

УДК 543.226

Профессор С.Т. Антипов, аспирант Д.М. Визир,  
профессор С.В. Шахов, аспирант М.О. Жигулина  
(Воронеж. гос. ун-т инж. технол.) кафедра машин и аппаратов пищевых производств,  
тел. (473) 255-35-54

## Термический анализ кизельгурового шлама

В настоящее время по-прежнему требуют дальнейшего уточнения механизмы термодинамических и массообменных процессов в капиллярно-пористых средах. В данной работе получены термогравиметрические кривые испарения влаги при сушке кизельгурового шлама и дан их анализ, позволяющий выбрать оптимальные режимы сушки.

It's currently necessary to clarify the mechanisms of thermodynamic and mass transfer processes in capillary porous media. In this paper we obtain the thermogravimetric curves of evaporation drying kieselguhr sludge. It is also an analysis of the curves, allowing to choose the optimum conditions of drying.

*Ключевые слова:* дериватографический анализ, кизельгуровый шлам, энтальпия, кинетика сушки.

Повышение эффективности процессов сушки и сушильного оборудования является комплексной задачей, направленной на обеспечение качества продукции, снижение материало-, энерго- и ресурсоемкости техники.

В данной работе представлены материалы исследования процесса внешнего и внутреннего тепломассопереноса методом дериватографического анализа в условиях термического воздействия на продукт. Проведение дериватографического анализа позволяет изучить характер связи влаги с выявлением участков, на которых осуществляется преобразование веществ при повышении температуры.

Экспериментальное получение кинетических кривых сушки пищевых материалов является реальной базой для уточнения сложных механизмов внутренних термодинамических и физико-химических процессов в капиллярно-пористых средах; для получения теплофизических характеристик исследуемых материалов для дальнейшего развития аналитической теории расчета процессов тепломассопереноса при сушке, а так же для разработки, расчета и проектирования сушильного оборудования [1].

Объектом исследования являлся кизельгуровый шлам – побочный продукт пивоваренного производства.

Исследование закономерностей теплового воздействия на кизельгуровый шлам осуществляли методом неізотермического анализа на комплексном термоанализаторе TGA-DSC фирмы Mettler-ToledoSTAR<sup>e</sup> в атмосфере воздуха с постоянной скоростью нагрева 3 К/мин до 1273 К [1].

Прибор фиксирует изменение массы вещества и изменение температуры при контролируемой температурной обработке в определенной газовой среде. Исследования осуществляли в алюминиевых тиглях с общей массой навески – 35,2424 мг. Применяемые для количественной обработки методом неізотермической кинетики термоаналитические кривые одновременно регистрируют изменения массы образца, скорости изменения температуры или энтальпии и изменения массы (кривые TGA, DTA и DTG).

Количественную оценку форм связи влаги в продукте осуществляли по экспериментальным зависимостям изменения массы образца TGA, скорости изменения температуры DTA и скорости изменения массы DTG (рисунок 1), полученным методом термогравиметрии [2].

В процессе увеличения температуры наблюдается уменьшение массы образца (кривая TGA), связанное с потерей влаги. Зависимость скорости изменения температуры DTA характеризуется эндотермическим эффектом в интервале температур 295...443 К, который

соответствует максимальной скорости дегидратации продукта и сопровождается интенсивной потерей массы образца.

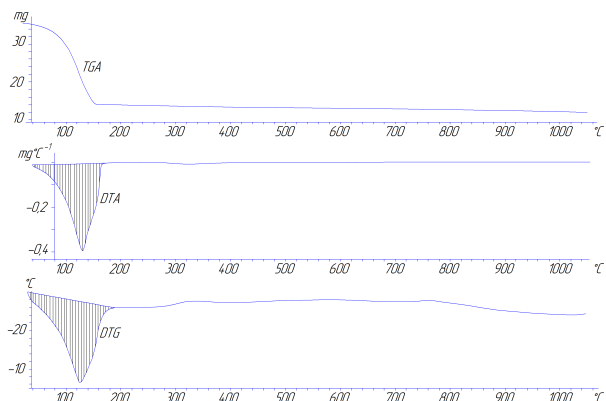


Рисунок 1 - Экспериментальные зависимости изменения массы образца кизельгура TGA, скорости изменения температуры DTA и скорости изменения массы DTG

Оценку массы кинетически неравновесных молекул воды в продукте осуществляли по экспериментальным кривым TGA методом неизотермического анализа [1]. Участок кривой изменения массы TGA, соответствующий процессу дегидратации (рисунок 1), преобразуется в зависимость степени превращения вещества  $\alpha$  от температуры  $T$ . На кривой TGA при определенных значениях температуры находят изменение массы  $\Delta m_i$ , соответствующее количеству выделившейся воды при температуре  $T_i$  (рисунок 1). Степень превращения  $\alpha$  рассчитывается как отношение массы  $\Delta m_i$ , к общему количеству воды, содержащейся в образце  $\Delta m_{\max}$ :

$$\alpha = \frac{\Delta m_i}{\Delta m_{\max}}, \quad (1)$$

Полученная зависимость степени превращения вещества  $\alpha$  от температуры  $T$  (рисунок 2) имеет вид, отражающий сложный характер взаимодействия воды и сухих веществ кизельгура, и предполагает разную скорость дегидратации.

Для получения данных о механизме влагоудаления на основе полученных кривых, определения температурного интервала и массовой доли влаги, десорбированной примерно с одинаковой скоростью, использовали кривую в координатах  $(-lga)-(10^3/T)$ . Зависимость  $(-lga)$  от величины  $10^3/T$  (рисунок 3) выполне-

на для интервала 270 - 500 К. На рисунке 3 видны три линейных участка для кизельгурового шлама, что свидетельствует о ступенчатом выделении воды. Каждой из ступеней дегидратации соответствует процесс выделения воды с различной энергией связи.

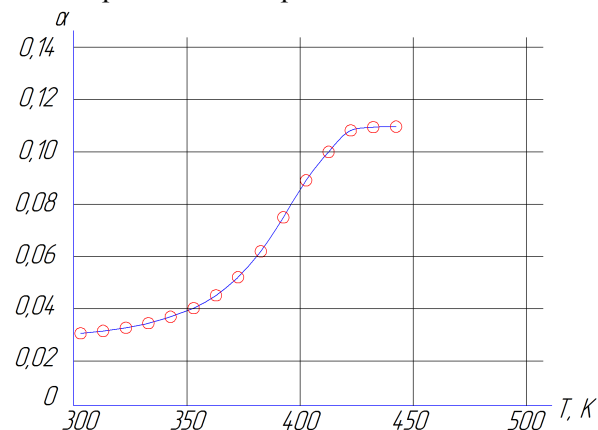


Рисунок 2 - Зависимость степени превращения  $\alpha$  вещества от температуры  $T$  исследуемого кизельгурового шлама при нагревании со скоростью подъема температуры 3 К/мин

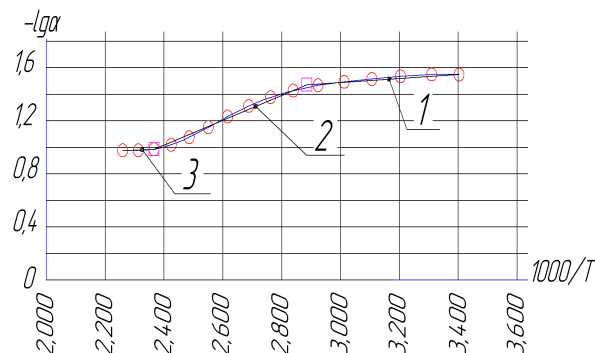


Рисунок 3 - Зависимость  $(-lga)$  от величины  $10^3/T$  при нагревании со скоростью подъема температуры 3 К/мин

При температуре 295...351 К (участок 1 на рисунке 3) происходят нагрев и удаление свободной воды (механически и осмотически связанной влаги), имеющей невысокую энергию связи с продуктом. Высвобождается вода, образующая ажурную сетку из ассоциатов молекул воды, связанных между собой водородными связями. При этом десорбция капиллярной воды характеризуется более низкими величинами энергии активации по сравнению с водой, высвобождающейся на второй ступени процесса. При температурах 351...419 К (участок 2 на рисунке 3) осуществляется десорбция осмотической влаги кизельгура. Интервал температур 419...443 К (участок 3 на рисунке 3) характеризуется высвобождением адсорбционной влаги, а по мере приближе-

ния значения температуры к верхней границе интервала – удалением внутренней осмотической и адсорбционной влаги кизельгура. При этом возможно частичное разложение вещества. С увеличением температуры выше 443 К происходит значительная деструкция веществ с последующим обугливанием продуктов.

Эндотермический эффект на кривой ДТА сопровождается изменением массы и эффектом на кривой DTG, что позволяет определить начало и окончание изменения энтальпии.

Проведенный анализ полученных данных позволил выделить периоды дегидратации воды и преобразования сухих веществ при термическом воздействии на кизельгуровый шлам, а также выявить температурные зоны, которые соответствуют высвобождению влаги с различной формой и энергией связи, что позволит прогнозировать режимные параметры процесса сушки и прожига и выбрать среди них наиболее эффективные.

## ЛИТЕРАТУРА

1 Горшков, В. С. Методы физико-химического анализа вяжущих веществ [Текст] / В. С. Горшков, В. В. Гимашев, В. Г. Савельев. – М.: Высшая школа, 1981. – 335 с.

2 Термография: методические указания по дисциплине «Физико-химические методы исследования» [Текст] / сост. Л. Н. Пименова.– Томск: Издательство ТАСУ, 2005. - 19 с.

## REFERENCES

1 Gorshkov, V. S. Physical-chemical analysis of binders [Text] / V. S. Gorshkov, V. V. Gimashiev, V. G. Saveliev. - M.: Vysshaya shkola, 1981. - 335 p.

2 Thermography: guidelines for the discipline "Physical-chemical methods of research" [Text] / comp. by L. N. Pimenova.-Tomsk: Publishing house TACU, 2005. – 19 p.