**Исследование процесса зародышеобразования и роста частиц в свободной струе в процессе истечения сверхкритического флюидного раствора из микронных сопловых каналов**

И.В. Кузнецова , И.И.Гильмутдинов, И.М. Гильмутдинов, А.А. Мухамадиев, А.Н. Сабирзянов

*Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет», Россия, Казань, ул. К.Маркса, 68. Irina301086@gmail.com*

Одним из методов получения фармацевтических препаратов высокой чистоты является метод быстрого расширения сверхкритических растворов (RESS процесс). В процессе RESS в области свободной струи происходит три важных механизма образования и роста частиц: образование критических ядер, конденсация и коагуляция, на которые влияют такие параметры, как плотность, давление, температура, скорость и явления в процессе истечения: турбулентность, ударные волны, смешение с фоновым газом. Механизмы образования и роста частиц мало изучены вблизи и при переходе через ударные волны, диск Маха в связи со скачкообразным изменением термодинамических параметров и механическим взаимодействием растущих частиц с ударными волнами. Для экспериментального измерения температурного профиля потока после выхода из соплового устройства расширения используется анализ тепловизором потока с низким коэффициентом теплопроводности и гидродинамического сопротивления [1].Проведена серия экспериментов исследования температурного поля в свободной струе при параметрах процесса: P =10-35 МПа, Tнас=323 К, Tур=343 К; P =25 МПа, Tнас=323 Tур=313-353 К;

**Экспериментальная часть**

Для проведения опытов в настоящей работе использована модернизированная установка RESS-100-2 Base (рис. 1) фирмы Thar Technologies Inc. Установка RESS-100-2 Base включает в себя: насос высокого давления, теплообменник охлаждения СО2,электронагреватель, насытитель со смотровым окном и мешалкой, устройство расширения, сборник частиц, систему контроля и защиты. Установка обладает следующими техническими характеристиками: рабочее давление 6 ÷ 60 МПа (с мешалкой до 40 МПа); номинальный массовый расход сверхкритического растворителя8•10-4 кг/с (пиковое значение расхода может достигать 1,6•10-3 кг/с); рабочая температура от комнатной до 393 К.



Рис. 1. Экспериментальная установка TharRESS-100-2 Base

1 - насытитель; 2 - мешалка; 3 - термостат; 4,7,8 - вентиль; 5 - расходомер; 6 - насос высокого давления; 9 - устройство расширения; 10 - теплообменник на нагрев (электронагреватель); 11 - камера расширения; 12 - теплообменник - охладитель;13 – баллон с СО2

Чтобы определить распределение температуры в струе диоксида углерода при расширении был применен способ термической визуализации. Измерения проводились в нагретой струе чистого диоксида углерода без добавления полимера. Для экспериментов был использован тепловизор инфракрасный FlukeTi-25 (свидетельство о поверке № 207/13-2561). Параметры проведения процесса представлены в таблице 1.

Таблица 1. Условия проведения процесса RESS

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| № | Тем-ра насытителя, К | Тем-ра устройства расширения К | Давление в системе, МПа | L/D мкм |
|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|  | 323 | 343 | 10 | 2000/150 |
|  | 15 |
|  | 20 |
|  | 25 |
|  | 30 |
|  | 35 |
|  | 323 | 313 | 25 | 2000/150 |
|  | 323 |
|  | 333 |
|  | 343 |
|  | 353 |

**Результаты**

В процессе RESS (рис. 1) первоначально твердое вещество растворяется в сверхкритическом флюиде, затем расширяется в атмосферные условия через нагреваемое расширительное устройство. В результате больших пресыщений образуется большое количество стабильных зародышей, способных к дальнейшему росту. При сбросе растворитель переходит в газообразное состояние, а вещество осаждается в виде мелкодисперсного аэрозоля на пластину[2]. Непосредственно под соплом вертикально была установлена пластиковая пластина толщиной 15мм. На рис.2 показано тепловое изображение, полученное с помощью тепловизора в эксперименте №1.



IR004566.IS2

Рис.2. Тепловое изображение, полученное с помощью тепловизора

Данные полученные тепловизоров в серии экспериментов №1-11 при параметрах процесса: P =10-35 МПа, Tнас=323 К, Tур=343 К; P =25 МПа, Tнас=323 Tур=313-353 К позволили получить профили температур вдоль оси x. На рис 3 представлены зависимость изменения температуры по направлению движения потока при изменении давления эксперимента. На рис 4 представлены зависимости изменения температуры по направлению движения потока при различных температурах соплового устройства расширения.

Рис. 3 Зависимость изменения температуры свободной струи при изменении давлениях процесса

Рис.4 Зависимость изменения температуры свободной струи при изменении температуры устройства расширения

Нижний предел измерений тепловизора 243 К , в центре свободной струи температура нижу указанного предела. Экспериментальный анализ поля температуры в потоке позволят идентифицировать геометрию боковых ударных волн и диска Маха по скачкообразному изменению температуры, а также будет использованно для математического описания процесса истечения сверхкритического диоксида углерода из каналов микронного размера.

**Благодарность**

Работа выполнена в рамках Соглашения №14-08-31319\14 от 14.02.2014 с федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский фонд фундаментальны исследований»

**ЛИТЕРАТУРА**

1. И.В. Кузнецова, И.И. Гильмутдинов, И.М. Гильмутдинов, А.А.Мухамадеев, А.Н. Сабирзянов Гидродинамика и зародышеобразование в канале и свободной струе в процессе быстрого расширения сверхкритического раствора  *Вестник Казанского технологического университета*.(2012) С.111-118.
2. И.В. Кузнецова, Р.Р. Илалов, И.И. Гильмутдинов, И.М. Гильмутдинов, А.А. Мухамадиев, А.Н. Сабирзянов Кузнецова И.В. Диспергирование ибупрофена методом быстрого расширения сверхкритического раствора *Вестник Казанского технологического университета* . ( 2011), С. 38-43