

ПОЛІТЕРМІЧНА КРИСТАЛІЗАЦІЯ САХАРОЗИ

Мирончук В.Г., д-р техн. наук, професор,
Єщенко О.А., канд. техн. наук, доцент, Самілик М.М.
Національний університет харчових технологій, м. Київ

Проаналізовано процес політермічної кристалізації сахарози в перемішувачах-кристалізаторах та факторів, які на нього впливають: спосіб проміжного оброблення утфелю, в'язкість утфелю, коефіцієнт поверхневого натягу. Проведено порівняння традиційного режиму кристалізації охолодження з розкачками утфелю водою чи мелясою та запропонованого авторами способу кристалізації з проміжним нагріванням. Встановлено, що при застосуванні проміжного нагрівання суттєво зменшується в'язкість утфелю та поверхневий натяг, що прискорює процес дифузії молекул сахарози з розчину до поверхні кристалів та підвищує інтенсивність кристалохімічної реакції при переході сахарози з розчиненого стану в кристалічний. Для реалізації політермічної кристалізації запропоновано оснащення машино-апаратної схеми станції додаткової кристалізації утфелю останнього ступеня кристалізації спеціальними нагрівачами для проміжного нагрівання утфелю та наведена схема пристрою для проміжного нагрівання утфелю.

The process of sucrose polythermal crystallization in mixer-crystallizers and the factors that affect it, the way of the intermediate processing of the massecuite, viscosity of the massecuite, the surface tension coefficient, have been analyzed. A comparison of the traditional mode of cooling crystallization with the water or molasses dilution massecuite and crystallization method proposed by the authors with an intermediate heating has been made. It is established that the application of the intermediate heating significantly decreases the viscosity and surface tension of the massecuite, which speeds up the process sucrose molecules diffusion of solution to the the crystals surface and increases the intensity of the reaction in the transition of crystal sucrose dissolved in the crystalline state. Redress of parking-instrumental schemes of further crystallization station of the last stage crystallization massecuite by special heaters for intermediate heating massecuite for realization of polythermal crystallization has been proposed and the scheme of the device for the intermediate heating massecuite has been shown.

Ключові слова: політермічна кристалізація, утфель, розкачка, проміжний нагрів, в'язкість, коефіцієнт поверхневого натягу, швидкість кристалізації.

Складність процесу політермічної кристалізації цукрового утфелю останнього ступеню кристалізації обумовлена нестійким характером тепло- і масообміну і залежить від багатьох факторів. Вибір режиму політермічної кристалізації в перемішувачах-кристалізаторах має важливе значення зважаючи на лімітуючу роль швидкості кристалізації сахарози розчинів різної частоти, коли кінетика кристалізації залежить від пересичення міжкристалного розчину та темпу охолодження утфелю.

Існує декілька способів проведення додаткової кристалізації утфелю останнього продукту охолодження в мішалках-кристалізаторах. Більшість дослідників [1, 2, 3] вважають, що оптимальна тривалість кристалізації становить 28–32 години. Охолодження проводиться до температури утфелю 40 °С, швидкість охолодження 1,1–1,5 °С/год. Але за такої швидкості охолодження цукрового утфелю низької чистоти темп охолодження перевищує швидкість кристалізації. Така розбіжність між темпом охолодження та темпом кристалізації є однією з основних проблем кристалізації сахарози охолодженням. Значне зменшення швидкості кристалізації спостерігається при зниженні температури до 50 °С і нижче [4] внаслідок зростання в'язкості, яка є основним фактором, що чинить опір транспортуванню молекул сахарози із розчину до поверхні існуючих кристалів цукру. Крім того зростає коефіцієнт пересичення, розчин стає лабільним, спостерігається інтенсивне утворення вторинних кристалів.

З метою зниження в'язкості міжкристалного розчину утфелю останнього продукту на більшості цукрових заводів проводиться розбавлення (розкачка) утфелю водою. Цей метод в певній мірі дозволяє покращити умови кристалізації. За цих умов, коефіцієнт пересичення зменшується, розчин стає метастабільним, а після рівномірного розподілу розчинника між всією утфельною масою за рахунок його змішування з утфелем, процес нарощування кристалів дещо інтенсифікується. При цьому нові кристали не з'являються. За таких умов також відбувається процес рекристалізації, тобто розчинення дрібних кристалів та перенесення молекул розчиненої сахарози на поверхню існуючих кристалів цукру. Але, як відомо, вода є добрим мелясоутворювачем, що збільшує вихід меляси, отже і вміст сахарози в ній. При розкачці утфелю водою розчиняються кристали цукру, і сахароза, що розчиняється, в подальшому не повністю

викристалізується на поверхні існуючих кристалів. Окрім того, додавання в утфель води порушує ізогідричні умови кристалізації, що не дозволяє отримати бажаний ефект кристалізації.

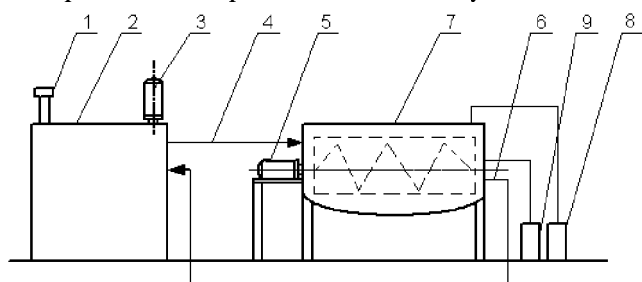
Вирішення цієї проблеми можливе за умов чіткої відповідності темпу охолодження утфелю зі швидкістю кристалізації та заміни розкачки утфелю водою альтернативним способом, який не порушує умов ізогідричності процесу політермічної кристалізації. Таким способом може бути проміжне нагрівання утфелю замість його розкачок водою чи мелясою.

Враховуючи зазначене, метою даної роботи було провести порівняльний аналіз традиційного режиму кристалізації охолодженням з розкачкою утфелю водою чи нечистим цукровим розчином та політермічної кристалізації з проміжним нагріванням утфелю.

Методи досліджень

Для аналізу ефективності застосування проміжного нагрівання утфелю останнього ступеня кристалізації в перемішувачах-кристалізаторах нами проведено серія досліджень, в яких поряд з застосуванням розкачок утфелю водою, мелясою застосовували проміжне нагрівання утфелю на 5, 7, 10 та 12 °С.

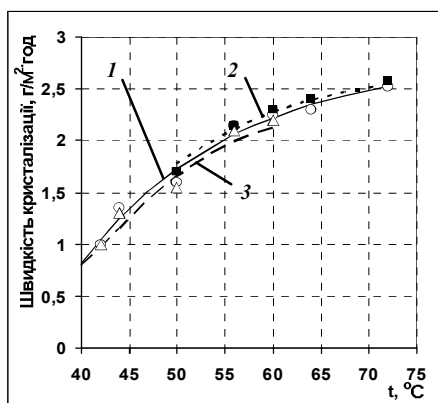
З метою дослідження процесу політермічної кристалізації сахарози охолодженням утфелю нами створена лабораторна установка,



- 1 – контактний термометр;
- 2 – термостат; 3 – насос для подачі теплоносія (води); 4 – подача води у перемішувач-кристалізатор; 5 – привід;
- 6 – повернення води у термостат;
- 7 – перемішувач-кристалізатор;
- 8 – мультиметр для визначення температури утфелю в кристалізаторі;
- 9 – мультиметр для визначення температури води в кожусі кристалізатора

Рис. 1 – Схема дослідної установки для політермічної кристалізації сахарози охолодженням

ка, схема якої наведена на рис. 1, що включає перемішувач-кристалізатор та термостат з'єднані між собою за допомогою трубопроводів по яким здійснюється циркуляція води. Для контролю за температурою встановлені мультиметри, за допомогою яких визначається температура води в кожусі кристалізатора та температура утфелю в ньому. Підтримання температури води, а, відповідно, й необхідного темпу охолодження здійснюється за допомогою електродоконтактного термометра.



- 1 – з розкачкою утфелю водою;
- 2 – до проміжного нагрівання;
- 3 – після проміжного нагрівання

Рис. 2 – Швидкість кристалізації сахарози

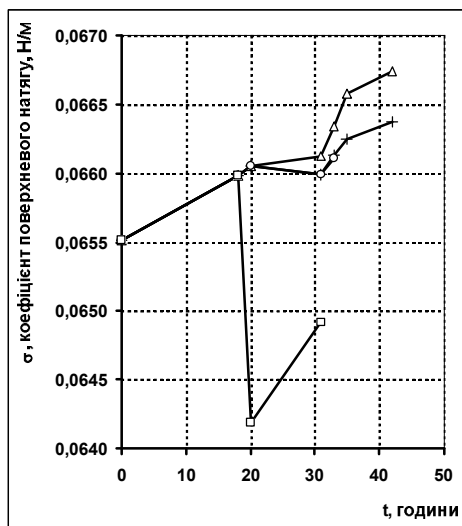
охолодженням. Відбір проб утфелю здійснювали таким чином, щоб чітко прослідкувати зміну його якісних характеристик за час проходження від вакуум-апарату до центрифугування.

Швидкість кристалізації сахарози визначали на основі матеріального балансу зміни масового вмісту сухих речовин та сахарози міжкристального розчину.

Методикою проведення досліджень передбачено темп охолодження утфелю від 73 °С до 50–52 °С в межах 0,9–1,2 °С/годину при швидкості обертання перемішувача 0,117 с⁻¹. Після охолодження утфелю до 50–52 °С, здійснювали нагрівання утфелю до 56–60 °С і продовжували охолоджувати до 40 °С зі швидкістю 0,8–0,95 °С/годину. Корисна різниця температури між холодоносієм та утфелем в процесі охолодження складала 10–12 °С.

Промислові дослідження процесу кристалізації сахарози охолодженням утфелю останнього ступеню кристалізації проводили методом пасивного експерименту на підприємстві ТОВ «Укр.-Аздружба» (Жовтневий цукровий завод).

Методикою досліджень передбачались заміри температури утфелю і охолоджуючої води протягом процесу кри-



—+— за умов розбавлення цукровим розчином високої чистоти; —- за умов розбавлення водою; —◇— за умов розбавлення цукровим розчином низької чистоти; —□— за умов проміжного нагрівання

Рис. 3 – Зміна коефіцієнту поверхневого натягу при різному режимі охолодження утфелю

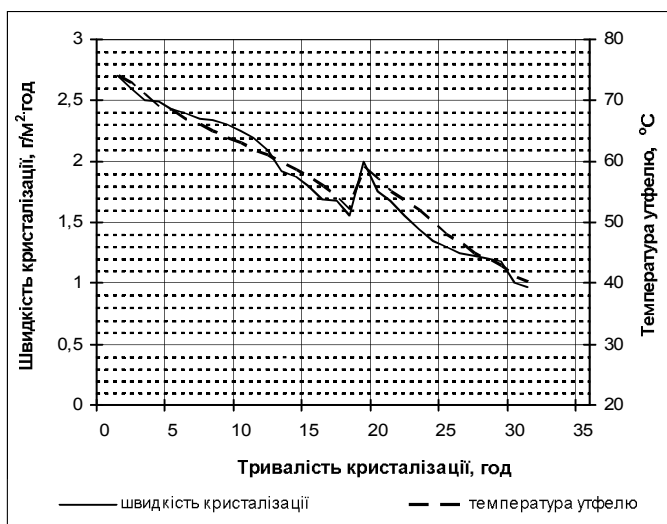


Рис. 4 – Зміна швидкості кристалізації та температури утфелю з часом при проведенні проміжного нагрівання утфелю

лю в умовах застосування проміжного нагріву показали, що між ними існує кореляційний зв'язок (рис. 4) з коефіцієнтом кореляції 0,98.

Результати та їх обговорення

Нами визначена та проаналізована швидкість політермічної кристалізації сахарози (г/м²·год) в перемішувачах-кристалізаторах з використанням розбавлення (розкачки) цукрового утфелю водою та за умов використання проміжного нагрівання утфелю на 10 °С замість розбавлення (розкачки) (рис. 2).

З цього графіка видно, що за умов проміжного нагрівання утфелю в перемішувачах-кристалізаторах від 50 °С до 60 °С швидкість подальшої кристалізації охолодженням зростає в межах 30–33 %. Це пояснюється, в першу чергу, зменшенням в'язкості міжкристалльного розчину.

Нами встановлено, що при кристалізації без обробки утфелю в перемішувачах-кристалізаторах, в'язкість міжкристалльного розчину в кінці процесу становить 10,1 Па·с при його чистоті 54,7 %. За таких умов сахароза не викристалізується в достатній мірі внаслідок високої в'язкості, утфель центрифугується незадовільно.

При розбавленні (розкачці) утфелю водою в'язкість знижується до 7,1 Па·с, при цьому спостерігається розчинення кристалів цукру, що підвищує вміст сахарози в мелясі.

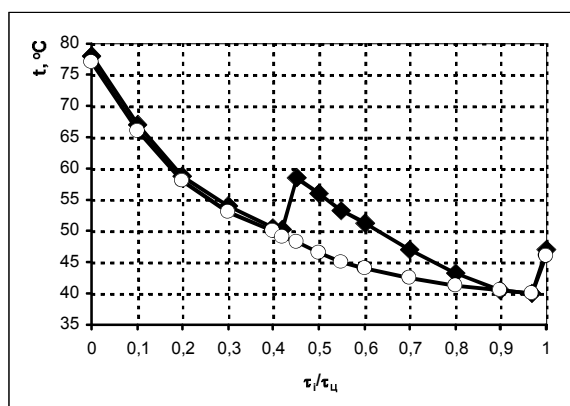
В результаті застосування проміжного нагрівання утфелю після його охолодження до 50 °С на 8–10 °С в'язкість утфелю знижується від 4,7 Па·с до 2,9 Па·с, інтенсивність кристалізації зростає, досягається більш повне знецукрення меляси, покращується гранулометричний склад кристалів цукру, поліпшуються умови центрифугування утфелю. Гранулометричний склад кристалів цукру в утфелі в значній мірі покращується за рахунок рекристалізації [5, 6].

Серед інших факторів вагомого впливу на швидкість кристалізації сахарози за прийнятих в промисловості умовах ведення процесу та концентрацій міжкристалльного розчину є поверхневий натяг. Коефіцієнт поверхневого натягу на межі розподілу фаз розчин-кристал сахарози залежить від температури і чистоти продукту, що впливає на швидкість включення молекул сахарози у кристалічну решітку цукру.

На рис. 3 графічно зображено результати розрахунку коефіцієнтів поверхневого натягу за різних умов ведення процесу політермічної кристалізації утфелю останнього ступеню кристалізації.

Отримані результати свідчать про те, що застосування проміжного нагрівання зменшує поверхневий натяг, що прискорює процес кристалохімічної реакції на межі розділу фаз при переході сахарози з розчиненого стану в кристалічний.

Аналіз результатів досліджень швидкості кристалізації та зміни температури утфелю



—◇— за типовим режимом, —◆— з проміжним нагріванням

Рис. 5 – Величина температури утфелю останнього продукту в перемішувачах-кристалізаторах за запропонованим режимом

Запропонований нами спосіб проміжного нагрівання утфелю дозволяє не лише зменшити в'язкість і прискорити швидкість кристалізації, а й розчинити дрібні кристали, що утворилися в утфелі під час його охолодження. Наші дослідження показали, що найбільш раціональним темпом охолодження утфелю до температури 50–52 °C є швидкість охолодження 0,95–1,2 °C/год. Після цього з максимально можливою швидкістю слід проводити проміжне нагрівання на 7–10 °C, та подальше охолодження утфелю зі швидкістю 0,8–0,95 °C/год. Якщо швидкість охолодження буде вищою це може спричинити інтенсивне повторне зародкоутворення, тобто, висипання «муки». На рис. 5 наведено характер зміни температури утфелю в процесі політермічної кристалізації за типовим режимом та з проміжним нагріванням.

Швидкість охолодження змінюється в залежності від чистоти утфелю останнього продукту в межах 0,5 °C/год на 1 % чистоти, тобто цукрові утфелі вищої чистоти охолоджуються із максимальною швидкістю 1,2 °C/год, низької чистоти –

0,95 °C/год. Швидкість проміжного нагріву утфелю може коливатись в широких межах від 0,5 °C/хв до 1 °C/хв, а при використанні нагрівання утфелю в електричному полі від 3,0 °C/хв до 4,0 °C/хв.

Для забезпечення оптимальної швидкості кристалізації слід підтримувати коефіцієнт пересичення на рівні 1,35–1,4. При даній величині пересичення спостерігається найвища швидкість кристалізації при існуючих температурах кристалізації. При зниженні температури до 50 °C і нижче спостерігається значне зменшення швидкості кристалізації. Але за таких умов в міжкристальному розчині міститься ще досить значна кількість сахарози, що призводить до утворення вторинних кристалів, тому запропонований нами метод проміжного нагріву утфелю є ефективним заходом по зниженню в'язкості і поверхневого натягу при якому швидкість кристалізації підвищується на 0,5 г/м²·год.

Для дотримання даного технологічного режиму слід оснащувати станцію кристалізації засобами автоматичного контролю і регулювання процесу, щоб корисна різниця температури між утфелем і холодноносієм знаходилась в межах 10–12 °C. При визначенні терміну політермічної кристалізації необхідно врахувати чистоту утфелю останнього ступеня кристалізації після вакуум-апарату відповідно до отриманої нами залежності (рис. 6)

$$\tau_{ц} = 134,62 - 1,2886C_{у},$$

де $\tau_{ц}$ — тривалість повного циклу політермічної кристалізації,

$C_{у}$ — чистота утфелю.

Запропонований спосіб політермічної кристалізації сахарози реалізується шляхом оснащення машино-апаратурної схеми станції додаткової кристалізації утфелю останнього ступеня кристалізації спеціальними нагрівачами для проміжного нагрівання утфелю у відповідності до особливостей компоновки таких схем на конкретному підприємстві. Приклад компоновки машино-апаратурної схеми політермічної кристалізації сахарози оснащеної двома вертикальними кристалізаторами з використанням проміжного нагрівання утфелю наведено на рис. 7.

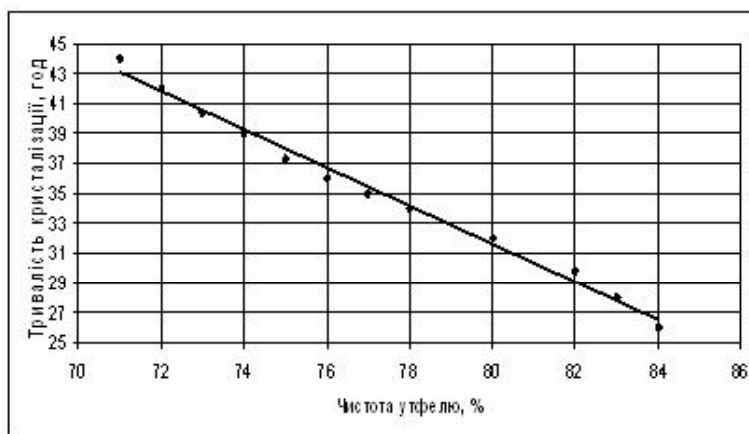
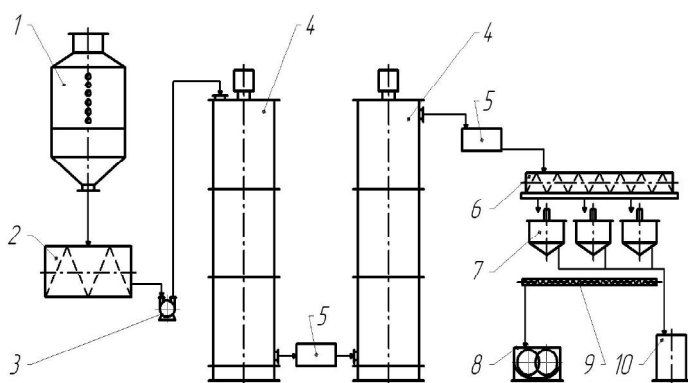


Рис. 6 – Залежність терміну кристалізації охолодженням утфелю останнього продукту в перемішувачах-кристалізаторах від чистоти утфелю після вакуум-апарату

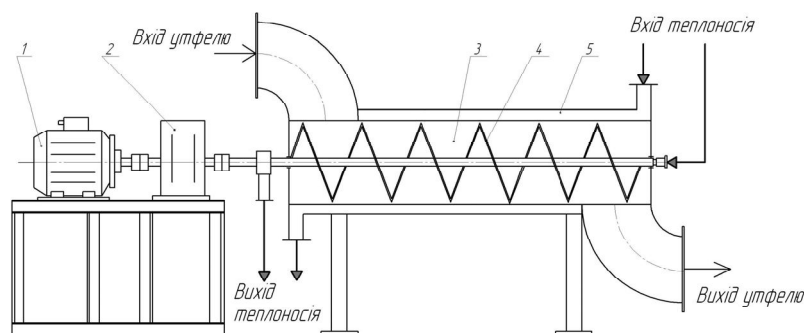


1 – вакуум-апарат; 2 – приймальний перемішувач;
3 – утфельний насос; 4 – вертикальні перемішувачі-кристалізатори; 5 – нагрівачі проміжного та кінцевого нагрівання утфелю; 6 – утфелерозподілювач;
7 – центрифуги; 8 – афінаційний перемішувач;
9 – шнек; 10 – збірник меляси

Рис. 7 – Удосконалена машинно-апаратна схема політермічної кристалізації сахарози з проміжним нагріванням утфелю останнього ступеню кристалізації

дкості охолодження утфелю зі швидкістю кристалізації сахарози.

Узгодження темпу охолодження утфелю останнього ступеню кристалізації зі швидкістю кристалізації та застосування проміжного нагрівання утфелю зводить до мінімуму вторинне кристалоутворення зменшуючи долю кристалів фракції менше за 0,2 мм до 0,77 %.



1 – двигун; 2 – редуктор; 3 – теплообмінник; 4, 5 – гвинтова та рубашкова нагрівальні камери

Рис. 8 – Схема пристрою для проміжного нагрівання утфелю останнього ступеню кристалізації

Література

1. Технологічний процес виробництва цукру з цукрових буряків. Правила усталеної практики 15.83–37–106:2007. // Ярчук М.М., Калінченко М.Ф., Чупахіна В.Н. – К.: Цукор України. 2007, – 420 с.
2. Современные технологии и оборудование свеклосахарного производства. Часть 2. под ред. В.О. Штангеева. – К.: Цукор України. 2004. – 320 с.
3. Скорик К.Д. Промислова кристалізація цукру. Навчальний посібник. – К.: ІПДО НУХТ, 2004. – 202 с.
4. Мирончук В.Г. Кристалізація цукру у вертикальних кристалізаторах з подовженим терміном охолодження // Наукові праці НУХТ, №4, 1998.– с. 66–67.
5. Кулинченко В.Р. Промышленная кристаллизация сахарных веществ. // Кулинченко В.Р., Мирончук В.Г. – К.: РВЦ НУХТ, 2012. – 426 с.
6. Курыленко О.Д. Переконденсация в дисперсных системах. // Курыленко О.Д., Бажал И.Г. – К.: Наукова думка. – 1975. – 216 с.