На правах рукописи

Ермолаева Полина Юрисовна

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА КРИОГРАНУЛИРОВАНИЯ ЖИДКОСТЕЙ И РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ СОЗДАНИЯ АППАРАТА ДЛЯ КРИОГРАНУЛЯЦИИ

Специальность 05.04.03 Машины и аппараты, процессы холодильной и криогенной техники, систем кондиционирования и жизнеобеспечения (технические науки)

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук

Москва 2018

Работа выполнена на кафедре «Техника низких температур» имени П.Л. Капицы» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский политехнический университет» (Московский Политех).

Научный руководитель
кандидат технических наук
доцент

Белуков Сергей Владимирович
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский политехнический университет», заведующий кафедрой «Техника низких температур» им. П.Л. Капицы»

Официальные оппоненты
доктор технических наук

НТБ МГТУ им.Н.Э.Баумана
2184824
Ермолаева П.Ю. Моделирован

Гончарова Галина Юрьевна
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана», профессор кафедры холодильной и криогенной техники, систем кондиционирования и жизнеобеспечения

кандидат технических наук

Сусликов Денис Владимирович
ООО «ГЕА Рефрижерейшн РУС», старший инженер Департамента «Индустриальные решения» отдела технической поддержки проектов промышленного холода

Ведущая организация
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный университет пищевых производств» (ФГБОУ ВО «МГУПП»)

Защита диссертации состоится «25» января 2019 года в 14.30 на заседании Диссертационного совета Д 212.141.16 при Московском государственном техническом университете им. Н.Э. Баумана по адресу: 105005, г. Москва, Лефортовская наб., д. 1, корпус «Энергомашиностроение».

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке МГТУ им. Н.Э. Баумана и на сайте www.bmstu.ru.

Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью учреждения, просим присылать по адресу: 105005, г. Москва, 2-ая Бауманская ул., д. 5, стр. 1 ученому секретарю диссертационного совета Д 212.141.16.

Автореферат разослан «___» _____ 2018 года.

Ученый секретарь
диссертационного совета
Д 212.141.16,
кандидат технических наук,
доцент

Колосов Михаил Анатольевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Для интенсификации технологических процессов, формирования структурно-функциональных свойств целевого продукта, исключения тепловой деструкции в обрабатываемом продукте применяют фазовый переход в среде низких температур. Самой эффективной формой фазового перехода при низких температурах является грануляция. Применение криогранулирования является энергоэффективным методом обработки продукции, а в ряде случаев единственно возможным технологическим решением. При рассмотрении выполненных исследований, реализованных в технологических решениях промышленного производства криогранулированной продукции, можно сделать вывод, что комплексный подход решения этой задачи не был ранее реализован.

Для обеспечения энергоэффективности технологического процесса и его металлоэкономного аппаратурного оформления, согласно стратегии развития химического и нефтехимического комплекса на период до 2030 года, утвержденной приказом Минпромторга России и Минэнерго России от 8 апреля 2014 года № 651/172, необходимо рассматривать весь процесс получения целевого продукта как единое целое, а его аппаратурное оформление как единый агрегат. Агрегат состоит из основного аппарата технологической схемы – криогранулятора, а также системы подачи, хранения и получения низкотемпературного хладагента.

В настоящее время существуют методики получения монодисперсных гранул, разработкой которых в своих исследованиях занимался ряд авторов: Е.В. Аметистов, М.Б. Генералов, А.В. Клименко, А.А. Макеев, R.C. Hendricks и K.J. Baumeister. Однако, методика аппаратного оформления процесса для гранулирования и выбора параметров режимов работы криогрануляторов в России в достаточной мере не исследована, либо отсутствует.

Цель исследования состоит в моделировании процесса криогранулирования жидкостей и разработке методики создания аппарата для криогрануляции.

Основные научные задачи для достижения поставленной цели:

1. Обзор и анализ научных публикаций, посвященных криогранулированию жидких веществ.
2. Разработка методики и алгоритма расчета времени образования криогранулята жидких веществ, на примере воды, глицерина, спирта и ацетона, с размером гранул от 0,1 до 5,0 мм.
3. Разработка программного инструмента для решения задачи о промерзании в жидком азоте гранул жидких веществ диаметром 0,1 – 5,0 мм.
4. Разработка программного обеспечения для моделирования и визуализации процесса промерзания капли на разных этапах процесса криогранулирования.

5. Разработка экспериментального стенда криогранулятора и методики проведения экспериментальных исследований.

6. Разработка рекомендаций для создания иммерсионного агрегата криогранулирования монодисперсных гранул при азотных температурах, учитывающие особенности целевого продукта.

7. Разработка методик:

- компоновки агрегатов для получения целевого продукта в твердом состоянии при низкой температуре;
- расчета параметров режима работы аппаратов, составляющих агрегат для получения целевого продукта в твердом состоянии.

Научная новизна:

1. Разработана аналитическая методика определения времени промерзания в жидком азоте капель жидкостей различных веществ с образованием гранул диаметром менее 1,0 мм.

2. Разработана математическая модель процесса криогранулирования по стадиям: охлаждение капель в парах азота, охлаждение и кристаллизация капель в толще азота и процесс дальнейшего охлаждения до получения твердого состояния по всему объему гранулы, и решена задача о промерзании капли вещества на каждом из этих этапов.

3. Предложен новый подход к решению задачи о промерзании капли жидкости диаметром 0,1 – 5,0 мм энтальпийным методом и модифицированной задачи Стефана, основным отличием которой является нахождение распределения скоростей и давления паров азота в сферическом слое между каплей и жидким азотом, а также определены силы, действующие на каплю в вертикальном направлении, и динамика центра масс капли до момента полного замерзания.

4. Разработаны рекомендации для создания иммерсионного агрегата криогранулирования для получения монодисперсных гранул диаметром 0,1 – 5,0 мм при азотных температурах ($T = 77$ К, при режимах: без применения форсунки при давлении 0,1 МПа и с применением форсунки с давлением выхода из нее $\Delta P = (2{,}5 - 10{,}0) \cdot 10^5$Па), учитывающие особенности целевого продукта: вид, состав и свойства гранулируемой жидкости.

5. Разработаны методики:

- создания принципиальной схемы криогранулятора для получения целевого продукта в твердом состоянии;
- расчета термодинамических режимов работы криогранулятора, в зависимости от типа целевого продукта: вида и термодинамического состава гранулируемой жидкости.

Практическая значимость и реализация результатов работы:

1. Разработаны методика и алгоритм определения времени промерзания капель жидких веществ диаметром 0,1 – 5,0 мм.

2. Получены оригинальные данные о времени образования гранул и термодинамических режимах процесса промерзания различных жидкостей с размером капель 0,1 – 5,0 мм.

3. Разработаны рекомендации по рациональным режимным параметрам процесса криогранулирования капель жидких веществ диаметром 0,1 – 5,0 мм.

4. Изготовлены опытные образцы криогрануляторов для получения гранулята диаметром 0,1 – 5,0 мм производительностью 0,5 – 10 л/ч.

5. На основе рекомендаций автором работы разработан аппарат периодического действия, предназначенный для криогранулирования жидких веществ: количество заправляемого жидкого азота на 1 порцию до полного его испарения 1,42 л, производительность гранулята 0,679 кг за цикл.

Внедрение результатов работы. Сформирована теоретическая база, используемая в учебном процессе в преподаваемой на кафедре «Техника низких температур» им.П.Л. Капицы» Московского Политеха дисциплине «Криохимическая нанотехнология». Разработанная методика позволяет предсказывать поведение гранул веществ при криогранулировании на разных стадиях протекания процесса.

Достоверность полученных результатов исследования обеспечивается применением апробированных способов измерения параметров с помощью сертифицированных измерительных приборов. Достоверность результатов математического моделирования подтверждается сходимостью с экспериментальными данными. Основные уравнения математических моделей основаны на законах и уравнениях термодинамики, а сами модели решены современными численными методами.

Обоснованность научных положений, рекомендаций и выводов, полученных автором, подтверждается результатами работы изготовленного опытного образца аппарата для низкотемпературного гранулирования целевого продукта.

Выносимые на защиту научные положения:

1. Физическая и математическая модели процесса промерзания капли жидкости диаметром от 0,1 до 5,0 мм по стадиям протекания процесса криогранулирования.

2. Новый подход к решению задачи о промерзании капель жидких веществ диаметром 0,1 – 5,0 мм с применением энтальпийного метода и модификации задачи Стефана, основным отличием которой является нахождение распределения скоростей и давления паров азота в сферическом слое между каплей и жидким азотом и определены силы, действующей на каплю в вертикальном направлении, и динамика центра масс капли до момента полного замерзания.

3. Методика и алгоритм расчета времени образования гранулята из жидких веществ таких, как вода, глицерин, спирт и ацетон, с размером гранул от 0,1 до 5,0 мм.

4. Экспериментальные данные о времени промерзания капель диаметром 0,1 – 5,0 мм различных жидкостей (вода, раствор кофе, раствор $KMnO_4$, глицерин, спирт, ацетон) при температуре 77 К и при режимах: без применения фор-

сунки при давлении 0,1 МПа и с применением форсунки с давлением выхода из нее $\Delta P = (2{,}5 - 10{,}0) \cdot 10^5$Па.

5. Рекомендации для создания иммерсионного агрегата криогранулирования для получения монодисперсных гранул диаметром 0,1 – 5,0 мм при азотных температурах (T = 77 К, при режимах: без применения форсунки при давлении 0,1 МПа и с применением форсунки с давлением выхода из нее $\Delta P = (2{,}5 - 10{,}0) \cdot 10^5$Па), учитывающие особенности целевого продукта, такие как: вид, состав и свойства гранулируемой жидкости.

Апробация работы. Результаты данной работы были представлены на конференциях:

- IV International conference for young scientists «Low Temperature Physics». B. Verkin Institute for Low Temperature Physics and Engineering The National Academy of Sciences of Ukraine, Kharkiv (Харьков, 2013 г.);
- Научно-практическая конференция студентов, магистрантов и аспирантов, посвященная памяти Л.А. Костандова в Университете машиностроения (Москва, 2013);
- Третья Международная конференция с элементами научной школы для молодежи «Инновационные разработки в области техники и физики низких температур» на кафедре «Техника низких температур» им. П.Л. Капицы Университета машиностроения (Москва, 2013 г.);
- Конференция «Индустрия холода для продовольственной, энергетической и экологической безопасности» в рамках международной выставки «CHILLVENTA ROSSIJA 2014» (Москва, 2014 г.);
- VII Международная научно-техническая конференция "Низкотемпературные и пищевые технологии" в Институте холода и биотехнологий Университета ИТМО (Санкт-Петербург, 2015 г.);
- Научно-практическая конференция, посвященная столетию со дня рождения Л.А. Костандова в Университете машиностроения (Москва, 2015 г.);
- Конференция Школа молодых ученых имени профессора И.М. Калниня в рамках 13-ой Международной специализированной выставки Мир климата 2017 (Москва, 2017 г.),
- Заседание ученого совета ВНИХИ, выписка из протокола № 10 от 23.06.2016 г (Москва, 2016 г.).

Личный вклад автора. Для практического использования получено приближенное решение уравнения теплового баланса на всем этапе гранулирования. Предложен энтальпийный метод для решения задачи высокоскоростного теплообмена и определения температурного распределения для гранул диаметром 1,0 – 5,0 мм. Исследована зависимость распределения температуры и высоты полета капли от времени замораживания для разных диаметров капель, в том числе в безразмерном виде. Предложен и обоснован метод решения задачи теплообмена при криогранулировании в безразмерном виде для гранул диаметром 0,1 – 1,0 мм, что не рассматривалось ранее. Решена модифицированная задача Стефана для нахождения распределения скоростей в паровом слое между

каплей и жидким азотом и определения силы, действующей на каплю. Разработана методика расчета времени замораживания при криогранулирования. Выработаны рекомендации по рациональным режимам процесса замораживания гранул жидких суспензий с применением азотных температур. Предложена схема конструкции криогранулятора периодического действия, позволяющая проводить процесс криогранулирования с применением форсунок различного диаметра. Для разных веществ с учетом возможных ограничений на габариты аппарата для криогранулирования рекомендованы рациональные режимы процесса замораживания.

Публикации. Основные результаты опубликованы в 10 научных работах, в том числе имеется 3 статьи в реферируемых ВАК РФ журналах.

Структура и объем работы. Диссертационная работа состоит из перечня условных обозначений, введения, четырех глав, выводов и рекомендаций, списка литературы и приложений. Работа изложена на 146 страницах текста, содержит 56 рисунков, 10 таблиц и список литературы из 74 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

В главе 1 представлен обзор методов получения криогранулята и методик определения времени промерзания капель жидких веществ в хладагенте при криогенных температурах.

В главе 2 разработана математическая модель процесса криогранулирования по стадиям и решена задача о промерзании капли вещества на каждом из этих этапов: охлаждение капель жидкости в парах азота и замораживание их в жидком азоте. После того, как процесс замерзания капли будет завершен, начинается процесс ее дальнейшего охлаждения от температуры замерзания до температуры паров азота.

Проведена оценка максимального времени охлаждения в безразмерном виде при допущениях: капля в процессе замораживания неподвижна, капля сферическая; температура капли при замораживании равна постоянной температуре кристаллизации жидкости; температура паров кипящего азота постоянна и равна температуре его кипения при атмосферном давлении.

Для инженерных расчетов рекомендована формула:

$$T = T_c - \frac{D}{6}(T_c - T_0)\left[\frac{Bi+2}{Bi} - \left(\frac{r}{R}\right)^2\right] exp(-D \cdot F_0), \quad (1)$$

где вспомогательный параметр D вычисляют по формуле:

$$D = \frac{21(Bi+5)Bi}{2Bi^2 + 14Bi + 35}, \quad (2)$$

где T_c – температура азота, окружающего гранулу, R – радиус сферической капли на выходе из форсунки, r – текущий радиус капли от 0 до R, $Fo = at/R^2$ – число Фурье (безразмерное время), $Bi = \alpha \cdot R/\lambda$ – число Био, где λ, a – соответственно коэффициенты тепло- и температуропроводности вещества гранулы, t –

текущее время (в секундах).

Точность зависит от значений чисел Био и Фурье: при $Bi < 5$ и $Fo > 0{,}1$ погрешность составляет менее 3%.

Максимально возможное время охлаждения капли до температуры начала кристаллизации при температуре кипящего азота будет:

$$t = \frac{\rho_{кап} C_{кап} d_{кап}^2}{12\lambda_{кап}} \ln\left(\frac{T_0 - T_{аз}}{T_{зам} - T_{аз}}\right) \quad (3)$$

или в безразмерном виде:

$$Fo = \frac{1}{12} \ln\left(\frac{T_0 - T_{аз}}{T_{зам} - T_{аз}}\right) \quad (4)$$

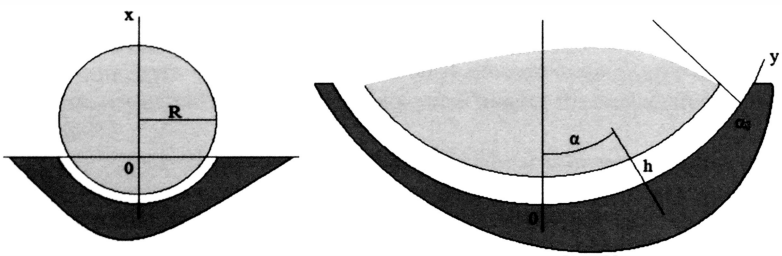


Рисунок 1. Расчетная схема для решения задачи

Разработан алгоритм решения модифицированной задачи Стефана (Рисунок 1), который используется при выполнении численных расчетов для получения данных о механизме замораживания капель на поверхности азота и определении времени процесса промораживания капли жидкости:

1. Начальное состояние (*tau* = 0) – задается положение капли (касание поверхности, $x = R$, нулевая площадь смачивания), скорость капли U, ускорение g_0, температура воды $T_f \geq T_0$.
2. Через время *dtau* определяется новое значение ускорения:

2.1. Решается задача Стефана в шаре (капле) при температуре на поверхности, контактирующей с азотом, равной температуре кипения азота.

2.2. Определяется распределение потока тепла на стенке канала.

2.3. Пересчитываются потоки тепла в потоки массы пара азота.

2.4. В одномерном канале с распределенным источником массы определяется распределение скоростей и давления.

2.5. Интегрированием давления по смоченной стенке шара получается сила, действующая на шар в вертикальном направлении. Полученная сила добавляется в весу капли с учетом сил плавучести.

2.6. Ускорение получается делением суммарной силы на массу капли.

3. Вычисляются: новое положение капли и новая скорость.
4. Переход к пункту 2.

Основным отличием данного алгоритма от известных подходов является блок, позволяющий найти распределение скоростей и давления парообразного азота в сферическом паровом слое между каплей и жидким азотом. Это дает возможность определить силу, действующую на каплю в вертикальном направлении, и динамику центра масс капли вплоть до того момента времени, когда газовая прослойка между каплей и жидким азотом будет не в состоянии удерживать каплю на плаву.

Уравнение теплопроводности:

$$C(T)\rho\frac{\partial T}{\partial t} - \nabla(\lambda(T)\nabla T) = Q(T) \tag{5}$$

Координата вдоль канала: (6)

$$y = R \cdot a$$

Скорости и давления в одномерном канале распределяются следующим образом:

$$\begin{cases} u(y) = \dfrac{q}{r_- \cdot \rho_n \cdot h} \cdot \dfrac{\left(1 - \cos\left(\frac{y}{R}\right)\right)}{\sin\left(\frac{y}{R}\right)}, \\ \dfrac{dP}{dy} = -\left(\dfrac{q}{r_- \cdot h}\right)^2 \cdot \dfrac{R}{\rho_n} \cdot \dfrac{\left(1 - \cos\left(\frac{y}{R}\right)\right)^2}{\sin\left(\frac{y}{R}\right)}, \end{cases} \tag{7}$$

где масса жидкого азота через единицу площади в секунду: q/r_-; объем жидкого азота через единицу площади в единицу времени: $q/(r_- \cdot \rho_n)$; объем газообразного азота через единицу площади в секунду: $q/(r_- \cdot \rho_p)$.

Сила, действующая на каплю в вертикальном направлении:

$$F = \int_0^{y_0} P(y) \cdot 2\pi \sin\left(\frac{y}{R}\right) dy \tag{8}$$

Новое положение капли и новая скорость:

$$\begin{aligned} x &= x + U \cdot dtau, \\ U &= U + A \cdot dtau, \end{aligned} \tag{9}$$

где A – новое ускорение.

В главе 3 представлен разработанный алгоритм, который позволяет провести вычисления основных параметров и получить решение жидкостей, как: вода, глицерин, этиловый спирт, этиленгликоль, ацетон.

Получено решение энтальпийным методом поставленной нестационарной нелинейной двумерной задачи теплопроводности об охлаждении капель жидкости, частично погруженных в жидкий азот, получено численно методом конечных разностей и экономичным методом суммарной аппроксимации.

Для решения одномерных задач теплопроводности с разрывными коэффициентами применялась консервативная неявная абсолютно устойчивая по времени конечно-разностная схема сквозного счета и экономичный метод про-

гонки. Разработан алгоритм и на языке программирования Фортран–90, в системе *Compaq Visual Fortran* составлена программа для ЭВМ. В программе получен массив данных, который позволяет определить распределение температурных полей внутри сегмента в любой момент времени промерзания гранул жидких веществ (Рисунок 2).

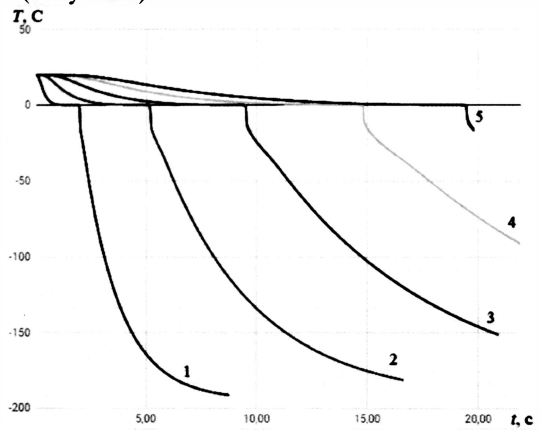


Рисунок 2. Время охлаждения для капель воды диаметром 1 – 5 мм до момента достижения предельного перепада температур: 1 – 1,0 мм, 2 – 2,0 мм, 3 – 3,0 мм, 4 – 1,0 мм, 5 – 5,0 мм

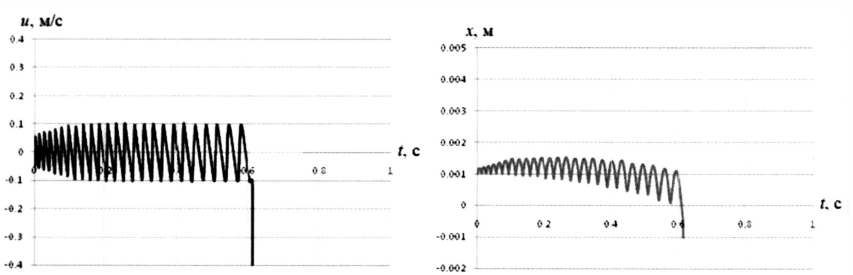


Рисунок 3. Зависимость скорости (м/с) и координаты (м) капли воды радиуса 0,001 м от времени. Начальная скорость вылета 0,05 м/с

Для решения модифицированной задачи Стефана разработан алгоритм на языке программирования *Pascal* и составлена программа в среде *PascalABC.NET* для ЭВМ. Разработанный алгоритм использован при выполнении численных расчетов, в результате чего получены обобщенные данные о поведении замораживаемых капель на поверхности жидкого азота (Рисунок 3) и определена продолжительность процесса замораживания для одиночной капли,

получены зависимости о высоте, которую необходимо соблюсти для полного промерзания капель жидкостей при криогранулировании.

По мере увеличения начальной скорости время замораживания капель уменьшается пропорционально уменьшению координаты, график которой во времени имеет плавный характер. Сама же скорость по амплитуде практически постоянна на всем отрезке времени замерзания капли.

Проведены экспериментальные исследования процесса криогранулирования. На Рисунке 4 приведена принципиальная схема экспериментального стенда.

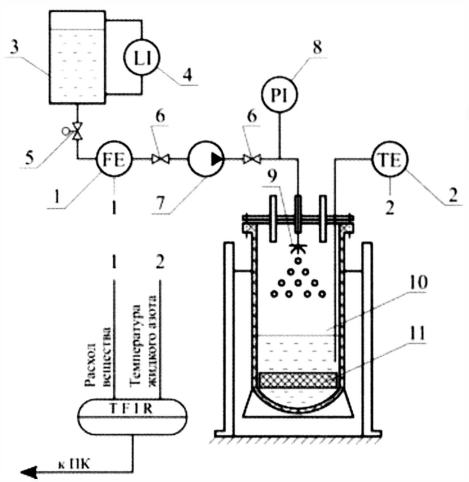


Рисунок 4. Принципиальная схема экспериментального стенда:
1 – расходомер, 2 – термодатчик, 3 – сосуд с жидкостью, 4 – датчик уровня жидкости, 5 – клапан (вентиль) соленоидный, 6 – запорный вентиль, 7 – насос, 8 – манометр, 9 – форсунка, 10 – криогранулятор, 11 – аналитическое сито

Жидкость из сосуда 1 при открытии соленоидного вентиля 5 поступает в трубопровод, и, проходя насос 7, направляется на форсунку 9 для распыления в криогрануляторе 10. Капли жидкости из форсунки диспергируются в жидкий азот и охлаждаются в нем с последующей кристаллизацией. По мере промерзания капля жидкого вещества превращается в гранулу, паровая прослойка между ней и жидким азотом утоньшается. Образовавшиеся гранулы после окончательного охлаждения тонут и опускаются на поверхность из проволочной ткани или прочных перфорированных плит аналитического сита 11. По завершении процесса криогранулирования сито с гранулами вынимается из криогранулятора для дальнейшего хранения. Данные о расходе криогранулируемой жидкости

с датчика 1 и температуре жидкого азота с датчика 2 внутри криогранулятора выводятся на экран персонального компьютера.

С помощью насоса можно создавать необходимое давление на форсунке для варьирования начальной скорости вылета капли из форсунки и угла распыла. С помощью аналитических сит, расположенных в захоложенной емкости, происходит распределение гранул определенного диаметра по уровням. Сита располагаются друг под другом с уменьшением по высоте их пропускной способности. Таким образом, гранулы различного диаметра, в нашем случае от 0,1 до 5,0 мм, можно получить на каждом уровне сита с определенной погрешностью для каждого уровня.

На Рисунке 5 представлены фотографии, сделанные в момент проведения эксперимента при погружении капель в жидкий азот и в момент гранулообразования.

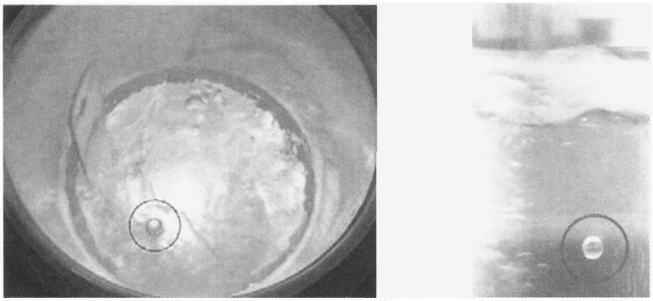


Рисунок 5. Получение гранул спирта и глицерина в процессе охлаждения веществ в жидком азоте

В эксперименте определялись диаметры получаемого гранулята и время протекания процесса криогранулирования жидких веществ.

Относительная погрешность для каждого измеряемого диаметра гранулята составляет: 5,0 % для гранул диаметром 1,0 мм; 3,33 % – 1,5 мм; 2,5 % – 2,0 мм; 2,0 % – 2,5 мм; 1,67 % – 3,0 мм; 1,43 % – 3,5 мм; 1,25 % – 4,0 мм; 1,11 % – 4,5 мм; 1,0 % – 5,0 мм.

Для измерения времени протекания процесса криогранулирования жидких капель веществ диаметром 1,0 – 5,0 мм применялся электронный секундомер, приборная погрешность которого составляет 0,1 с. Таким образом, приведенная погрешность измерения времени для данного прибора составит 0,01 %. Погрешность между экспериментальными данными и расчетными зависимостями при решении задачи о частичном погружении капли вещества в жидкий азот составляет 10,31 %.

Как видно из графика (Рисунок 6), данные эксперимента располагаются между математическими моделями задач о полном и частичном погружении капель жидких веществ.

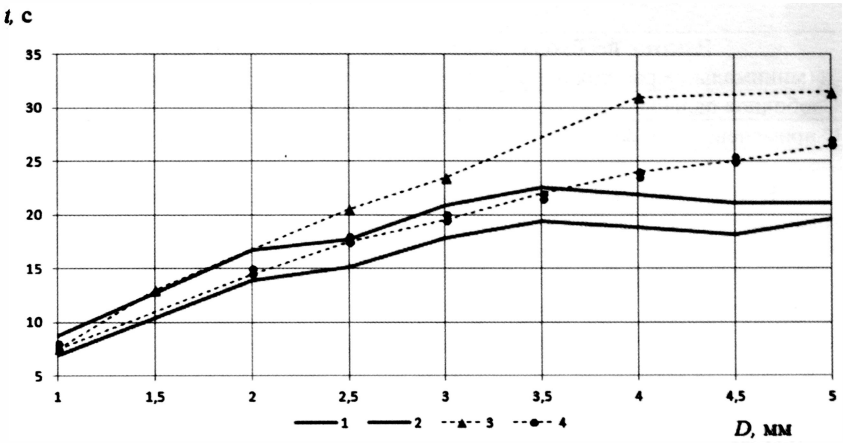


Рисунок 6. Время замораживания капель разного диаметра: 1 – расчетные зависимости задачи с полным погружением капли вещества в жидкий азот; 2 – расчетные зависимости задача с частичным погружением капли вещества в жидкий азот; 3 – эксперимент Толстых Т.Н.; 4 – опытные данные автора

Предложенная модель удовлетворяет описываемому процессу охлаждения, что подтверждается хорошим совпадением расчетных и экспериментальных значений. Следовательно, модель можно использовать для оценки температурного режима процесса криогранулирования. Однако в криогрануляторах целесообразнее всего получать гранулы жидкостей малого диметра: от 0,1 до 4,8 мм. Гранулы большего диаметра при азотных температурах начинают трескаться пополам, что приводит к ухудшению свойств и структуры материала и не рекомендуется на практике.

Для определения времени, необходимого для полного замерзания гранулы вещества, предложена приближенная формула:

$$t_{\text{замерзания}} = 1{,}1 t_{\text{охлаждения}}. \qquad (10)$$

Для разных веществ с учетом возможных ограничений на габариты аппарата для криогранулирования могут быть рекомендованы следующие рациональные режимы процесса замораживания (таблица 1):

Таблица 1.

Рациональные режимы процесса замораживания капель жидкостей

	Диаметр гранулята, мм		
	0,1	0,1 – 0,5	0,5 – 1,0
Время замерзания гранул суспензий, с			
Свободное падение	0,02 – 0,69	0,08 – 1,32	0,19 – 1,91
С применением форсунки	0,004 – 0,06	0,02 – 0,39	0,06 – 0,82

Таблица 1 (продолжение)

Высота, необходимая для полного промерзания капли (минимальное расстояние от форсунки до поверхности жидкого азота), м			
Свободное падение	0,00017 – 0,012	0,007 – 0,27	0,08 – 1,69
С применением форсунки	0,022 – 0,14	0,138 – 2,58	0,53 – 7,95

В разделе 3.5 определены затраты на систему обеспечения процесса криогранулирования жидким азотом (Рисунок 7).

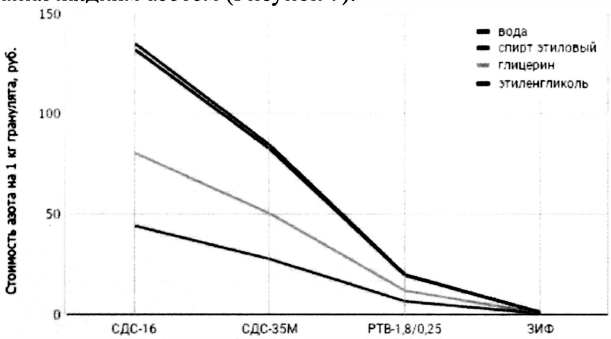


Рисунок 7. Стоимость жидкого азота (руб.) при расчете на 1 кг гранулята

В главе 4 представлена методика создания принципиальной схемы криогранулятора, основных комплектующих элементов криогранулятора, принципы выбора конструкционных особенностей в зависимости от технологических задач и подбора термодинамических режимов работы, в зависимости от типа целевого продукта (вида и состава гранулируемой жидкости).

Методика создания принципиальной схемы криогранулятора состоит из этапов, приведенных на Рисунке 8. Методика подбора термодинамических режимов работы криогранулятора позволяет спроектировать аппарат для криогранулирования жидких веществ, который обеспечивает получение в очень компактной установке сферических гранул продукта с очень малым разбросом гранулометрического состава. Геометрические особенности аппарата, в том числе зону охлаждения гранулята, можно найти, определяя время полета (время конвективного теплообмена), тем самым находя температуру, при которой капля соприкасается с зеркалом хладагента и температуру выхода капли из диспергирующего устройства.

Криогранулятор иммерсионного типа периодического принципа действия представлен на Рисунке 9, *а*. Объем, занимаемый криогранулированным целевым продуктом, составляет 1 л. Масса водяного гранулята, который занимает 1 л по объему, составит 0,679 кг. Количество азота, которое необходимо залить в криогранулятор, чтобы его хватило на 1 порцию гранулирования, и он испарился полностью, составляет 1,42 л.

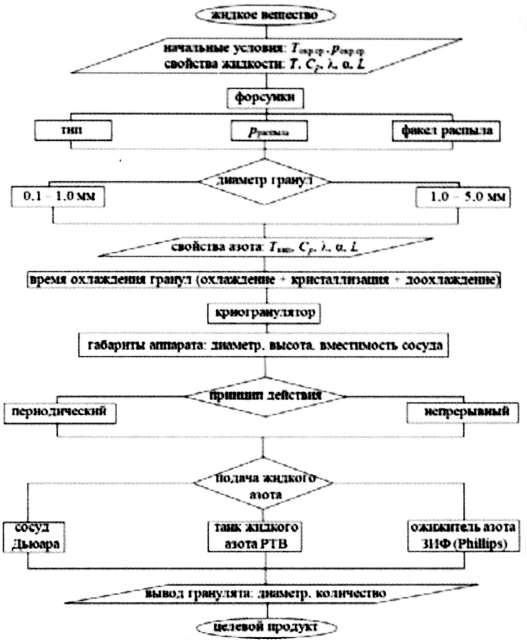
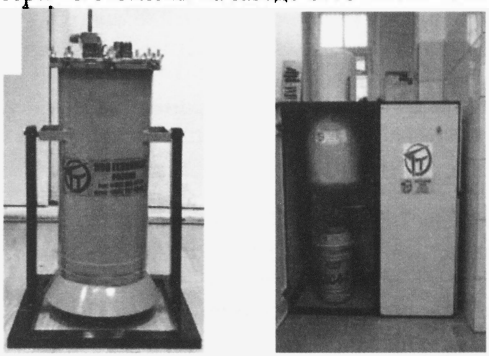


Рисунок 8. Алгоритм формирования принципиальной схемы криогранулятора и выбора режимы работы агрегата

Криогрануляторы изготовлены на заводе ОАО «НПО «ГЕЛИЙМАШ».



а) *б)*

Рисунок 9. Криогрануляторы иммерсионного типа: *а* – периодического принципа действия, *б* – непрерывного принципа действия

Криогранулятор иммерсионного типа большей производительности представлен на Рисунке 9, *б*. Характеристики аппарата криогранулирования: производительность 0,5 – 10 л/ч; диаметр получаемых гранул 0,5 – 5,0 мм; количество заправляемого азота 40 л; вместимость сосуда 0,0045 $м^3$; рабочее давление 1 атм; рабочая температура, не менее 77 К; рабочий продукт – азот ГОСТ 9293-74; потери азота от испарения, не более 0,45 кг/ч.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ И РЕЗУЛЬТАТЫ

1. Разработана универсальная методика создания агрегатов криогранулирования жидких веществ для режимов работы при температуре 77 К и давлении 0,1 МПа, в зависимости от производительности, целевого назначения и размера гранул.

2. Проведены теоретические и экспериментальные исследования параметров криогрануляции (диаметры получаемого гранулята, время протекания процесса криогранулирования жидких веществ, высота падения капель из форсунки, необходимая для полного промерзания, количество теплоты, отведенное при охлаждении, скорость и координата капли в зависимости от времени) с целью повышения эффективности криогранулятора:

- установлено, что увеличение скорости вылета капель из форсунки оказывает существенное влияние на скорость замораживания капель суспензий, при этом значительно возрастает путь, который должны пройти гранулы от момента их введения в пары азота до начала замерзания;
- установлено, что в установках криогранулирования нецелесообразно применять форсунки с большой начальной скоростью распыла (при перепаде давлений больше $\Delta P = 5{,}0 \cdot 10^5$ Па);
- установлено, что автономное получение жидкого азота в ряде случаев экономически целесообразнее, чем дискретная заправка посредством применения сосудов Дьюара.

3. Проведены теоретические и экспериментальные исследования термодинамических режимов работы криогранулятора и процессов получения гранул.

- Установлено, что получение гранул жидкостей малого диаметра от 0,1 до 4,8 мм позволяет сократить время протекания процесса на 45 % и увеличить количество гранул на 78 % в сравнении с гранулами диаметром более 5,0 мм.
- Установлено, что при начальной скорости распыла меньшей, чем скорость погружения в толщу жидкого азота, капля «пульсирует» по поверхности азота и остывает до температуры, соответствующей высоте погружения капли в толщу жидкого азота.
- Установлено, что температура, соответствующая высоте погружения капли, определяется размером капли и амплитудой движения. Чем больше начальная скорость в задаче, тем большая амплитуда и тем больше средняя температура, соответствующая высоте погружения капли.

- Капли со значением радиуса, большего, чем 0,00895 м, погружаются в толщу жидкого азота при начальной температуре и нулевой начальной скорости.
- Для капель диаметром до 0,00895 мм минимальная начальная скорость погружения в толщу жидкого азота различна и отлична от 0.
- Установлено время, необходимое для полного замерзания гранулы вещества: $t_{замерзания} = 1,1t_{охлаждения}$.

4. Предложена физическая и математическая модель процесса криогранулирования для различных стадий процесса для жидких веществ диаметром 0,1 – 5,0 мм: охлаждение капель в парах азота, охлаждение и кристаллизация капель в толще азота и процесс дальнейшего охлаждения до получения твердого состояния по всему объему гранулы.

5. Экспериментально определено время замораживания гранул веществ размером 0,1 – 5,0 мм. Например, для воды для режима без применения форсунки: для капли диаметром 0,1 мм время замораживания составляет 0,02 с; для 0,3 мм – 0,09 с; для 0,5 мм – 0,17 с; для 0,7 мм – 0,24 с; для 1,0 мм – 8,75 с; для 2,0 мм – 16,65 с; для 3,0 мм – 20,9 с; для 3,5 мм – 21,5 с; для 4,0 мм – 21,9 с; для 5,0 мм – 21,1с.

6. Предложен новый подход к решению задачи о промерзании капли жидкости диаметром 0,1 – 5,0 мм энтальпийным методом и модифицированной задачи Стефана, основным отличием которой является нахождение распределения скоростей и давления паров азота в сферическом слое между каплей и жидким азотом, а также определены силы, действующие на каплю в вертикальном направлении, и динамика центра масс капли до момента полного замерзания.

7. Изготовлен опытный образец криогранулятора на ОАО «НПО «ГЕЛИЙМАШ» в зависимости от термодинамических режимов работы, размера гранул, целевого назначения гранул. Например, показатели по криогранулированию воды: производительность 24365384 гранул/с (для диаметра капель 0,1мм); 24203 гранул/с (для 1,0 мм) и 193 гранул/с (для 5,0 мм) и получаемая массой гранулята за цикл 0,679 кг.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Некрасов А.К., Кименс П.Ю. Математическое моделирование температурного режима дисперсной частицы при ее охлаждении в криогенной жидкости // Сборник тезисов к конференции «Инновационные разработки в области техники и физики низких температур» 2011 г. С. 166 – 169. (0,16 п.л. / 0,08 п.л.).

2. Белуков С.В., Некрасов А.К., Кименс П.Ю. Математическое определение температурного поля дисперсной частицы при ее охлаждении в криогенной жидкости // Известия МГТУ «МАМИ», № 2 (14), Т. 4, 2012 г. С.190 – 197. (0,87 п.л. / 0,43 п.л.).

3. Кименс П.Ю. Определение температурного режима гранул многофункциональных криогрануляторов программного типа для нано-, био- и пищевых технологий // Сборник тезисов докладов научно-технической конференции «Индустрия холода для продовольственной, энергетической и экологической безопасности» в рамках международной выставки «CHILLVENTA ROSSIJA 2013» 2013 г. С.107 – 111. (0,26 п.л. / 0,26 п.л.).

4. Кименс П.Ю. Методы определения температурного режима дисперсной частицы при криогранулировании // 63-я Открытая студенческая научно-техническая конференция СНТК Университета машиностроения. Сборник работ, 2013 г. С. 476 – 481. (0,64 п.л. / 0,64 п.л.).

5. Belukov S.V., Kimens P.Yu., Korolkov A.V., Sapozhnikov V.B. On the time length of small-sized water droplets' freezing in a liquid nitrogen medium in the process of cryogranulation // Abstracts book. IV International conference for young scientists «Low Temperature Physics» 3 – 7 June 2013. B. Verkin Institute for Low Temperature Physics and Engineering The National Academy of Sciences of Ukraine, 2013. P. 129. (0,06 p.p. / 0,03 p.p.).

6. Белуков С.В., Кименс П.Ю. Теплофизические зависимости при гранулировании в жидком азоте дисперсных частиц диаметром от 1 до 5 мм // Известия МГТУ «МАМИ», № 1 (15), Т. 4, 2013 г. С.130 – 133. (0,4 п.л. / 0,32 п.л.).

7. Кименс П.Ю., Белуков С.В. Расчет температурных полей при гранулировании термолабильных продуктов в аппаратах иммерсионного типа // Сборник тезисов к конференции «Инновационные разработки в области техники и физики низких температур» 2014 г. С. 6. (0,06 п.л. / 0,05 п.л.).

8. Кименс П.Ю. Криогрануляторы погружного типа для криохимических технологий. Конструктивные решения и методика расчета // Сборник тезисов докладов научно-технической конференции «Проблемы и перспективы развития индустрии холода на современном этапе» в рамках международной выставки «CHILLVENTA ROSSIJA 2014» 2014 г. С. 105. (0,06 п.л. / 0,06 п.л.).

9. Белуков С.В., Кименс П.Ю., Сапожников В.Б. Оценка времени замораживания капли жидкофазной суспензии в процессе криогранулирования // Сборник тезисов доклада к VII Международной научно-технической конференции «Низкотемпературные и пищевые технологии» в Институте холода и биотехнологий Университета ИТМО 2015 г. С. 294 – 297. (0,25 п.л. / 0,13 п.л.).

10. Белуков С.В., Ермолаева П.Ю., Сапожников В.Б. Разработка рекомендаций по рациональным режимным параметрам процесса замораживания гранул жидких суспензий с применением азотных температур // Холодильная техника, № 8, 2017 г. С. 41 – 45. (0,63 п.л. / 0,31 п.л.).