

**Оптимизация процессов осушки с помощью
масс-спектрометрического газоанализатора ProMaxion:
автоматическое определение конечной точки процесса**

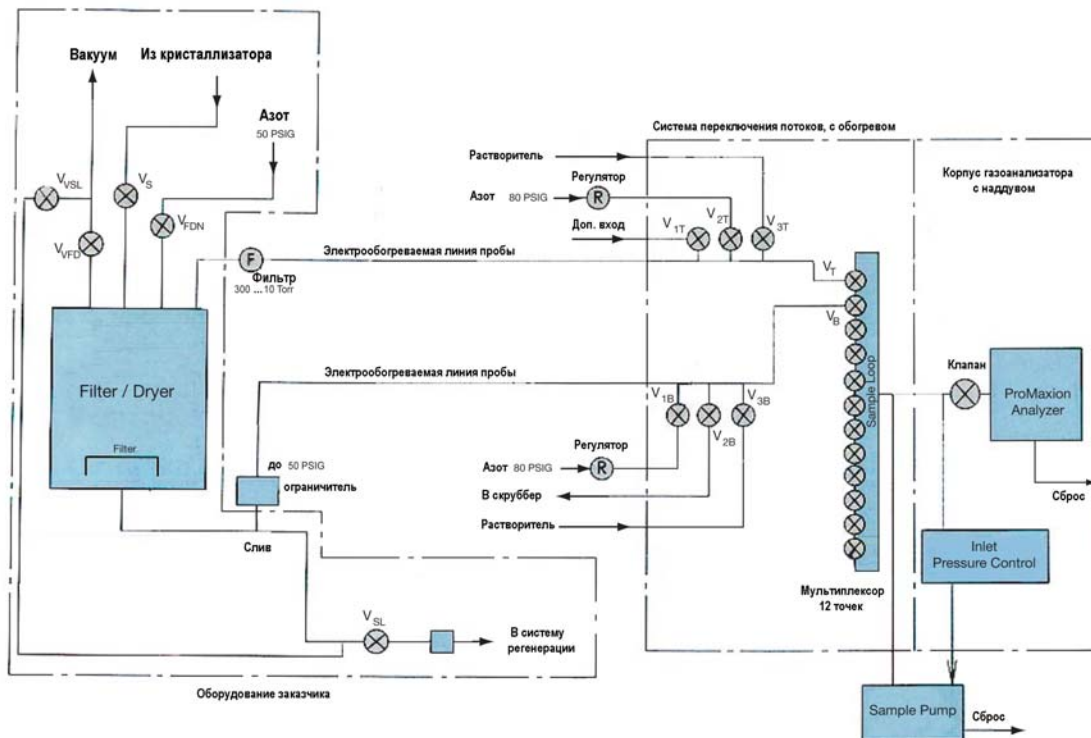


Схема контроля сушилки-фильтра газоанализатором ProMaxion.

Помимо измерения концентрации растворителя в газовой фазе анализатор контролирует концентрацию растворителя в линиях регенерации для определения момента запуска стандартного процесса осушки.

Основы процесса

В фармацевтической промышленности производство большинства продуктов основано на химическом синтезе, использующем разнообразные реагенты и смеси растворителей. Часто в качестве растворителя используется изопропанол, однако, в промышленности применяется и множество других компонентов растворителей, таких как ксилол, метилбромид, метилхлорид, диметиацетамин.

Процесс синтеза включает стадии нагрева, охлаждения и перемешивания, которые обеспечивают выделение необходимого продукта из реакционной смеси. В конце стадии химического синтеза целевой продукт насыщен химическими соединениями - компонентами растворителя. Этот продукт должен быть "очищен" (осушен) от следов растворителя перед тем, как пойти на дальнейшую переработку или упаковку. Процессы осушки, реализованные в фармацевтической промышленности, включают стадии нагрева, компримирования и вакуумирования. Основными установками осушки являются полочные сушилки (tray dryers) и сушилки-фильтры (filter dryers).

Полочные сушилки

Полочные сушилки имеют размеры комнаты, куда загружается осушаемый продукт. Они работают либо под избыточным давлением, либо под вакуумом, при нагреве или охлаждении. Таким образом, в них можно реализовать разные стратегии осушки. Растворитель может "вытесняться" из продукта давлением газа, или "вытягиваться" при вакуумировании.

Сушилки-фильтры

В такие сушилки загружается взвесь продукта и растворителя. Большая часть растворителя из взвеси удаляется в систему регенерации при загрузке в сушилку, для ускорения процесса в сушилке поддерживается избыточное давление газа. Твердые частицы продукта задерживаются на фильтрах, которые расположены выше патрубка слива растворителя в систему регенерации. После удаления основной массы растворителя начинается обычный процесс сушки, который осуществляется комбинацией избыточного давления, вакуумирования, повышения или понижения температуры.

Для любой сушилки необходимо определить момент (конечную точку осушки), когда весь растворитель, который необходимо удалить, реально удален и продукт готов для дальнейшей переработки или упаковки.

Лабораторный метод определения конечной точки осушки.

Стандартный подход к определению окончания процесса осушки следующий. Сушилка работает в течение заданного промежутка времени (обычно не менее 20 часов). Затем продукт извлекается и лабораторным методом определяется потеря веса при осушке (*LOD*) и/или остаточное содержание растворителя - методом газовой хроматографии. После получения результатов лабораторного анализа, процесс осушки продолжается еще в течение 3 часов. Эти циклы повторяются до тех пор, пока *LOD* не достигнет стабильного требуемого значения (или конечной точки процесса осушки). В крупнотоннажном производстве тонны продукта сушатся не менее 20 часов, и периодические остановки процесса для получения результатов лабораторного анализа экономически невыгодны, т. к. значительно удлиняют процесс. Остановки процесса также потенциально опасны, так как многие растворители и их компоненты токсичны и легко воспламеняются.

Непрерывный мониторинг процесса и автоматическое определение конечной точки позволяют отказаться от циклического процесса осушки и связанных с ним издержек пуска/останова. Именно это и обеспечивает масс-спектрометрический газоанализатор **ProMaxion**.

Автоматическое определение конечной точки процесса с помощью масс-спектрометрического газоанализатора ProMaxion

В процессе осушки пары растворителей удаляются либо за счет избыточного давления газа в сушилке, либо за счет разрежения. Анализ этих паров можно произвести на выходе из сушилки. Традиционно считается, что давление паров растворителя в линии сброса пропорционально его содержанию в осушаемом продукте.

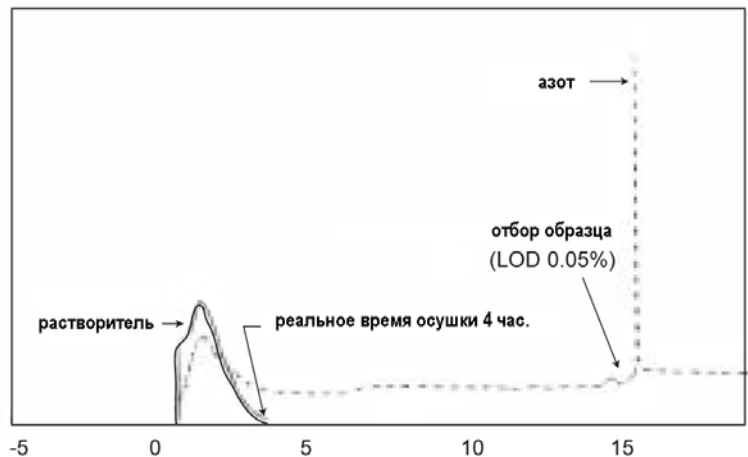
Анализатор **ProMaxion** способен точно установить момент, когда продукт осушен до нужной степени. Результат измерения используется в системе управления сушилкой, начиная с ее загрузки и кончая выгрузкой осушенного продукта для последующей переработки. Кроме того, поскольку **ProMaxion** способен управлять системой переключения нескольких потоков (до 32), появляется возможность *одновременно* контролировать *несколько* сушилок. Анализатор программируется на любые возможные компоненты растворителя в диапазоне молекулярных масс до 300 аеи. Таким образом, он способен одновременно в реальном времени управлять сушилками с *разными режимами работы* и *разными удаляемыми* растворителями. Кроме компонентов растворителя можно контролировать и другие соединения в газе, выходящем из сушилки. Газоанализатор на основе масс-спектрометра может не только определять конечную точку процесса осушки, но и момент, когда необходимо, например, включить стадию вакуумирования после фильтрации.

Учитывая многообразие процессов сушки, их рабочего давления, степени опасности компонентов растворителей, примесей в газовых потоках, для подключения анализатора к установке иногда необходимо применять сложные системы пробоотбора. Для поддержания "чистоты" линий отбора пробы предусматривается их обратная продувка инертным газом. В связи с этим анализатор **ProMaxion** поставляется в комплекте с системами пробоотбора, необходимыми для автоматического управления несколькими установками сушки и определения конечной точки процесса.

Исполнение анализатора в корпусе **NEMA 4X (IP65)** позволяет устанавливать его непосредственно в производственных цехах, других помещениях с повышенной влажностью и запыленностью. Возможно также взрывозащищенное исполнение анализатора **ProMaxion**.

Простота эксплуатации и калибровки

Программное обеспечение анализатора предоставляет пользователю удобный интерфейс для управления прибором, программирования режимов его работы, аналоговых и релейных выходов, проведения автоматической калибровки. Развитая система встроенной самодиагностики и модульная конструкция позволяют проводить сервисные работы без привлечения специально обученных специалистов. Модемный выход анализатора при необходимости можно использовать для удаленной диагностики его работы специалистами завода-изготовителя по сети Internet.



Концентрация растворителя и азота в газе, выходящем из сушилки. Азот показывает момент остановки процесса и открытия сушилки для забора образца для лабораторного анализа. Реально на сушку требуется всего 4 часа вместо 15 часов, предусмотренных регламентом.

Преимущества применения анализатора ProMaxion

- ◆ Значительное сокращение времени сушки
- ◆ Автоматическое определение конечной точки процесса
- ◆ Исключение остановки процесса для лабораторного анализа
- ◆ Управление несколькими сушилками одним анализатором
- ◆ Выявление отклонений от нормальной работы
- ◆ Возможность выбора специфических компонентов измерения для каждой сушилки
- ◆ Возможность использования систем пробоотбора с обратной продувкой линий
- ◆ Работа при любой комбинации давления и разрежения в сушилке

©Artvik, Inc., 2006