

РОЗДІЛ 4. ЕКОЛОГІЯ ТА ОХОРОНА ПРИРОДИ

УДК 57.013:621.526-528

ПРИМЕНЕНИЕ ЦЕОЛИТОВОГО НАСОСА ДЛЯ СОЗДАНИЯ БЕЗМАСЛЯНОГО ВАКУУМА В ПРОЦЕССЕ ЛИОФИЛИЗАЦИИ ПРОМЫШЛЕННЫХ ШТАММОВ МИКРООРГАНИЗМОВ

Войченко В.В., аспирант, Белых И.А., к.б.н., доцент,

*Зинченко В.Д., д.б.н., профессор

Национальный технический университет «Харьковский политехнический институт»

**Институт проблем криобиологии и криомедицины НАН Украины*

Разработана конструкция элемента сублимационной сушильной установки с полочной вакуумной камерой, сорбционного вакуумного насоса, для создания безмасляного вакуума в процессе лиофилизации промышленных штаммов микроорганизмов. В качестве сорбента использовался природный цеолит. Рассмотрены изменения свойств цеолита в процессе сорбции и регенерации.

Ключевые слова: лиофилизация, вакуумная сублимационная сушка, цеолитовый насос, вакуумный насос, сублимация, цеолит.

Войченко В.В., Белых И.А., *Зинченко В.Д. ЗАСТОСУВАННЯ ЦЕОЛІТОВОГО НАСОСУ ДЛЯ СТВОРЕННЯ БЕЗМАСЛЯНОГО ВАКУУМУ У ПРОЦЕСІ ЛІОФІЛІЗАЦІЇ ПРОМИСЛОВИХ ШТАМІВ МІКРООРГАНІЗМІВ / Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут», *Інститут проблем кріобіології та кріомедицини НАН України, Україна

Розроблено конструкцію елементу сублімаційної сушильної установки з полицною вакуумною камерою, сорбційного вакуумного насосу, для створення безмасляного вакууму в процесі ліофілізації промислових штамів мікроорганізмів. В якості сорбенту використовувався природний цеоліт. Розглянуто зміни властивостей цеоліту в процесі сорбції і регенерації.

Ключові слова: ліофілізація, вакуумна сублімаційна сушка, цеолітовий насос, вакуумний насос, сублімація, цеоліт.

Voichenko V.V., Belyh I.A., *Zinchenko V.D. APPLICATION OF ZEOLITE PUMP FOR CREATION OIL-FREE VACUUM DURING LYOPHILIZATION OF INDUSTRIAL STRAINS OF MICROORGANISMS / National Technical University "Kharkiv Polytechnical Institute", *Institute for Problems of Cryobiology and Cryomedicine of the National Academy of Sciences of Ukraine, Ukraine

The sorption vacuum pump was designed as element of freeze-dryer with shelf vacuum chamber to create oil-free vacuum during lyophilization process of industrial strains of microorganisms. As the sorbent was used natural zeolite. The changes of zeolite's properties during the sorption and regeneration are reviewed.

Key words: lyophilization, freeze-drying, the zeolite pump, vacuum pump, sublimation, zeolite.

ВВЕДЕНИЕ

Длительное сохранение жизнеспособности штаммов микроорганизмов требует определенных условий и достигается в настоящее время несколькими способами: периодическим рекультивированием в случае стабильных штаммов, хранением в глубоко замороженном или в лиофилизированном состоянии. Последний метод позволяет продолжительное время сохранять почти без изменений все свойства биопрепарата или продуцента, не требует больших экономических затрат при изготовлении и хранении [1]. Однако лиофилизация это сложный технологический процесс в результате, которого часть микробной культуры отмирает [2]. Поэтому необходимо разработать такие условия лиофилизации, которые позволяют сохранять

наибольший процент жизнеспособных клеток после высушивания. До сих пор условия лиофилизации бактерий подбираются эмпирическим путем: изменяют какой-либо технологический параметр и определяют выживаемость бактерий. Большое влияние на сохранение жизнеспособности и продуктивности микроорганизмов при замораживании, хранении и последующем оттаивании оказывают условия замораживания: скорость и температура, длительность процесса, наличие и состав питательных сред, продолжительность хранения, условий культивирования, возраста культуры [3].

Одним из важнейших технологических условий лиофилизации микроорганизмов является создание и поддержание безмасляного вакуума в системе, т.е. требуется создание не только очень высокого, но и очень «чистого» вакуума. Под последним подразумевается отсутствие в составе остаточных газов приборов углеводородов, попадающих в основном из насосов, применяемых для откачки приборов, например, из паромасляных насосов. Один из путей снижения содержания углеводородов в вакуумных приборах – применение безмасляных средств откачки [4].

Одним из таких средств сегодня является цеолитовый насос. Данный насос относится к вакуумным насосам сорбционного типа с предварительной регенерацией, т.е. удалением влаги и остаточных газов.

Целью использования данной конструкции насоса является получение высокого вакуума, и обеспечение чистых вакуумных условий при откачке атмосферного давления.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

1. Изучить технологические условия лиофилизации промышленных штаммов микроорганизмов: скорость охлаждения, начальная температура сублимации, остаточная влажность и защитные среды.
2. Изучить принцип работы вакуумных насосов.
3. Рекомендовать природный цеолит в качестве сорбента для достижения необходимого вакуума и чистых вакуумных условий.
4. На основании экспериментальных данных сорбционных свойств цеолита рекомендовать цеолитовый насос в качестве элемента для вакуумной сублимационной сушильной установки с полочной вакуумной камерой.
5. Рекомендовать возможные пути использования разработанной установки для лиофилизации промышленных штаммов микроорганизмов.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Все конструкционные элементы цеолитового насоса выполнены из стали 40Х ГОСТ 3680-57, которая отвечает требованиям к конструкционным элементам для вакуумной техники [5,6].

В данной конструкции насоса используется природный цеолит Сокирницкого месторождения. По химическому составу Сокирницкий цеолит относится к натриево-калиевым цеолитам. Кристаллохимическая формула клиноптилолита: $(\text{NaK})_4 \text{CaAl}_6 \text{Si}_{30} \text{O}_{72} \times 24\text{H}_2\text{O}$. Границы изменения отношения Si/Al для клиноптилолита составляют 4,25-5,25.

Насос является элементом вакуумной сублимационной сушильной установки с полочной вакуумной камерой. Сушильная камера представляет собой цилиндрический аппарат с одной поворотной торцевой крышкой. Внутри корпуса аппарата смонтированы полки (обогреваемые плиты) [7].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Разработана конструкция цеолитового насоса, которая представлена на рисунке 1.

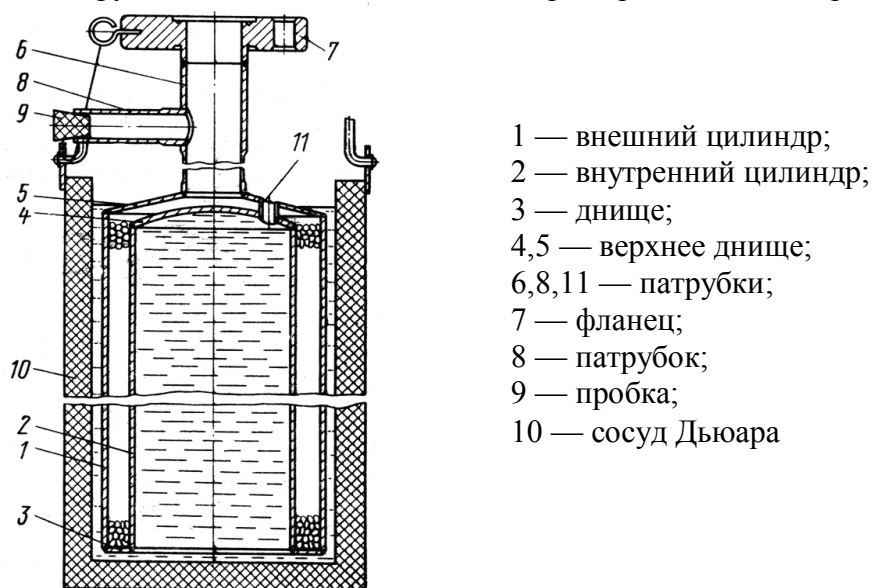


Рис. 1. Цеолитовый вакуумный насос:

Насос представляет собой баллон, заполненный цеолитом и приспособленный для охлаждения жидким азотом. В баллон, образованный внешним металлическим цилиндром 1, внутренним цилиндром 2 и закрытый нижним кольцевым днищем 3 и двумя верхними сферическими днищами 4 и 5, до верхнего края внутреннего цилиндра засыпан цеолит. В насос помещается 1 кг цеолита. Патрубком 6 баллон соединяется с фланцем 7, которым насос присоединяется к вакуумной системе. В средней части патрубка располагается патрубок 8, закрываемый резиновой пробкой 9. Баллон насоса помещается в сосуд Дьюара 10. При заполнении сосуда Дьюара жидким азотом и охлаждении цеолита он сорбирует газ, поступающий из откачиваемого сосуда. Цеолитовый насос комплектуется печью (на рисунке не показана), которая устанавливается на место сосуда Дьюара при регенерации цеолита в насосе. Печь представляет собой двухстенный стакан, между стенками которого расположен проволочный нагреватель. Насос присоединяется к вакуумной системе через вакуумный клапан.

Цикл работы цеолитового насоса следующий. При закрытом клапане, соединяющем его с вакуумной системой, и открытой в атмосферу пробкой производят регенерацию, т. е. восстановление сорбционной активности, цеолита. Регенерация цеолита происходит при прогреве его при температуре 300°C в течение 3-х часов. После регенерации печь заменяется сосудом Дьюара и насос охлаждается до температуры – 196 °C. После охлаждения цеолита насос способен производить откачку. При насыщении цеолита откачиваемым газом производят его повторную регенерацию, для чего насос предварительно отделяется клапаном от откачиваемого сосуда.

Цеолит является гетерополярным адсорбентом и характеризуется наличием катионов и анионов, поэтому поглощающие свойства определяются, в основном, электростатическими силами [8]. Гетерополярными являются и природные и искусственные цеолиты и имеют общую формулу:



RO – окисел какого-либо металла; n – число молекул кристаллизационной воды; x – мольное соотношение SiO_2 / Al_2O_3 [1]

В структуре цеолитов различают первичную и вторичную пористость. Первичная пористость образуется при нагреве цеолита до 180-430°C за счет удаления кристаллизационной воды. Эта пористость может быть представлена в виде сферических полостей, соединяемых между собой узкими парами или окнами. Диаметры первичных пор различных цеолитов находятся в пределах 3,8-10 Å. Вторичная пористость образуется при соединении отдельных кристаллов цеолита, имеющих размеры в несколько микрон, в гранулы при помощи различных связующих добавок. Диаметры вторичных пор цеолитов составляют $(5-10) \cdot 10^3$ Å. Доля поверхности вторичных пор мала, поэтому их вклад в процесс поглощения невелик. Они служат только каналами для доступа газа к внутренним полостям адсорбента [8].

ВЫВОДЫ

1. Использование данной конструкции цеолитового насоса дает возможность отказаться от традиционных механических вакуумных насосов и дополнительной системы фильтрации в процессе лиофилизации микроорганизмов, что обеспечивает поддержание необходимого безмасляного вакуума в системе.
2. Адсорбционный цеолитовый насос позволяет создавать в объемах до нескольких сотен литров разрежение $10^{-1} - 10^{-2}$ мм.рт.ст. Для получения более низкого давления до $10^{-3} - 10^{-4}$ мм.рт.ст. целесообразна последовательная работа двух и более насосов. При этом один из насосов охлаждается и откачивает газ как из объема реципиента, так и из объемов остальных еще не охлажденных насосов. После насыщения первый насос отключается, охлаждается следующий насос и т.д.

ЛИТЕРАТУРА

1. Угарова Н. Н. Биолюминесцентные методы и реагенты для целей медицинской диагностики / Н. Н. Угарова, Л. Ю. Бровко, О. В. Лебедева, И. В. Березин // Вестник Академии Медицинских Наук СССР. – 1985. – N 7. – с. 88 – 94.
2. Цуцаева А. А. Холодовой стресс и биологические системы/ А. А. Цуцаева, Ю. Е. Микулинский, И. П. Высеканцев и др.// Киев. – Наукова думка. – 1991. – 176 с.
3. Хамагаева И. С. Биотехнология заквасок пропионовокислых бактерий / И. С. Хамагаева, Л. М. Качанина, С. М. Тумурова // Улан-Удэ. – Издательство ВСГТУ. – 2006. – с. 42.
4. Мартинсон Е. Н. Цеолитовые вакуумные агрегаты непрерывного действия для безмасляной откачки / Е. Н. Мартинсон, Б. И. Плечев, Ю. Т. Путятин // Приборы и техника эксперимента. – 1965. – N4. – с. 154.
5. Плисковский В.Я. Конструкционные материалы и элементы вакуумных систем / В. Я. Плисковский // Москва. – Машиностроение. – 1976. – с. 7.
6. Фролов Е. С. Вакуумная техника: Справочник / Е. С. Фролов, В. Е. Минайчев, А. Т. Александрова и др.: Под общ. ред. Е. С. Фролова, В. Е. Минайчева // Москва. – Машиностроение. – 1992. – с. 78.
7. Тимонин А. С. Основы конструирования и расчета химико-технологического и природоохранного оборудования: Справочник / А. С. Тимонин // Калуга. – Издательство Н. Бочкаревой. – 2002. – Т2. – с. 771.
8. Великанов Е. Г. Криогенные насосы / Е. Г. Великанов, С. Ф. Гришин, Л. С. Гуревич // Москва. – Машиностроение. – 1977. – с. 24–26.