

УДК 637.182

Современные направления научных исследований и технические решения по интенсификации процесса сублимационной сушки в пищевой промышленности, фармпроизводствах и прикладной биотехнологии (Часть 2)

Д-р техн. наук Г.В. Семенов, sgv47@yandex.ru
канд. техн. наук М.С. Булкин, mabul25@mail.ru
А.В. Кузенков

Московский государственный университет пищевых производств
125080, Москва, Волоколамское шоссе, 11

Тенденция энергосбережения отражает общемировые направления развития всех перерабатывающих отраслей промышленности, включая пищевые и фармацевтические производства. Функцией данной обзорной статьи является оценка современного состояния и выбор перспективных направлений исследований с целью интенсификации и повышения энергоэффективности сублимационной сушки и снижения затрат на производство высушенных продуктов, а также повышения их качества в пищевой промышленности, отраслях прикладной биотехнологии и производстве лекарственных препаратов. В статье представлена первая часть обзора современных направлений научных исследований, а также технических решений на их основе в области интенсификации и повышения энергоэффективности сублимационной сушки в различных отраслях промышленности. Работа выполнена в рамках гранта № 14.577.21.0044 «Разработка новых энергосберегающих технологий и процессов для вакуумной сублимационной сушки широкого спектра термолабильных материалов, создание на их основе опытно-промышленного образца сушильного устройства для пищевой промышленности и прикладной биотехнологии» (идентификационный номер RFMEF157714X0044).

Ключевые слова: сублимационная сушка; вакуумное обезвоживание; интенсификация; теплообмен; массообмен; энергоэффективность.

Modern research trends and technical solutions for the intensification of the process of freeze-drying in the food industry, pharmaceutical production and Applied Biotechnology (Part 2)

D. Sc. G.V. Semenov, sgv47@yandex.ru
Ph. D. M.S. Bulkin, mabul25@mail.ru
A.V. Kuzenkov

Moscow State University of Food Production
125080, Moscow, Volokolamsk Highway 11

Energy-saving trend reflects global trends of development of processing industries, including food and pharmaceutical industries. The function of this review article is to assess the current state and selection of promising areas of research in order to intensify and improve the energy efficiency of freeze-drying and reduce the cost of production of dried products, as well as improve their quality in the food industry sectors of applied biotechnology and manufacturing drugs. The article presents the first part of the review of contemporary research areas, as well as technical solutions based on them in the field of energy efficiency and intensification of freeze-drying in a variety of industries. Work performed under the grant № 14.577.21.0044 "The development of new energy-saving technologies and processes for the vacuum freeze-drying a wide range of heat-sensitive materials, building on their basis of pilot sample drying device for the food industry and Applied Biotechnology" (identification number RFMEF157714X0044).

Keywords: freeze drying; vacuum dehydration; intensification; heat transfer; mass transfer; energy efficiency.

Как отмечалось в первой части предлагаемого обзора, вопросам замораживания в технологии консервирования термолabileльных материалов с использованием вакуумной сублимационной сушки посвящена обширная литература [14, 38, 41, 64, 73]. Ниже рассмотрены наиболее перспективные материалы.

Существует техническое решение, позволяющее эффективно использовать внутренний объем сушилки, и как следствие повышающее производительность установки [30]. Авторами предложена многосекционная вакуумная сублимационная сушилка поточно-циклического действия (рис. 16).

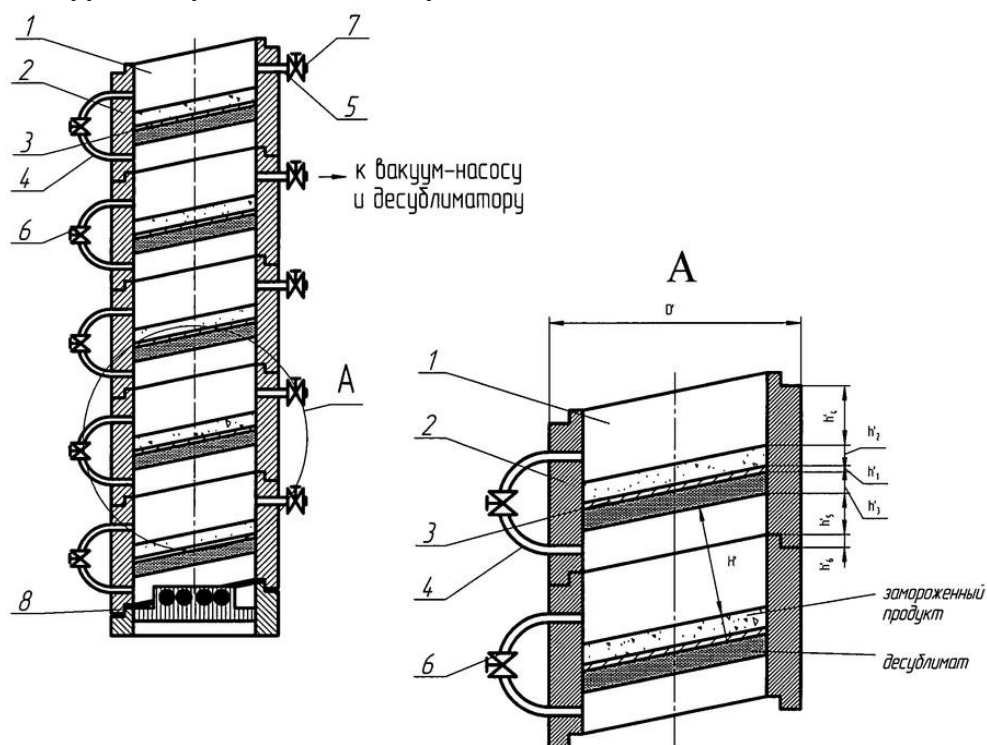


Рис. 16. Многосекционная вакуумная сублимационная сушилка поточно-циклического действия: секция – 1; обечайка – 2; поперечная перегородка – 3; соединительные патрубки – 4 и 5; электромагнитные клапана – 6 и 7; нагреватель – 8

Установка состоит герметично соединяющихся секций, представляющих собой обечайку, имеющую поперечную перегородку, выполненную из теплопроводного материала и разделяющую секцию на две полости, причем полости секции соединены между собой посредством патрубка с запирающим клапаном и каждая секция дополнительно снабжена патрубком с запирающим клапаном, установленным с возможностью подключения к десублиматору и вакуум-наосу. Поперечная перегородка из теплопроводного материала может быть выполнена по отношению к оси обечайки под углом. Использование секций с расположением поперечных перегородок под углом α к оси секции позволяет уменьшить расстояние между поверхностями сублимации и десублимации, увеличить площадь поверхности сублимации и десублимации.

Циклическая загрузка секции осуществляется путем установки очередной секции с жидким продуктом между нагревателем – 8, и последовательно соединенными секциями – 1, подключенными к десублиматору и вакуум-наосу. После чего посредством электромагнитных клапанов – 6, в ней понижается давление до величины, соответствующей самозамораживанию материала. При достижении продуктом заданной температуры сублимации и необходимого вакуума в системе осуществляется подвод энергии от нагревателя к секции. Это приводит к быстрому охлаждению продукта до температуры замерзания содержащейся в нем влаги без энергоподвода. Затем влага кристаллизуется и происходит дальнейшее понижение температуры продукта за счет сублимации поверхностного слоя льда. Причем охлаждение продукта лишь несколько ниже криоскопической температуры дает возможность в достаточной мере сохранить начальные качества, обеспечить равномерную

концентрацию растворов. В процессе работы многосекционной вакуум-сублимационной сушилки поточно-циклического действия со ступенчатым понижением давления регулирование давления в каждой секции осуществляется электромагнитными клапанами – 7, таким образом, что оно повышается по мере их удаления от десублиматора и вакуум-насоса. При испарительном в вакууме или предварительном с использованием холодильных машин замораживании жидкого продукта за счет деформации установленного компенсатора исключается повышение давления в жидкой фазе продукта и предотвращается разрушение слоя продукта. Тепло- и массообмен в предлагаемой сушилке осуществляется следующим образом: пар, образовавшийся при самозамораживании продукта, и пар, образовавшийся при подведении тепла к продукту от нагревателей 8, под действием перепада давления между секциями перетекает в секцию с более низким давлением, при этом происходит теплообмен между поверхностью сублимации замороженного продукта, находящегося в секции с более низким давлением и насыщенным паром, через теплопроводящую перегородку – 3, связанный с разностью температур насыщенных паров. При этом на теплопроводящей перегородке происходит конденсация пара, а с поверхности замороженного продукта сублимации – влаги, т.к. процесс конденсации экзотермический. Аналогичные процессы конденсации-испарения происходят в период постоянной скорости сушки в каждой секции. Не сконденсировавшийся пар и неконденсирующиеся газы перетекают по патрубкам – 4, из секции с большим давлением в секцию с меньшим давлением, откуда отводятся на десублиматор через патрубок – 5. По мере удаления влаги из продукта секция перемещается из зоны высокого давления в зону низкого давления и при достижении продуктом заданной конечной влажности ее исключают из блока после переключения патрубка от десублиматора и вакуум-насоса на нижестоящую секцию посредством закрытия-открытия соответствующих электромагнитных клапанов – 6, 7, что позволяет включить в блок дополнительную секцию с жидким материалом со стороны секции с большим давлением и повторить процесс. При использовании предлагаемого способа вакуум сублимационной сушки процесс сублимации взаимосвязан с процессом десублимации, так как выделившаяся энергия десублимации идет на сублимацию. Поэтому чем эффективнее протекает процесс десублимации, тем интенсивней протекает процесс сублимационной сушки. Поэтому при использовании секций с теплопроводящей перегородкой, установленной под углом α к оси сушилки или выполненной в виде рифленого профиля площадь поверхности десублимации всегда больше площади поверхности сублимации.

Изобретение, по мнению авторов, интенсифицирует процесс десублимации водяного пара и предотвращает разрушение слоя продукта благодаря возможности размещения на внутренней поверхности обечайки секции компенсатора, выполненного из эластичного теплоизоляционного материала. Интересные технические решения, позволяющие снизить энергозатраты на сушку, предложены Ермаковым С.А. [25, 27]. Это достигается за счет снижения затрат на работу охлаждающей конденсатор холодильной установки и на работу вакуумного насоса, а также возможность использования теплоты конденсации сублимируемых из продукта паров для нагрева продукта.

Установка содержит вакуумный насос и вакуумный шкаф, в котором находятся нагревательные элементы и высушиваемый продукт, центробежный или осевой турбокомпрессор, присоединенный всасывающим патрубком к вакуумному шкафу, а нагнетательным патрубком к конденсатору. Всасывающий патрубок вакуумного насоса соединен с конденсатором. Привод турбокомпрессора предпочтительно осуществлен от паровой турбины, отработанные пары которой направляются для нагрева высушиваемого продукта в охлаждаемый конденсатор. Отработанные пары турбины могут быть направлены в тот же конденсатор, что и откачиваемые турбокомпрессором из вакуумного шкафа водяные пары, или в отдельный конденсатор. В качестве конденсатора установки может быть применен типовой конденсатор с водяным или воздушным охлаждением. Конденсатор может быть выполнен в виде сосуда, в котором расположен испаритель холодильной установки. При работе испарителя в диапазоне минусовых температур конденсатор предпочтительно снабжен устройством для

смачивания поверхности испарителя низкотемпературным водным раствором. В качестве низкотемпературного водного раствора может быть применен водный раствор электролита, например водный раствор хлористого натрия, либо водный раствор летучего органического соединения, например водный раствор уксусной кислоты или этилового спирта. Низкотемпературный водный раствор предпочтительно применен в качестве рабочей жидкости подшипников турбокомпрессора при отрицательных рабочих температурах конденсатора. При положительных рабочих температурах конденсатора в качестве рабочей жидкости подшипников турбокомпрессора может быть применена вода. Конденсатор может быть выполнен в виде нагревательного элемента вакуумного шкафа, а именно в виде соединенных друг с другом посредством подающего и отводящего коллектора пустотелых плит, на которые помещают противни с высушиваемым продуктом. При отрицательных температурах конденсации водяных паров внутри пустотелых плит, в плиты подают низкотемпературный водный раствор летучего органического соединения для предотвращения образования внутри плит льда.

По мнению автора, применение такого технического решения позволяет снизить мощность компрессора холодильной установки, требующейся для охлаждения конденсатора, на величину, превышающую мощность турбокомпрессора, так как КПД центробежного и, тем более, осевого турбокомпрессоров выше КПД компрессора холодильной установки, а термодинамический цикл воды эффективнее термодинамического цикла хладагента.

Суммарные энергозатраты на конденсацию (десублимацию) отведенных водяных паров при этом существенно снижаются. Также применение паровой турбины для привода турбокомпрессора позволит снизить затраты электрической энергии на конденсацию удаляемых из продукта водяных паров, а также дает возможность использовать сбросный пар турбины для нагрева высушиваемого продукта.

Технические решения, предложенные автором, изображены на схемах, представленных на рисунках 17 и 18.

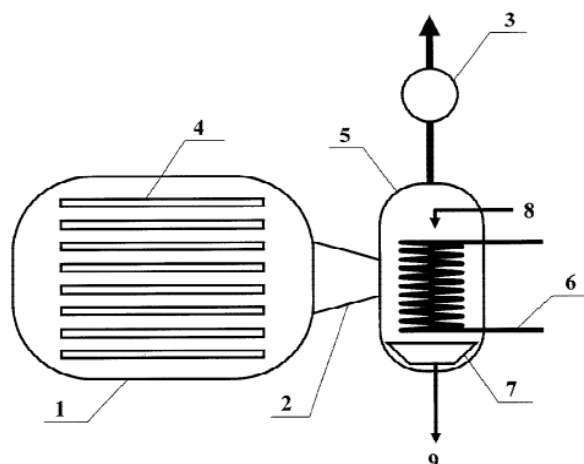


Рис. 17. Устройство, предложенное Ермаковым С.А:

вакуумный шкаф – 1, турбокомпрессор – 2, вакуумный насос – 3, обогреваемые противни с высушиваемым продуктом – 4, сосуд конденсатора – 5, испаритель холодильной установки – 6, поддон – 7

В сосуде 5, водяные пары тут же замерзают на поверхности испарителя 6. Для предотвращения образования льда поверхность испарителя 6 смачивают низкотемпературным водным раствором 8, который абсорбирует конденсирующиеся пары, предотвращая образование наледи на испарителе, и вместе с поглощенной влагой стекает в поддон 7. Образовавшийся низкотемпературный раствор пониженной концентрации 9 выводится за пределы установки. Из выведенного раствора 9 удаляют избыточную влагу, после чего регенерированный раствор 8 возвращают в установку для смачивания испарителя 6.

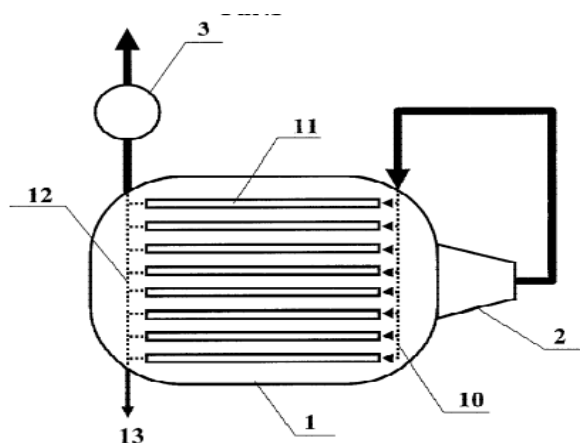


Рис. 18. Устройство, предложенное Ермаковым С.А:

вакуумный шкаф – 1, турбокомпрессор – 2, вакуумный насос – 3, подающий коллектор – 10, пустотелые плиты – 11, на которые устанавливаются противни с высушиваемым продуктом, сборный коллектор 12.

Из нижней зоны сборного коллектора осуществляется отвод конденсата 13

Выделившиеся из продукта водяные пары поджимаются турбокомпрессором 2 и через подающий распределительный коллектор 10 поступают во внутреннее пространство пустотелых плит 11. Так как внутри пустотелых плит 11 водяные пары подаются при повышенном давлении, происходит конденсация поступивших паров на охлажденной внутренней поверхности плит. Сконденсированные водяные пары в виде жидкости 13 поступают в сборный коллектор и выводятся за пределы установки. Теплота конденсации паров передается кондуктивным путем высушиваемому продукту и вновь затрачивается на сублимацию замороженной влаги из продукта. Таким образом, возникает замкнутый тепловой цикл, при котором исключается необходимость подвода тепловой энергии извне к высушиваемому продукту и отвода теплоты конденсации удаляемых водяных паров в окружающую среду. При недостатке тепловой энергии в замкнутом цикле, в подающий коллектор 10 подают дополнительный водяной пар.

Существенная часть научных работ посвящена вопросам оптимизации процессов вакуумного обезвоживания. Особенно эта проблема широко затронута в фармацевтической промышленности, где сублимационная сушка наиболее распространена и зачастую не имеет альтернативы [49, 56, 57, 65, 69, 70]. Здесь ключевую роль играет качество продукции, и уже потом продолжительность цикла обезвоживания. Так, в работе ученых из Бирмингема, Великобритания [50] рассмотрены морфология, активность, растворение, долгосрочное хранение, упаковка и стоимость объекта сушки как факторы экономической эффективности и высокого уровня качества, а в работе коллег из университета Коннектикута, США [72] рассмотрено влияние термической обработки на качественные характеристики белков при лиофилизации. Изучались вариации температуры при замораживании и сушке, обсуждалась важность молекулярных движений, повлиявших на стабильность белка. Эти знания могут быть использованы для максимизации фармацевтической стабильности, разработки стратегии оптимизации процесса лиофилизации с точки зрения качества.

Так, в работе ученых из Шанхайского технологического института [55] рассмотрено применение прогнозируемого функционального контроля с помощью PID контроллера, разработанного на основе алгоритма адаптивной оптимизации.

В работе [68] рассмотрены различные подходы к оптимизации процесса сушки в фармацевтике в общем. В качестве прикладных решений предложены варианты расстановки флаконов, содержащих продукт, на греющих полках сублимационных установок с целью учета теплового барьера и градиента температур через образцы. Предлагается соединить флаконы бумагой или резинкой, чтобы не расходились от вибрации в процессе сушки, что не реализуемо в промышленных условиях, а применимо только при экспериментальных исследованиях. Авторами проведен ряд экспериментов

по оценке равномерности распределения температуры. Рассматривается влияние скорости замораживания на стабильность препаратов. Для поощрения кристаллизации предлагается использовать на стадии замораживания стадию «отжига», т.е. применение контролируемого нагрева после замораживания и охлаждение раствора.

Доктором Гизелером из университета Эрлангена, Германия опубликовано много работ посвященных оптимизации процесса лиофилизации в фармацевтической промышленности [52, 53, 65, 66]. Автором предложены методы оптимизации процесса на основе системы PAT (process analytical technology), являющиеся инструментом использования "умных" датчиков, которые осуществляют мониторинг и управление процессом лиофилизации. Одной из задач оптимизации является поддержание температуры продукта в процессе обезвоживания близкой к критической для сокращения времени цикла с учетом характеристик продукта без потери качества. Вторая задача, выполняемая автором, снижение затрат на замораживание, путем отказа от использования термодатчиков непосредственно в продукте, что увеличивает температуру замораживания объекта сушки. Автором предлагается использование технологии манометрического измерения температуры («умное замораживание»). Контроль температуры ведут по темпу повышения давления в камере, который пропорционален скорости сушки в данный отрезок времени. Интенсивность повышения давления служит сигналом для перехода на последующие, более низкие уровни энергоподвода.

За счет использования предложенной автором системы SMART, контролирующей процесс путем выдерживания температуры в продукте ниже критического на 2–5°C, во избежание риска порчи продукта. Продукт во флаконах и ампулах, расположенных при расстановке на греющих полках сублимационной установки по краям высушиваются гораздо интенсивнее, т.к. получают дополнительный нагрев излучением от стенок сублимационной камеры. Автором с учетом этого обстоятельства предлагается регулировать температуру полок следующим образом: в центре энергоподвод должен быть более интенсивен, чем по краям, нивелируя «краевой эффект». Предложенный способ, по результатам исследований автора, позволяет сократить первую стадию сушки на 79%.

Подобные работы по активному внедрению манометрического измерения температуры с целью оптимизации процесса сушки проводятся и в США [71]. Также ими проводятся исследования влияние краевого эффекта при сушке флаконов [63]. Краевой эффект при сушке в противнях описан в работе Булкина М.С [12]. Краевой эффект во флаконах имеет несколько иную природу. Флаконы, находящиеся на греющей полке по краям, получают дополнительную теплоту от стенок и дверей сушильной камеры, что значительно снижает равномерность высушивания по общему числу высушиваемых флаконом. Это обстоятельство значительно увеличивает время сушки. Коллегами из США этот эффект называется атипичной передачей теплоты. Предложено минимизировать этот эффект путем использования подходящих радиационных щитов. Очевидно, этот эффект должен быть принят во внимание при масштабном переходе от лабораторных условий к промышленному производству. Различия в конструкции сушильных устройств могут повлиять на атипичный радиационный теплообмена. Например, передняя дверь из плексигласа ($\epsilon \approx 0,95$) для лабораторной сублимационной сушилки, а из стали ($\epsilon = 0,36$) для промышленной сушилки, соответственно равномерность высушивания уже будет разной. Количественное определение относительного вклада излучения от различных поверхностей (например, стенка камеры, стеклянная дверь) помочь в учете данного обстоятельства при проектировании сушильных устройств. Фото эксперимента представлено на рисунке 19.



Рис. 19. Размещение флаконов с золотым покрытием и чистых флаконов на полке сушильной установки. Стальные трубки вставлены в пробки

Эксперименты проводили с использованием чистой воды во флаконах, которые были полностью закупорены, но имели точный разрез с вставленными в них металлическими трубками, чтобы обеспечить равномерность сопротивления потоку пара. Темпы сублимации определяли весовым методом. Флаконы были покрыты золотым напылением и помещены в выбранных местах на полке. Средние скорости сублимации были определены для флаконов, расположенных на передней, боковой и в центральной частях всей партии флаконов. Темпы высушивания также были определены с использованием и без использования алюминиевой фольги в качестве радиационной защиты. Использование экрана значительно снизило эффект атипичной передачи теплоты. Отмечено значительное снижение скорости сублимации для флаконов с золотым покрытием ($\epsilon \approx 0,4$), размещенных в передней части массива, по сравнению с чистыми флаконами ($\epsilon \approx 0,9$). Тем не менее, ограждение способствует небольшой теплопередаче за счет теплопроводности.

Масштабные исследования по оптимизации и интенсификации процесса лиофилизации проводятся в Туринском политехническом университете. разработан ряд математических моделей и методов расчетов [48, 451, 59, 60].

В частности проводятся научные исследования по моделированию десублиматоров с целью повышения их эффективности [58]. Авторами разработан вычислительный инструмент с помощью математического моделирования и вычислительной гидродинамики для исследования оборудования и процессов десублимации. Исследования проводились так на лабораторном стенде, так и на промышленном десублиматоре. Моделировался процесс осаждения из паровой фазы воды в качестве льда. Рассматривались различные условия эксплуатации и их влияние, а также влияние на процесс, оказываемое инертными газами, а также других параметров (рисунок 20).

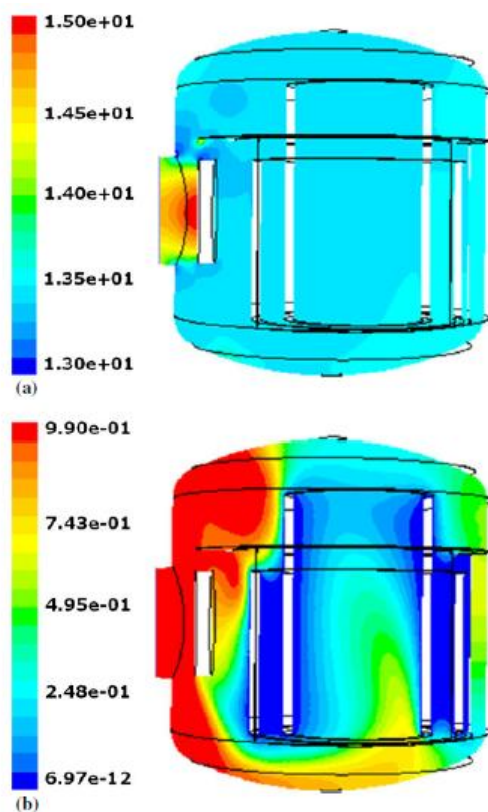


Рис. 20. Пример компьютерного моделирования десублиматора с целью изучения рабочих параметров и повышения эффективности его работы: распределение абсолютного давления (Па) (верхний график) и паров воды (нижний график) на вертикальной части промышленного конденсатора предсказано

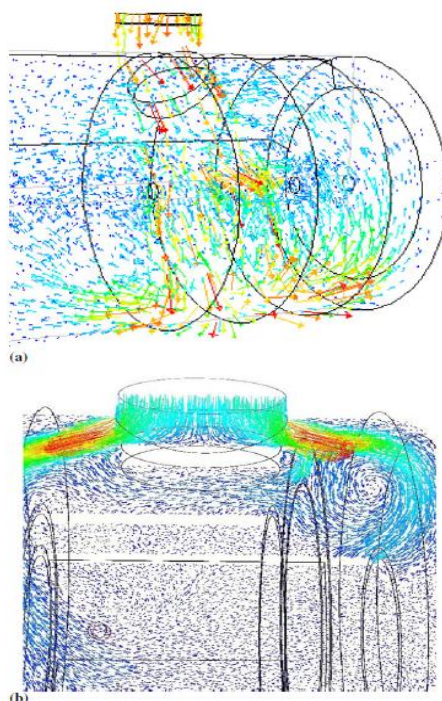


Рис. 21. Фрагмент участка, отражающий направление векторов скорости около входа в лабораторном десублиматоре (а) и в промышленном десублиматоре (б)

Авторами получена ценная информация для возможного улучшения конструкции десублиматоров и при проектировании новых моделей.

В национальном технологическом университете Тайбэя также проводятся исследования по заданной тематике. Проведен анализ механизма передачи тепла для полочного оборудования вакуумной сублимационной сушки [54]. Работа посвящена трехмерному компьютерному

моделированию теплопередачи от полок установки, работающей на теплоносителе. Схема полок представлена на рисунке 22. Большое внимание уделено равномерности распределения температуры по полкам сублимационной установки, а также смоделирована динамика равномерности впуска и выпуска теплоносителя. Исследовано влияние различных впускных и выпускных характеристик при одном и том же расходе и температура различных слоев полок, также исследовано влияние различных скоростей потока под тем же градиентом температуры полок в процессе теплообмена между жидкостью в полках и замороженным материалом на полках. Полученные данные могут быть использованы при проектировании сушильных устройств.

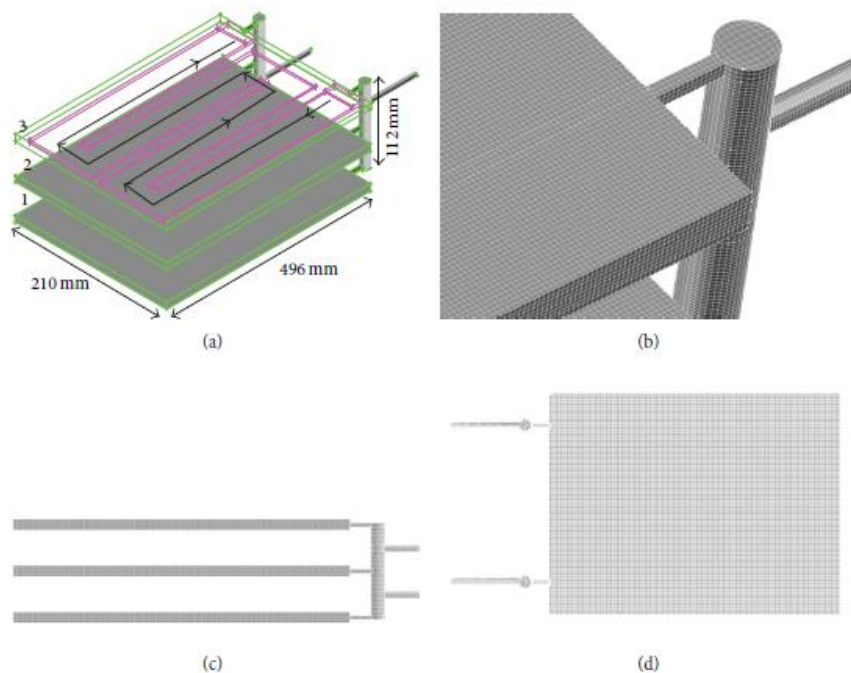


Рис. 22. Трехмерная модель полок и каналов для теплоносителя

В обзоре представлена лишь малая часть разноплановых научных исследований, проводимых учеными всего мира в области вакуумного обезвоживания с целью повышения интенсивности процесса и повышения качества готового продукта.

Выводы

1. Наибольшее внимание уделяется вопросам интенсификации подвода теплоты к фронту фазового перехода. Для этого используются СВЧ-поля, ультразвук, частичное удаление высушенного слоя, инфракрасный энергоподвод. Кроме этого, предлагаются различные варианты сочетания этих источников подвода энергии, в том числе с традиционным наиболее широко применяемым кондуктивным способом энергоподвода.

2. Большое внимание уделяется вопросам неравномерности высушивания объектов в условиях промышленного производства. Первоочередное внимание этой проблеме уделяется в технологиях высушивания фармацевтических препаратов, которые находятся во флаконах, ампулах или других емкостях.

3. Предлагаются новые технические решения отвода водяных паров из объекта сушки и их десублимации на охлаждаемых поверхностях. Инженерные решения лежат в сфере изменения поверхностей десублиматора, различных вариантов удаления льда с охлаждаемых поверхностей, как механическим путем, так и с использованием низкотемпературных жидкостей для предотвращения формирования слоев льда, использование систем откачки газовой среды вообще без применения традиционных систем десублимации.

4. Повышение энергоэффективности системы в целом за счет использования вторичных тепловых ресурсов – теплоты конденсации в холодильных машинах, теплоты конденсации вторичных паров,

использование эффекта Пельтье для генерирования теплоты, использование эффекта Ранка для тепловода к объектам сушки от горячей части воздушного потока.

5. Обнадеживающие результаты получены как отечественными, так и зарубежными исследователями в вопросах энергосбережения путем использования в рамках одного цикла сочетаний сублимации, вакуумного испарения, испарения при атмосферном давлении. Эти подходы находят инженерное оформление как для объектов, расположенных неподвижно в сушильных камерах (кусковые продукты, продукты в замороженном слое), так и для жидких и пастообразных материалов, которые высушиваются при их вводе в сушильную камеру в виде распыленных частиц.

6. Использование математических методов и компьютерного моделирования для рассмотрения процесса сублимационной сушки как системы во взаимосвязи ее отдельных элементов и оптимизации режимных параметров.

7. Достижение энергосбережения за счет предварительного удаления влаги малоэнергос затратными способами – ультрафильтрация, прессование и т.д. Проведение процесса сушки жидких и пастообразных материалов в режиме вспенивания на начальной стадии сушки.

Литература (References)

1. *Алексян И.Ю., Буйнов А.А., Рогов И.А., Агеенко И.С.* Обоснование выбора ИК-генераторов для сушки рыбных гидролизаторов во вспененном состоянии // Совершенствование оборудования для обработки объектов морского промысла. Калининград: КТИРПиХ, 1988. С. 21-31.
2. *Алексян И.Ю., Давидюк В.В.* Способ получения цукатов методом вакуумной сушки. Москва: АГТУ, 1994. 1/94. С. 150-152.
3. *Алексян И.Ю., Давидюк В.В., Артемьева Н.Н.* Совершенствование метода генерирования пен и нанесения пищевых продуктов в обычном и вспененном состоянии на рабочую поверхность сушилок // Межд. научно-техн. конф.: тезисы докл. К., 1999. Ч.4. С. 37.
4. *Алексян И.Ю.* Термодинамика внутреннего массопереноса и физико-химические характеристики рыбных фаршей, томатной пасты, яблок и картофеля // Межд. научно-техн. конф., посвящ. 70-летию АГТУ: тезисы докл. А., 2000.
5. *Алексян И.Ю.* Развитие научных основ процессов высокоинтенсивной сушки продуктов животного и растительного происхождения: автореф. дис. ... докт. техн. наук. Астрахань, 2001 г.
6. *Антипов С.Т., Воронин А.А., Кумицкий А.С. и др.* Исследование процесса вакуум-сублимационного обезвоживания пищевых продуктов при различных способах энергоподвода // Вестник Международной академии холода. 2007. № 2. С. 44-47.
7. *Антипов С.Т., Шашкин А.И., Шахов С.В. и др.* Моделирование процессов вакуум-сублимационной сушки материалов с развитой поверхностью тепло- и массообмена и с различными источниками энергоподвода. Воронеж: ВГТА, 2011. 168 с.
8. *Барыкин Р.А., Пойманов В.В., Шахов С.В.* Разработка вакуум-сублимационных сушилок с использованием термоэлектрических модулей // Вестник ВГУИТ. 2014. № 1. С. 47-50.
9. *Бокадаров С.А.* Исследование процесса вакуум-сублимационного обезвоживания экстракта левзеи сафлоровидной с использованием низкопотенциального источника энергии. Автореф. дис. ... канд. техн. наук. Воронеж, 2011.
10. *Гуйго Э.И., Журавская Н.К., Каухчешвили Э.И.* Сублимационная сушка в пищевой промышленности. М.: Пищевая промышленность, 1965. 265 с.
11. *Добромиров В.Е.* Разработка способа вакуум-сублимационного обезвоживания с использованием эффекта Ранка / В.Е. Добромиров, С.А. Бокадаров // Сборник материалов 48-й отчетной научной конференции предприятия ВГТА за 2009 год. Воронеж: ВГТА, 2010. Ч.2. С.32.
12. *Иванов И.В., Гуринович Г.В.* Исследование вакуум-инфракрасной сушки чипсов // Техника и технология пищевых продуктов. 2013. № 3. С.22-26.
13. *Иванченкова Т.А., Титов Е.И., Семенов Г.В.* Влияние режимов сушки на качественные характеристики белого мяса птицы // Хранение и переработка сельхозсырья. 2012. № 7. С. 27-29.

14. *Кретов И.Т., А.И. Шашкин, С.В. Шахов и др.* Моделирование процесса вакуум-сублимационной сушки пищевых продуктов в поле СВЧ // Известия высших учебных заведений. Пищевая технология. 2003. № 5-6. С. 65-68.
15. *Санин В.Н., Антипов С.Т., Пойманов В.В.* Вакуум-сублимационная сушилка: пат. 2183307 Российская Федерация. 2002. Бюл. № 16.
16. *Антипов С.Т., Добромиров В.Е., Шахов С.В. и др.* Вакуум-сублимационная сушилка для вспененных продуктов и способ ее автоматического управления: пат. 2350861 Российская Федерация. 2009. Бюл. № 9.
17. *Антипов С.Т., Игнатов В.Е., Воронин А.А.* Устройство для распыления жидкого продукта в вакуум-сублимационной сушилке: пат. 2358214 Российская Федерация. 2009. Бюл. № 16.
18. *Антипов С.Т., Шахов С.В., Жашков А.А. и др.* Барабанная вакуумная сушилка термолабильных продуктов с двухстадийным индуктивным нагревом: пат. 2374580 Российская Федерация. 2009. Бюл. № 33.
19. *Ермаков С.А.* Установка вакуумной сублимационной сушки: пат. 2375654 Российская Федерация. 2009. Бюл. № 34.
20. *Антипов С.Т., Пойманов В.В., Воробьев Д.В.* Вакуум-сублимационная сушилка: пат. 2395768 Российская Федерация. 2010. Бюл. № 21.
21. *Ермаков С.А.* Способ вакуумной сублимационной сушки с конвективным подводом тепловой энергии и установка вакуумной сублимационной сушки: пат. 2416918 Российская Федерация. 2011. Бюл. № 12.
22. *Каухчешвили Н.Э., Харитонов А.Ю., Шабетник Г.Д.* Установка для вакуумной сушки биологических материалов: пат. 2445561 Российская Федерация. 2012. Бюл. № 8.
23. *Добромиров В.Е., Шахов С.В., Моисеева И.С. и др.* Криогенная вакуум-сублимационная установка с комплексным использованием инертного газа: патент 2458300 Российская Федерация. 2012. Бюл. № 22.
24. *Антипов С.Т., Мосолов Г.И., Шахов А.С. и др.* Многосекционная вакуум-сублимационная сушилка поточно-циклического действия: пат. 2486419 Российская Федерация. 2013. Бюл. № 18.
25. *Титов Е.И., Семенов Г.В., Буданцев Е.В. и др.* Способ вакуумного обезвоживания белого мяса птицы в условиях сочетания процессов вакуумного испарения и сублимации в едином цикле: патент 2490914 Российская Федерация. 2013. Бюл. № 24.
26. *Антипов С.Т., Рязанов А.Н., Пойманов В.В. и др.* Вакуум-сублимационная сушилка непрерывного действия: пат. 99859 Российская Федерация. 2010.
27. *Поспелова И.Г.* Разработка технологии сублимационной сушки фруктов и овощей с использованием СВЧ- и УЗ-излучателей: автореф. дис. ... канд. техн. наук. Ижевск, 2009.
28. *Поспелова И.Г., Захарова Я.Н., Габасова Ф.В.* Сублимационная сушка с комбинированным энергоподводом // Механизация и электрификация сельского хозяйства. 2009. № 6. С. 30-32.
29. *Рогов И.А., Некрутман С. В.* Сверхвысокочастотный и инфракрасный нагрев пищевых продуктов. М.: Пищевая промышленность, 1976. 213 с.
30. *Рогов И.А., Некрутман С. В., Лысов Г.В.* Техника сверхвысокочастотного нагрева пищевых продуктов. М.: Легкая и пищевая промышленность, 1981. 199 с.
31. *Руциц А.А., Щербакова Е.И.* Применение СВЧ-нагрева в пищевой промышленности и общественном питании // Вестник Южно-Уральского государственного университета. Серия: Пищевые и биотехнологии. 2014. № 1. Том 2. С. 9-13.
32. *Семенов Г.В.* Вакуумная сублимационная сушка. М.: ДеЛи плюс, 2013. 264 с.
33. *Семенов Г.В., Буданцев Е.В., Булкин М.С.* Качество и энергозатраты в процессах вакуумного обезвоживания термолабильных материалов // Известия ВУЗов. Пищевая технология. № 1. 2011. С. 65-67.
34. *Семенов Г.В., Буданцев Е.В., Меламед Л.Э. и др.* Математическое моделирование и экспериментальное исследование совмещенных циклов вакуумной сушки термолабильных материалов // Вестник Международной академии холода. 2011. Вып. 4. С. 5-11.
35. *Семенов Г.В., Орешина М.Н.* Современное состояние и перспективы развития энергосберегающих технологий и оборудования // Холодильная техника. 2008. № 11. С. 38-40.
36. *Семенов Г.В.* Тепломассообмен в процессах низкотемпературного вакуумного обезвоживания термолабильных материалов и его аппаратное оформление: автореф. дис. ... д-ра техн. наук. М., 2003.
37. *Семенов Г.В., Булкин М.С., Меламед Л.Э. и др.* Тепломассообмен в промышленных процессах вакуумного сублимационного обезвоживания с учетом условий контактирования // Вестник Международной академии холода. 2010. Вып. 2. С. 22-33.

38. Семенов Г.В., Шабетник Г.Д. Интенсификация процессов вакуумной сушки жидких и пастообразных материалов // Известия ВУЗов «Пищевая технология». 2002. № 4. С.39-43.
39. Шахов С.В., Мосолов Г.И., Барыкин Р.А. Разработка вакуум-сублимационной сушилки для обезвоживания жидких продуктов // Вестник Международной академии холода. 2014. № 3. С. 58-60.
40. Семенов Г.В., Булкин М.С., Кузенков А.В. Современные направления научных исследований и технические решения по интенсификации процесса сублимационной сушки в пищевой промышленности, фармпроизводствах и прикладной биотехнологии (Часть 1) // Научный журнал НИУ ИТМО. Серия: процессы и аппараты пищевых производств. 2015. № 1.
41. Barresi A.A., Pisano R., Fissore D. et al. Monitoring of the primary drying of a lyophilization process in vials. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 2009, vol. 48, no. 1, pp. 408–423.
42. Dern C. Considerations when specifying ultimate freeze drying vacuum. *The Information Source for the Pharmaceutical Manufacturing Industry Pharmaceutical Online*. January 27, 2006. Available at: <http://www.pharmaceuticalonline.com> (accessed 17.11.2014).
43. Ekenlebie E., Andrew I. Short cycle times for cost-efficient processing in lyophilized formulations. *American Pharmaceutical Review*. September 01, 2011. Available at: <http://www.americanpharmaceuticalreview.com> (accessed 17.11.2014).
44. Fissore D., Pisano R., Barresi A.A. A model-based framework to optimize pharmaceuticals freeze drying. *Drying Technology*. 2012, no. 9(30), pp. 946-958.
45. Gieseler H. PAT for freeze drying: cycle optimization in the laboratory. *The Information Source for the Pharmaceutical Manufacturing Industry Pharmaceutical Online*. Available at: <http://www.pharmaceuticalonline.com>, для доступа к информ. ресурсам требуется авторизация (accessed 17.11.2014).
46. Gieseler H. Process analytical technology for freeze-drying: cycle optimization in the laboratory. *European Pharmaceutical Review: Issue 1*, 2007.
47. Hong-Ping Cheng, Shian-Min Tsai, Chin-Chi Cheng. Analysis of heat transfer mechanism for shelf vacuum freeze-drying equipment. *Advances in Materials Science and Engineering*. Available at: <http://dx.doi.org/10.1155/2014/515180> (accessed 17.11.2014).
48. Li Xiao-bin, Wang Hai-bo. Intelligent predicting control of vacuum freeze-drying temperature. *Computer Engineering and Applications*. 2010, no. 46(30), pp. 241-244.
49. Millrock Technology. End of primary drying methods. *The Information Source for the Pharmaceutical Manufacturing Industry Pharmaceutical Online*. February 15, 2010. Available at: <http://www.pharmaceuticalonline.com> (accessed 17.11.2014).
50. Patel S.M., Brian Lobo, Ambarish Shah. Practical considerations for freeze-drying process design, development and scale-up. *American Pharmaceutical Review*. October 25, 2013. Available at: <http://www.americanpharmaceuticalreview.com> (accessed 17.11.2014).
51. Petitti M., Antonello B., Daniele M. CFD modelling of condensers for freeze-drying processes. *Sādhanā*, 2013, V. 38, Part 6, pp. 1219–1239.
52. Pisano R., Davide F., Antonello B. A New method based on the regression of step response data for monitoring a freeze-drying cycle. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 2014.
53. Pisano R., Fissore D., Antonello B. et al. Quality by design: scale-up of freeze-drying cycles in pharmaceutical industry. *AAPS PharmSciTech*, 2013.
54. Püschner GmbH & Co KG. Mikrowellen gefriertrocknung von gemüse und früchten. Available at: <http://www.bionity.com> (accessed 17.11.2014).
55. Püschner P., Louise Loh Siok Hoon Microwave vacuum drying of fruits & vegetables. *The 5th Asia-Pacific Drying Conference (ADC07)* August 13-15, 2007, Hong Kong.
56. Rambhatla S., Pikal Michael J. Heat and mass transfer scale-up issues during freeze-drying, I: atypical radiation and the edge vial effect. *AAPS PharmSciTech*, 2003, no. 4(2), article 14.
57. Rey. L., Bastien M. Lyophysical Aspects of Freeze-Drying. *Freeze-Drying of Foods*, Washington, 1962, p.25-42.
58. Schneid S., Gieseler H. PAT in freeze drying: monitoring of product persistence using non-invasive NIR-spectroscopic TDLAS measurements. *Proc. 7th World Meeting on Pharmaceutics, Biopharmaceutics and Pharmaceutical Technology*, Valetta, Malta, March 8-11, 2010.

59. Schneid S., Gieseler H. Rational approaches and transfer strategies for the scale-up of freeze-drying cycles. *Chimica Oggi/Chemistry Today*, 2011, no. 29(1), pp. 10-13.
60. Schubert H., Regier M. The Microwave processing of foods. *Woodhead Publishing*, 2005, 360 p.
61. Schwegman J., Stefan R. Basic cycle development techniques for lyophilized products. *The Information Source for the Pharmaceutical Manufacturing Industry Pharmaceutical Online*. November 11, 2009 Rev 1. Available at: <http://www.pharmaceuticalonline.com> (accessed 17.11.2014).
62. Shon M. Optimization of primary drying time using a combination of ControLyo™ nucleation on demand and SMART™ freeze dryer technology. *American Pharmaceutical Review*. December 18, 2013. Available at: <http://www.americanpharmaceuticalreview.com> (accessed 17.11.2014).
63. Silja von Graberg. *Freeze drying from small containers: heat and mass transfer and implications on process design*. Erlangen, Nürnberg, Univ., Diss. 2011, 163 p.
64. Tang X.C., Nail S.L, Pikal M.J. Freeze-drying process design by manometric temperature measurement: design of a smart freeze-dryer. *Pharmaceutical Research*, 2005, no. 22(4), pp. 685-700.
65. Wang B., Pikal M.J. Stabilization of lyophilized pharmaceuticals by process optimization: challenges and opportunities. *American Pharmaceutical Review*. October 03, 2012. Available at: <http://www.americanpharmaceuticalreview.com> (accessed 17.11.2014).
66. Zhao He Gao. Freeze-drying technology and equipment. *Huazhong University of Science and Technology Press*, 2004, 320 p.