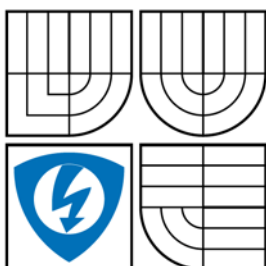


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ  
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH  
TECHNOLOGIÍ  
ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE



FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION  
DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC  
TECHNOLOGY

# DIGITALIZACE ŘÍZENÍ PROCESU LYOFILIZACE

DIGITALIZATION OF CONTROL OF LYOFILISATION PROCESS

DIPLOMOVÁ PRÁCE  
MASTER'S THESIS

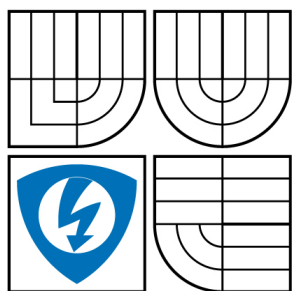
AUTOR PRÁCE  
AUTHOR

Bc. MOJMÍR RICHTER

VEDOUČÍ PRÁCE  
SUPERVISOR

doc. Ing. MARIE SEDLARÍKOVÁ, CSc.

BRNO 2007



VYSOKÉ UČENÍ  
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky  
a komunikačních technologií

Ústav elektrotechnologie

## Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor  
Elektrotechnická výroba a management

**Student:** Richter Mojmír Bc.

**ID:** 20893

**Ročník:** 2

**Akademický rok:** 2007/2008

**NÁZEV TÉMATU:**

**Digitalizace řízení procesu lyofilizace**

**POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:**

Prostudujte literaturu týkající se procesu lyofilizace.

Podle požadavků na teplotu a tlak během procesu lyofilizace navrhnete postup řízení tohoto procesu.

Zrealizujte zařízení a proveďte lyofilizaci vzorků. Optimalizujte proces.

**DOPORUČENÁ LITERATURA:**

Podle pokynů vedoucího práce.

**Termín zadání:** 10.1.2008

**Termín odevzdání:** 30.5.2008

**Vedoucí práce:** doc. Ing. Marie Sedlaříková, CSc.

**prof. Ing. Jiří Kazelle, CSc.**

*předseda oborové rady*

**UPOZORNĚNÍ:**

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

# Licenční smlouva poskytovaná k výkonu práva užit školní dílo

uzavřená mezi smluvními stranami:

## 1. Pan/paní

Jméno a příjmení: Bc. Mojmír Richter  
Bytem: Okrouhlá 344/12, 625 00, Brno - Bohnice  
Narozen/a (datum a místo): 15.9.1981, Kyjov

(dále jen „autor“)

a

## 2. Vysoké učení technické v Brně

Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií  
se sídlem Údolní 244/53, 602 00 Brno  
jejímž jménem jedná na základě písemného pověření děkanem fakulty:  
prof. Ing. Jiří Kazelle, CSc.  
(dále jen „nabyvatel“)

### Čl. 1 Specifikace školního díla

1. Předmětem této smlouvy je vysokoškolská kvalifikační práce (VŠKP):

- disertační práce
- diplomová práce
- bakalářská práce
- jiná práce, jejíž druh je specifikován jako

.....  
(dále jen VŠKP nebo dílo)

Název VŠKP: Digitalizace řízení procesu lyofilizace  
Vedoucí/ školitel VŠKP: doc. Ing. Marie Sedlaříková, CSc.  
Ústav: Ústav elektrotechnologie  
Datum obhajoby VŠKP: 10.6.2008

VŠKP odevzdal autor nabyvateli v:

- tištěné formě – počet exemplářů 2
- elektronické formě – počet exemplářů 2

2. Autor prohlašuje, že vytvořil samostatnou vlastní tvůrčí činností dílo shora popsané a specifikované. Autor dále prohlašuje, že při zpracovávání díla se sám nedostal do rozporu s autorským zákonem a předpisy souvisejícími a že je dílo dílem původním.
3. Dílo je chráněno jako dílo dle autorského zákona v platném znění.
4. Autor potvrzuje, že listinná a elektronická verze díla je identická.

## **Článek 2**

### **Udělení licenčního oprávnění**

1. Autor touto smlouvou poskytuje nabyvateli oprávnění (licenci) k výkonu práva uvedené dílo nevýdělečně užít, archivovat a zpřístupnit ke studijním, výukovým a výzkumným účelům včetně pořizování výpisů, opisů a rozmnoženin.
2. Licence je poskytována celosvětově, pro celou dobu trvání autorských a majetkových práv k dílu.
3. Autor souhlasí se zveřejněním díla v databázi přístupné v mezinárodní síti
  - ihned po uzavření této smlouvy
  - 1 rok po uzavření této smlouvy
  - 3 roky po uzavření této smlouvy
  - 5 let po uzavření této smlouvy
  - 10 let po uzavření této smlouvy(z důvodu utajení v něm obsažených informací)
4. Nevýdělečné zveřejňování díla nabyvatelem v souladu s ustanovením § 47b zákona č. 111/ 1998 Sb., v platném znění, nevyžaduje licenci a nabyvatel je k němu povinen a oprávněn ze zákona.

## **Článek 3**

### **Závěrečná ustanovení**

1. Smlouva je sepsána ve třech vyhotoveních s platností originálu, přičemž po jednom vyhotovení obdrží autor a nabyvatel, další vyhotovení je vloženo do VŠKP.
2. Vztahy mezi smluvními stranami vzniklé a neupravené touto smlouvou se řídí autorským zákonem, občanským zákoníkem, vysokoškolským zákonem, zákonem o archivnictví, v platném znění a popř. dalšími právními předpisy.
3. Licenční smlouva byla uzavřena na základě svobodné a pravé vůle smluvních stran, s plným porozuměním jejímu textu i důsledkům, nikoliv v tísní a za nápadně nevýhodných podmínek.
4. Licenční smlouva nabývá platnosti a účinnosti dnem jejího podpisu oběma smluvními stranami.

V Brně dne: 29. 5. 2008

.....  
Nabyvatel

.....  
Autor

## **Abstrakt:**

Předkládaná práce se zabývá technologickým procesem lyofilizace. Práce je zaměřena na optimalizaci řízení teploty a tlaku během procesu. Výsledkem je navržené řešení, které zabezpečí reprodukovatelnost procesu a sníží nebezpečí zničení vsázky. Zařízení umožní zvýšení soběstačnosti firmy.

## **Abstract:**

The present work deals with the technological process lyophilization. The work is aimed at optimizing the management of temperature and pressure during the process. The result is a proposed solution to ensure reproducibility of the process and reduce the risk of destruction of the lyophilized material. The device will enable the company to increase self-sufficiency.

## **Klíčová slova:**

Digitalizace, lyofilizace, sublimace, optimalizace, řízení procesu, sušení

## **Keywords:**

Digitizing, lyophilisation, sublimation, optimization, process manipulation, drying

## Bibliografická citace díla:

RICHTER, M. *Digitalizace řízení procesu lyofilizace*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2008. 46 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Marie Sedlaříková, CSc.

## Prohlášení autora o původnosti díla:

Prohlašuji, že jsem tuto vysokoškolskou kvalifikační práci vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce, s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury. Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

V Brně dne 29. 5. 2008

.....

# OBSAH

<b>1</b>	<b>CÍL PRÁCE</b> .....	<b>9</b>
<b>2</b>	<b>ÚVOD</b> .....	<b>9</b>
<b>3</b>	<b>PROCES LYOFILIZACE</b> .....	<b>10</b>
3.1	VLASTNOSI KAPALNÝCH MATERIÁLŮ, KTERÉ JSOU DŮLEŽITÉ PRO PROCES LYOFILIZACE .....	10
3.2	PRŮBĚH TEPLŮT VE VYSUŠOVANÉM MATERIÁLU V ÚSEKU SUBLIMACE.....	11
3.3	SCHÉMA PRŮBĚHU LYOFILIZACE.....	14
3.4	PROCS LYOFILIZACE.....	15
3.5	VYMEZENÍ OBLASI POUŽITÍ LZ 45.2.....	17
<b>4</b>	<b>POPIS PŮVODNÍHO ZAŘÍZENÍ</b> .....	<b>18</b>
4.1	HLAVNÍTECHNICKÉ ÚDAJE.....	18
4.2	ZAŘÍZENÍ SE SKLÁDÁ ZE TŘÍ HLAVNÍCH ČÁSTÍ.....	19
4.2.1	<i>Elektrická ovládací panel</i> .....	19
4.2.2	<i>Strojní část</i> .....	20
4.2.3	<i>Vlastní sušící přístroj</i> .....	21
<b>5</b>	<b>PŮVODNÍ ELEKTRONICKÝ ŘÍDÍCÍ SYSTÉM</b> .....	<b>22</b>
5.1	PRINCIP PŮVODNÍHO ŘÍDÍCÍHO SYSTÉMU.....	23
5.2	PŘEDMĚT TĚTO PRÁCE.....	24
<b>6</b>	<b>POŽADAVKY NA ŘÍZENÍ PROCESU</b> .....	<b>24</b>
6.1	POPIS FUNKCE ZAŘÍZENÍ VAKUOVÉHO SYSTÉMU.....	24
6.2	POŽADAVKY NA PROGRAM.....	25
<b>7</b>	<b>PRAKTICKÁ ČÁST PRÁCE</b> .....	<b>27</b>
7.1	REALIZACE ELEKTRICKÉHO OVLÁDACÍHO PANELU.....	27
7.2	NÁVRH DIGITÁLNÍHO ŘÍZENÍ.....	29
7.3	POSTUP ŘÍZENÍ PROCESU.....	29
<b>8</b>	<b>SPUŠTĚNÍ A TESTOVÁNÍ PROCESU</b> .....	<b>31</b>
8.1	NEFUNKČNÍ TOPNÁ TĚLESA.....	32
8.2	ÚNIK TLAKU.....	33
8.3	VLIV KYSELINY OCTOVÉ NA FUNKCI ZAŘÍZENÍ.....	34
8.4	PRUDKÝ NÁRŮST TEPLŮTY.....	35
8.5	IDEÁLNÍ PRŮBĚH.....	36

<b>9</b>	<b>NÁVRH STAVEBNÍ A TECHNOLOGICKÉ PŘIPRAVENOSTI.....</b>	<b>37</b>
9.1	LYOFILIZAČNÍ ZAŘÍZENÍ SE SKLÁDÁ ZE TŘÍ HLAVNÍCH ČÁSTÍ.....	37
9.2	NÁKLADY NA MODERNIZACI ZAŘÍZENÍ.....	39
9.3	NÁVRATNOST VYNALOŽENÝCH NÁKLADŮ.....	41
<b>10</b>	<b>ZÁVĚR.....</b>	<b>42</b>
<b>11</b>	<b>SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ.....</b>	<b>43</b>
<b>12</b>	<b>PŘÍLOHA.....</b>	<b>44</b>



## 1 Cíl práce

Cílem práce bylo navrhnout technologickou úpravu staršího lyofilizačního zařízení a tím přispět k rychlejšímu zprovoznění tohoto zařízení. Cílem práce bylo především rekonstruovat elektrický ovládací panel a doplnit tento panel o počítačový řídicí systém. Toto starší zařízení bude řízeno programovatelným digitálním modulem A.P.O. ( výrobce firma ELMOS).

## 2 Úvod

Diplomovou práci jsem realizoval ve firmě DACOM Pharma s.r.o. Tato firma se zabývá výrobou doplňků stravy. 70 % obratu firmy tvoří výrobek COLAFIT, který má pouze jediného dodavatele suroviny. Pro firmu, která je ze 70% závislá na jediném dodavateli, je tato situace nevýhodná, snad až nebezpečná. Z mikroekonomického pohledu by bylo velmi důležité zajistit konečné zpracování kolagenu lyofilizací na dalším místě, nejlépe ve firmě DACOM Pharma s.r.o. Další zdroj lyofilizovaného kolagenu, by zajistil firmě větší stabilitu dodávek a větší jistotu při jakémkoliv výpadku lyofilizovaného kolagenu u výrobce.

Firma DACOM Pharma s.r.o. se tedy rozhodla realizovat lyofilizaci kolagenu vlastními silami. Vzhledem k tomu, že nový přístroj je otázkou investice cca 15 milionů korun, rozhodla se firma pořídit několik starších zařízení. Lyofilizační zařízení jsou z počátku 80. let. Nejnovější a nejzachovalejší zařízení, a to včetně dokumentace, je laboratorní přístroj LZ 9.2, který pochází z roku 1983 a je vyroben ve firmě Frigera Kolín. Proto ve své práci vycházím převážně z dokumentace k tomuto zařízení. V provozu se ale budou převážně používat stejná zařízení, jaká vlastní dodavatelská firma, tedy lyofilizační stroj LZ 45.2 od téže firmy. Vzhledem ke stáří přístrojů je nutná jejich celková rekonstrukce. Především řízení procesu je na dnešní dobu zastaralé. Mým úkolem bylo modernizovat ovládání přístroje, nahradit analogové řízení procesu digitálním, digitalizovat zaznamenávání hodnot, měřených veličin (teplota, tlak), protože původně se toto provádělo mechanicky tzv. bodovým zapisovačem. Dále bude nutné nainstalovat další čidla teploty a provést odzkoušení během provozu.

### 3 Proces lyofilizace

Lyofilizace je moderní technologie konzervace organických látek. Lyofilizací se např. zpracovávají potraviny pro horolezce a astronauty, protože odstraněním vody se docílí velmi nízké hmotnosti. Dále se lyofilizace hojně užívá ve zdravotnictví pro zachování velmi drahých sér a dalšího vzácného biologického materiálu. Jedna vsádka do přístroje může dosahovat hodnoty mnoha set tisíc korun. Tato metoda byla také například použita v Technickém muzeu v Brně k vysušení a sterilizaci státních dokumentů zasažených povodní v roce 2002 .

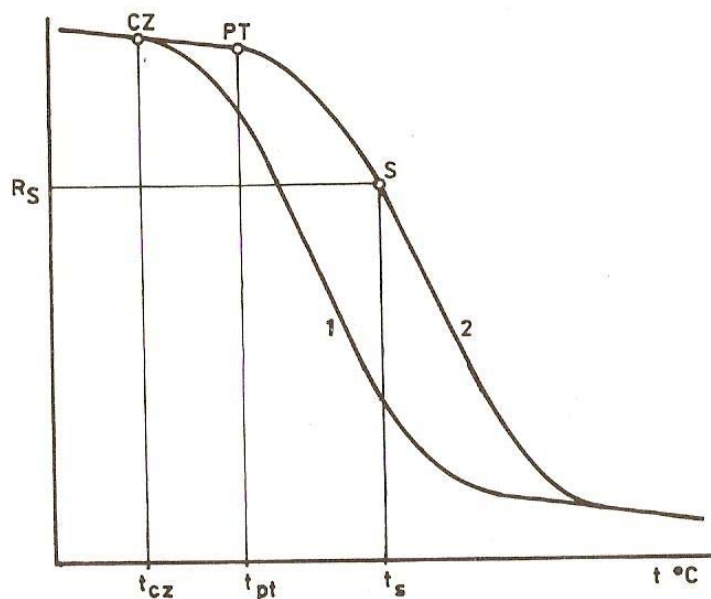
Lyofilizace je nejdokonalejší současnou sušicí metodou, jedná se o sublimační sušení při nízkém tlaku. Proti ostatním metodám sušení, které spočívají v odstraňování vlhkosti odpařením, tj. přechodem vody z fáze kapalné do plynné, je lyofilizace charakteristická odstraněním vody sublimací, tj. přechodem z pevného skupenství přímo do plynného. K tomuto přechodu je nutné připravit vhodné fyzikální podmínky.

V látce obsažená vlhkost se převede zmrazením do tuhé fáze. Následující sublimací a desorpceí ve vakuu se odstraní pokud možno všechna „provozní voda“. Odstraněním této vody se transport molekul v látce téměř znemožňuje a uchováním ve vakuu se úplně zastavuje vnější látková výměna. Hlavní část procesu lyofilizace probíhá při teplotách pod 0 °C, ve většině případů v oblasti -40 °C až -20 °C. Velmi důležitým efektem tohoto procesu je schopnost udržet při životě kultury virů, bakterií i některých mikroorganismů. Tyto setrvávají ve stavu anabiózy, který při snížení teploty k absolutní nule může vést ke konzervaci živých organických materiálů po dobu překračující dobu existence celé naší sluneční soustavy. [1]

#### **3.1 Vlastnosti kapalných materiálů, které jsou důležité pro proces lyofilizace**

Biologické materiály, které se konzervují lyofilizací, jsou převážně kapalné materiály. Kapalný biologický materiál je směs velkého množství roztoků. Při zmrazení potřebujeme docílit ztuhnutí všech kapalných složek. Jako první úsek procesu lyofilizace zmrazujeme proto tyto materiály na co nejnižší teplotu, -40 °C i méně.

Spolehlivou indikací ztuhnutí je vzestup měrného elektrického odporu zmrzlého materiálu. Na obr 3.1 je schematicky znázorněn průběh měrného elektrického odporu v závislosti na teplotě při ochlazování a ohřívání. Při ochlazování dochází k podchlazení zmrazovaného materiálu.



**Obr 3.1** Eutektické vlastnosti zmrzlého materiálu [2]

1 – ochlazovací křivka, 2 – ohřívací křivka

Stupeň podchlazení závisí na způsobu ochlazování a na složení ochlazovaného materiálu. Teplotu, která je na konci zakřivené části křivky ochlazování, označujeme jako teplotu celkového ztuhnutí  $t_{cz}$ . [2]

Při ohřívání zmrazeného materiálu nedochází ke zpoždění v průběhu fázových změn. Teplota, která je na začátku zakřivené části ohřívací křivky se označuje jako teplota počínajícího tání  $t_{pt}$ . [2]

Podle druhu lyofilizovaného materiálu zvolíme na ohřívací křivce bod S, jehož teplota  $t_s$  a měrný elektrický odpor  $R_s$  představují žádané hodnoty regulovaných veličin.

Průběh ochlazovací a ohřívací křivky zjistíme pomocí řídicího systému na lyofilizačním přístroji. Teploty  $t_{cz}$ ,  $t_{pt}$ ,  $t_s$  dokážeme zjistit v lyofilizační laboratoři.

Po skončení úseku sublimace získáváme mikroporézní materiál s vlhkostí absorbovanou na povrchu mikroporézních pórů. Tuto vlhkost odstraňujeme desorpceí při velmi nízkých tlacích a při zvýšené teplotě  $t_D$ . Zvýšená teplota  $t_D$  závisí na biologických vlastnostech lyofilizovaného materiálu, a proto ji v lyofilizačním přístroji nedokážeme zjistit. Tuto teplotu určí biologická laboratoř podle užitkových vlastností lyofilizovaného materiálu.

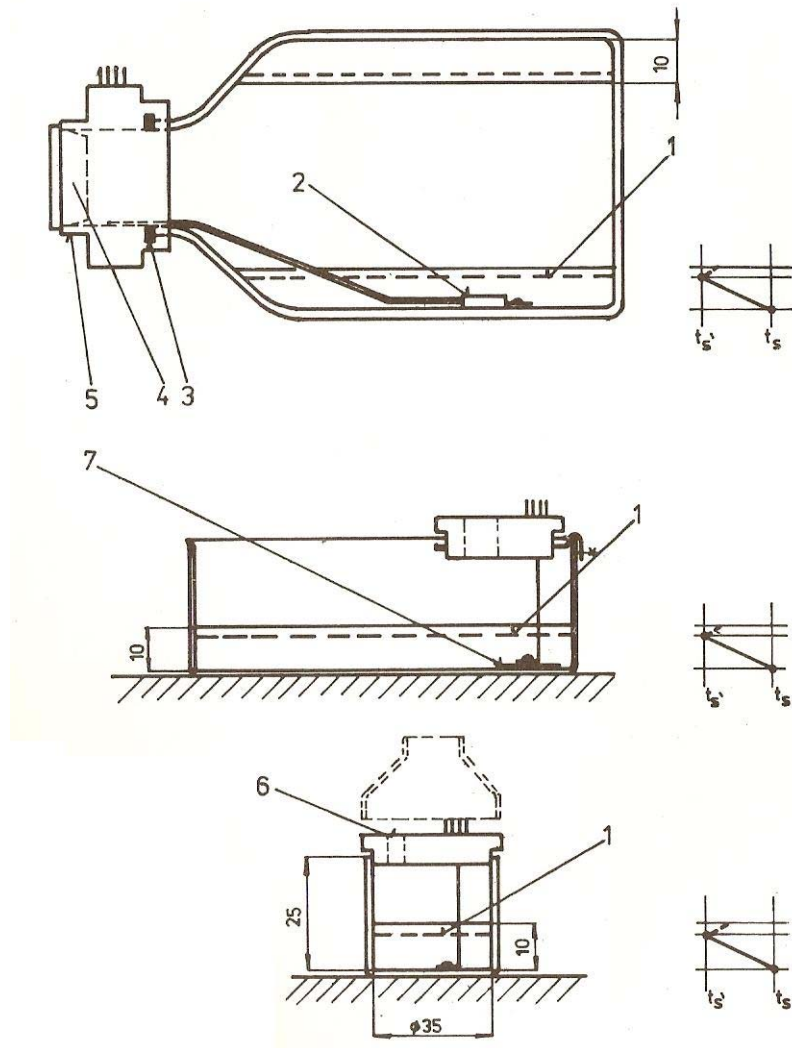
### **3.2 Průběh teplot ve vysušovaném materiálu a v úseku sublimace**

Nejčastěji se kapalné materiály vysušují lyofilizací v různých lahvích, miskách, ampulkách nebo formách.

Ve všech případech je tloušťka vrstvy zmrzlého materiálu cca 10 mm. Vlhkost odstraňujeme sublimací z tuhé fáze na sublimační hladině. Přívod potřebného sublimačního tepla zajistí tepelný tok z ohřívacích desek přes stěny obalu a přes vrstvu zmrzlého materiálu. Ve vrstvě zmrzlého materiálu musí existovat teplotní spád, podle kterého bude u stěny láhve nebo dna mísy, ampulky, formy teplota materiálu  $t_s$  nejvyšší a teplota na sublimační hladině  $t'_s$  bude nejnižší. Na konci sublimace, kdy sublimační hladina dorazí ke stěně láhve nebo dnu mísy, ampulky nebo formy, budou tyto teploty shodné. Teplota  $t_s$  představuje tedy nejvyšší teplotu materiálu v úseku sublimace. Je to žádaná hodnota, na kterou reaguje automaticky proces při automatické regulaci podle teploty materiálu nebo měrného elektrického odporu materiálu.

Tato úvaha naznačuje současně nutnou polohu teplotního čidla a čidla měrného elektrického odporu materiálu v místě maximální teploty materiálu  $t_s$ , tj. u stěny láhve, nebo u dna mísy, ampulky, nebo formy. Při jiném umístění těchto čidel by automatická regulace přívodu tepla nemohla spolehlivě pracovat.

Na obr 3. 2 jsou řezy obalů s materiálem a naznačeným průběhem teplot ve zmrzlé části materiálů a s vyznačenou správnou polohou teplotního a odporového čidla.

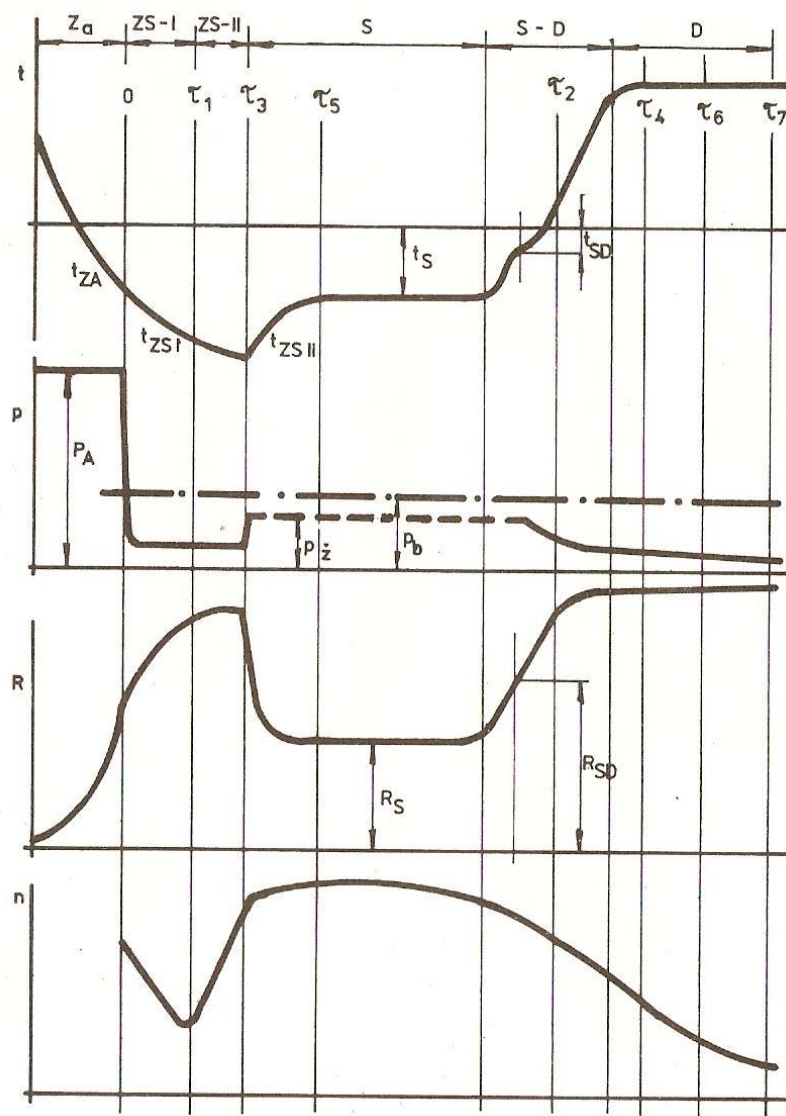


**Obr 3.2** Používané obaly v řez s materiálem a vyznačením průběhu teplot a polohy čidel [2]

- 1 – sublimační hladina, 2 – čidlo pro láhev, 3 – těsnění, 4 – zátka pro zmrazování,  
 5 – osazení pro anemometr, 6 – použít nebo upravit otvor  $\Phi$  hrdla ampule,  
 7 – u kovové misky nutno nalepit pod čidlo izolační samolepící pásku PVC

### 3.3 Schéma průběhu lyofilizace

Na obr 2.3 jsou schéma změna teploty materiálu, tlaku v sušící komoře, elektrický odpor materiálu a otáček anemometru v závislosti na čase. Schéma je vypracováno podle zkušeností s prototypy řídicích systémů. [2]



Obr 3.3 Schéma průběhu procesu lyofilizace [2]

### 3.4 Proces lyofilizace

Tyto informace jsou převzaty z manuálu [1] a jsou uvedeny k pochopení funkce lyofilizačního zařízení LZ 45.2.

V procesu lyofilizace identifikujeme následujících šest úseků:

- Z<sub>a</sub>** Úsek zmrazování materiálu při atmosférickém tlaku  $P_A$ . Teplota materiálu se sníží na hodnotu  $t_{za}$  (např.  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), měrný elektrický odpor materiálu se zvětší na poměrně vysokou teplotu (např.  $50\text{ M}\Omega$ ).
- ZS I** Úsek ochlazování zmrazeného materiálu sublimačním odvodem tepla. Uskuteční se při nejmenším možném tlaku v sublimační komoře, zásadně bez přívodu tepla k vysušovanému materiálu a bez regulace tlaku. Úsek trvá cca 1 hodinu. V řídicím systému je to čas  $\tau_1 = 1$  hodina. Při správné činnosti vývěvy a chlazení kondenzátoru se docílí teplota  $t_{ZS\text{ I}} = -40\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- ZS II** Úsek druhotného snížení teploty zmrzlého materiálu při regulovaném přívodu tepla a neregulovaném tlaku v sušicí komoře. Úsek trvá přibližně 0,5 hodiny a docílí se teplota  $t_{ZS\text{ II}} = -45\text{ }^{\circ}\text{C}$ . V řídicím systému je to doba trvání  $ZS\text{ I} + ZS\text{ II}$   $\tau_3 = 1,5$  hodiny.
- S** Úsek sublimace, ve kterém se reguluje teplota vysušovaného materiálu na žádanou teplotu  $t_s$  (např.  $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Podle potřeby se reguluje v tomto úseku tlak v sušicí komoře na žádanou teplotu  $p_z$ . Elektrický odpor materiálu v tomto úseku se udržuje přibližně na konstantní hodnotě. Otáčky anemometru jsou nejvyšší z celé doby procesu a jsou přibližně na konstantní teplotě.
- S – D** Přejít z úseku sublimace na úsek desorpce.  
Biologické materiály představují velmi složitý systém, který má poměrně dlouhé pásmo eutektických teplot. Z tohoto důvodu neprobíhá přechod ze sublimace na desorpci skokem, ale trvá určitý čas, u některých materiálů velmi dlouhý. Pro tento úsek je charakteristické, že teplota materiálu se zvyšuje a

rovněž elektrický odpor materiálu prudce vzrůstá, a to i když automatický regulátor zastaví přívod elektrického proudu k ohřívání desek. Otáčky anemometru budou v tomto úseku zvolna klesat. Tepelná kapacita materiálu v úseku desorpce je mnohonásobně menší než v úseku sublimace. V tomto úseku řídicí systém automaticky přepíná režim regulace z úseku sublimace na desorpci, dojde-li ke zvýšení teploty materiálu  $t_{ms} + 2^{\circ}\text{C}$ , než je nastavená, nebo dojde-li ke zvýšení odporu materiálu nad  $R_{SD} = 35 \text{ M}\Omega$ .

D Úsek desorpce. V tomto úseku se z materiálu odstraňuje vlhkost absorbovaná na povrchu mikrokapilár ve vysušovaném materiálu. Proces probíhá velmi pomalu, a proto představuje malou tepelnou kapacitu.

Žádaná teplota materiálu v tomto úseku  $t_{mD}$  je dána vlastnostmi materiálu.

Desorpci uskutečňujeme při nejnižším možném tlaku v sušicí komoře. Měrný elektrický odpor materiálu v tomto úseku bude trvale velmi vysoký (např.  $100 \text{ M}\Omega$  i více). Otáčky anemometru se budou v tomto úseku trvale zmenšovat. Podle počtu otáček anemometru můžeme podle Podolského, na základě předem laboratorně zjištěných podkladů pro daný určitý materiál, usuzovat na průběh zmenšování vlhkosti vysušovaného materiálu a na konečnou zbytkovou vlhkost materiálu.

#### Význam dalších symbolů

- $t_{ZA}$  – teplota zmrzlého materiálu na konci atmosférického zmrazování
- $t_{ZS I}$  – teplota materiálu na konci úseku ZS I
- $t_{ZS II}$  – teplota materiálu na konci úseku ZS II
- $p_A$  – atmosférický tlak vzduchu
- $p_z$  – žádaná hodnota regulovaného tlaku v sušicí komoře (nejnižší)
- $p_b$  – max. přípustný tlak v sušicí komoře (bezpečnostní)
- $R_S$  – měrný elektrický odpor materiálu v úseku S
- $R_{SD}$  – zvolená hodnota měrného elektrického odporu k automatickému přepínání režimu regulace z úseku S na úsek D



### **3.5 Vymezení oblasti použití zařízení LZ 45.2**

Při lyofilizačním procesu za použití přívodu elektrické energie do topných těles podle měrného elektrického odporu máme vymezeny dvě oblasti, z nichž I je pro rozsah 0,2 až 1,8 M  $\Omega$  a II pro rozsah 2 až 18M $\Omega$ . Vymezení souvisí s lyofilizovanou látkou. Jsou látky, které mají malý měrný elektrický odpor a jiné s velkým měrným elektrickým odporem. Závislost odporu na teplotě zjistíme na LZ 45.2 pomocí eutektického monitoru a podle výsledku měření si stanovíme pracovní rozsah. [1]

## 4 Popis původního zařízení

Původní lyofilizační zařízení typu LZ 45.2 je prvním členem II. generace lyofilizačních zařízení, vybavených elektronickým řídicím systémem pro automatické řízení provozu, elektronickým přístrojem pro sledování a registraci změny zbytkové vlhkosti, eutektickým monitorem ke zjišťování základních vlastností materiálu. [1]

Původně se v závislosti na druhu lyofilizovaného materiálu měřila buď teplota materiálu, nebo měrný elektrický odpor. Dále se měřil tlak a otáčky anemometru pro zjištění množství par, které se odpařovaly z vysušovaného materiálu.

Nyní se měří pouze tlak a teplota v závislosti na čase.

### 4.1 Hlavní technické údaje

Vnější rozměry:

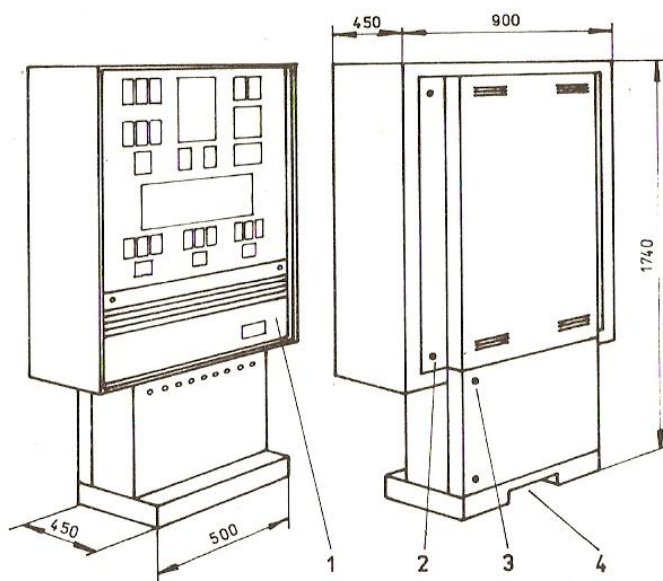
Ovládací panel	- délka .....	1200 mm
	šířka .....	450 mm
	výška .....	1740 mm
	hmotnost .....	230 kg
Strojní část	- délka .....	1350 mm
	šířka .....	1200 mm
	výška .....	1025 mm
	hmotnost .....	520 kg
Sušicí část	- délka .....	1200 mm
	šířka .....	450 mm
	výška .....	1740 mm
	hmotnost (bez víka) .....	230 kg
Celková hmotnost (bez příslušenství) .....		1550 Kg
Maximální objem sušeného produktu .....		27,5 dm <sup>3</sup>
Nejnižší teplota desublimátoru .....		-70 °C
Dosažitelný tlak .....		4 Pa
Příkon zařízení .....		2-15 kW
Zbytková vlhkost .....		< 1 %

Nejvyšší teplota košů .....	79 °C
Napětí .....	3 x 380 V
Kolísání napětí .....	±10 %
Spotřeba chladicí vody/hod .....	600 dm <sup>3</sup>
Náplň chladiva R 22 .....	6 kg
Náplň oleje 1° FUCHS SP5 .....	2,8 kg
Náplň oleje 2° FUCHS SP5 .....	1,8 kg
Náplň oleje rot. vývěvy .....	0,75 dm <sup>3</sup>
Stupeň odrušení .....	RO 2

## 4.2 Zařízení se skládá ze tří hlavních částí

### 4.2.1 Elektrický ovládací panel

Je ocelová skříň stavebnicové konstrukce. V horní části jsou umístěny přístroje pro řízení, kontrolu procesu a ovládací prvky. Ve spodní části pak přístroje sloužící k jistění a provozu zařízení, viz obr. 4.1.

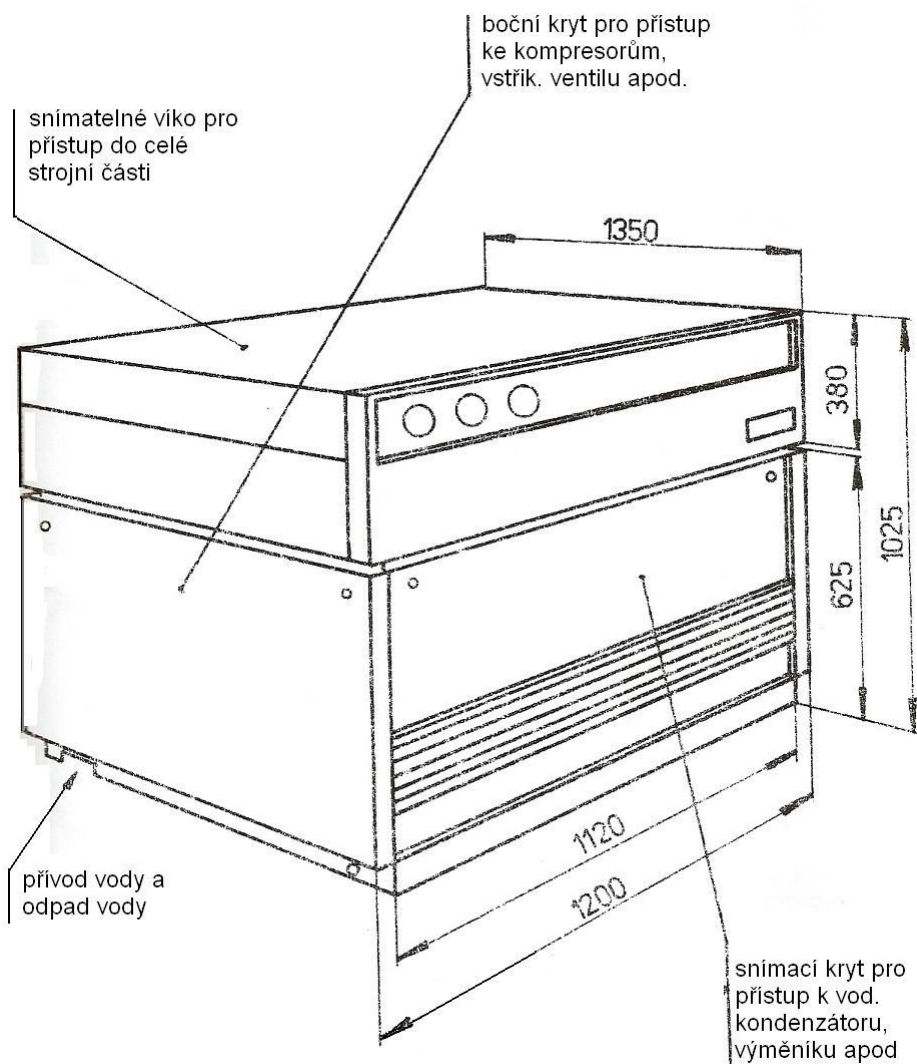


**Obr. 4.1** Pohled na ovládací panel: [2]

- 1 – kryt přední pro přístup k jističům, stykačům, pojistkám, tyristorům, atd..
- 2 – kryt zadní pro přístup k transformátorům, ke svorkovnicím řídicích systémů a přístrojů,
- 3 – dveře pro přístup ke svorkovnicím silnoproudu i slaboproudu, 4 – otvor pro přívody ze sítě a od vlastního sušicího přístroje

#### 4.2.2 Strojní část

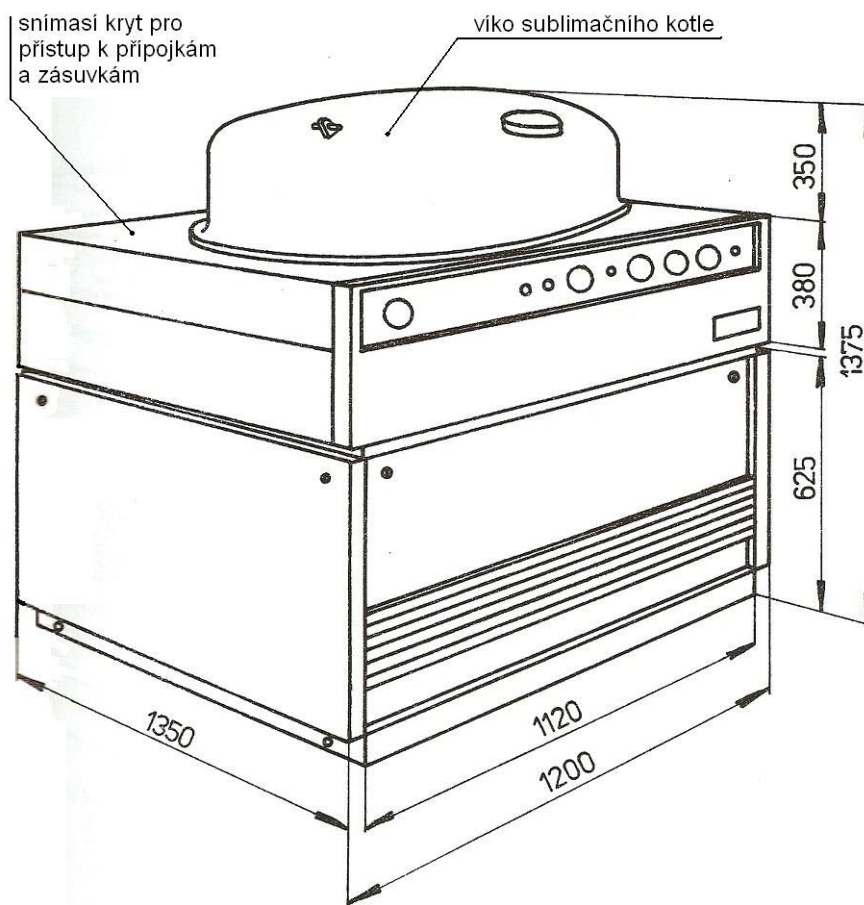
Tvoří ocelová konstrukce, ve které je zabudováno veškeré strojní zařízení pro chlazení a vakuum, viz obr 4.2



Obr. 4.2 Pohled na strojní část [2]

### 4.2.3 Vlastní sušící přístroj

Sušící část tvoří ocelová konstrukce, ve které je zabudován sušící kotel s desublimačním hadem, s vakuovými průchody a přípojkami, viz obr. 4.3.



Obr. 4.3 Pohled na sušící část [2]

## 5 Původní elektronický řídicí systém

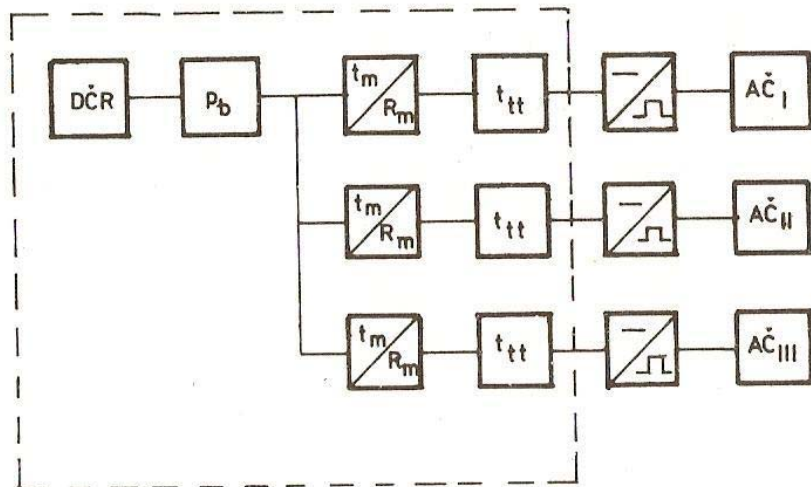
### 5.1 *Princip původního řídicího systému*

Polovodičový regulační řídicí systém je určen pro regulaci procesu lyofilizace u LZ 9.2, tj. jedno- až třideskový přístroj za součinnosti řídicího členu přímého. [2]

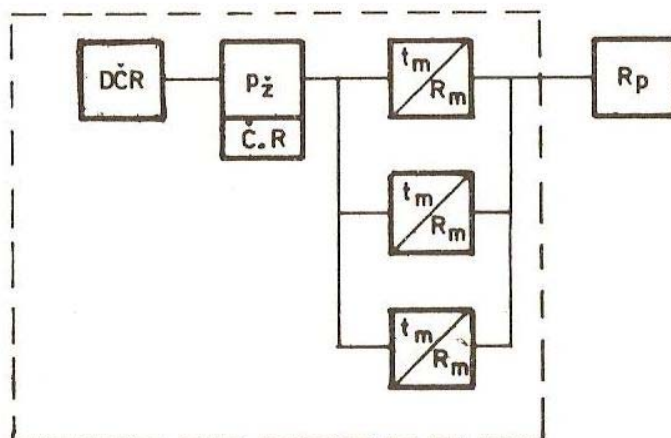
Řídicí systém obsahuje vhodný soubor jednoduchých polovodičových regulátorů a spínacích prvků, které umožňují dostatečný počet kombinací řízení procesu lyofilizace. V systému jsou jako aktivní prvky použity integrované obvody, tranzistory a tyristory, které umožňují bezkontaktní spínání přívodu elektrické energie v průběhu regulace.

Na obr. 5.1 a 5.2 je uvedeno blokové schéma řídicího systému. Elektrický ekvivalent žádané hodnoty regulované veličiny, tj. teploty, tlaku, měrného elektrického odporu materiálu, je srovnáván s elektrickým signálem z příslušného snímače v můstku a výsledná odchylka je vedena přes diferenciální zesilovač do spínacího obvodu. Podle zvolené alternativy pracují vždy dva až tři takové obvody v sérii, čímž se znásobí spolehlivost regulace. Výsledné regulační stejnosměrné napětí 0 – 10 V je převedeno v konvektoru (převodník napětí – šířka impulsu), který pracuje s určitou frekvencí tak, že na jeho výstupu generuje obdélníkové impulsy a proměnou střídou, úměrnou řídicímu napětí. Oba signály, jak impulsy s detektorem průchodu nulou, tak i konvektoru, ovládají generátor řídicích impulsů pro tyristory vždy v době, kdy napájecí střídavé napětí prochází nulou. Od regulačního stejnosměrného napětí je odvozeno napětí, které ovládá regulátor připouštění vzduchu s časovacím členem. Tento člen řídí akční člen regulace tlaku v sublimační komoře.

V řídicím systému je použito zapojení, které umožňuje automatický přechod režimu regulace z úseku sublimace na úsek desorpce. U každé snímané veličiny slouží jedno čidlo jak pro regulaci, tak i pro registraci.



Obr. 5.1 Blokové schéma regulace teploty [2]



Obr. 5.2 Blokové schéma regulace tlaku v sublimační komoře [2]

## 5.2 Předmět této práce

Rozšíření stávajícího systému řízení o programovatelnou jednotku. Tento systém je realizován digitální jednotkou A.P.O. od firmy ELMOS.

## 6 Požadavky na řízení procesu

### 6.1 Popis funkce zařízení vakuového sušení potravin

Zařízení obsahuje dvoustupňové chlazení, tzv. kaskádní zapojení kompresoru, které má výkon  $-70^{\circ}\text{C}$  a je schopno vyrobit 28 kg ledu za 24 hod. Dále je zde vývěva, která vytváří tlak až 5 Pa. Další částí stroje je desublimátor s výparníkem, na kterém namrzají páry ze sušené suroviny a 9 vytápěných sušících desek .

#### Popis sušení

1. Do materiálu, který se má lyofilizovat, vložíme čidla teploty a necháme šokově zmrazit v externím mrazicím zařízení na  $-40^{\circ}\text{C}$
2. Zapneme kompresory chlazení, které vychladí desublimátor na  $-70^{\circ}\text{C}$ . Desublimátor ochladí sublimační komoru včetně prázdných topných desek na cca  $-45^{\circ}\text{C}$ .  
*\* Snímač teploty blokuje pouze první spuštění vývěvy, dokud není teplota desublimátoru  $-50^{\circ}\text{C}$ .*  
Po zapnutí vývěvy, která je zapnutá celou dobu procesu, je pro nás údaj minusové teploty informativní, dává nám obraz toho, jak probíhá sušící proces. V průběhu procesu může teplota desublimátor klesnout i na  $-30^{\circ}\text{C}$  a čím je sušený materiál sušší, tím je teplota blíže  $-70^{\circ}\text{C}$
3. Po vychlazení sublimační komory naplníme zmraženým materiálem 9 topných desek (dále jen desek).
4. Zapneme vývěvu a po dobu dvou hodin necháme stroj v chodu bez jakékoliv regulace, pouze monitorujeme hodnoty tlaku a teploty desek, materiálu a chlazení.  
*\* Dosáhneme hodnot např. tlak 45 Pa, teplota desek  $-45^{\circ}\text{C}$ , teplota materiálu  $-40^{\circ}\text{C}$ , teplota chlazení  $-70^{\circ}\text{C}$ .*



5. Po dvou hodinách se zapne topení do 9 desek a reguluje na nastavenou teplotu 0°C po dobu cca 10 hodin. Topení je blokováno hodnotou tlaku 100 Pa. Když tlak stoupne nad hodnotu 100 Pa, topení vypne; při poklesu tlaku pod 80 Pa topení opět zapne. Chlazení a vývěva jedou bez regulace na plný výkon po celou dobu procesu. Důležité je, aby teplota materiálu rostla konstantní rychlostí přibližně 5° za hodinu. Pokud teplota materiálu vzroste příliš rychle, musí se vypnout topení konkrétní desky. Stejně tak, pokud teplota desublimátoru vzroste nad -30 °C, musí desky přestat topit. Jakmile teplota klesne pod -35 °C, opět může pokračovat vyhřívání desek, resp. materiálu.

*\* K nárůstu tlaku dojde postupným zahřívání zmrzlého sušeného materiálu a uvolnění par z tohoto materiálu.*

*\* Po cca 10 hodinách dosáhneme hodnot: tlak kolem 60 Pa, teplota desek 0°C, teplota materiálu 0°C, teplota chlazení -40°C.*

Program by měl pracovat tak, aby se při vyhodnocení parametru teploty materiálu 0°C automaticky přepnul na teplotu desek 40°C, což by proces velmi zjednodušilo, protože by odpadly zkoušky.

Po dosažení teploty materiálu 0°C proces sublimace přechází na proces desorpce, kde se teplota desek zvyšuje až na 40°C.

6. Proces desorpce může trvat dalších osm až deset hodin. Tento proces končí úplným vysušením materiálu. Dosáhneme následujících hodnot: tlak cca 15 Pa, teplota desek 40°C, teplota materiálu 35°C, teplota chlazení -70°C. Důležité je, aby se tyto hodnoty alespoň 3 hodiny neměnily. Proces lze urychlit tím, když teplota materiálu dosáhne teploty 40°C, následně zvýšíme teplotu desek na 2 hodiny na 45°C. Poté opět snížíme teplotu desek zpět na 40°C a necháme do konce sušícího procesu.

## **6.2 Požadavky na program**

1. Při prvním spuštění je nutno blokovat vývěvu dokud teplota desublimátoru nedosáhne -50°C.
2. Po dvou hodinách se začnou testovat tyto hodnoty: tlak, teplota desek, teplota materiálu a teploty desublimátoru. Pokud jsou hodnoty rovny nebo nižší

předepsaným hodnotám je nutné zapnout topení desek. Předepsané hodnoty: tlak 80 Pa, teplota desek  $-45^{\circ}\text{C}$ , teplota materiálu  $-40^{\circ}\text{C}$ , teplota desublimátoru  $-60^{\circ}\text{C}$ . Důležité je naprogramovat hysterezi s konstantním nárůstem teploty materiálu  $5^{\circ}\text{C}$  za hodinu. Pokud teplota materiálu na jakékoliv desce tuto hodnotu překročí, dojde k vypnutí topení této desky. Naopak, pokud teplota klesne pod tuto hodnotu, dojde k zapnutí topení.

3. Po osmi až deseti hodinách, jakmile dosáhne teplota materiálu  $0^{\circ}\text{C}$ , má systém přepnout topení desek na  $40^{\circ}\text{C}$ .
4. Po dalších osmi hodinách, jakmile dosáhne teplota materiálu  $40^{\circ}\text{C}$ , dojde ke zvýšení teploty desek na  $45^{\circ}\text{C}$  po dobu 2 hodin. Poté je teplota  $40^{\circ}\text{C}$  udržována až do konce sušicího procesu.
5. Regulace teploty desek je po celou dobu procesu blokována parametrem tlaku a teplotou desublimátoru. Pokud tlak překročí 100 Pa, dojde k vypnutí topení a při poklesu tlaku pod 80 Pa topení opět zapne. Při teplotě desublimátoru nad  $-30^{\circ}\text{C}$  dojde k vypnutí topení, při nižší teplotě jak  $-30^{\circ}\text{C}$  se topení zapne.
6. Topení desek je havarijně blokováno na teplotu  $+90^{\circ}\text{C}$ . Při překročení této hodnoty dojde buď k vypnutí topení desek, nebo vypnutí celého stroje.
7. Pokud tlak stoupne během procesu nad 200Pa, je nutno okamžitě přivolat obsluhu.
8. Celý proces musí monitorovat všech 12 vstupů - 9x teplota desek, 1 x teplota materiálu, teplota chlazení a tlak. Monitorování stačí po 30 nebo 60 sec. s možností tisku na barevné tiskárně, každý parametr jinou barvou.
9. Jakékoliv změny v nastavení bude moci provádět pouze odpovědný pracovník a jen přes počítač. Obsluha nebude mít možnost měnit nastavené parametry. Zapne pouze program na terminálu a ten automaticky provede celý proces.

## 7 Praktická část práce

Doposud byl popisován teoretický úvod o lyofilizaci. Dále bude následovat výchozí stav řízení lyofilizace a požadavky, jaké by mělo nové řízení splňovat. Nyní následuje praktická část práce.

### 7.1 Návrh digitálního řízení tohoto procesu

Nové výrobní prostory nebyly stále k dispozici, proto bylo nutné jeden stroj uvést do zkušebního provozu v provizorních prostorách.

Před vlastní modernizací řídicího systému bylo nutné zrekonstruovat strojní a sušicí část.

V mé práci se ale věnuji především rekonstrukci a digitalizaci elektrického ovládacího panelu.

Ve starém provedení byly použity například porcelánové pojistky apod. Rozměry ovládacího panelu se podařilo zmenšit na polovinu.

Z původního ovládacího panelu jsem zachoval:

- tři napájecí trafa,
- hlavní vypínač,
- přepínače,
- analogové kontrolní ampérmetry s rozsahem 0 - 60 A,
- nastavitelné proudové chrániče typu R102 pro vývěvu s nastavenou hodnotou na 4A, pro větší kompresor na hodnotou 8,4A a pro menší kompresor 5,6A,
- orientační teploměr s rozsahem -100 °C - +100°C, se kterým je spojen jedenáctipolohový mechanický přepínač

Volbami poloh na přepínači si můžeme vybrat a zobrazit hodnotu na zmiňovaném teploměru. Poloha přepínače 1 - 9 je teplota desek 1 - 9, poloha 10 – teplota materiálu a poloha 11 teplota desublimátoru.

Rozvaděč byl oproti starému pojistkovému systému doplněn jističi, hlavní jistič pro celé zařízení je 25A. Jištění pro každou desku je 16A. Všechny jističe mají charakteristiku C. Jistič pro vývěvu má proudové zatížení 400V/6A. Pro jištění kompresorů jsou použity jističe 400V/6A pro menší a 400/10A pro větší. V novém rozvaděči jsou použity stykače pro spínání topení topných desek a dále stykače pro spouštění vývěvy a kompresoru. Všechny použité stykače mají ovládací cívku napájenou 230V. Stykače pro ovládání topných desek mají proudové zatížení 400V/25A, stykače pro ovládání motorové části (kompresory, vývěva) 400V/16A. Každá deska je napájena 48V. Ve starém rozvaděči byl elektrický přívod 4 x  $\Phi$ 4mm v novém je 5 x  $\Phi$ 4mm.

Každá deska, materiál a desublimátor byly doplněny dvěma čidly. Jedno čidlo slouží pro řízení procesu a druhé čidlo kontroluje správnosti prvního čidla. Pro zjištění rovnoměrnosti teploty desek jsou čidla umístěna na opačných stranách desky, protože každá deska obsahuje dvě topná tělesa.

Rozvaděč byl dále doplněn o měřič tlaku ARV10 od firmy Lavat Chotutice s analogovým zobrazením. Výstup z tohoto měřiče je napojen do automatu A.P.O. K tomuto přístroji jsou připojeny dvě polovodičové čidla tlaku, jedno pro měření tlaku desublimátoru, druhé pro měření tlaku vývěvy. Tato čidla nám řídí ventil na výstupu z vývěvy.

Po ukončení sušení dosahuje tlak v sušicím kotli hodnoty kolem 10 Pa a není v podstatě možné sejmout kryt, dokud se tlak v kotli nevyrovná s okolím. Proto je nutné vpustit do něj vzduch nějak jinak. V původním provedení se vpouštění vzduchu do kotle řešilo mechanickým ventilem. V novém provedení toto zůstalo zachováno, ale vypouštění vzduchu je doplněno o vzduchový elektromagnetický ventil.

Hlavní elektromagnetický ventil na vysávání vzduchu z kotle je napojen přímo na hrdlo vývěvy a s kotlem je propojen tlakovou hadicí. Na hrdlo vývěvy je také napojeno kontrolní čidlo tlaku.

## 7.2 Návrh digitálního řízení

Hlavní součástí nového rozvaděče je programovatelná řídicí jednotka A.P.O. – ELMOS. U firmy Elmos jsme si nechali tuto jednotku naprogramovat dle našich požadavků, viz. kap. 6.2 Požadavky na program. Hodnoty nejsou pevně nastavené, ale je dáno rozmezí ve kterém se můžeme pohybovat.

Tato řídicí jednotka má napájení 230V a je jištěna skleněnou 10A pojistkou uloženou ve šroubovaném pouzdře. Má 12 vstupů a 12 výstupů. Výstupy jsou pro řízení jednotlivých komponentů. Dále jeden výstup pro tiskárnu a jeden pro PC. Na vstupy jsou přivedeny signály z čidel. Konkrétně 9 x teplota desek, 1 x teplota desublimátoru, 1 x teplota materiálu a 1 x tlak. Výstupy řídí topení jednotlivých desek.

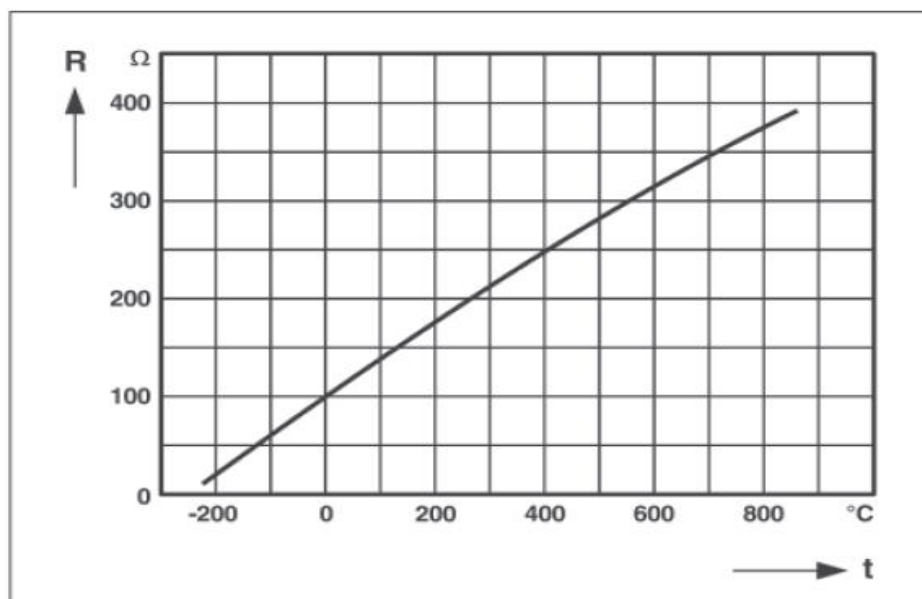
### Postup řízení procesu

#### Regulace teploty

Řízení teploty desek je klasicky systém regulace teploty odporovým čidlem. Pro tuto regulaci bylo použito odporové čidlo PT 100.

#### Princip měření teploty

Měření teploty odporovým čidlem je založeno na vlastnosti vodičů a polovodičů, kterou je závislost jejich elektrického odporu na teplotě. Relativní změna odporu v závislosti na teplotě ( $dR/dt$ ), je známa jako teplotní koeficient, jehož hodnota obvykle není konstantní v rozsahu měřených teplot, ale je funkcí teploty. Více viz literatura [6]



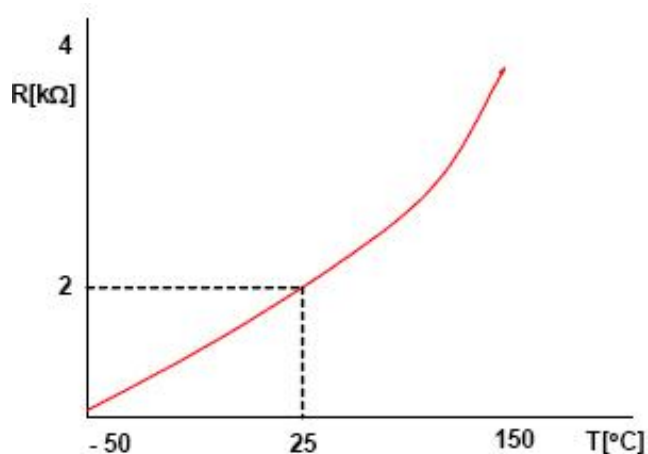
Obr.7.2 Křivka charakteristiky PT100 [6]

## Regulace tlaku

Regulace tlaku je podobná, s tím že bylo použito polovodičové čidlo.

### Princip funkce polovodičového čidla

Monokrystalické senzory teploty s PN přechody využívají závislosti vlastností diod a tranzistorů na teplotě PN přechodu. S výhodou se využívá měření klidových proudů PN přechodů u tranzistorů. Teplotní závislost je dána teplotní závislostí pohyblivosti nosičů proudu. Se zvyšující se teplotou dochází (u nevlastní vodivosti) vlivem rozptylu nosičů náboje na mřížce polovodiče ke zmenšování pohyblivosti  $\Rightarrow$  odpor senzoru se v závislosti na teplotě parabolicky zvyšuje. [3]



**Obr.7.2** Závislost odporu na teplotě u polovodičového čidla [3]

## 8 Spuštění a testování procesu

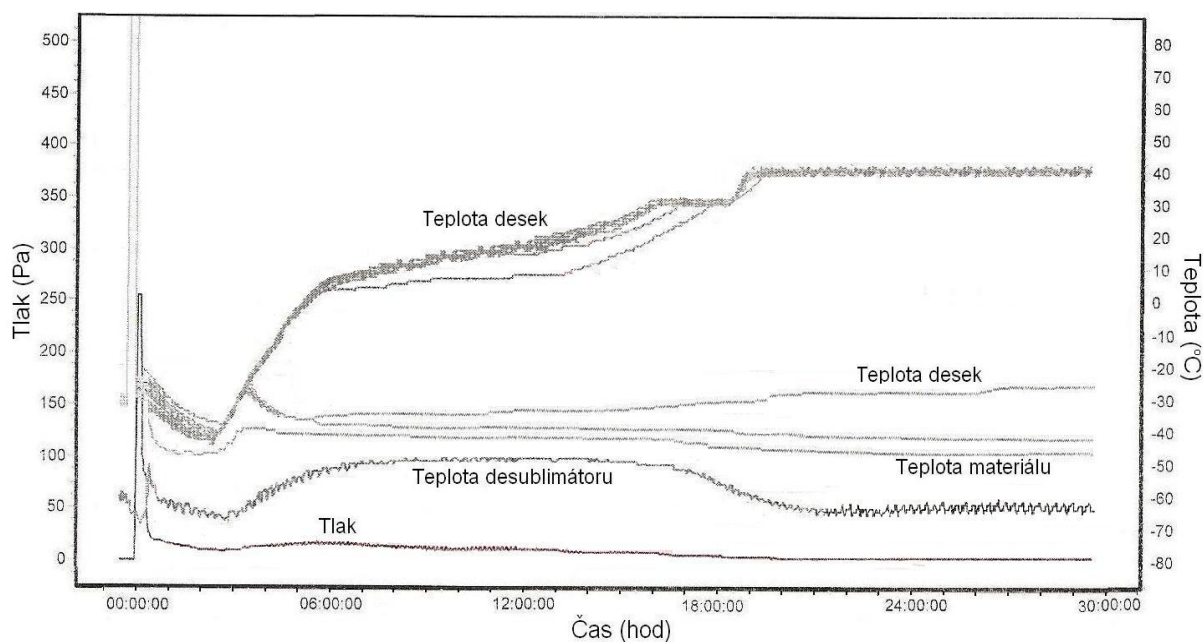
Přístroj jsme sice zprovoznili pouze v provizorních prostorách, ale přesto jsme měli možnost celý proces odzkoušet a optimalizovat. Výsledek lyofilizované suroviny byl velmi uspokojivý. Nejdůležitější na procesu lyofilizace je totiž pozvolné vysušování materiálu, způsobené růstem teploty materiálu a současného nízkého tlaku. Jakmile vysušovaný materiál dosáhne 0°C, je nutné začít intenzivněji ohřívat materiál.

### Nejdůležitější modernizační kroky

Během ožívání a testování se vyskytlo několik problémů, které bylo nutno řešit. Ty nejdůležitější a nejpodstatnější jsou popsány dále.

## 8.1 Nefunkční topné tělesa

Například se stalo, že během lyofilizace nám graf ukazoval, že dvě desky špatně topí. Protože celý cyklus lyofilizace trvá cca 24 hodin, často jsme lyofilizovali přes noc. Při ranní kontrole jsme zjistili, že dvě desky netopí, jak by měly, viz obr. 8.1, a přitom čidlo teploty materiálu bylo na jedné z těchto desek. Protože ostatní desky už měly teplotu přes 10°C, přerušením lyofilizace bychom riskovali zničení sušené suroviny. Rozhodli jsme, že necháme lyofilizaci dojet do konce a poté zjistíme, co se stalo. Po skončení sušení jsme ze stroje vytáhli desky ze surovinou a zjistili jsme, že na dvou deskách byla surovina na okraji hotová, ale uprostřed byla stále gelovitá. Proměřil jsem tyto desky a zjistil, že topná tělesa byly ve dvou deskách špatná. Každá topná deska obsahuje totiž dvě topná tělesa. Jedno vede okrajem desky a druhé středem. A právě obě desky měly špatná tělesa, která vedla středem desky.

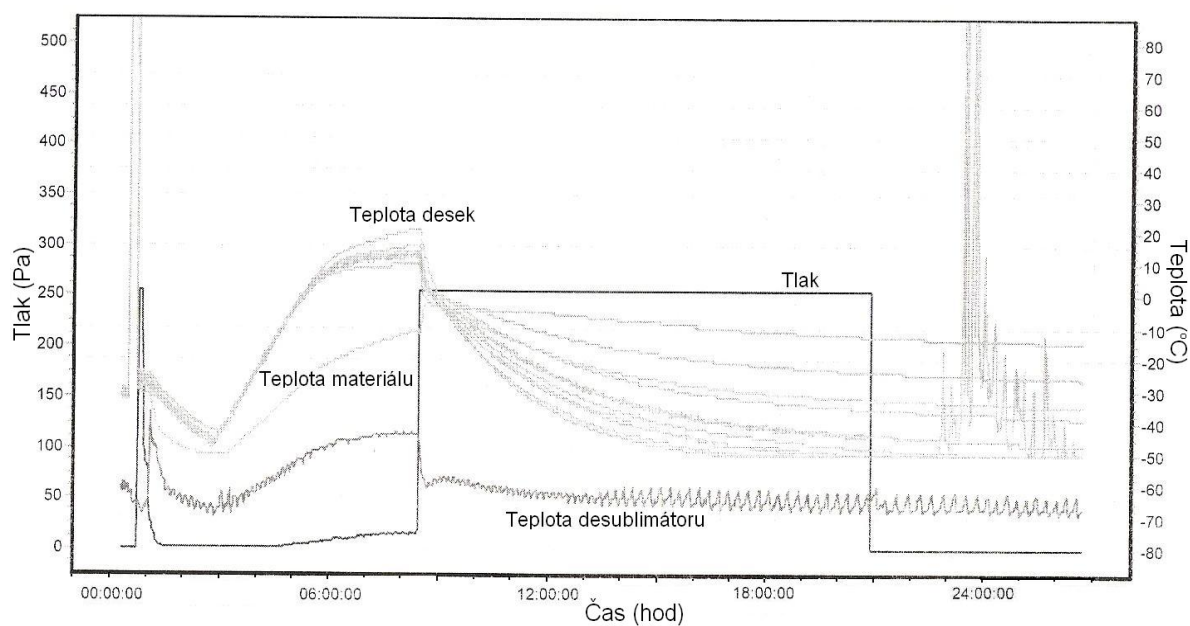


Obr 8.1 Grafická závislost tlaku a teploty na čase v případě poruchy topných těles



## 8.2 Únik tlaku

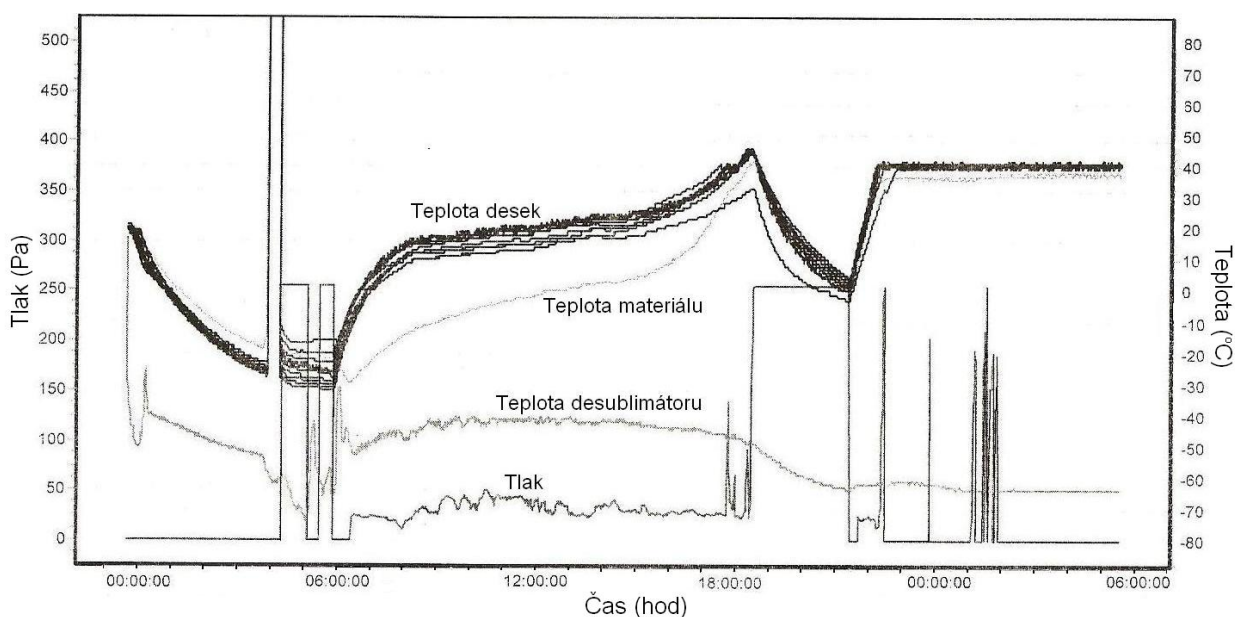
Na obrázku 9.1 vidíme průběh jednoho cyklu lyofilizace, kdy nastal únik tlaku. Lyofilizační zařízení jsme vychladili a materiál mezi tím zmrazili v externím mrazicím zařízení. V čase 0 hodin jsme materiál vložili do lyofilizačního zařízení. Teplota desek a materiálu byla přibližně stejná a to cca  $-30^{\circ}\text{C}$ , teplota desublimátoru pak asi  $-35^{\circ}\text{C}$ . Přibližně po 3 hodinách se teplota desek dostala na  $-48^{\circ}\text{C}$ , teplota materiálu na  $-53^{\circ}\text{C}$ , teplota desublimátoru na  $-65^{\circ}\text{C}$ , Tlak dosahoval jednotky Pa a mohlo začít vysušování materiálu. Dalších 5 hodin a 30 minut probíhal proces jak měl. Z grafu lze vidět jak je růst teploty materiálu zpožděn za růstem teploty desek. Protože teplota desek rostla příliš rychle, nestačil materiál absorbovat teplo. Také se uvolňovalo příliš mnoho par a teplota desublimátoru rychle vzrostla na  $-45^{\circ}\text{C}$ . Větší množství par nemělo zásadní vliv na růst tlaku. V čase 8:30 ale došlo k úniku tlaku, řízení správně vyhodnotilo havarijní stav a lyofilizaci ukončilo tím, že se přestalo topit do desek. Po dobu dalších 12 hodin se teplota desublimátoru snížila a oscilovala mezi  $-65^{\circ}\text{C}$  a  $-70^{\circ}\text{C}$ . Teplota desek se značně lišila. Jednotlivé desky měly teplotu od cca  $-15^{\circ}\text{C}$  do  $-50^{\circ}\text{C}$ . V posledních 5 hodinách vidíme na grafu značné kolísání teploty, ale je prakticky nemožné, aby teplota tak prudce kolísala, takže se jedná o poruchu čidla. Pozitivní na dané situaci bylo, že materiál ještě nedosáhl teploty  $0^{\circ}\text{C}$  a po následném havarijním stavu a opětovném zmrazení nebyl znehodnocen.



Obr 8.2 Grafická závislost tlaku a teploty na čase v případě úniku tlaku

### 8.3 Vliv kyseliny octové na funkci zařízení

Na obrázku 9.2 vidíme průběh dalšího cyklu lyofilizace. V 00:00 jsme začali namrazovat desky. Z grafu je patrné, jak se při zmrazování opoždí teplota desek za teplotou desublimátoru. Po čtyřech hodinách byl do přístroje vložen materiál. Nepodařilo se dvakrát udržet tlak a teplota desek začala stoupat. Také dvakrát nebezpečně stoupla teplota desublimátoru. Přibližně v 6:00 se proces podařilo stabilizovat a lyofilizace pokračovala podle plánu do 18:30. V tomto mezidobí se udržoval tlak kolem 40 až 50 Pa a teplota desublimátoru kolem  $-40^{\circ}\text{C}$ . Opět vidíme, jak teplota materiálu zaostává za teplotou desek a to asi o 15 až  $20^{\circ}\text{C}$ , což není tak zásadní odchylka. Důležité je, že teplota materiálu pozvolna roste. Po 12 hodinách dosáhl materiál teploty  $0^{\circ}\text{C}$  a proces se překlopil ze sublimace na desorbci. Přibližně v 18:20 došlo několikrát k poruše tlaku, což má za následek havarijní stav a okamžité zastavení topení do desek. Desublimátor dále chladí, jeho teplota klesá z  $-45^{\circ}\text{C}$  na  $-65^{\circ}\text{C}$ , což má za následek ochlazení desek včetně materiálu. Ve 21:20 se podaří znovu dosáhnout požadovaného tlaku a vidíme, jak teplota desek a materiálu prudce roste, což je způsobeno tím, že materiál už je skoro suchý. Proto se také na desublimátoru namrazí jen velmi málo par a jeho teplota se nijak významně nemění. Teplota desek, resp. materiálu, se ustálí na požadovaných hodnotách, tj. na  $40^{\circ}\text{C}$ , resp.  $35^{\circ}\text{C}$ , a po 29 hodinách je proces ukončen. Výsledek sušené suroviny nebyl ideální, ale vzhledem ke komplikacím, které lyofilizaci provázely, byl uspokojivý.



Obr 8.3 Grafická závislost vlivu kyseliny octové na tlak v sušící komoře

Jak lze vypořádat z grafu, v tomto případě bylo hlavní příčinou problému kolísání tlaku. I když se podařilo tlak udržet ve stanovených mezích, byl vyšší, než při předcházejícím sušení. Při následném sušení dokonce tlak nedosáhl potřebných parametrů a sušení se vůbec nezpustilo. Podrobně jsem prostudoval grafy předcházejících sušení a zjistil jsem, že tlak je z každou další lyofilizací vyšší. Společně s pracovníky firmy jsme hledali příčinu. Protože čidlo tlaku na kotli a čidlo na vývěvě ukazovalo stejné hodnoty, bylo jasné, že problém je v samotné vývěvě. Rozdělali jsme proto vývěvu a zjistili jsme, že olej je příliš hustý. Po zkoumání různých příčin jsme došli k závěru, že jediné, čím to může být způsobeno, je slabý roztok kyseliny octové v materiálu. Vzhledem k tomu, že přítomnost kyseliny octové ve výchozí surovině je dána technologickým postupem výroby suroviny, není možné ji odstranit. Proto je nutné hledat jiné řešení.

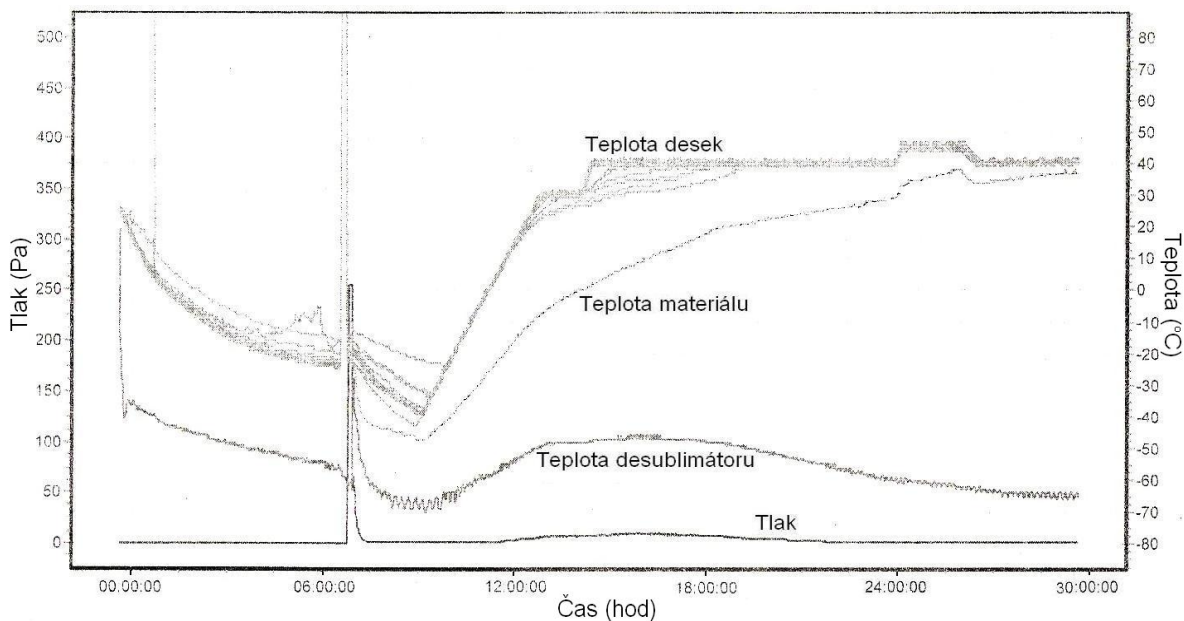
Do budoucna navrhuji následující řešení:

- a) výměnu olejové vývěvy za bezolejovou (např., Rootsovu) [4] )
- b) vymrazování zařízení

Nejlepším řešením bude kombinace obojí.

#### **8.4 Prudký nárůst teploty**

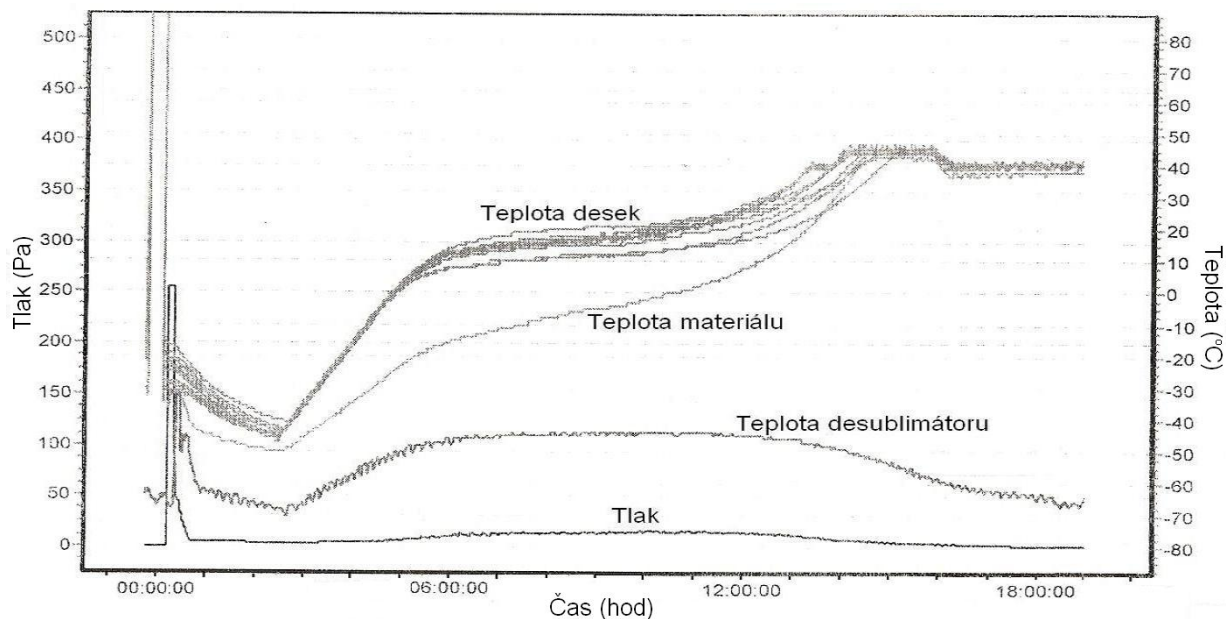
V prvních cyklech procesu byl nárůst teploty desek příliš prudký, viz. obr 9.3. Teplota materiálu zaostávala za teplotou desek místy až o 30°C. Surovina se nestačila dostatečně prohřívát, což mělo za následek rozdílnou teplotu materiálu na povrchu a na dně formy, což je špatně. Materiál by měl mít prakticky stejnou teplotu na povrchu jako u dna formy. Výsledek sušené suroviny nebyl nejlepší, proto bylo nutné nárůst teploty zpomalit. Nastavil jsem v programu řídicí jednotky A.P.O. pomalejší nárůst teploty. Následkem je pomalejší ohřívání materiálu a menší rozdíl teplot materiálu a desek, viz obr 9.4. Výsledek sušené suroviny byl velmi uspokojivý.



**Obr 8.4** Grafická závislost tlaku a teploty na čase v při nežádoucím růstu teploty

### 8.5 Požadovaný průběh teploty

Na obr. 9.4 vidíme prakticky ideální průběh lyofilizace. Teplota vysušovaného materiálu sice zaostává za teplotou desek, dokonce až o 20°C, ale její nárůst je pozvolný. Materiál se stačí prohřívát v celém svém objemu. Po překročení teploty materiálu 0°C se ohřívá rychleji. Pro rychlejší dosušení materiálu jsme po dosažení teploty 30°C zvýšili teplotu desek na dvě hodiny na teplotu 45°C, a poté zpět na 40°C až do konce sušícího procesu.



**Obr 8.5** Grafická závislost tlaku a teploty na čase v případě požadovaného průběhu

## 9 Návrh stavebních a technologických úprav

Navržený postup řízení se podařilo zrealizovat. Proces řízení jsme optimalizovali a výsledek sušené suroviny byl velmi dobrý, ale vše jsme realizovali pouze v provizorních prostorách. Na zařízení se připravují nové čisté prostory, které v současné době ještě nejsou dokončeny. V těchto prostorách se plánuje další technologická úprava lyofilizačních zařízení.

### 9.1 Lyofilizační zařízení se skládá ze tří hlavních částí

#### Sušící část

Tato část technologie je klasicky orientována tak, že buben je postaven na zem a shora je zakrytý víkem, které vlastní vahou tlačí na těsnicí gumu tak, aby když se zapne vývěva, nedošlo k nasávání falešného vzduchu a vývěva se mohla chytit. Víko, které váží 150 kg, se sdělavá zvedacím zařízením a odloží se na trojnožku. Rovněž zvedacím zařízením se vytáhne devět sešroubovaných hliníkových desek s topnými spirálami. Na tyto vymražené desky se vloží zmražený materiál a desky s materiálem se spustí do lyofilizačního bubnu. Shora se zakryje buben víkem, které se musí umístit rovněž zvedacím zařízením. Manipulace se zvedacím zařízením je pro obsluhu dost náročná, zdouhavá a navíc v nově budovaných čistých prostorech nevhodná.

Po konzultaci s firmou jsme navrhli, aby se lyofilizační buben umístil naležato. V dělicí přičce, která odděluje čisté prostory od strojní části, by se vyřezaly v siporexových cihlách dva kruhové otvory, do kterých se vsadí naležato lyofilizační bubny. Pod ně se vyrobí kovový svařenec, který ponese lyofilizační bubny. Jako nejvhodnější řešení se jeví vytvoření podstavce společného pro dva lyofilizační bubny najednou, zejména kvůli stabilitě. Tímto způsobem by se dalo snadno vyřešit i zavěšení vík lyofilizačních bubnů. Pokud se buben umístí naležato, bude nutné přešroubovat hliníkové desky, aby se vzdálenost desek nad sebou snížila na 5 cm, což pro lyofilizaci kolagenu ještě vyhovuje. Tato úprava vyřeší problémy s obtížnou a nevhodnou manipulací se zvedacím zařízením v čistém prostoru.

Navíc zvedací zařízení v čistém prostoru je další možný zdroj znečišťování čistých prostor a případný zdroj poruch. Pokud v čistém prostoru zvedací zařízení nebude, nemusí do čistých prostor vstupovat údržbář na pravidelné preventivní prohlídky a opravy. Hliníkové desky, které tvoří sešroubovaný koš, budou v bubnu uloženy na

ližinách tak, aby se dalo s celým košem povyjet z bubnu. V této poloze se bude velmi pohodlně vkládat namražený materiál na desky. Po vložení materiálu se celý koš pouze zasune do lyofilizačního bubnu. Buben se uzavře víkem, které bude upevněno na speciálních závěsech ukotvených přes oddělovací zeď na nosné konstrukci lyofilizačních bubnů. Po uzavření se víko přes šroubovací mechanismus dotlačí k bubnu, aby se mohla zapnout vývěva a vakuum se mohlo chytit. Bez přitlačení víka by docházelo k nasávání falešného vzduchu a vývěva by nefungovala. Takto orientovaný lyofilizační buben odbourá manipulaci se zvedacím zařízením a nezabere tolik místa v čistém prostoru. Drahé čisté prostory mohou být o 1 metr užší. Při délce prostoru 6m, výšce 3m a plánované výměně vzduchu dvacetkrát za hodinu je to úspora 360m<sup>3</sup> vzduchu za hodinu, tj. za směnu 3060m<sup>3</sup>.

### **Strojní část lyofilizačního zařízení**

Toto zařízení bude celé umístěno za dělicí stěnou mimo čistý prostor. Ke strojní části bude přímý přístup s manipulační chodby. V čistém prostoru bude umístěn pouze ovládací panel. Při chlazení vzniká odpadní teplo, které se přes chladiče umístěné ve venkovním prostoru pouští ven. Navrhuji další chladiče umístit do vnitřního prostoru skladu a teplo využívat v zimním období na vytopení skladu. V létě se budou používat venkovní chladiče.

## 9.2 Náklady na modernizaci zařízení

Náklady na modernizaci dvou lyofilizačních zařízení LZ 45.2.

Zámečnické práce na úpravách dvou kusů lyofilizačních bubnů, tj. 2 ks podstavce pod lyofilizační bubny a zařízení na uchycení a otírání vík bubnu.

**Tab. 9.1:** Zámečnické práce

Název operace	částka v Kč
Projekční příprava úpravy	10000
Materiál	15000
Zámečnické práce a svařování	45000
Zinkování	10000
Úprava 18 ks topných desek	130000
Montážní práce	15000
<b>Celkem</b>	<b>225000</b>

Zdroj: vlastní zpracování

**Tab. 9.2:** Strojní část

Název zařízení	částka v Kč
Lyofilizační bubny 2 ks	650.000
Kompresory 2 ks	120.000
Výměník + chladiče	80.000
Vymrazovací zařízení 2 ks	60.000
Bezolejová vývěva 2 ks	70.000
Montáž chladicího okruhu	70.000
Montáž vakuového okruhu	30.000
<b>Celkem</b>	<b>1.080.000</b>

Zdroj: vlastní zpracování

**Tab. 9.3:** Elektrotechnická část silová

Název operace	Částka v Kč
Kabeláž a zapojení motorů	3.000
Rozvaděč včetně výstroje	30.000
Montážní práce	35.000
<b>Celkem</b>	<b>68.000</b>

Zdroj: Vlastní zpracování

**Tab. 9.4:** Elektronické zařízení – řídicí část

Název zařízení	Částka v Kč
Kabeláž	20.000
Snímače teploty 40 ks PT 100	22.000
Snímače tlaku	18.000
Řídicí jednotka tlaku 2 ks	30.000
Regulátor 2 ks	40.000
Počítač 2 ks	40.000
Tiskárna	5.000
Montážní práce oživení	70.000
<b>Celkem</b>	<b>245.000</b>

Zdroj: Vlastní zpracování

**Tab. 9.5:** Cena celkem

Název zařízení	Částka v Kč
Zámečnické práce	225.000
Strojní část	1.080.000
Elektrotechnická část silová	68.000
Elektronické zařízení - řídicí část	245.000
<b>Celkem</b>	<b>1.618.000</b>

Zdroj: Vlastní zpracování



### 9.3 Návrh návratnosti vynaložených nákladů

Realizace lyofilizačních zařízení má v první řadě přinést především stabilizaci firmy a její větší nezávislost na dodavateli.

V propočtech vycházím pouze z přímých nákladů. Nezahrnuji náklady na odpisy strojů, budov apod.

**Tab. 9.6:** Cena celkem

Náklady na jednu várku	Částka v Kč
22kg kolagenu	22.000
Mzdy (36hodin)	4.400
Spotřebovaná el. (307kW)	1.044
Dovoz suroviny (110km)	550
<b>Náklady celkem</b>	<b>27.994</b>

Zdroj: vlastní zpracování

Ze 22kg suroviny se vyrobí 20000 kostiček.

Jedno balení obsahuje 60 kostiček.

Počet balení z jedné várky  $20000/60 = 333$  balení.

Nákladová cena jednoho balení je  $27994/333 = 84$  Kč.

Další přímé náklady (řezání, balení, lahvička, krabička) = 15Kč.

Přímé náklady celkem:  $84 + 15 = 99$ Kč.

Prodejní cena do velkoobchodu: 150Kč.

Zisk na jenom balení:  $150 - 99 = 51$ Kč.

Zisk na jedné várce:  $51 \times 333 = 16.982$  Kč.

Návratnost: Celkové náklady /Zisk na jedné várce =  $1.618.000/16.982 = 96$  cyklů.

Při předpokládané výtěžnosti 3 cykly lyofilizace za týden je návratnost vynaložených prostředků na rekonstrukci lyofilizačního zařízení 32 týdnů.

## 10 Závěr

Cílem mé práce byl návrh a realizace řízení procesu lyofilizace u stávajícího zařízení. Původní zařízení bylo zcela nefunkční. Jednalo se o výrobek firmy Frigera Kolín z roku 1981. Bylo nutné zrekonstruovat strojní a sušící část, což provedli pracovníci firmy. Dále bylo nutné postavit nový ovládací panel. Mým úkolem bylo navrhnout a zrealizovat digitální řízení procesu lyofilizace.

Ve své diplomové práci jsem vyřešil tyto problémy:

- navrhl jsem řízení procesu podle požadavků na teplotu a tlak
- zrealizoval jsem navržené řízení
- zefektivnil jsem řízení procesu
- minimalizoval jsem vliv lidského faktoru
- provedl jsem zhodnocení stávajícího zařízení
- zvýšil stabilitu firmy
- možnost výzkumu dalších potravinových přípravků

Zařízení bylo zkonstruováno a odzkoušeno s tím, že se během testování odstranily tyto nedostatky: Nefunkční topné tělesa, únik tlaku během lyofilizace, příliš rychlé ohřívání materiálu.

Nyní je zařízení zcela funkční a splňuje zadané požadavky. Vlivem lepší regulace teploty během procesu je kvalita výsledného produktu velmi dobrá.

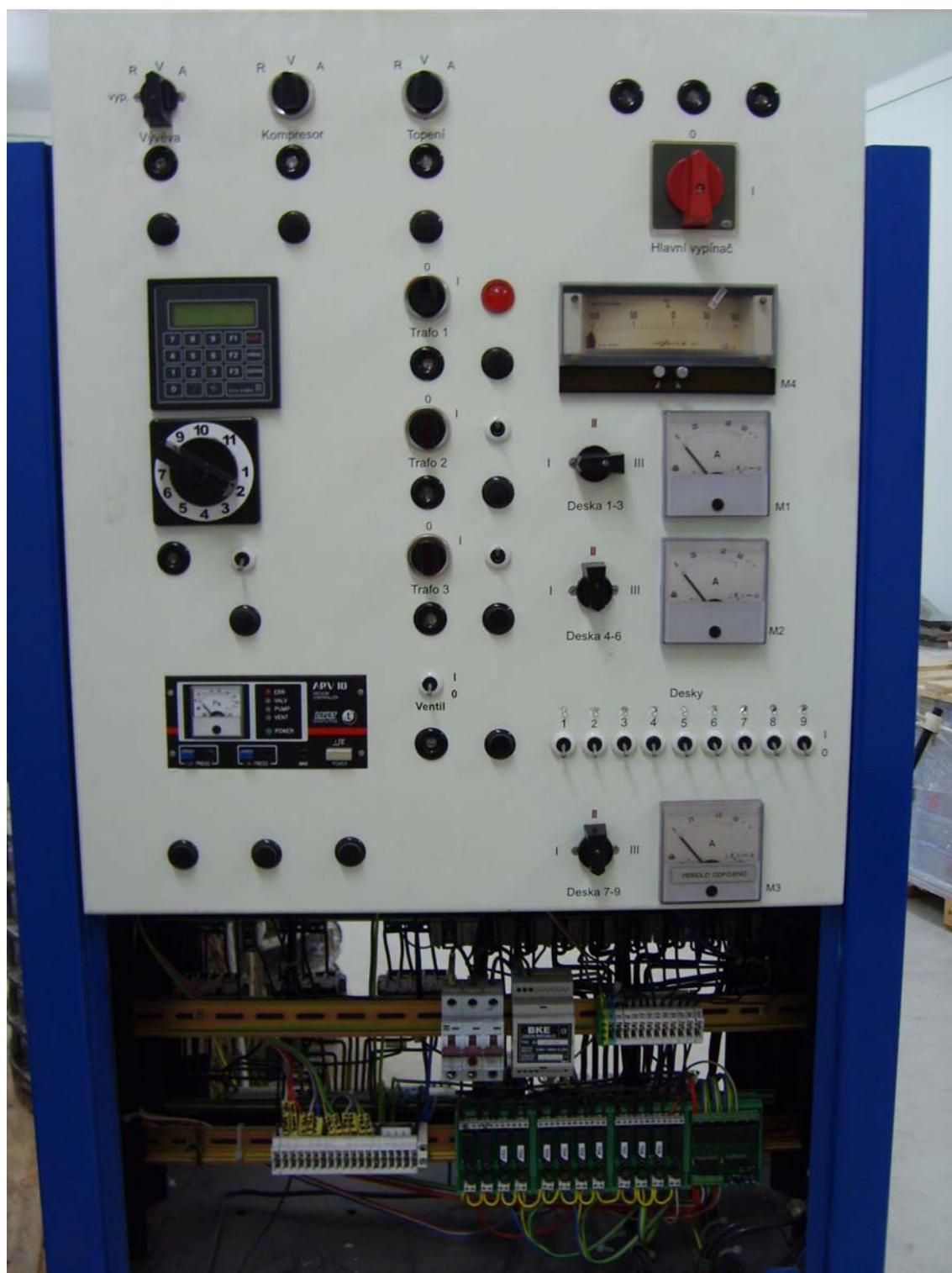
Dalším stupněm rekonstrukce bude instalování vymrazovacího zařízení pro odstranění par vody a kyseliny octové z odsávaného vzduchu.

Firma díky vlastnímu lyofilizačnímu zařízení uvažuje o možnosti výzkumu a následné výrobě dalších doplňků výživy.

## 11 Seznam použitých zdrojů

- [1] VALA, M, KŠÍR, R, *Návod k obsluze a údržbě lyofilizačních zařízení LZ 9.2, 30.2, 45.2*. Kolín: Frigera n.p. Kolín, 1984. 532 stran. SIP 41692/04467
- [2] VALA, M, KŠÍR, R, *Příručka pro obsluhu, údržbu a opravy LZ – 9.2*. Kolín: Frigera n.p. Kolín, 1979. 149 stran.
- [3] HUBÁLEK, J, ADÁMEK, M, *Mikrosenzory a mikroelektromechanické systémy*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2004. 116 stran.
- [4] BOUŠEK, J, *Vakuová technika*, Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2005. 97 stran
- [5] AFZAL R. M, BRAMWELL, V.W, COOMBES, A, PERRIE, Y, *Lyophilisation and sterilisation of liposomal vaccines to produce stable and sterile products*, Methods, Volume 40, Issue 1, September 2006, Pages 30-38. Dostupné z WWW: [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com)
- [6] *Meření a regulace teploty*, 2007. Dostupné z WWW: <http://www.aterm.cz/Teperm.htm>
- [7] *Odporové teploměry a sestavy termočlánků*. Manuál, 2001 Dostupné z WWW: <http://www.emersonprocess.com/Rosemount/document/man/00809-0301-2654.pdf>
- [8] MARCEL, K, *Měření teploty-senzory a měřicí obvody*, BEN, 2005, 240 stran. ISBN 80-7300-145-4
- [9] BEJČEK, L, VACULÍK, J, *Snímače tlaku*, Časopis Automatizace, ročník 49, číslo 1, leden 2006
- [10] Interní materiály s.r.o. DACOM Pharma, Kyjov

## 12 Příloha



Obr.11.1: Pohled ze předu na elektrické ovládací panel



**Obr.11.2:** Pohled do elektrického ovládacího panelu



**Obr.11.3:** Lyofilizační buben