

## ПІДВИЩЕННЯ ЕФЕКТИВНОСТІ ОЧИЩЕННЯ СОКУ ПРИ ВИКОРИСТАНІ АКТИВОВАНОГО ОСАДУ ІІ САТУРАЦІЇ

У підвищенні ефективності виробництва цукру суттєву роль відіграє процес очищення дифузійного соку від нецукрів, пошуки способів, що забезпечують оптимальні умови коагуляції та осадження нецукрів на початку вапняно-вуглекислого очищення. Значне підвищення ефекту очищення порівняно з класичною і типовою схемами досягається в схемах, що передбачають видалення переддефекаційного або передсатураційного осадів.

У сучасних схемах очищення на попередню дефекацію соку повертають частково відсатурований зі ступенем карбонізації вапна 30...40%, нормально відгазований або перегазований сік, суспензію осадів I або II сатурації [1], що дає можливість поліпшити структуру переддефекованого соку та осаду соку I сатурації.

К.Вуков [2] запропонував активувати згущену суспензію з фільтрів I сатурації або безпосередньо нефільтрований сік протягом 2...6 хв введенням гідрооксиду кальцію. Ще раніше [3] короткочасна активація нефільтрованого соку, що повертається на попередню дефекацію, була впроваджена нами в технологічну схему очищення соку на Городищенському цукровому заводі.

К.Вуковим [4] було запропоновано спосіб активації осаду II сатурації методом оброблення його всією кількістю вапна, що подається на попередню дефекацію. Як показали дослідження [5,6], вплив активованої суспензії осаду II сатурації на ефективність попередньої дефекації не завжди однаковий і може стати причиною погіршення якості очищеного соку та фільтраційних властивостей соку I сатурації під час перероблення буряків з високим вмістом редукувальних речовин і ВМС та РКД (високомолекулярних сполук та речовин колоїдної дисперсії).

Ми запропонували спосіб активації осаду II сатурації, який зумовлює перезарядження його від'ємно зарядженої поверхні й подальше збільшення позитивного заряду до максимального значення внаслідок адсорбції потенціаловизначальних іонів  $Ca^{++}$  [7,8]. Витрати  $CaO$  на активацію осаду для досягнення максимального значення  $\xi$ -потенціалу часток залежать від їхньої дисперсності й становлять у середньому 11 мг на 1г  $CaCO_3$ .

Ця робота виконана з метою отримання додаткових даних про адсорбційну здатність осадів, які повертають на попередню дефекацію, при використанні типової холодно- або теплогарячої схеми і схеми з відділенням переддефекованого осаду.

Було виконано кілька серій дослідів на Саливонківському цукровому заводі та в лабораторних умовах. Пробі соку відбирали з третьої секції горизонтального прогресив-

ного переддефекатора з рН 8,5...9,2 і розділяли на кілька порцій. Контрольну пробу очищали за типовою теплогарячою схемою. В інші проби добавляли 1% (за карбонатом кальція) осаду після I чи II сатурації, проводили прогресивну попередню дефекацію до рН 11,0... 11,2, відокремлювали переддефекаційний осад методом відстоювання, далі проводили основну дефекацію при температурі 40°C протягом 30 хв та гарячу основну дефекацію при температурі 85°C протягом 10 хв. Далі дефекований сік насичували вуглекислим газом до рН 11,0...11,2, підігрівали, відділяли осад, фільтрат підігрівали до температури 95°C, проводили другу дефекацію 0,3%  $CaO$  і насичували вуглекислим газом до рН 9,2...9,5, сік фільтрували. Загальні витрати вапна на очищення становили 2,5%  $CaO$  до маси соку в усіх пробах.

Результати дослідів наведено в табл. 1.

У досліді використували осад  $CaCO_3$  I і II сатурації, який було отримано в процесі роботи заводу за схемою з відділенням переддефекаційного осаду. Як свідчать експериментальні дані, повернення на попередню дефекацію осаду I або II сатурації (отриманого за схемою очищення з відділенням переддефекаційного осаду) сприяє додатковій коагуляції та адсорбції нецукрів дифузійного соку, що суттєво підвищує чистоту соку II сатурації. Чистота соку II сатурації при поверненні 1% осаду I сатурації в метастабільну зону попередньої дефекації підвищується на 0,8...2,6 одиниць (в середньому на 1,7 одиниць), а при поверненні осаду II сатурації – на 2,5...3,6 одиниць (в середньому на 3,0 одиниць). На поверхні осадів, які повертаються на попередню дефекацію, адсорбуються не тільки колоїдно-дисперговані високомолекулярні сполуки, а й продукти лужного розкладу пектинових і білкових речовин, що мало б зумовити зміну дисперсності осаду карбонату кальцію, який утворюється на I сатурації, його питомої поверхні сорбції.

Щоб переконатись у цьому, було відібрано осад соку I сатурації (досліди 4 і 5). Питому поверхню осадів визначали в ІТТФ НАН України за адсорбцією метиленового блакитного (МБ) та тепловою десорбцією аргону із застосуванням універсального хроматографа УХ-2. Як видно із табл. 1, питома поверхня осаду  $CaCO_3$ , що утворився на I сатурації за типовою схемою, становить 1,4 м<sup>2</sup>/г, а при очищенні соку за схемою з відділенням переддефекаційного осаду – 1,8 м<sup>2</sup>/г і 2,0 м<sup>2</sup>/г при поверненні на попередню дефекацію осадів I та II сатурації відповідно, що більше на 28,6 і 42,6 % порівняно з типовою схемою.

Як показали наші дослідження, виконані раніше, ефективність очищення соку підвищується у разі повернення на попередню дефекацію осаду II сатурації, активованого гідрооксидом кальцію [8,9]. Внаслідок активації  $\xi$ -потенціал часточок осаду II сатурації змінюється з – 5,4 до +2,1 мВ, що

Таблиця 1

№ досліджу	Схема очищення соку	Повертали на попередню дефекацію, % до маси соку	Сік II сатурації			Питома поверхня осаду I сатурації, м <sup>2</sup> /г
			Чистота соку, %	Вміст солей кальцію, г на 100г СР	Кольоровість, одиниць оптичної густини	
1	Типова	—	86,0	0,48	826,3	
	КТІХП	1% осаду I сатурації	87,3	0,40	793,6	
		1% осаду II сатурації	89,6	0,38	746,2	
2	Типова	—	87,04	0,29	958,2	
	КТІХП	1% осаду I сатурації	87,8	0,27	774,4	
		1% осаду II сатурації	89,5	0,23	719,3	
3	Типова	—	89,0	0,32	749,7	
	КТІХП	1% осаду I сатурації	91,6	0,28	703,9	
		1% осаду II сатурації	92,0	0,21	592,5	
4	Типова	—	89,0	0,69	740,6	1,4
	КТІХП	1% осаду I сатурації	91,6	0,60	708,6	1,8
		1% осаду II сатурації	92,0	0,56	628,3	2,0
5	Типова	—	88,0	0,78	896,0	1,4
	КТІХП	1% осаду I сатурації	90,2	0,69	865,5	1,8
		1% осаду II сатурації	92,0	0,67	809,2	2,0
СЕРЕДНІЯ	Типова	—	87,97	0,51	834,2	
	КТІХП	1% осаду I сатурації	89,7	0,45	769,2	
		1% осаду II сатурації	91,0	0,41	699,1	

сприяє додатковій адсорбції і коагуляції нецукрів (ВМС і РКД, що несуть від'ємний заряд) на попередній дефекації та поліпшенню якості очищеного соку.

Для встановлення оптимальної кількості активованого осаду II сатурації, яку доцільно повертати на попередню дефекацію, ми провели дві серії дослідів (табл. 2).

Проводили прогресивну попередню дефекацію до рН 9,0...9,25 – другої оптимальної зони коагуляції РКД і ВМС [10]. Додавали в проби 0,3%; 0,5; 1,0 і 1,5% активованого осаду СаСО<sub>3</sub> II сатурації, що відповідає витратам вапна 0,15%; 0,25; 0,5 і 0,75% СаО до маси соку на дефекацію перед II сатурацією. Проводили прогресивну переддефекацію до рН 11,0...11,2, відділяли переддефекаційний осад методом декантації. Далі проводили повне очищення соку за теплогарячою схемою, як описано вище. В контрольному досліді сік очищали за типовою теплогарячою схемою з поверненням 1,0% осаду II сатурації на попередню дефекацію.

Як видно з табл. 2, максимальне підвищення чистоти соку II сатурації на 3,3...4,2 одиниці порівняно з типовою схемою спостерігається у разі повернення на попередню дефекацію 1,0 % активованого осаду. Кольоровість соку II сатурації нижча на 17,8 і 16,2 %, а вміст солей кальцію менший на 23,1 і 35,3% (відповідно дослід 1 і 2) порівняно з показниками соку II сатурації, очищеного за типовою схемою. Питома поверхня осаду I сатурації в цьому випадку в досліді 1 становила 2,5 м<sup>2</sup>/г, що на 60,6% більше, ніж у контрольному досліді, а це свідчить про його високу адсорбційну здатність.

Таблиця 2

№ досліджу	Схема очищення соку	Сік II сатурації			Типова поверхня осаду I сатурації, м <sup>2</sup> /г	
		Чистота соку, %	Вміст солей Са <sup>++</sup> на 100 СР	Кольоровість, одиниць оптичної густини		
1	Типова	89,7	0,39	629,2	1,5	
	КТІХП з поверненням на переддефекацію активованого осаду СаСО <sub>3</sub> II сатурації, %	90,4				
		0,3	90,5	0,37	559,4	1,8
		0,5	91,2	0,35	523,0	2,0
		1,0	93,0	0,30	516,9	2,5
		1,5	92,9	0,32	601,0	1,7
2	Типова	87,5	0,68	748,5		
	КТІХП з поверненням на переддефекацію активованого осаду СаСО <sub>3</sub> II сатурації, %	88,5				
		0,3	90,4	0,54	692,2	
		0,5	91,5	0,50	648,0	
		1,0	91,7	0,44	627,0	
		1,5	90,5	0,52	689,0	

У разі повернення на попередню дефекацію більше ніж 1,0% активованого осаду спостерігається пептизація коагульованого осаду ВМС і РКД, зменшуються повнота їх осадження і питома поверхня сорбції карбонату кальцію – адсорбента, що утворюється на I сатурації, і як наслідок цього – підвищуються вміст солей кальцію в очищеному соці і його забарвленість.

Наші дослідження показали також, що повернення активованого осаду I і II сатурації значно поліпшує седиментаційно-фільтраційні показники переддефекованого соку, сприяє дегідратації гідрофільного осаду ВМС і РКД (рис. 1 і 2, табл. 3). Досліди, що показані на рис. 2, були виконані на Городищенському цукровому заводі при роботі за схемою з відділенням переддефекаційного осаду. Активація осаду I сатурації здійснювалась введенням дефекованого соку в контрольний ящик нефільтрованого соку I сатурації, з якого сік подавали тангенційно в нижню частину вертикального переддефекатора. Кількість активованого нефільтрованого соку I сатурації становила 100...120%.

Досліди, що показані на рис. 1 і в табл. 3, було виконано за такою методикою. Дифузійний сік підігрівали до температури 80...85°C і розливали на п'ять проб по 500 мл кожна. В кожну пробу додавали активований осад СаСО<sub>3</sub> (витрати СаО становили 11 мг на 1 г осаду, тривалість активації 10 хв) в кількості 0,25%; 0,50; 1,0 і 1,5% до маси соку, далі проводили прогресивну попередню дефекацію протягом 10 хв, додаючи 0,25% СаО в п'ять пість прийомів при безперервному перемішуванні. В контрольну пробу активований осад не додавали.

Як видно з аналізу кінетики седиментації переддефекованого соку, при введенні в дифузійний сік активованого осаду I чи II сатурації механізм агрегації часточок однаковий.

Згідно із сучасними теоріями стійкості дисперсних систем [10] механізм агрегації ВМС і РКД дифузійного соку на попередній дефекації дуже складний і може розглядатись як процес: коагуляції під впливом введеного електроліту – Са(ОН)<sub>2</sub>; флокуляції під впливом природного полімера, присутнього в соку, – пектинових речовин; ге-

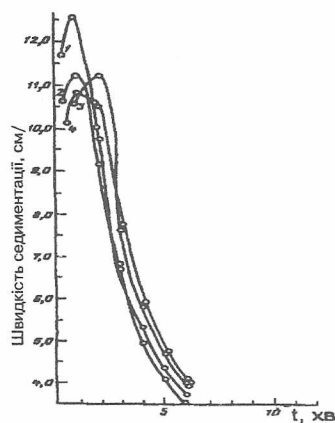


Рис. 1. Кінетика седиментації переддефекованого соку при поверненні активованого осаду II сатурації на попередню дефекацію:

1 – дослід 3, 0,25% CaCO<sub>3</sub>; 2 – дослід 1, 1,5% CaCO<sub>3</sub>; 3 – дослід 3, 1,0% CaCO<sub>3</sub>; 4 – дослід 1, 1,0% CaCO<sub>3</sub>

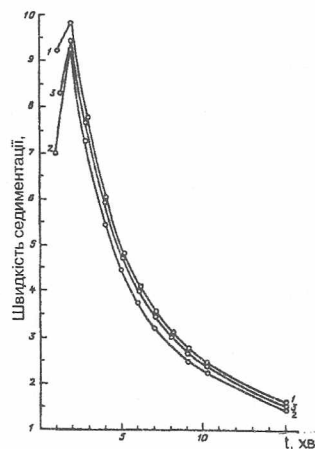


Рис. 2. Кінетика седиментації переддефекованого соку: 1,2,3 – номери дослідів

терокоагуляції як процесу агрегації часточок, що мають одноіменний заряд, але різні значення штернівського потенціалу внаслідок адсорбції різної кількості полімолекулярних сполук, і процес нейтралізації (компенсації) поверхневого заряду ВМС і РКД.

Кінетика флокуляції містить у собі дві стадії: адсорбцію макромолекул дисперсними часточками і безпосередню агрегацію часточок. Макромолекули пектинових і білкових речовин, які стабілізують дисперсну систему, у разі введення активованого осаду I сатурації і особливо осаду II сатурації дуже швидко досягають поверхні дисперсної фази і можуть закріплюватись на декількох часточках, тобто зумовлювати агрегацію. Різну швидкість адсорбції ВМС є причиною зростання ступеня флокуляції у разі збільшення концентрації твердої фази в дисперсіях (рис.3). 1,0% CaCO<sub>3</sub> – це та кількість твердої фази, яку можуть поглинути ВМС дифузійного соку. Так зване «критичне» покриття поверхні для кожного полімеру цілком визначене, залежить від його природи і молекулярної маси, заряду макромолекули поліелектроліту, а в кінцевому рахунку – від структури адсорбованого полімерного шару на цій поверхні. Із збільшенням концентрації твердих часточок до 1,5% CaCO<sub>3</sub> процес адсорбції ВМС уповільнюється.

При одноразовому введенні реагенту – активованого осаду II сатурації – на переддефекацію чи при змішуванні нефільтрованого активованого соку I сатурації (100...120%) з дифузійним соком у вертикальному перед-

Таблиця 3

№ досліду	Седиментаційно-фільтраційні показники переддефекованого соку	На попередню дефекацію повертали активований осад CaCO <sub>3</sub> II сатурації, % до маси соку				
		0	0,25	0,5	1,0	1,5
1	Середня швидкість седиментації соку, см/хв:					
	за 2 хв	1,5	6,5	8,1	10,5	9,15
	за 5 хв	3,5	3,7	4,1	4,54	4,2
	Об'єм суспензії через 25 хв седиментації, %	18,8	16,4	12,0	5,2	8,0
2	Середня швидкість седиментації соку, см/хв:					
	за 2 хв	-	6,0	6,25	8,25	6,1
	за 5 хв	2,5	3,6	3,8	4,5	3,6
	Об'єм суспензії через 25 хв седиментації, %	30,4	18,0	11,6	4,8	6,4
3	Середня швидкість седиментації соку, см/хв:					
	за 2 хв	-	10,0	8,25	11,15	10,5
	за 5 хв	3,1	4,3	4,14	4,7	4,4
	Об'єм суспензії через 25 хв седиментації, %	18,6	12,0	14,0	5,2	10,4
	Фільтраційний коефіцієнт F <sub>k</sub> , с/см <sup>2</sup>	7,0	4,5	3,5	3,5	4,0
4	Середня швидкість седиментації соку, см/хв:					
	за 2 хв	-	1,0	4,0	7,5	1,75
	за 5 хв	2,0	2,4	3,6	4,3	2,7
	Об'єм суспензії через 25 хв седиментації, %	22,8	19,2	16,8	8,8	16,0
	Фільтраційний коефіцієнт F <sub>k</sub> , с/см <sup>2</sup>	7,1	5,5	6,5	4,5	4,6

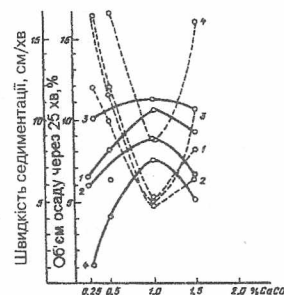


Рис. 3. Кінетика седиментації переддефекованого соку залежно від вмісту активованого осаду і тривалості процесу:

— швидкість седиментації за 2 хв в дослідях 1,2,3,4; - - - об'єм осаду через 25 хв седиментації в дослідях 1,2,3,4

дефекторі в умовах швидкого проведення процесу адсорбційна рівновага не встигає встановитись.

Флокулянтами часточок на попередній дефекації можуть бути нативні пектинові речовини (їх містить у собі дифузійний сік), які ще не потерпіли конформаційних змін. Як з'єднувальний місток між пектиновими речовинами і карбонатом кальцію можуть бути потенціаловизначальні іони Ca<sup>++</sup>, введені в осад CaCO<sub>3</sub> I чи II сатурації під час активації. Відомо, що у звичайних умовах екстракції пектинові речовини містять до 30% вільних карбоксильних груп, які під час дисоціації посилають у розчин іони водню і формують дифузійний шар часточок пектину, чим і пояснюється їх від'ємний заряд [12]. Взаємодія (адсорбція) пектинових речовин та інших ВМС з активованим осадом CaCO<sub>3</sub> нейтралізує поверхневий заряд. Часточки ВМС і РКД, які втратили поверхневий заряд, випадають в осад. Нейтралізація поверхневого заряду і порушення агрегації

вної стійкості системи дисперсій переддефекованого соку проходить тим швидше, чим більший заряд поверхні активованого осаду  $\text{CaCO}_3$ . Яскравою ілюстрацією цього процесу є динаміка седиментації переддефекованого соку (рис. 1 і 2) і швидкість відстоювання за перші 1...3 хв.

Нейтралізація поверхневого заряду, дегідратація ВМС і РКД на попередній дефекації у разі використання активованого осаду  $\text{CaCO}_3$  II сатурації проходить дуже швидко, майже миттєво, про що свідчить утворення чіткої границі поділу рідкої і твердої фаз через 15...20 с і дуже висока швидкість відстоювання за першу хвилину, яка становить: 7,0 см/хв; 8,5; 10,8; і 11,2 см/хв (дослід 1); 12,5 см/хв; 7,5; 10,5 і 12,0 см/хв (дослід 3). Найхарактернішою є середня швидкість відстоювання за 2 хв. Саме в тих дослідах, де вона максимальна, спостерігаються найкращі дегідратація і коагуляція ВМС і РКД, про що свідчать найменший об'єм згущеної суспензії через 25 хв (4,3...8,8%) і найнижче значення фільтраційного коефіцієнта  $F_k$  (табл. 3).

У разі використання активованого осаду I сатурації на попередній дефекації максимальна швидкість седиментації становить 9,5...9,75 см/хв і спостерігається через 2...3 хв, об'єм осаду через 25 хв седиментації становить 7,7...10,7% (при рН 11,0...10,9, вмісті твердої фази 0,95%  $\text{CaCO}_3$  до маси соку).

Кінетика седиментації переддефекованого соку у разі використання активованого осаду I і II сатурації практично однакова, проте вищий заряд поверхні практично чистого активованого осаду II сатурації забезпечує вищий ступінь дегідратації та осадження колоїдів, про що свідчить менший об'єм осаду через 25 хв відстоювання і низьке значення фільтраційного коефіцієнта  $F_k$  (3,5...4,5  $\text{с}/\text{см}^2$ ), що є ознакою хороших фільтраційних властивостей осаду.

Як відомо, перепоною для широкого впровадження способу очищення з відділенням осаду попередньої дефекації стали низькі фільтраційні показники переддефекованого соку, що не дає можливості висолоджувати цей осад на вакуум-фільтрах самостійно (без осаду I сатурації).

На підставі виконаних нами досліджень запропоновано спосіб очищення соку [11], на який отримано патент України. Впровадження цього способу – введення 1,0...1,5% активованого осаду II сатурації в зону оптимальної коагуляції РКД і ВМС рН 9,0...9,25 на переддефекації, прогресивна переддефекація до рН 11,0...11,2, відділення переддефекаційного осаду – дає можливість не тільки поліпшити седиментаційно-фільтраційні показники соку, а й значно підвищити ефективність очищення соку в схемах з відділенням переддефекаційного осаду.

Можна таким самим способом очищати сік, але перед проведенням прогресивної переддефекації треба попередньо змішувати активований осад II сатурації з дифузійним соком, що дає змогу досягти максимальної коагуляції та осадження РКД і ВМС на попередній дефекації,

підвищити питому поверхню й адсорбційну здатність карбонату кальцію, який утворюється на I сатурації.

#### Висновки.

1. Використання активованого осаду II сатурації у разі повернення його на попередню дефекацію або безпосередньо в дифузійний сік дає можливість суттєво збільшити чистоту соку II сатурації внаслідок збільшення ступеня видалення РКД і ВМС й утворення осаду карбонату кальція на I сатурації з високою адсорбційною здатністю та високою питомою поверхнею сорбції.

2. Використання активованого осаду II сатурації в схемах з відділенням переддефекаційного осаду до основної дефекації значно підвищує седиментаційно-фільтраційні показники переддефекованого соку.

#### ЛІТЕРАТУРА

1. Бобровник Л.Д. Физико-химические основы очистки в сахарном производстве. – К.: Вища шк., 1994. – 255 с.
2. Vukov K. Entwicklung eines Verfahren mit erhohen Saftreinigungseffert//Z. Zuckerind. – 1982. – №5. – S.531-533.
3. Олянская С.П. Исследование технологии отделения преддефекационного осадка с целью повышения эффекта очистки сока: Дис...канд. техн. наук: №361. – К., 1969. – 266 с.
4. Vukov K. A curorguari Letisztitas elmeleti kerdesei// Curoripaz. – 1972. – №5. – S.163 – 171.
5. Активация осадка сока II сатурации / К.П. Захаров, В.З.Семенов, Р.Г. Жижина и др.//Сах. пром – сть. – 1984. – №5. – С. 22 – 25.
6. Совершенствование процессов очистки/В.З.Семенов, Н.И. Жаринов, В. Г. Жижина и др.//Сах. свекла: производство и переработка. – 1988. – №2. – С. 42 – 44.
7. А.с.№ 1534050 СССР МКИ<sup>3</sup> с 13D3/00. Способ очистки дифузционного сока / Олянская С.П., Хомичак Л.М., Ткаченко О.П., Цехмистренко В.А., Архипович В.А. – Опубл. 07.01.90, Бюл. №1.
8. Изменение  $\xi$ -потенциала  $\text{CaCO}_3$  при ступенчатой дефеко-сатурации и активации осадков I и II сатурации / С.П. Олянская, Л.М. Хомичак, Н.А. Архипович и др.//Сах. пром – сть. – 1984. – №6. – С. 35 – 37.
9. Предварительная и основная дефекация в режиме полного вытеснения / Л.М. Хомичак, Н.А. Архипович, С.П. Олянская и др.//Сах. свекла: производство и переработка. – 1988. – №4. – С. 45 – 47.
10. Баран А.А., Тесленко А.Я. Флокулянты в биотехнологии. –Л.: Химия, 1990. – С.143.
11. Пат. №21614А. Україна МК/С13D3/00. Спосіб очищення дифузійного соку / Оляньська С.П. – Опубл. 30.04.98, Бюл. №2.
12. Kohn R. Die Bildung des Calciums an die Carboxylgruppen des Pektins. //Zucker. – 1968. – №17. – S.21.