

И. В. Шагивалеев, Р. Т. Валеева, С. Г. Мухачев

ЛАБОРАТОРНАЯ УСТАНОВКА ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ГИДРОЛИЗА С ТЕПЛОВЫМ АККУМУЛЯТОРОМ

Ключевые слова: установка, гидролиз, растительное сырье, гидролизующие агенты, редуцирующие вещества, гидролизат.

Для изучения процессов подготовки питательных сред разработана малогабаритная лабораторная установка высокотемпературного гидролиза с тепловым аккумулятором. Проведены сравнительные процессы высокотемпературного гидролиза измельченной целлюлозы и пшеничной соломы фосфорной и серной кислотой при температуре 190 °С, концентрации кислоты 3% масс. на ранее созданной лабораторной установке и лабораторной установке высокотемпературного гидролиза с тепловым аккумулятором.

Keywords: installation, hydrolysis, vegetable raw materials, hydrolyzing agents, reducing substances, hydrolyzate.

Compact laboratory installation for high-temperature hydrolysis with heat accumulator was developed for studying the preparation of culture media. The comparative processes of high-temperature hydrolysis of cellulose pulp and grinded wheat straw by phosphoric and sulfuric acids at a temperature of 190 °C, with acid concentration of 3% by weight, were carried out on previously created laboratory installation and laboratory installation for high-temperature hydrolysis with heat accumulator.

В условиях рыночной экономики на первый план выходят задачи повышения конкурентоспособности отечественного производства, для чего необходимо увеличить эффективность использования сырья и энергии, в том числе и за счет внедрения современных биохимических и микробиологических технологий. Проблемы снижения себестоимости продукции особенно остро стоят перед предприятиями спиртовой, сахарной и молочной отраслей.

В КНИТУ ведутся работы по интенсификации и аппаратурному оформлению процессов микробиологического синтеза, утилизации и обезвреживанию промышленных отходов микробиологическими способами, математическому моделированию и применению компьютерных технологий для исследования стехиометрии и кинетики биореакторных процессов, выполняются фундаментальные исследования в области расчетов энерго-материальных балансов микробного роста и синтеза экзометаболических.

Инновационный характер современного образования требует соответствующего технического и методического обеспечения, интегрированных в рамках единой лаборатории энерго- и ресурсосберегающих технологий. Для изучения сложных биотехнологических процессов, процессов подготовки питательных сред ранее был создан единый технологический исследовательский комплекс с компьютерными системами управления в составе: лабораторной мельницы для измельчения сырья, установки для подготовки гидролизующих агентов, установки для исследования процессов низкотемпературного кислотного гидролиза растительного сырья, установки для исследования кинетики высокотемпературного гидролиза растительного сырья, установки для исследования кинетики ферментативного гидролиза растительного сырья, инокулятора, ферментера, установки для оценки интенсивности брожения процессов под вакуумом и при обычном давлении [1,2,3,4]. Созданный биотехнологический комплекс обеспечивает проведение работ по интенсификации

целого ряда биотехнологических процессов, в том числе производства биоэтанола по технологии комплексной переработки зернового сырья, соломы и других отходов сельского хозяйства.

Для исследования кинетики высокотемпературного гидролиза растительного сырья ранее созданная лабораторная установка позволяет проводить процессы химического гидролиза в рабочем диапазоне температур от 100°C до 180 °C при избыточном давлении 0 – 1,2 МПа [5,6]. Для заливки масляного термостата используется силиконовое масло, что ограничивает температурный диапазон исследуемых процессов гидролиза.

С целью расширения температурного диапазона проведения процессов гидролиза была разработана малогабаритная лабораторная установка высокотемпературного гидролиза с тепловым аккумулятором. Установка предназначена для исследования кинетики и стехиометрии реакций кислотного и щелочного гидролиза дисперсных твердофазных целлюлозо- и крахмалсодержащих субстратов растительного происхождения и позволяет варьировать температуру от 100°C до 240°C. Установка позволяет оценивать перспективы использования дешевых отходов в процессах получения сред для микробиологического синтеза биологически активных веществ. Вместо силиконового масла используемого в масляном термостате в созданной установке используется тепло, накапливаемое металлическим аккумулятором.

Схема установки показан на рис.1. Установка высокотемпературного гидролиза с тепловым аккумулятором (рис. 1) состоит из: блока теплового аккумулятора, выполненного из алюминия марки А0 (поз.1), защищенного от потерь тепла теплоизоляцией из базальтового волокна (поз.3); нагревателя (ТЭН патронного типа мощностью 500-1000 Вт, поз.2), шести капсул для гидролизующего материала, выполненных из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, каждая из которых имеет объем 30 мл (поз. 4); манометра марки ДМ (поз.5), присоединенного к контрольной капсуле; термодатчика (термопреобразо-

ватель сопротивления платиновый ТСП-002, поз. 6); терморегулятора ТРМ10 (поз.7).

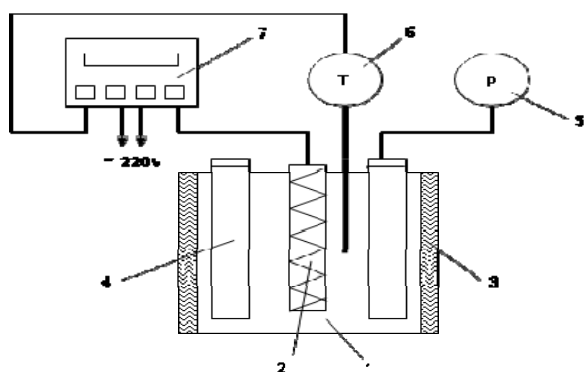


Рис. 1 - Лабораторная установка высокотемпературного гидролиза с тепловым аккумулятором

К контрольной капсуле могут подключаться и другие датчики с измерительными элементами из нержавеющей стали. В комплект установки входят шесть капсул, вставляемых в ячейки теплового аккумулятора. Капсулы расположены по окружности и могут опускаться и извлекаться независимо. Поддержание температуры осуществляется путем нагрева теплового аккумулятора с помощью нагревательного элемента (ТЭНа) мощностью 500-1000 Вт. ТЭН устанавливается в центральное отверстие теплового аккумулятора. Регулятор температуры может устанавливаться на расстоянии до 1,5 м от технологического модуля.

Для исследования процессов получения питательных сред на основе кислотных гидролизатов растительного сырья были проведены сравнительные процессы высокотемпературного гидролиза измельченной целлюлозы и пшеничной соломы на ранее созданной лабораторной установке и лабораторной установке высокотемпературного гидролиза с тепловым аккумулятором.

Исследования кинетики высокотемпературного гидролиза целлюлозы фосфорной кислотой и пшеничной соломы серной кислотой проведены при температуре 190 °С, концентрации кислоты 3% масс. и гидромодуле 1:5,8.

Все эксперименты были проведены по отработанным методикам, аналогично ранее выполненным исследованиям по гидролизу целлюлозы, пшеничной соломы и отрубей сернистой, серной, соляной и фосфорной кислотами [7 – 13] на ранее созданной лабораторной установке высокотемпературного гидролиза [5, 6] в термостатируемых капсулах.

Для получения более точных результатов для сравнения параметров установок, исследуемое сырье предварительно измельчали и просеивали через сита. Крупные фракции возвращали на помол. Мелкую фракцию исследуемого сырья просушивали до постоянной величины в сушильном шкафу при температуре 105 °С в течение 2 часов с целью получения точной навески сухого материала.

На аналитических весах взвешивали 6 доз каждого вида сырья. Навески сырья помещали в просушенные капсулы, куда под тягой доливали расчетные количества воды и раствора минеральной

кислоты (соли). Каждую капсулу после загрузки закрывали закручивающейся пробкой. После завершения подготовительных операций капсулы одновременно (в течение времени не более 1 минуты) помещали в прогретые до заданной температуры ячейки установки. Съем каждой из капсул производили через определенные интервалы времени, равные 1/5 от заданной длительности эксперимента. Общая масса загрузки каждой капсулы составляла 22,5г.

Извлекаемые из ячеек капсулы немедленно погружали в воду, охлажденную до 10 - 15 °С. Охлажденные пробы помещали в центрифужные пробирки для отделения не гидролизованного осадка.

При проведении процессов использовали фильтровальную бумагу и пшеничную солому в равных количествах. Разделение полученных гидролизатов осуществляли на лабораторной автоматической центрифуге с охлаждением Rotina 380R при скорости вращения ротора 2113 об/мин в течение 15 минут. Отделенный от каждой пробы фугат в количестве 13 – 15 мл помещали во флаконы и хранили до анализа в холодильнике при температуре 4°С не более 24 часов.

В ходе процессов гидролиза измеряли температуру, давление и pH гидролизатов. Образцы полученных фугатов анализировали на содержание сухих веществ и редуцирующих веществ по методу Бертрана [3]. Зависимости содержания редуцирующих веществ гидролиза от времени представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Содержание редуцирующих веществ от времени проведенных процессов гидролиза

Время гидролиза, мин	РВ, %	РВ, %	Разница
	Установка с масляным термостатом	Установка с тепловым аккумулятором	
Целлюлоза – фосфорная кислота			
0	0,1190	0,1190	0,0000
40	1,3985	1,3937	0,0048
60	1,5523	1,5839	-0,0316
70	1,6451	1,6451	0,0000
80	1,4599	1,4607	-0,0008
120	1,3066	1,3321	-0,0255
Солома – серная кислота			
0	0,2403	0,2403	0,0000
10	0,5852	0,5852	0,000
20	1,1239	1,0935	0,0304
30	1,0332	1,0131	0,0201
40	0,5262	0,5262	0,0000
60	0,4675	0,4675	0,0000

Из полученных данных можно заключить, что процессы высокотемпературного гидролиза целлюлозы фосфорной кислотой, проведенные при температуре 190 °С, концентрации фосфорной кислоты

3% масс. практически идентичны. Максимумы концентрации РВ в фугате гидролизата целлюлозы достигаются на обеих установках на 70 минуте после начала процесса гидролиза.

Процессы высокотемпературного гидролиза пшеничной соломы серной кислотой, проведенные при температуре 190 °С, концентрации серной кислоты 3% масс., также идентичны.

Таким образом, проведенные сравнительные исследования процессов с одинаковым видом и массой загрузки сырья показали, что расхождение полученных результатов незначительно и не выходит за пределы погрешности методов анализа.

Созданная лабораторная установка высокотемпературного гидролиза с тепловым аккумулятором обеспечивает выполнение лабораторных практикумов в рамках курсов «Энерго- и ресурсосбережение в биотехнологии», «Микробиологический синтез», «Экологическая биотехнология».

Наиболее значимым результатом является то, что технические испытания и наладка установки осуществлены при участии студентов и магистров в ходе выполнения ими курсовых и дипломных работ.

Найденные оригинальные технические решения могут послужить основой разработки типового комплекта аппаратуры для биотехнологических лабораторий вузов России.

Литература

1. Р.М. Нуртдинов, С.Г. Мухачев, Р.Т. Валеева, В.М. Емельянов, Шавалиев М.Ф., И.В., Шагивалеев, И.А. Якушев, Вестник Казанского технологического университета, 2, 143 – 147, (2011).
2. С.Г. Мухачев, В.М. Емельянов, М.Ф. Шавалиев, Р.Т. Елчуев, Р.Т. Валеева, Р.М. Нуртдинов, А.М. Буйлин, Вестник Казанского технологического университета, 6, 241 – 244, (2009).
3. Нуртдинов Р.М., Мухачев С.Г., Валеева Р.Т., Емельянов В.М., Харина М.В. Материалы VI Московского международного конгресса, «Биотехнология: состояние и перспективы развития» (Москва, 2011) ЗАО «Экспобιοхим-технологии», РХТУ им. Д.И. Менделеева, Москва, 2011, Часть 1. С.357-358.
4. С. Г. Мухачев, М. Ф. Шавалиев, Р. Т. Елчуев, Р. М. Нуртдинов, А. М. Буйлин, А. А. Степанова, Б. В. Кузнецов, Р. Т. Валеева, *Инновационные подходы к естественнонаучным исследованиям и образованию* (Казань, ТГПУ, 2009), Казань, 2009. С. 248-253.
5. Р.М. Нуртдинов, С.Г. Мухачев, Р.Т. Валеева, В.М. Емельянов, Вестник Казанского технологического университета, 9, 204 – 208, (2011).
6. С.Г. Мухачев, Р.Т. Валеева, Р.М. Нуртдинов, Производство спирта и ликероводочных изделий, 3, 20-23, (2011).
7. Р.М. Нуртдинов, Л.Т. Фаттахова, Р.Т. Валеева, С.Г. Мухачев, Вестник Казанского технологического университета, 16, 8, 124 – 125, (2013).
8. Р.М. Нуртдинов, Н.С. Залалдинов, Р.Т. Валеева, Вестник Казанского технологического университета, 16, 8, 126 – 128, (2013).
9. А.А. Галева, Р.Т. Валеева, С.Г. Мухачев, Вестник Казанского технологического университета, 16, 19, 246 – 247, (2013).
10. Р.Т. Валеева, Р.М. Нуртдинов, С.Г. Мухачев, В.М. Емельянов, И.В. Логинова, Вестник Казанского технологического университета, 15, 11, 133 – 134, (2012).
11. Р.Т. Валеева, С.Г. Мухачев, О.В. Красильникова, Вестник Казанского технологического университета, 17, 1, 219 – 221, (2014).
12. Р.Т. Валеева, А.С. Понкратов, О.В. Красильникова, Вестник Казанского технологического университета, 17, 3, 150 – 152, (2014).
13. Р.Т. Валеева, С.Г. Мухачев, С.Ю. Михайлова, Вестник Казанского технологического университета, 17, 5, 219 – 221, (2014).
14. И.З. Емельянова, Химико-технологический контроль гидролизных производств. Лесная промышленность, М., 1976. 405 с.

© **И. В. Шагивалеев** - вед. инж. каф. химической кибернетики КНИТУ; **Р. Т. Валеева** - канд. техн. наук, доцент той же кафедры, valrt2008@rambler.ru; **С. Г. Мухачев** - канд. техн. наук, доцент той же кафедры, ksoes@mi.ru.

© **I. I. Shagivaleev** - Chief engineer KNRTU; **R. T. Valeeva** - associate professor, KNRTU, valrt2008@rambler.ru; **S. G. Mukhachev** - associate professor, KNRTU, ksoes@mi.ru.