

МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО СПЕЦИАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ УССР
КИЕВСКИЙ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ
ИНСТИТУТ ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

УДК 664.1:65.011.58

Б.А.Мирошник, Н.М.Одородько, Н.П.Ивчук

НЕКОТОРЫЕ ВОПРОСЫ РАЗРАБОТКИ ПЛАНА ЭКСПЕРИМЕНТА ПО ОПТИМИЗАЦИИ
КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ФРУКТОВЫХ

1185-Укр 86 2011

КИЕВ 1986

Ранее проведенные нами исследования [1] показали, что на процесс кристаллизации фруктозы из водной фазы существенное влияние оказывают следующие основные факторы: чистота и вязкость кристаллизуемого сиропа, пересыщение, реакция среды, вид и количество затравки, глубина охлаждения, характер температурной кривой охлаждения, продолжительность процесса, перемешивание. Однако, оценку влияния всех параметров в совокупности на процесс кристаллизации фруктозы из-за большого числа взаимодействующих факторов экспериментально провести трудно.

Для решения таких задач успешно используют математические методы планирования эксперимента [2,3].

Исследования процесса кристаллизации фруктозы проводились на лабораторной установке, схема которой показана на рис.1.

Установка состоит из кристаллизатора 1, снабженного рубашкой для охлаждения. Внутри кристаллизатора находится вращающаяся станина с гнездами 2, в которые помещаются стаканы с кристаллизуемым сиропом. Заданная программа изменения температуры в кристаллизаторе поддерживается системой автоматического регулирования, содержащей задатчик 3, датчик температуры 4, термостат 5 и устройство регулирования 6.

Ход изменения температуры в процессе кристаллизации фруктозы показан на рис.2, а результаты проведенных предварительных исследований в табл.1.

Проведенные исследования позволили оценить характер влияния отдельных факторов на кристаллизацию. Для определения оптимальных условий процесса кристаллизации фруктозы из водной фазы и оценки влияния степени каждого из них был разработан план многофакторного эксперимента с последующей реализацией его на вышеописанной установке.

Таблица I

Результаты предварительных исследований

№ опыта	№ критерий	Количество заправки, % к массе сиропа	Качественные показатели кристаллизующего сиропа		Выход фруктозы, % к массе сиропа	$\tau_{кр}$, ч
			СВ, %	Дб, %		
I	I	10	87,7	98,2	кристаллы не отделяются	32
2	2	10	87,7	99,1	36,2	38
3	3	10	87,7	97,8	34,8	39
4	4	8	87,7	99,2	29,4	39
5	4	10	87,7	99,1	36,2	40
6	4	10	87,7	99,3	38,7	41
8	4	12	87,7	99,4	38,7	40
9	4	15	87,7	98,5	кристаллы не отделяются	40
I0	5	11	88,0	96,5	38,8	56
II	6	11	88,0	95,5	33,9	66
I2	7	11	87,9	97,9	39,6	45
I3	8	11	88,0	97,7	39,4	46
I4	9	11	88,0	97	39,0	56

В качестве параметров, характеризующих процесс можно выделить:

Y_1 - выход кристаллической фруктозы, % к массе сиропа;

Y_2 - средний линейный размер кристалла, мм;

Y_3 - доброкачественность межкристального раствора, %.

При выборе уровня факторов и интервалов варьирования используем результаты предварительных лабораторных исследований. В качестве входящих факторов принимаем четыре фактора:

сухие вещества кристаллизуемого сиропа - x_1 ,

чистота сиропа x_2 , характер изменения температуры в процессе охлаждения - x_3 , удельная поверхность заправочных кристаллов - x_4 . Другие факторы принято решение поддерживать постоянными.

Проанализируем влияние каждого фактора на процесс кристаллизации Фруктозы на основании имеющейся информации.

Содержание сухих веществ. Известно, что с ростом концентрации сиропа возрастает его пересыщение при постоянстве доброкачественности и начальной температуре кристаллизации. Допускать значительное начальное пересыщение сиропа нецелесообразно из-за опасности появления вторичных кристаллов. В то же время снижение СВ ниже некоторой величины может привести к тому, что раствор не будет кристаллизоваться из-за высокой растворимости Фруктозы в воде. Как видно из проведенных исследований (табл. I), допустимый диапазон изменения сухих веществ составляет $86 \leq x_1 \leq 92$.

Доброкачественность исходного сиропа (x_2). Доброкачественность раствора должна быть максимально возможной. Как показали исследования снижение доброкачественности приводит к росту длительности процесса кристаллизации, а, соответственно, к уменьшению скорости кристаллизации. Так, в опытах (табл. I) доброкачественность снижалась с 97,9% до 95,5%, что привело к удлинению процесса кристаллизации от 45 до 66ч. Как правило, в растворе может присутствовать незначительное количество глюкозы и других углеводов.

Следовательно, верхним значением фактора x_2 можно принять 99,0%, нижним - 90%.

Характер изменения температурной кривой (x_3). Опыты проводились (рис.2) как при интенсивном начальном охлаждении сиропа (кривые 1-4) и при равномерном охлаждении (кривые 5,6), так и при интенсивном охлаждении в заключительной стадии процесса (кривые 7-9). Зависимость изменения температуры от времени можно представить в виде экспоненциальной кривой, которая описывается уравнением вида

$$t = a \left[1 - e^{-(1 - \beta \tau)^\alpha} \right] + c, \quad (I)$$

- где a - коэффициент, учитывающий глубину охлаждения раствора, т.е. Δt в кристаллизаторе;
- β - коэффициент, учитывающий длительность процесса кристаллизации;
- c - коэффициент, учитывающий начальное значение температуры охлаждаемого раствора;
- α - коэффициент формы кинетической кривой.

Учитывая нелинейный характер влияния α на форму температурной кривой в качестве фактора, характеризующего кривую изменения температуры выбрана величина $\beta = \ln \alpha$.

В результате преобразований уравнение (I) принимает вид:

$$t = \frac{\Delta t}{1 - \frac{1}{e}} \left[1 - e^{-\left(1 - \frac{\tau}{\tau_{кр}}\right)^{\beta}} \right] + (t_H - \Delta t), \quad (2)$$

где t_H - начальное значение температуры кристаллизуемого раствора;

$\tau_{кр}$ - период кристаллизации;

β - фактор учета характера изменения температуры охлаждения раствора (x_3).

Расчетная зависимость изменения температуры раствора от времени показана на рис. 3 ($t_H = 55^\circ\text{C}$, $\Delta t = 25^\circ\text{C}$, $\tau_{кр} = 48 \text{ ч}$). Значения β изменяются от -1 до 2 с шагом $0,25$. При меньшем значении β нельзя физически обеспечить быструю скорость охлаждения раствора фруктозы в конце процесса кристаллизации при большой вязкости раствора и малом значении коэффициента теплоотдачи от утфеля. При значении $\beta > 2$ скорость кристаллизации не будет успевать за быстро возрастающим пересыщением раствора, в результате чего резко возрастает опасность появления вторичных кристаллов (рис. 2, кривая I).

Учитывая результаты проведенных опытов, за нулевой уровень фактора χ_3 можно принять значение $\beta = -0,25$.

Поверхность затравочных кристаллов. Результаты предварительных исследований показали, что значительное влияние на выход и гранулометрический состав кристаллического продукта оказывает поверхность затравочных кристаллов. При малом количестве затравки (малая поверхность) получали утфель с разнородными кристаллами и значительно снижался выход кристаллического продукта. Внесение затравки в количестве 12-15% к массе сиропа приводит к получению утфеля в виде сплошной массы, что ухудшает процесс разделения.

Влияние других факторов на процесс кристаллизации.

Известно, что увеличение глубины охлаждения раствора и длительности процесса кристаллизации способствует более полному истощению кристаллизующего раствора. Значение Δt и $\tau_{кр}$ принимаем постоянным и равным $\Delta t = 25^\circ\text{C}$, $\tau_{кр} = 48 \text{ ч}$. Для обеспечения постоянных начальных условий кристаллизации начальная температура раствора определяется при пересыщении

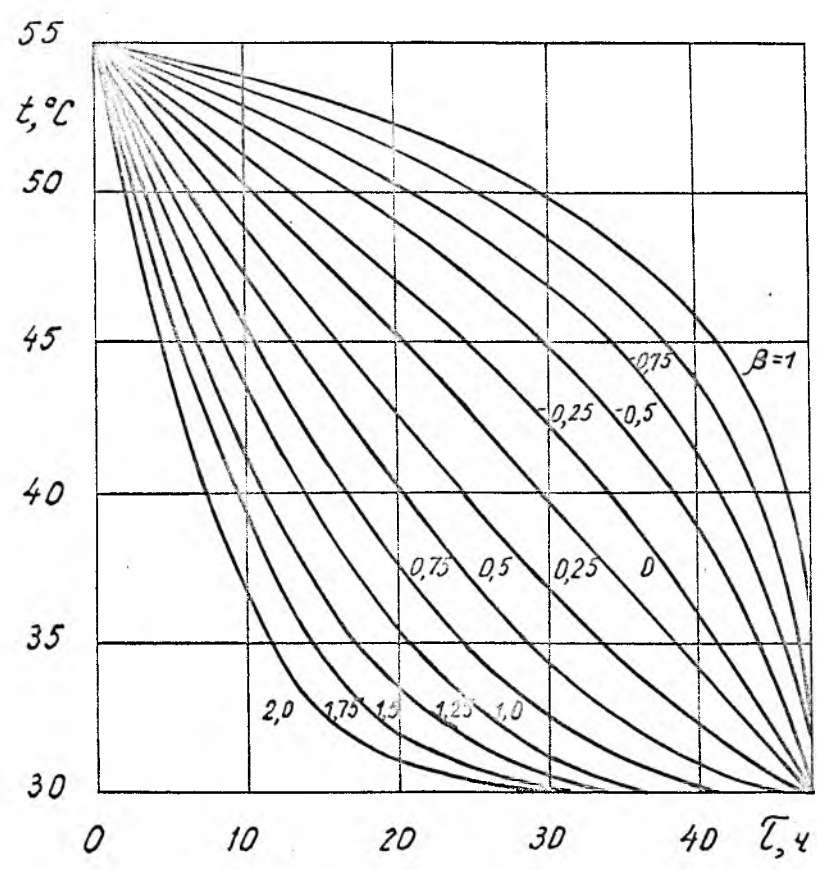


Рис. 3. Зависимость изменения температуры от времени при различных значениях β . ($t_H = 55^\circ\text{C}$, $\Delta t = 25^\circ\text{C}$, $\tau_{max} = 48 \text{ ч}$)

раствора $\Pi = 1,1$ по формуле [4]

$$t = -1,837 \cdot 10^{-4} P^2 + 0,3009P - 68,125, \text{ где } (3)$$

P – растворимость при определенной температуре [4].

Скорость перемешивания раствора принимается постоянной и равной скорости вращения стаканов в кристаллизаторе 0,5 об/мин. Во избежание влияния рассева кристаллов по размерам на процесс кристаллизации затравочные кристаллы готовятся на всю серию опытов с размером $d = 0,2$ мм.

На основании анализа имеющихся сведений решено выбрать следующие уровни и интервалы варьирования факторов (табл. 2).

Таблица 2

Уровни факторов и интервалы варьирования

Факторы		Уровни			Интервал варьирования	Единицы измерения
		-I	0	+I		
Содержание сухих веществ	x_1	87	88	89	1	%
Доброкачественность	x_2	93,5	95	96,5	1,5	%
Характер изменения t -ры	x_3	-0,75	-0,25	0,25	0,5	ед
Количество затравки	x_4	6	8	10	2	% к массе р-ра

При построении матрицы планирования (табл. 3) эксперимента используется полуреплика от полного факторного эксперимента 2^4 с генерирующим соотношением $x_4 = x_1 \cdot x_2 \cdot x_3$.

Такой тип смешивания дает возможность оценивать линейные эффекты влияния отдельных факторов на процесс, а также эффекты парного взаимодействия. Для исключения ошибочных

Матрица планирования эксперимента

№ опыта и матрице	Порядок реализации опытов	Начальная температура П=I, I	x_1		x_2		x_3		x_4	
			Код	СВ, %	Код	Дб, %	Код	В, ед	Код	Б _{кр} , %
I	2	43,0	-	87	-	93,5	-	-0,75	-	6
	9		-	87	-	93,5	-	-0,75	-	6
2	6	51,9	+	89	-	93,5	+	0,25	-	6
	I3		+	89	-	93,5	+	0,25	-	6
3	I	43,6	-	87	-	93,5	+	0,25	+	I0
	I5		-	87	-	93,5	+	0,25	+	I0
4	7	45,2	-	87	+	96,5	-	-0,75	+	I0
	I0		-	87	+	96,5	-	-0,75	+	I0
5	3	52,9	+	89	+	96,5	-	-0,75	-	6
	I6		+	89	+	96,5	-	-0,75	-	6
6	8	51,9	+	89	-	93,5	-	-0,75	+	I0
	I4		+	89	-	93,5	-	-0,75	+	I0
7	4	45,2	-	87	+	96,5	+	0,25	-	6
	I2		-	87	+	96,5	+	0,25	-	6
8	5	52,9	+	89	+	96,5	+	0,25	+	I0
	II		+	89	+	86,5	+	0,25	+	I0

опытов в матрице предусмотрены повторные опыты, а для исключения влияния систематических ошибок, опыты рандомизированы во времени. Для построения заданий по изменению температуры кристаллизации во времени рассчитаны таблицы температур, учитывающие различные уровни факторов x_1, x_2, x_3 глубину охлаждения $\Delta t = 25^\circ\text{C}$, пересыщение исходного раствора $\Pi = 1,1$ и длительность процесса кристаллизации $\tau_{кр} = 48$ ч.

Таким образом, проведен анализ влияния на процессе кристаллизации фруктозы из водной фазы концентрации и доброкачественности кристаллизуемого сиропа, характера изменения температуры, поверхности затравочных кристаллов.

По полученным данным выбраны факторы, их нулевые уровни, диапазоны варьирования и построена матрица планирования эксперимента, использующая полуреплику от полного факторного эксперимента.

Литература

1. Об индукционном периоде зародышеобразования фруктозы
Н.И.Одородько, Н.П.Ивчук, В.В.Петрушевский, Н.А.Архипович-
Сахарная промышленность, 1986, №1.
2. Адлер Ю.П., Маркова Е.В., Грановский Ю.В. Планирование
эксперимента при поиске оптимальных условий. М.Наука, 1976
279с.
3. Грачев Ю.П. Математические методы планирования экспери-
мента М., Пищевая промышленность, 1979.200с.
4. Принципы технологии сахара. Под ред. П.Хонига. М.Пище-
промиздат, 1961.-615с.