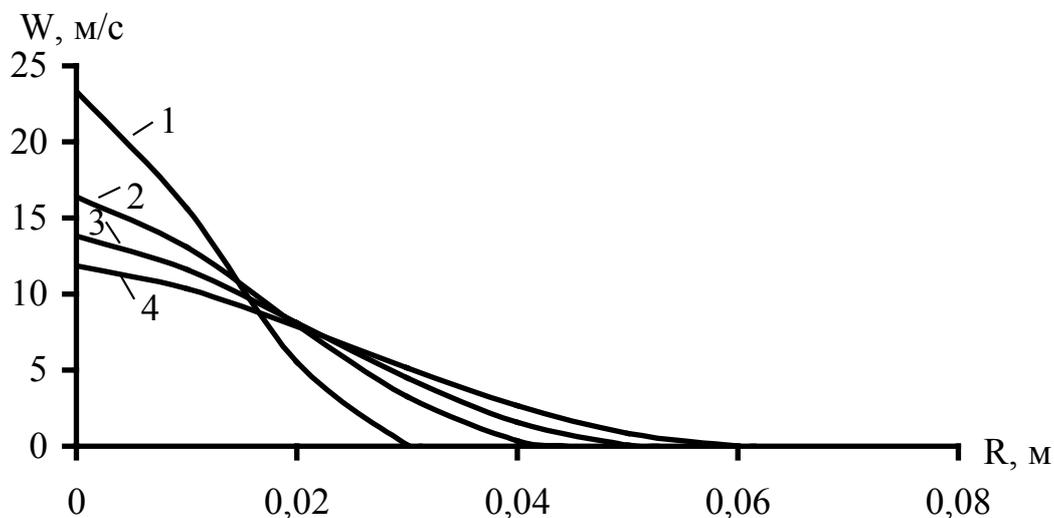


Рис. 6 – Поля скоростей по сечению потока для частиц, вылетевших через 0,3 с после начала распыления, с начальной скоростью 55,12 м/с, при $P=30,3$ кПа: 1 – через 0,0026 с после вылета частицы; 2 – 0,0051 с; 3 – 0,0071 с; 4 – 0,096 с.

В третьей главе приведены методики, которые использовались для определения различных характеристик исследуемого вещества, а также характеристики самих объектов исследования. Полученные при расчете по математической модели результаты о распределении частиц во взвешенном состоянии проверялись экспериментально. Для этой цели были проведены эксперименты по определению концентрации пыли в поперечном сечении потока аэрозвеси по всей длине камеры. Равномерность распределения частиц во взвешенном состоянии проверялась по методу Уилтона путем отбора проб из потока.

На основании литературного обзора и экспериментальных исследований была разработана методика и установка для определения критических условий распространения пламени по пылевым взвесям, как при нормальных условиях, так и при пониженных давлениях (рис. 7), состоящая из следующих узлов:

I. Испытательная камера с размерами, рекомендованными в разработанной модели;

II. Блок формирования пневматического импульса состоит из компрессора (рис. 7), крана, ресивера с манометром, электромагнитного крана, форсунки, расположенной в верхней части верхнего фланца. Конусный распылитель с эжекционной форсункой состоит из конуса, служащего одновременно верхней крышкой реакционного сосуда, и форкамеры. Форкамера состоит из корпуса, крышки и форсунки. Образец исследуемого вещества, помещенный в форсунку, взвихривается при кратковременной подаче сжатого воздуха и через патрубок, соединяющий форкамеру с конусом распылителя, увлекается в реакционный сосуд, где образует пылевое облако с равномерно распределенными частицами.

III. Блок управления состоит из: источника зажигания, электронной части, обеспечивающей синхронизацию срабатывания источника зажигания с моментом начала распыления, и включением регистрации показаний. Это достигается следующим образом: по готовности установки к эксперименту включают тумблером реле времени ВЛ-34У4,

разогрев спирали происходит через 10 секунд, через это время срабатывает электромагнитный клапан, линия задержки выдерживает его в открытом состоянии заданное время, по истечению 11 секунд источник зажигания отключается. Одновременно работает блок регистрации.

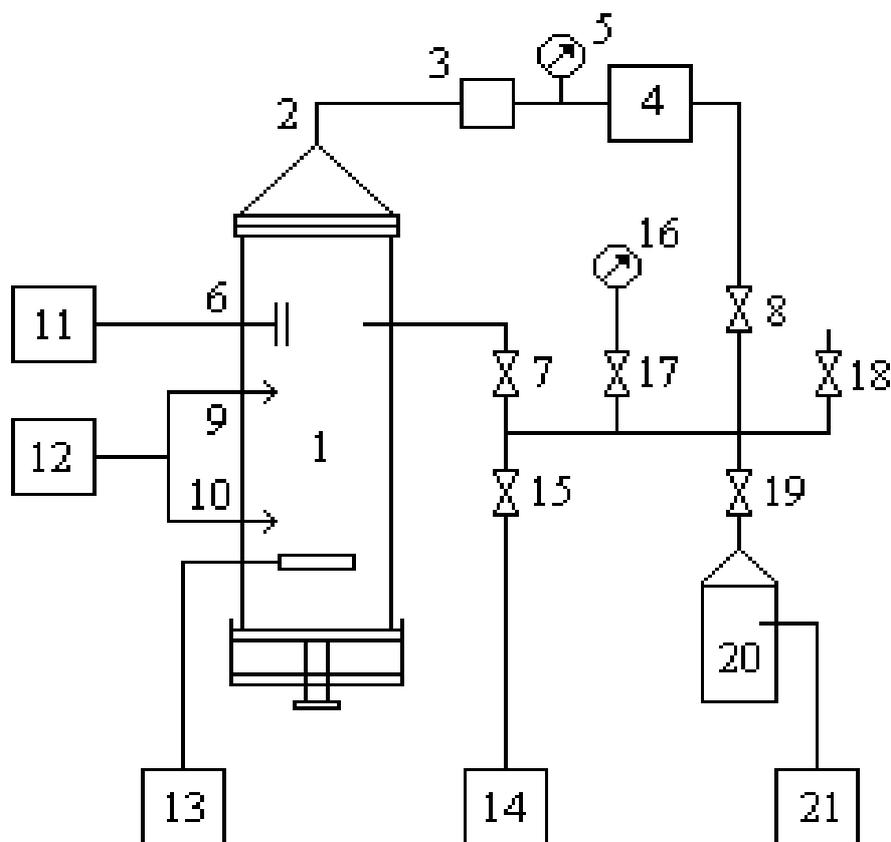


Рис. 7 – Блок-схема экспериментальной установки по исследованию критических условий распространения пламени в аэрозвзвях:

- 1 – реакционная камера; 2 – распылительный конус, совмещенный с форсункой;
 3 – электромагнитный клапан; 4 – ресивер; 5, 16 – мановакуумметр;
 6 – тензометрический датчик давления; 7, 8, 15, 17, 18, 19 – вентиля;
 9, 10 – термопарные датчики; 11 – тензометрическая станция с осциллографом С8-12; 12 – многоканальный самописец Н-338-6П; 13 – источник зажигания;
 14 – компрессор; 20 – фильтр (воздухоочиститель); 21 – вакуумный насос.

III. Блок регистрации, состоящий из многоканального самописца Н-338-6П, снабженного термопарными датчиками для контроля накала спирали и распространения пламени, и тензодатчика с усилителем УТ-4. Запись ведется на диаграммной ленте с единой временной отсечкой.

Показатели пожаровзрывоопасности определялись в соответствии с ГОСТ 12.1.004-89, в качестве окислителя использовался атмосферный воздух.

Определяя область горения пылевой взвеси при изменении температуры инициирующего источника зажигания, его температуру понижают на 50 °С. Определив при этой температуре все критические характеристики, ее вновь понижают на ту же величину 50 °С. Так поступают до тех пор, пока пылевая взвесь не перестанет воспламеняться, а горение распространяться по всему объему реакционной камеры.

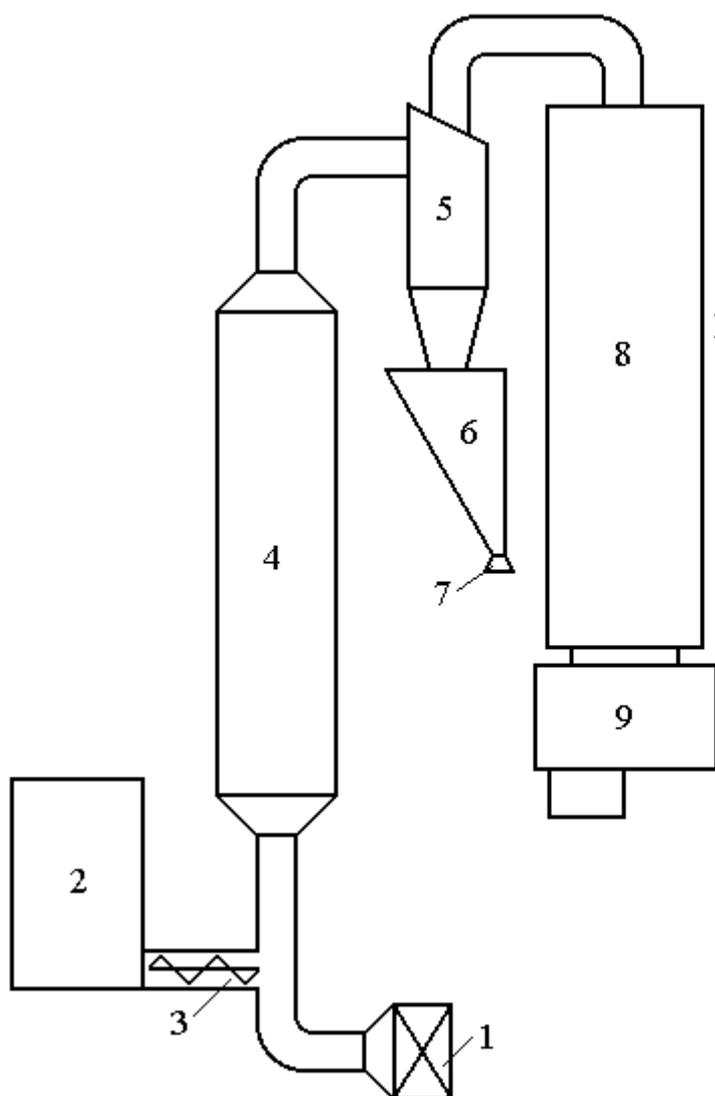


Рис. 8 - Схема пилотной установки для исследования безопасных режимов сушки лекарственных препаратов:

- 1 - калорифер;
- 2 - бункер сырого продукта;
- 3 - шнековый дозатор;
- 4 - сушильная камера;
- 5 - циклон;
- 6 - бункер сухого продукта;
- 7 - клапан-мигалка;
- 8 - рукавный фильтр;
- 9 - вентилятор.

Для исследования области горения пылевой взвеси при пониженных давлениях, давление в реакционной камере понижают на 10,1 кПа и определяют критические характеристики, после чего давление в камере вновь понижают на 10,1 кПа. Для создания пневматического импульса, в ресивере либо создается разрежение, либо наоборот, нагнетается избыточное давление.

Таким образом, разработанная нами методика исследований предполагает последовательно, поэтапно изучать критические концентрации пылевой взвеси, по которой возможно распространение пламени, на лабораторной установке моделирующей равномерно распределенные по концентрации пылевые облака. Методика экспериментально показывает область горения пылевой взвеси при изменении температуры инициирующего источника зажигания и позволяет применить результаты к конкретному производству после проведения соответствующих экспериментов.

На пилотной установке, представляющей собой аэрофонтанную сушилку производительностью 10 кг/ч (рис. 8), изменяя скорость потока теплоносителя, его температуру и концентрацию твердой фазы в пылевой взвеси, были получены регламентные условия ведения процесса сушки.

Четвертая глава посвящена определению структурно-механических свойств влажных дисперсных материалов, таких как гранулометрический состав, насыпная, кажущая и истинная плотности, порозность неподвижного слоя, коэффициент динамического

уплотнения и некоторые другие, необходимые для правильного выбора конструкции сушильных установок и оптимальных режимов их работы.

Результаты проведенных исследований показали, что насыпная плотность образца левомецетина равна $0,185 \text{ г/см}^3$, и согласно принятой классификации относится к категории легких насыпных грузов.

Коэффициент динамического уплотнения составляет $1,74$, при порозности $0,874 \text{ г/см}^3$ остаточная влажность может находиться в интервале $0,15-3,0 \%$. Это соответствует, по принятой классификации, организации процесса сушки в аппаратах с кипящим слоем.

Характеристика реологических свойств материала показала, что для порошка левомецетина влажностью $0,5 \%$ угол естественного откоса равен 52° , что характеризует повышенную склонность вещества к слипанию и комкованию, относя его к плохо сыпучим или «связанным» сыпучим телам.

На основании проведенного анализа был сделан вывод о возможности сушки порошковой субстанции левомецетина в аппаратах с взвешенным слоем.

Исследования кинетики сушки для левомецетина показали, что половину времени (около 20 минут) сушка протекает с постоянной скоростью $0,93 \text{ мин}^{-1}$, затем начинается испарение связанной влаги. Полученные результаты показывают, что в материале присутствует только гигроскопическая влага. Они говорят о том, что левомецетин является капиллярно-пористым материалом сложной структуры, из которого последовательно удаляется свободная, капиллярная и адсорбционная влага. Время сушки левомецетина составляет 40 минут. Согласно методических рекомендаций следует применять сушильные устройства работающих под разрежением, а также сушилки с виброкипящим слоем.

Из анализа совокупности полученных характеристик левомецетина, сделан вывод: что необходимо увеличить скорость теплоносителя и снизить концентрацию пылевой взвеси, чтобы разбить образующие агломераты, совместить трубу-сушилку с пневмотранспортом, что позволит использовать его участок для досушивания продукта.

На пилотной установке были получены регламентные условия ведения процесса сушки. Оптимальная скорость теплоносителя составила 24 м/с ; влажность на входе в сушилку не более 20% , на выходе $0,32 \%$; концентрация пылевой взвеси $40,1 \text{ г/м}^3$; температура теплоносителя 343 К . Следует отметить, что процесс сушки проходил при высокой степени электризации высушиваемого продукта.

Полученные результаты экспериментальной проверки математической модели равномерности распределения частиц пылевой взвеси по оси и сечению потока позволили сделать вывод о необходимых размерах реакционной камеры для исследований, ее длина составляет не менее $0,5 \text{ м}$, а оптимальный диаметр – $0,14 \text{ м}$.

На разработанной установке и методике для изучения критических условий распространения пламени в аэровзвесах были проведены исследования пылевзвеси сахарозы (рис. 9). Исследования других веществ опускаются, с целью не загромождения автореферата.

Исследования показали, что нижний предел распространения пламени определяется при концентрации аэровзвеси 48 г/м^3 и температуре иницирующего источника зажигания $850 \text{ }^\circ\text{C}$. Хотя для этой фракции, при определении предельных условий горения при температуре иницирующего источника зажигания $1050 \text{ }^\circ\text{C}$, утвержденной Государственным стандартом, величина нижнего предела воспламенения составляет 52 г/м^3 , а в справочной литературе приводится нижний предел воспламенения аэровзвеси сахарозы $92,5 \text{ г/м}^3$ для пыли фракцией $13 \cdot 10^{-5} \text{ м}$.

Такое подробное рассмотрение этих результатов проводится по той причине, что в результате проведенных исследований возникает необходимость изменить принятую категорию взрывоопасности для аэровзвеси сахара. Это вещество не может категорироваться как пожароопасное, так как нижний предел распространения пламени в аэровзвеси ниже установленной стандартом величины 65 г/м^3 . Это значит, что технологическое оборудование и производственный регламент должны строиться из условий переработки взрывоопасного продукта, а не пожароопасного.

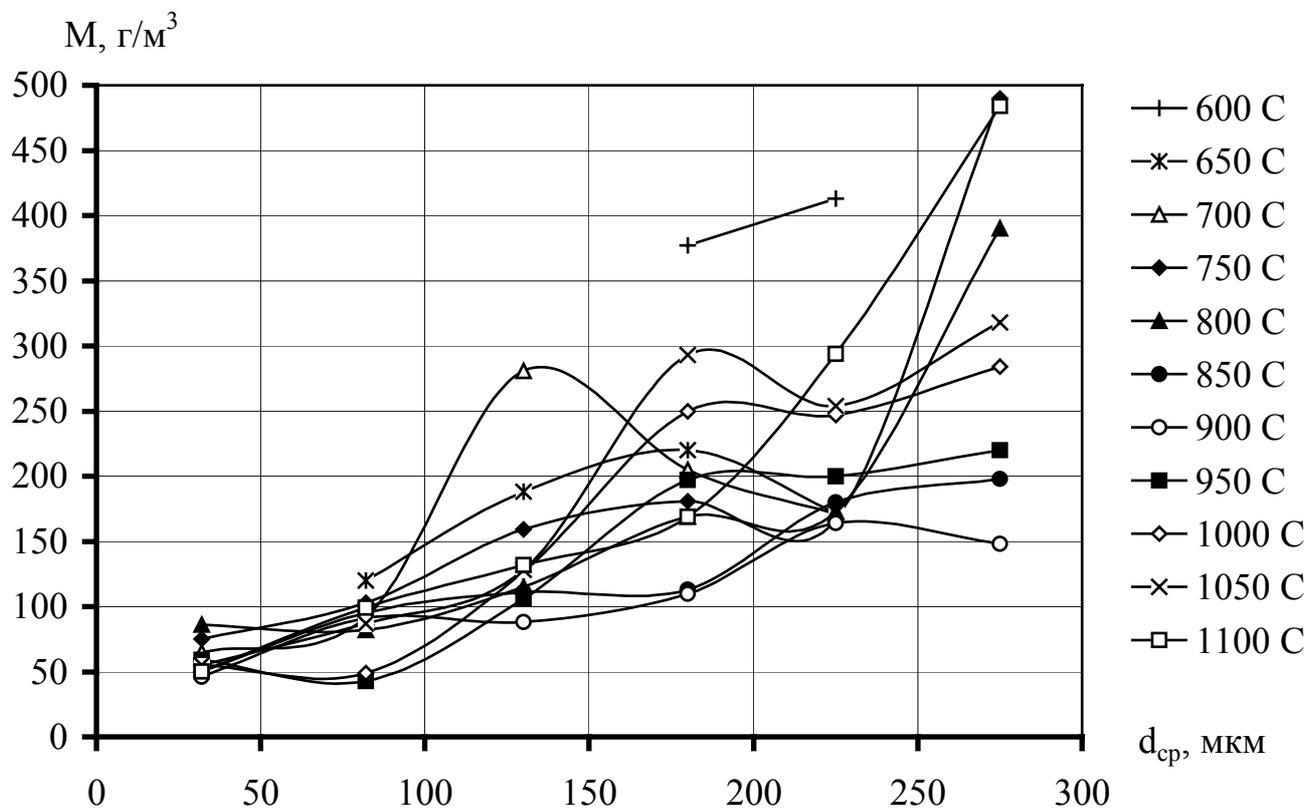


Рис. 9 - Критические условия распространения пламени по аэровзвеси сахара при различной температуре источника зажигания

Из этого следует, что изменятся особенности конструкции и технологии, потенциальная опасность, основные факторы пожара и взрыва технологического оборудования, в котором присутствует это вещество и меры пожаровзрывопредотвращения.

Были проведены исследования по определению предельных условий горения аэровзвеси левомицетина. Результаты исследований критических условий распространения пламени по аэровзвеси левомицетина, представленные на рис. 10, говорят о том, что по классификации пожаровзрывоопасности это взрывоопасное вещество с пределом воспламенения $37,8 \text{ г/м}^3$. Хотя, при определении предельных условий горения по методике утвержденной Государственным стандартом, величина нижнего предела воспламенения составляет $42,5 \text{ г/м}^3$.

Из представленных экспериментальных данных (рис. 9) хорошо видно, что в физико-химической картине процессов протекающих в зоне реакции также наблюдаются интересные кинетические особенности, характеризующие влияние на уровень химических реакций в зоне горения температуры иницирующего источника зажигания. В тоже время полученные кинетические зависимости наглядно характеризуют изменение чувствительности аэровзвеси в определенных фракционных составах.

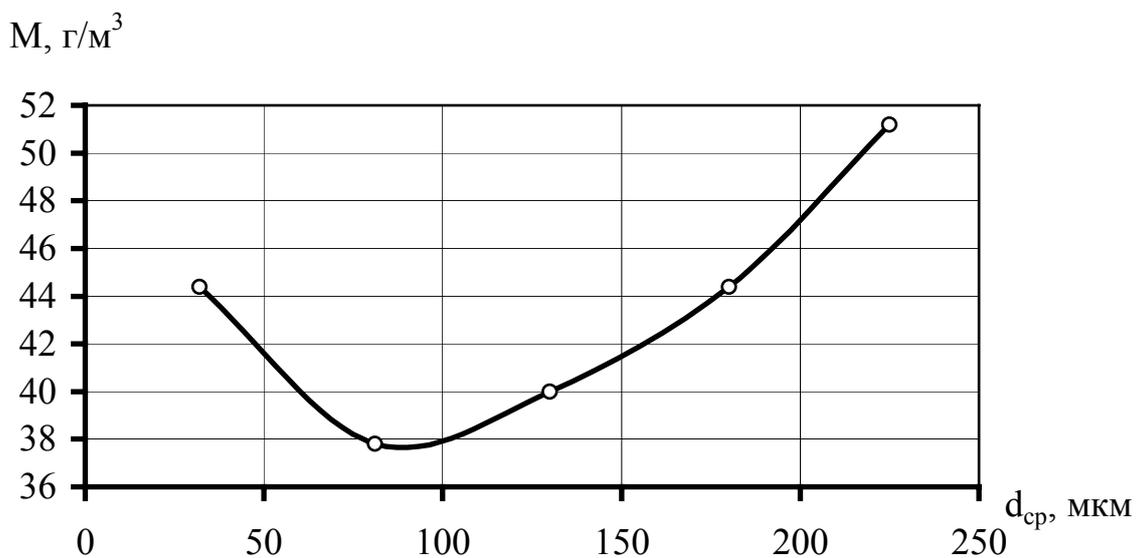


Рис. 10 - Критические условия распространения пламени по аэровзвеси левомицетина

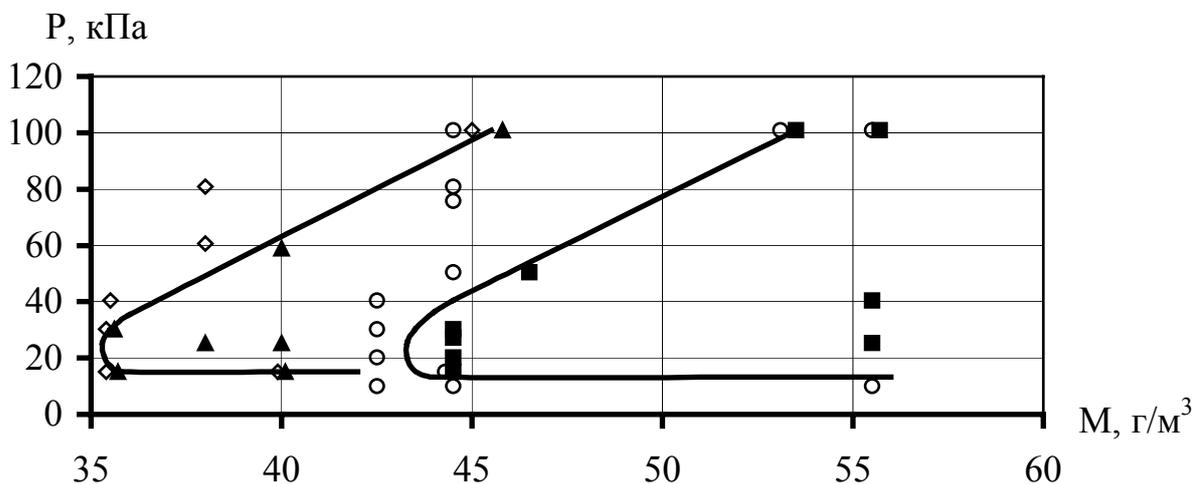


Рис. 11 - Критические условия распространения пламени по аэровзвеси сахарозы в условиях пониженного давления

- ▲ Воспламенение фракции 0-63 мкм
- ◇ Невоспламенение фракции 0-63 мкм
- Воспламенение фракции 63-100 мкм
- Невоспламенение фракции 63-100 мкм

Впервые исследовалась область горения пылевой взвеси при пониженных давлениях. Методика апробировалась на органическом веществе сахароза. Результаты представлены на рис. 9 (результаты эксперимента при нормальных условиях) и рис. 11 (при условии пониженного давления).

Из рис. 11 видно, что нижний предел распространения пламени по аэровзвеси сахарозы для фракции 0-63 мкм определяется при концентрации аэровзвеси 36 г/м³. Хотя для этой фракции величина нижнего предела воспламенения составляет 58 г/м³ (рис. 9), и 43 г/м³ для фракции 63-100 мкм.

Для аэровзвеси левомицетина также были проведены исследования нижнего предела распространения пламени при условии пониженного давления в реакционной камере. Результаты исследований показали концентрацию аэровзвеси 30 г/м^3 .

Эти результаты показывают, что испытуемое вещество при пониженных давлениях, представляет еще большую опасность. Вследствие чего повышается риск использования технологических процессов, в которых при пониженных давлениях обращается данное вещество.

Также изучалась температура воспламенения аэровзвеси T_v . В литературных источниках встречаются рассуждения об этом показателе, но ни методики определения, ни результатов исследований они не приводят. Этот параметр не введен в номенклатуру определяемых показателей пожаровзрывоопасности аэровзвесей, но его введение, по всей видимости, может дополнить информацию, необходимую при анализе опасности пылевых взвесей. Температуру воспламенения аэровзвесей можно рассматривать как температуру, при которой экзотермическая реакция имеет столь высокую скорость, что эффектом выделения тепла уже нельзя пренебречь. Такое определение позволяет установить T_v в довольно узком интервале.

Исследование критической температуры источника зажигания аэровзвеси сахарозы (рис. 12) показало, что при температуре в $600 \text{ }^\circ\text{C}$ горение пылевой взвеси осуществляется только в узком диапазоне концентраций $350\text{-}450 \text{ г/м}^3$. А вне этой области даже при концентрациях 1500 г/м^3 воспламенения смеси не наблюдалось.

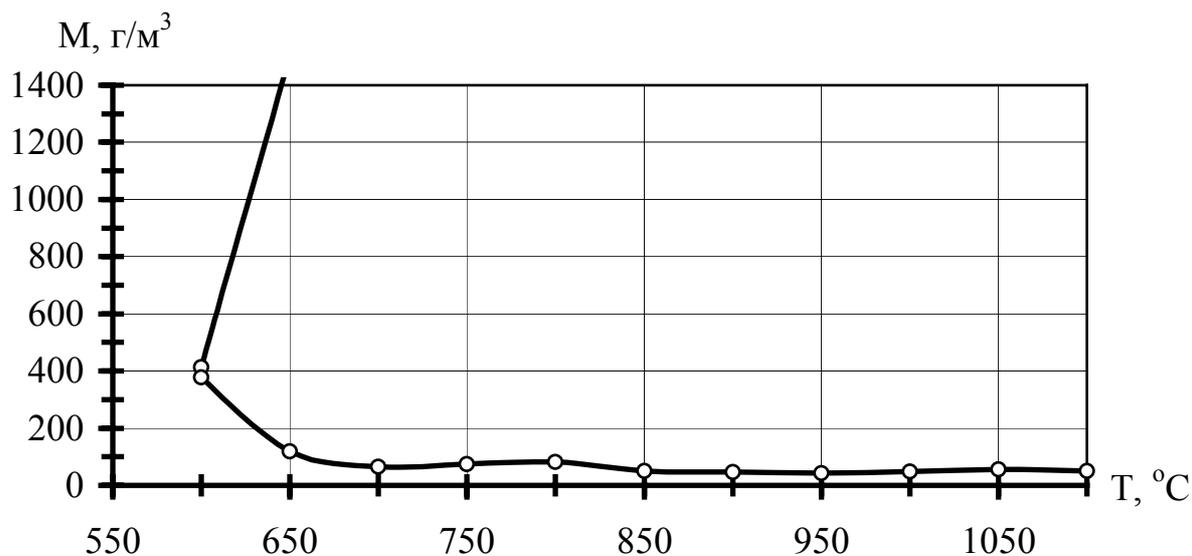


Рис. 12 - Определение критической температуры инициирования горения аэровзвеси сахарозы.

Сделанное ранее предположение, о существовании некоторой минимальной температуры инициирующего источника зажигания экспериментально подтвердилось, она составляет $600 \text{ }^\circ\text{C}$.

Результаты определения критической температуры инициирования горения аэровзвеси левомицетина представлены на рис. 13. Из графика видно, что горение смеси осуществляется в узком диапазоне концентраций $80\text{-}150 \text{ г/м}^3$ при температуре в $600 \text{ }^\circ\text{C}$, вне этой области воспламенение смеси не наблюдалось. Анализ полученных результатов позволяет сделать вывод о температуре воспламенения аэровзвеси левомицетина, которая составляет $600 \text{ }^\circ\text{C}$.

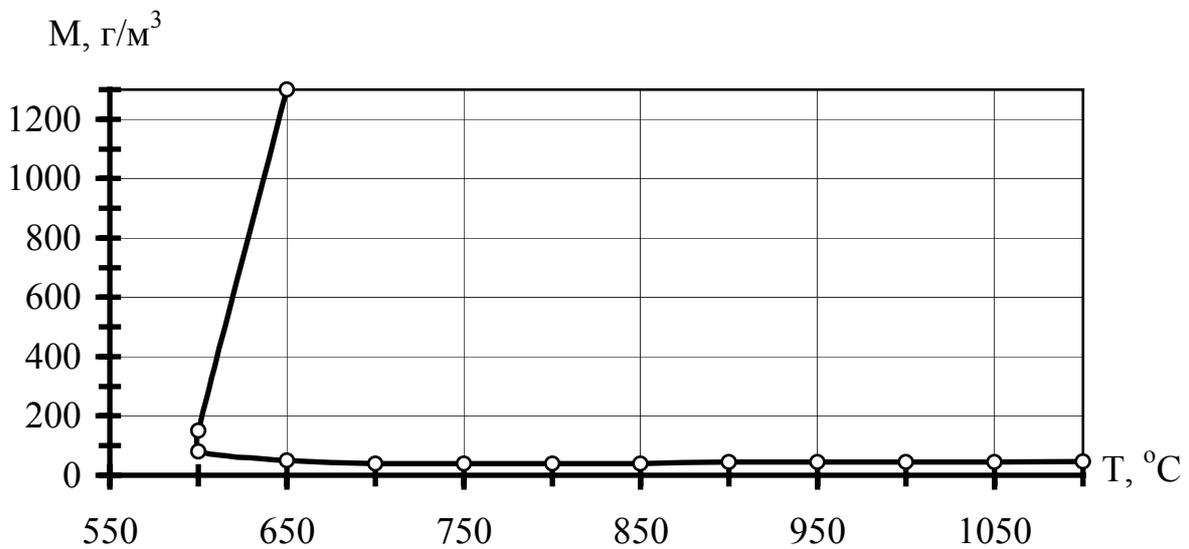


Рис. 13 - Определение критической температуры инициирования горения аэровзвеси левомецетина

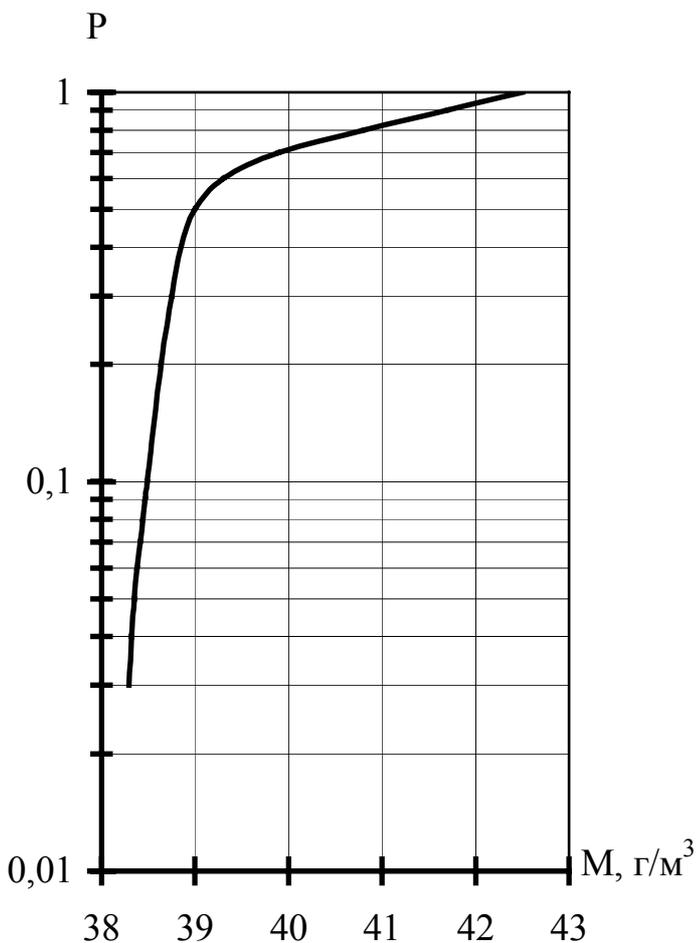


Рис. 14 - Вероятность распространения пламени по аэровзвеси левомецетина

На основе полученных результатов можно сформулировать условия пожаровзрывобезопасности при использовании пылеобразующих веществ и материалов. Предотвращение образования в горючей среде (или внесения в нее) источников зажигания с $T_{\text{в}}$ аэровзвеси можно определить из выражения

$$T_{\text{без}} \leq 0,8 T_{\text{в}} \quad (4)$$

где $T_{\text{без}}$ – безопасная температура для аэровзвеси, °С; $T_{\text{в}}$ – температура воспламенения аэровзвеси, °С.

Исходя из выражения (4) можно сделать вывод, что для аэровзвеси сахарозы $T_{\text{без}}$ составит 480 °С. Другими словами, если в технологическом оборудовании, в котором горючее вещество находится в состоянии аэровзвеси, появится источник зажигания с температурой равной или меньшей $T_{\text{без}}$, воспламенения не произойдет. Но надо иметь в виду, что при длительном нахождении этого источника внутри оборудования его безопасность будут определять другие показатели пожаровзрывоопасности.

Проведенный эксперимент изучения чувствительности аэровзвеси левомецетина к инициирующему источнику зажигания, был рассмотрен с

использованием статистического метода. При этом анализировалась вся температурная и концентрационная область горения аэровзвеси. Вероятность воспламенения и распространения пламени в рассматриваемой области

$$P = \frac{\sum m}{\sum n}; \quad (5)$$

где $\sum m$ – количество опытов, в которых произошло воспламенение аэровзвеси; $\sum n$ – общее количество опытов.

Рассматривая, таким образом, весь проведенный эксперимент, можно определить вероятность события в самой низкой точки кривой, точки критического распространения пламени при оптимальных условиях.

Полученная зависимость представлена в логарифмических координатах на рис. 14. Из нее видно, что при минимальных значениях концентрации и оптимальных значениях инициирующего источника зажигания, определяется концентрация аэровзвеси, по которой может распространиться пламя с вероятностью этого события 10^{-2} .

Если анализировать технологическую систему в целом, мы приходим к выводу, что в системе может образовываться взрывоопасная концентрация аэровзвеси с традиционной вероятностью распространения пламени в ней 10^{-2} , от инициирующего источника зажигания – искр статического электричества, появление которых с энергией зажигания аэровзвеси вероятно с 10^{-2} . Следовательно, взрывобезопасность системы оценивается как 10^{-4} .

Еще один вывод можно сделать, анализируя рис. 14. Совершенствовать методику определения пределов распространения пламени можно продолжать, но существенных результатов добиться не удастся, так как по характеру наклона кривой вероятности распространения пламени по аэровзвеси, существенных сдвигов в величине концентрационного предела распространения пламени не предвидится. Очевидность этого утверждения характеризуется тем, что величина предела распространения пламени, на которую уточняется результат, приблизится к величине систематической погрешности сопутствующих операций.

В пятой главе приводится впервые разработанный метод интенсификации процесса сушки взрывоопасных пылеобразующих материалов. Схема проведения исследований приведена на рис. 15.

Кроме проведения исследования на специальных установках, в условиях близких к технологическому процессу, при расчетах сушильного устройства и режима сушки следует руководствоваться:

- Линейным характеристическим размером l_k .
- Концентрацией высушиваемого продукта равной отношению массы транспортируемого материала к массе транспортирующего потока $\mu = \frac{G}{L}$, здесь должно выполняться условие $\mu \leq \text{НКПР}$.
- Для технологической системы необходимо рассматривать дерево аварий и определять вероятность взрыва технологического оборудования. Вероятность аварийной ситуации должна быть не более 10^{-4} .

Приводятся разработанные рекомендации по технологии и пожаровзрывобезопасности процесса сушки левомецетина, определена вероятность взрыва технологического оборудования при организации процесса сушки этого продукта, определены условия конструктивного соответствия требованиям электростатической искробезопасности процесса сушки.

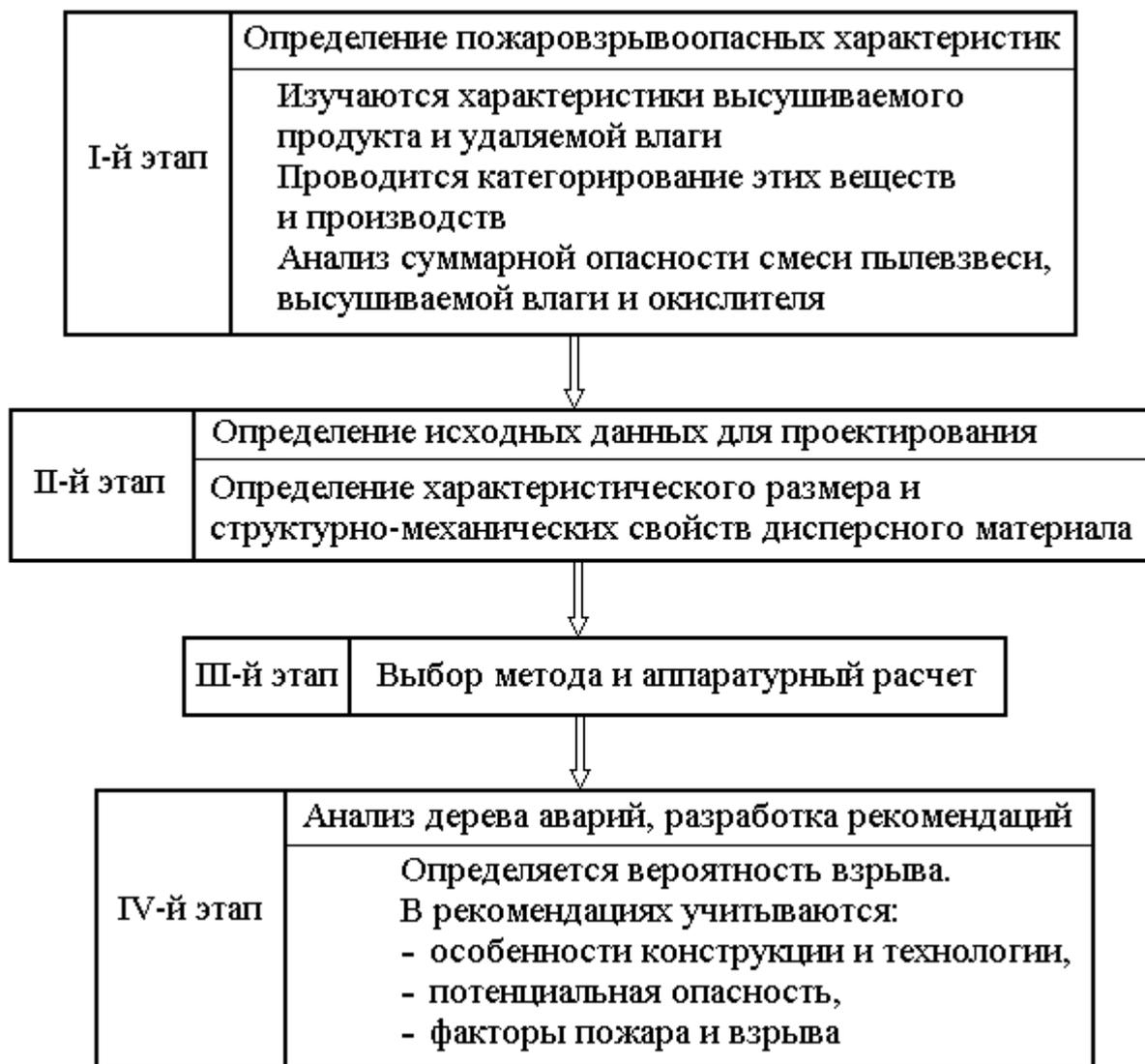


Рис. 15 – Схема проведения исследований

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Основные результаты выполненной работы:

1. Разработан интенсивный и взрывобезопасный процесс сушки лекарственных препаратов. На пилотной установке получены регламентные условия ведения процесса сушки левомицетина: скорость теплоносителя 24 м/с; температура сушки составляет 70°C, что позволило заменить полочную сушилку на аэрофонтанную. Выбранная сушилка, по своим характеристикам, хорошо подходит к действующей схеме производства, сократив время сушки 70 кг левомицетина с 10 часов до 1 часа.
2. Анализ современного состояния теории и практики процесса сушки взрывоопасных дисперсных материалов в химико-фармацевтической промышленности позволил выявить основные причины загорания и взрывов пылевоздушных смесей и установить, что наиболее важным фактором при этом является вероятность процесса распространения пламени.
3. Разработан метод интенсификации процесса сушки лекарственных препаратов, заключающийся в учете пожаровзрывоопасных характеристик высушиваемого

- продукта и удаляемой влаги, а также требований пожарной безопасности при проектировании сушильных устройств, в производствах дисперсных материалов.
4. Разработана модель равномерного распределения частиц в объеме реакционной камеры, которая позволяет воспроизводить производственные условия в сушильном оборудовании при сушке в активных гидродинамических режимах, при различном атмосферном давлении в технологическом аппарате. Проведена проверка математической модели на экспериментальной установке, показана равномерность распределения частиц по объему реакционной камеры.
 5. Разработана установка и методика экспериментального определения предельных условий распространения пламени в аэрозвесах при давлениях 0,1-101 кПа в реакционной камере, с учетом температуры инициирующего источника зажигания. Разработана методика по определению температуры воспламенения аэрозвеси. На основе полученного результата сформулированы условия пожаровзрывобезопасности при использовании пылеобразующих веществ и материалов: при расчетах сушильного устройства и режима сушки взрывоопасных продуктов необходимо руководствоваться: линейным характеристическим размером l_k ; концентрацией высушиваемого продукта равной отношению массы транспортируемого материала к массе транспортирующего потока $\mu = \frac{G}{L}$, при обязательном выполнении условия $\mu \leq \text{НКПР}$.
 6. Проведены исследования пожаровзрывоопасных характеристик лекарственного препарата левомецетин: $T_{\text{воспл}}=600^\circ\text{C}$ и др. Определена экспериментальная зависимость критических условий распространения пламени по аэрозвеси, при варьировании температуры источника зажигания и в условиях изменения давления в реакционном объеме.
 7. В результате проведенных исследований произведен выбор типа сушильного аппарата для сушки левомецетина. Технологическое оборудование, предназначенное для организации процесса сушки левомецетина, должно иметь линейные размеры с учетом l_k равным 0,22 м и режим концентрации пылевзвеси на безопасном уровне, что составляет 40 г/м^3 . Результаты работы внедрены в технологическом регламенте производства левомецетина на Новокузнецком ОАО «Органика».

Основные результаты диссертационной работы отражены в следующих публикациях:

1. Сечин А.А., Бабенко С.А., Сечин А.И. Интенсификация процесса сушки тонкодисперсных материалов// Тезисы докладов третьего сибирского конгресса по прикладной и индустриальной математике "ИНПРИМ-98". – Новосибирск: Изд-во Института математики СО РАН, 1998.
2. Сечин А.А., Бабенко С.А., Сечин А.И. Вопросы безопасности при интенсификации технологических процессов// Проблемы геологии и освоение недр: Материалы докладов Второй Международной научной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых им. академика М.А. Усова. – Томск: Изд-во НТЛ, 1998. – С. 157-158.
3. Сечин А.А., Бабенко С.А., Сечин А.И. Математическое моделирование природоохранных технологий// Проблемы геологии и освоение недр: Материалы докладов Второй Международной научной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых им. академика М.А. Усова. – Томск: Изд-во НТЛ, 1998. – С. 157.
4. Сечин А.А., Бабенко С.А., Сечин А.И. Повышение надежности производств ультрадисперсных материалов// Четвертая областная научно-практическая

- конференция студентов, аспирантов и молодых ученых "Современные техника и технологии". Сб. статей. – Томск: Изд-во ТПУ, 1998. – С. 162.
5. Сечин А.А., Бабенко С.А., Сечин А.И. К вопросу повышения надежности производств ультрадисперсных материалов// Тезисы докладов III-й Всероссийской научно-практической конференции "Проблемы безопасности в природных и технических системах" "БЕЗОПАСНОСТЬ-98". – Иркутск: Изд-во ИГТУ, 1998.
 6. Сечин А.А., Цветков Д.А., Сечин А.И. Вопросы безопасности технологических процессов и некоторые аспекты горения двухфазных систем// Материалы четвертого всероссийского научно-технического семинара "Энергетика: надежность, безопасность, экология". – Томск: Изд-во ТПУ, 1998. – С. 175-176.
 7. Сечин А.А., Бабенко С.А., Сечин А.И. Определение критической температуры горения дисперсных систем// Материалы четвертого всероссийского научно-технического семинара "Энергетика: надежность, безопасность, экология". – Томск: Изд-во ТПУ, 1998. – С. 176-177.
 8. Сечин А.А., Бабенко С.А., Сечин А.И. Лабораторная установка для моделирования природоохранных технологий// Проблемы геологии и освоение недр: Труды Третьего Международного научного симпозиума студентов, аспирантов и молодых ученых имени академика М.А. Усова. – Томск: Изд-во НТЛ, 1999. – С. 373-374.
 9. Сечин А.А., Ивченко И.В., Скарлыгин А.В., Сечин А.И. Обеспечение безопасности сушильной установки при переработке пылящих материалов// Проблемы геологии и освоение недр: Труды Третьего Международного научного симпозиума студентов, аспирантов и молодых ученых имени академика М.А. Усова. – Томск: Изд-во НТЛ, 1999. – С. 374.
 10. Сечин А.А. Категорирование производства ультрадисперсных материалов по пожаровзрывоопасности// Пятая областная научно-практическая конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Современные техника и технологии». Сб. статей. – Томск: Изд-во ТПУ, 1999. – С. 262-264.
 11. Сечин А.А., Бабенко С.А., Сечин А.И. К вопросу определения технологических параметров при интенсификации процесса сушки тонкодисперсных материалов// Proceedings The Third Russian-Korean International Symposium on Science and Technology, KORUS'99, Novosibirsk State Technical University, 1999. – Vol.2. – S.689-691.
 12. Sechin A.A., Babenko S.A., Sechin A.I. On The Problem Of Tecnological Parameters Defining When Drying Of Finely Disperced Materials Is Investugated// Abstract The Third Russian-Korean International Symposium on Science and Technology, KORUS'99, Novosibirsk State Technical University, 1999. – Vol.2. – S. 703.
 13. Сечин А.А., Сечин А.И., Федосова В.Д., Цветков Д.А. К вопросу определения вероятности взрыва в технологическом оборудовании, перерабатывающем пылеобразующие материалы// Материалы пятой Всероссийской научно-технической конференции "Энергетика: экология, надежность, безопасность". – Томск: Изд-во ТПУ, 1999. – С. 233-234.
 14. Сечин А.А., Сечин А.И., Федосова В.Д. Установка для исследования опасности пылевоздушных смесей ультрадисперсных материалов// Материалы пятой Всероссийской научно-технической конференции "Энергетика: экология, надежность, безопасность". – Томск: Изд-во ТПУ, 1999. – С. 235.
 15. Сечин А.А., Бабенко С.А., Сечин А.И. Организация процесса сушки в производстве левомицетина// Проблемы геологии и освоение недр: Труды Четвертого Международного научного симпозиума имени академика М.А. Усова студентов, аспирантов и молодых ученых. – Томск: Изд-во НТЛ, 2000. – С. 525-526.

16. Сечин А.А., Бабенко С.А., Сечин А.И. Изучение пожаровзрывоопасности аэрозвеси в условиях пониженного давления// Проблемы геологии и освоение недр: Труды Четвертого Международного научного симпозиума имени академика М.А. Усова студентов, аспирантов и молодых ученых. – Томск: Изд-во НТЛ, 2000. – С. 526-527.
17. Сечин А.А., Бабенко С.А., Сечин А.И. Определения критической температуры зажигания аэрозвесей пылеобразующих материалов// Материалы шестой Всероссийской научно-технической конференции “Энергетика: экология, надежность, безопасность”. – Томск: Изд. ТПУ, 2000. – Т.1. – С. 214-217.
18. Сечин А.А., Петренко Р.В., Поляков А.А. К вопросу установления конструктивного соответствия технологического оборудования требованиям электростатической искробезопасности// Современные техника и технологии: Труды седьмой международной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых. – Томск: Изд. ТПУ, 2001. – Т.1. – С. 115-116.
19. Сечин А.А., Сечин А.И. Экспериментальная установка для исследования горения пылевоздушных смесей при пониженных давлениях// Материалы седьмой Всероссийской научно-технической конференции “Энергетика: экология, надежность, безопасность”. - Томск: Изд. ТПУ, 2001. – Т.1. – С. 214-219.
20. Устройство для определения концентрационных пределов распространения пламени. А.И. Сечин, Д.А. Цветков, В.И. Косинцев, А.А. Сечин. Св. РФ № 16956. Опубл. 27.02.2001.
21. Конусный распылитель дисперсных веществ. А.И. Сечин, В.Я. Яшин, А.А. Сечин, А.А. Поляков. Пол. реш. от 14.02.02. по заявке на пол. модель. № 2001131157 с приоритетом от 19.11.01.