

РЕКОМЕНДАЦІЇ ПРОМИСЛОВОСТІ ЩОДО РАЦІОНАЛЬНОГО ВЕДЕННЯ ПРОЦЕСУ КРИСТАЛІЗАЦІЇ САХАРОЗИ ОХОЛОДЖЕННЯМ

Мирончук Валерій Григорович

доктор технічних наук, професор
Національний університет харчових технологій, м. Київ, Україна
ORCID: 0000-0002-2291-3930
mironchukvg@ukr.net

Самілик Марина Михайлівна

кандидат технічних наук, доцент
Сумський національний аграрний університет, м. Суми, Україна
ORCID: 0000-0002-4826-2080
maryna.samilyk@snau.edu.ua

Назаренко Юлія Валентинівна

кандидат технічних наук, доцент
Сумський національний аграрний університет, м. Суми, Україна
ORCID: 0000-0003-4870-4667
nazarenko.sumy@gmail.com

Сабадаш Сергій Михайлович

кандидат технічних наук, доцент
Сумський національний аграрний університет, м. Суми, Україна
ORCID: 0000-0002-0371-8208
s.v.sabadash@ukr.net

Меляса є побічним продуктом бурякоцукрового виробництва, який містить від 40 до 60% сахарози. Встановлення умов досягнення максимально можливого виходу цукру високої якості з мінімальними втратами сахарози в мелясі є важливим завданням для виробників цукру та науковців. Показано, що застосування розкачок утфелю останнього ступеня кристалізації водою в перемішувачах-кристалізаторах не забезпечує досягнення максимального ефекту кристалізації внаслідок порушення ізогідричних умов процесу. Метою даного дослідження є розробка раціонального способу проведення процесу політермічної кристалізації сахарози утфелю останнього продукту. В статті представлено схеми установок для промислової кристалізації утфелю, які використовуються в різних країнах світу. Надано рекомендації промисловості щодо раціонального ведення процесу кристалізації сахарози утфелю останнього ступеня кристалізації в перемішувачах-кристалізаторах шляхом охолодження. З метою забезпечення ізогідричних умов процесу запропоновано замість розкачок утфелю останнього ступеня кристалізації водою здійснювати його проміжне нагрівання на 7-10°C після охолодження утфелю до 50-55°C. При визначенні режиму політермічної кристалізації було враховано чистоту утфелю останнього ступеня кристалізації після вакуум-апарату. Запропонований спосіб політермічної кристалізації сахарози реалізується шляхом оснащення машино-апаратної схеми станції додаткової кристалізації утфелю останнього ступеня кристалізації спеціальними нагрівачами для проміжного нагрівання утфелю у відповідності до особливостей компоновки таких схем на конкретному підприємстві. Проміжне нагрівання забезпечує більш повне виснаження меляси й збільшує вміст і гранулометричний склад кристалів цукру в утфелі. Представлено приклад компоновки машино-апаратної схеми додаткової кристалізації сахарози оснащеної двома вертикальними кристалізаторами з використанням проміжного нагрівання утфелю.

Ключові слова: сахароза, цукор, промислове виробництво, кристалізація охолодженням, проміжне нагрівання, утфель, меляса, відходи виробництва.

DOI <https://doi.org/10.32845/msnau.2022.3.6>

Вступ. Промисловим виробництвом цукру у світі займаються більше 150 років. Не дивлячись на це, технологія його виробництва залишається однією із найскладніших серед існуючих харчових технологій. Це пов'язано зі складністю процесів, які використовуються в цій технології.

Промислова кристалізація цукру є енергоємним процесом, на який припадає значна частина загаль-

них витрат виробництва (Shamim et al., 2016). Економічно ефективне масове виробництво цукру, потребує сучасного обладнання та автоматичного контролю (Rozsa, 2011).

Для проведення кристалізації у промислових умовах застосовуються такі види обладнання: вакуум-апарати, кристалізатори та центрифуги. У вакуум-апаратах формуються і ростуть кристали цукру при постійній

температурі з періодичною подачею підкачок сиропу. У кристалізаторах зростання кристалів відбувається за рахунок охолодження утфелю, що збільшує пересичення (Gonzales et al., 2020).

Велике значення має також спосіб проведення процесу кристалізації (Kim et al., 2023). В практиці цукрового виробництва застосовують два способи ведення процесу кристалізації: шляхом випаровування розчинника в умовах кипіння цукрового розчину у вакуум-апаратах та шляхом охолодження цукрової дисперсної системи (утфелю) останнього ступеню кристалізації в перемішувачах-кристалізаторах. Від ефективності цих процесів залежить величина втрат сахарози у вторинному продукті (мелясі), який є відходом виробництва.

Контроль пересичення або контроль температури є одним із способів контролю розподілу кристалічних частинок через процес кристалізації періодичного охолодження (Samad et al., 2013). Дослідженням процесу кристалізації охолодженням було присвячено велика кількість досліджень, на основі яких запропоновані різні варіанти режимів кристалізації охолодженням (Höving et al., 2022; Schmalenberg et al., 2021; Schmalenberg et al., 2022). Дослідження періодичної кристалізації сахарози охолодженням з високов'язкого водного розчину показало, що достатня кількість використаної затравки ефективно впливає на недопущення вторинного кристалізаційного процесу (Doki et al., 2022).

Під час кристалізації в мішалках-кристалізаторах необхідне для кристалізації пересичення сахарози досягається охолодженням, при цьому тепло- і масообмін на поверхні кристалів залежить від багатьох чинників, взаємопов'язаних між собою (Самілик, 2018). Ефективність додаткової кристалізації підвищується при застосуванні водних розкачок, але при цьому слід чітко дотримуватися режиму розкачування та проводити складні математичні розрахунки для визначення величини розкачки при різних якісних показниках утфелю. У виробничих умовах не завжди такі виконуються і бажані результати ефекту кристалізації не досягаються (Mugonchuk et al., 2013).

Розроблено ряд заходів щодо оптимізації кристалізації охолодженням, проте, відсутні дані щодо раціонального способу проведення додаткової кристалізації у промислових умовах, який дозволить інтенсифікувати процес та мінімізувати втрати сахарози в мелясі.

Метою даного дослідження є розробка раціонального способу проведення процесу кристалізації сахарози утфелю останнього продукту.

Для досягнення поставленої мети слід вирішити наступні задачі:

- провести аналіз ефективності апаратурно-технологічних схем для проведення кристалізації охолодженням;
- надати рекомендації щодо раціонального ведення процесу кристалізації сахарози охолодженням у виробничих умовах;
- розробити апаратурно-технологічну схему для реалізації запропонованого режиму.

Матеріали і методи досліджень. Експериментальна частина досліджень по кристалізації утфелю останнього

продукту, проводилася за допомогою лабораторної установки (Mugonchuk et al., 2013). Промислові дослідження було проведено на виробничих потужностях ТОВ «Ук. Аз.-Дружба» (Жовтневий цукровий завод).

Викладення основного матеріалу дослідження.

На більшості цукрових заводів практикується режим кристалізації, при якому утфель після вакуум-апарату із вмістом сухих речовин 94-95% розбавляється певною кількістю води в мішалках і охолоджується до 40-45°C. водні розкачки призводять до збільшення вмісту сахарози в мелясі. На сьогодні існує цілий ряд різновидів апаратурно-технологічних схем кристалізації сахарози охолодженням утфелю останньої ступені кристалізації в перемішувачах-кристалізаторах.

За останні роки найбільшого поширення набули схеми оснащені перемішувачами-кристалізаторами ємністю 150-800 м³. Серед них вітчизняні Ш1-ПКВ, ТМА-КВ, ТКВ. Вітчизняні станції кристалізації сахарози охолодженням утфелю останнього продукту в основному комплектуються за вертикальними, горизонтальними та комбінованими схемами. Комбіновані схеми кристалізації утфелю останнього продукту на сьогодні мають досить широке використання у вітчизняній і зарубіжній промисловості.

На рис 1. показана схема установки батареї вертикальних кристалізаторів фірми Yougu. За цією схемою утфель насосом подається в кристалізатор, де відбувається його охолодження і кристалізація сахарози. Кінцева температура охолодження 35...37°C, тривалість процесу 40 годин. Перед центрифугуванням утфель в мішалці нагрівається до 45...47°C. Мішалка для нагрівання утфелю з'єднана з попереднім кристалізатором перехідним коробом, що дозволяє утфелю рухатись за рахунок ефекту поєднаних посудин.

На більшості вітчизняних заводів із-за незначних виробничих площ встановлення додаткових горизонтальних кристалізаторів практично неможливе, а тривалість кристалізації охолодженням не забезпечує необхідний режим кристалізації. У вертикальних кристалізаторах забезпечується ефективний рух утфелю в режимі ідеального витіснення, при цьому можна змінювати режим охолодження.

Експлуатація батареї із чотирьох кристалізаторів вітчизняного виробництва дозволяє знизити чистоту меляси на 5,4%.

Для встановлення мінімально можливої кількості високовартісних насосів чотири кристалізатори були розділені на дві батареї по два кристалізатори в кожній. Проведений аналіз свідчить про те, що на сьогодні існує декілька варіантів ведення процесу кристалізації охолодженням утфелю останнього продукту. Всі вони в тій чи іншій мірі використовують розкачування утфелю водою чи цукровими розчинами. Це суттєво зменшує ефект кристалізації – різниця між чистотою міжкристалічного розчину на початку процесу кристалізації і в його кінці. Чистота продукту визначається відношенням відсоткового вмісту сахарози до відсоткового вмісту сухих речовин в продукті.

Проведений аналіз стану кристалізації охолодженням утфелю останнього ступеню кристалізації показав,

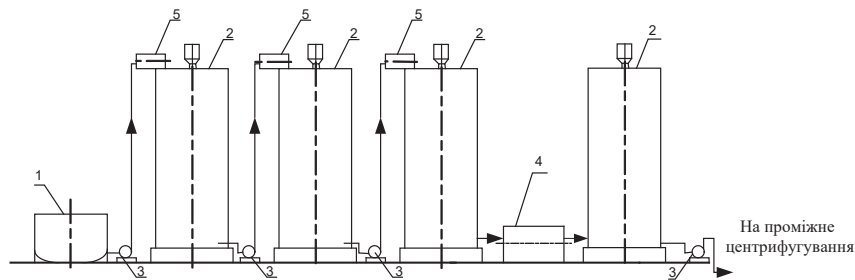


Рис. 1. Схема установки батарей кристалізаторів фірми Yougu: 1 – приймальна мішалка; 2 – кристалізатори; 3 – уфельні насоси; 4 – мішалка для підігріву; 5 – змішувачі.

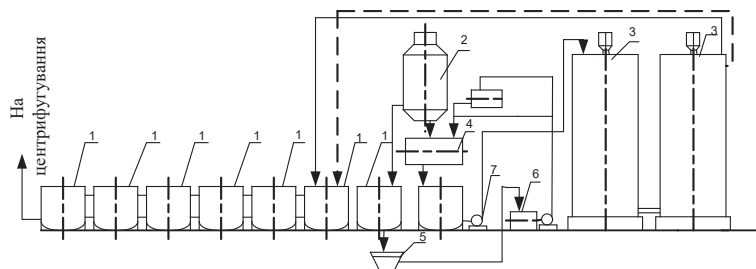


Рис.2. Принципова технологічна схема кристалізації сахарози з утфеля останньої кристалізації з двома вертикальними кристалізаторами: 1 – горизонтальні мішалки, 2 – вакуум-апарат, 3 – вертикальні кристалізатори, 4 – приймальна уфельмішалка, 5 – центрифуга, 6 – збірник меляси, 7 – насоси.

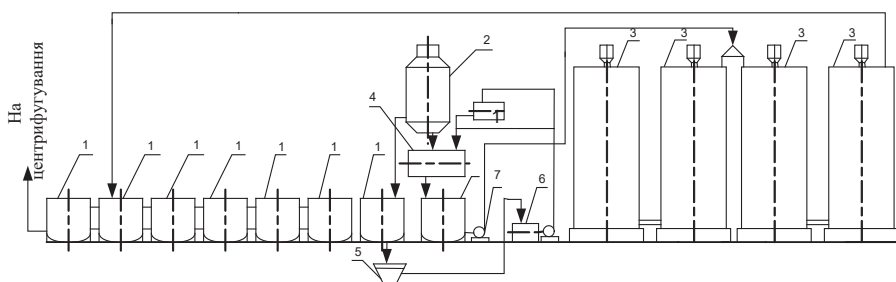


Рис.3. Принципова технологічна схема кристалізації сахарози з утфеля останньої кристалізації охолодженням з чотирма вертикальними кристалізаторами: 1 – горизонтальні мішалки, 2 – вакуум-апарат, 3 – вертикальні кристалізатори, 4 – приймальна уфельмішалка, 5 – центрифуга, 6 – збірник меляси, 7 – насоси.

що на сьогоднішній день в промисловості немає чітко визначених єдиних рекомендацій щодо раціонального ведення процесу кристалізації утфелю останнього продукту у перемішувачах-кристалізаторах.

Запропонований нами спосіб проміжного нагрівання утфелю дозволяє не лише зменшити коефіцієнт динамічної в'язкості і прискорити швидкість кристалізації, а й розчинити дрібні кристали, що утворилися в утфелі під час його охолодження. Експериментальні дослідження показали, що найбільш раціональним темпом охолодження утфелю до температури 50-55°C є швидкість охолодження 0,95-1,0 °C/год. Проміжне нагрівання слід проводити на 7-10°C, якомога швидше, близько 1°C/хв, після чого слід продовжувати охолодження з темпом 0,8-0,95°C/год. Якщо швидкість охолодження

буде вищою це може спричинити інтенсивне повторне зародкоутворення, тобто, висипання «муки». 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 1,0°C/год, низької чистоти – 0,8 °C/год. Швидкість проміжного нагрівання утфелю може коліватись в широких межах від 0,5°C/хв до 1,0°C/хв, а при використанні нагрівання утфелю в електричному полі до 3,0°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 нагрівання утфелю є ефективним заходом по зниженню коефіцієнту динамічної в'язкості і коефіцієнту поверхневого натягу при якому швидкість кристалізації підвищується на 0,5 г/м²·год.

Слід виключити спосіб розкачки водою для зниження коефіцієнту динамічної в'язкості утфелю. Це дозволить значно зменшити вміст сахарози в мелясі. Для реалізації запропонованого нами способу політермічної кристалізації утфелю останнього ступеню кристалізації у вертикальних мішалках-кристалізаторах доцільно використовувати наступну машинно-апаратурну схему (рис.4).

Для цукрових заводів в яких використовується комбінована машинно-апаратурна схема кристалізації утфелю останнього продукту з вертикальними та горизонтальними перемішувачами-кристалізаторами пропонується використовувати нагрівач для проміжного нагрівання утфелю після вертикального перемішувача-кристалізатора. В якості нагрівачів утфелю доцільно використовувати електрофізичні нагрівачі. Такі нагрівачі знайшли широке застосування в цукровій промисловості для нагрівання утфелю перед центрифугуванням. Іншим способом проміжного нагрівання утфелю може бути застосування теплообмінника типу «труба в трубі», як це показано на рис.5.

В якості теплоносія в цьому випадку можуть бути використані конденсати останніх корпусів випарної станції цукрового заводу, що мають температуру з третього корпусу – 113°C, з четвертого - 99°C та з концентрата - 85°C.

Обговорення. Найбільш поширений у промисловості метод зниження в'язкості шляхом розкачки утфелю водою не є ефективним. Вода є значним мелясоутворювачем і спричиняє підвищення вмісту сахарози в мелясі. Процес кристалізації охолодженням утфелю останнього ступеню кристалізації потребує додаткових досліджень з метою визначення доцільності заміни розкачок утфелю проміжним нагріванням.

В умовах виробництва у мішалці-кристалізаторі утфель розкачується водою, його температура в місці надходження води складає 55°C. За таких умов поряд зі зменшенням, за рахунок розчинення, дрібних кристалів цукру, спостерігається незначне зменшення коефіцієнту динамічної в'язкості міжкристального розчину від 1,8 Па·с до 1,3 Па·с. При цьому 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 відбувається процес рекристалізації, тобто розчинення дрібних кристалів та перенесення молекул розчиненої сахарози на поверхню існуючих кристалів цукру. Разом з тим, при додаванні до утфелю води порушується ізогідричність процесу в бік збільшення масової частки води в міжкристальному розчині, що призводить до збільшення виходу меляси і вмісту сахарози в ній. Альтернативою розкачок утфелю останнього ступеню кристалізації в перемішувачах-кристалізаторах може бути їх зміна на теплові розкачки, тобто використання проміжного нагрівання утфелю.

Висновки. З метою досягнення максимального ефекту політермічної кристалізації сахарози утфелю останнього ступеню кристалізації в перемішувачах-кристалізаторах доцільно використовувати проміжне нагрівання утфелю замість розкачок його водою, що забезпечить ізогідричні умови процесу та максимальне знецукрення меляси.

Тривалість політермічної кристалізації сахарози визначається у відповідності до чистоти утфелю, що усуне умови вторинного кристалоутворення за рахунок узгодження темпу охолодження із швидкістю кристалізації сахарози.

Машинно-апаратурні схеми політермічної кристалізації утфелю останнього продукту оснащені пристроями для проміжного нагрівання утфелю (замість розкачок водою) відповідно до особливостей компоновки таких ділянок на конкретному підприємстві можуть сприяти зменшенню втрат сахарози в мелясі.

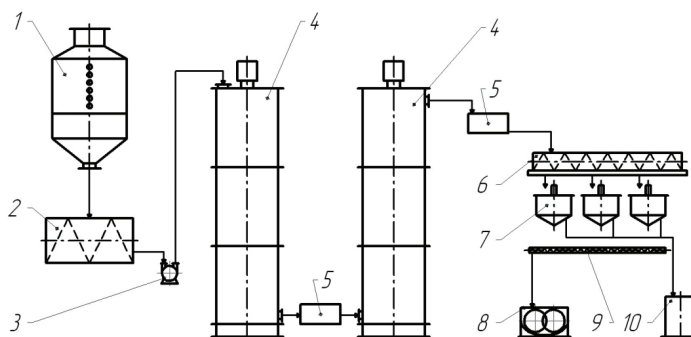


Рис.4. Удосконалена машинно-апаратурна схема політермічної кристалізації з проміжним нагріванням утфелю останнього ступеню кристалізації: 1 - вакуум-апарат; 2 – приймальний перемішувач; 3 – утфельний насос; 4 – вертикальні перемішувачі-кристалізатори; 5 – нагрівачі проміжного та кінцевого нагрівання утфелю; 6 – утфелерозподілювач; 7 – центрифуги; 8 – афінаційний перемішувач; 9 – шнек; 10 – збірник меляси

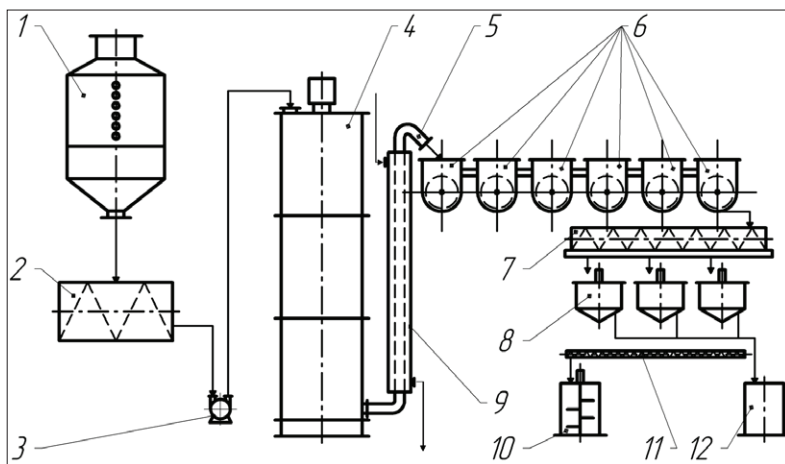


Рис.5. Машинно-апаратна схема кристалізації охолодженням утфелю останнього продукту з проміжним нагріванням утфелю: 1 - вакуум-апарат; 2 – приймальний перемішувач-кристалізатор; 3 – утфельний насос; 4 – вертикальний перемішувач-кристалізатор; 5 – утфельна труба; 6 – горизонтальні перемішувачі-кристалізатори; 7 - утфелерозподільувач перед центрифугами; 8 – центрифуги; 9 – теплообмінник; 10 – мішалка жовтого цукру; 11 – шнек жовтого цукру; 12 – збірник меляси

Бібліографічні посилання:

1. Doki, N., Kayamori, S., Yokota, M., Nemoto, T. and Kato, Y. (2022) Production of Sucrose Crystals of Uni-Modal Size Distribution by Seeded Batch Cooling Crystallization. *Journal of Materials Science and Chemical Engineering*, 10, 16-23. doi: 10.4236/msce.2022.1011002..
2. Gonzales, PEdM, de Souza Peloso, MA Jr., Olivo, JE, Andrade, CMG. (2020). Fed-Batch Sucrose Crystallization Model for the B Masecuite Vacuum Pan, Solution by Deterministic and Heuristic Methods. *Processes*. 8(9), 1145. <https://doi.org/10.3390/pr8091145>.
3. Höving, S., Oldach, B., Kockmann, N. (2022). Cooling Crystallization with Complex Temperature Profiles on a Quasi-Continuous and Modular Plant. *Processes*. 10, 1047. <https://doi.org/10.3390/pr10061047>.
4. Kim, S., Lee, SY, Ji, Chang, Ji W., Yang, D.R. (2023). Evaluation of the kinetics of unseeded batch cooling crystallization using population balance modeling: Sucrose and KNO₃ case studies. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 118, 544-554. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2022.11.038>.
5. Myronchuk, V., Yeshchenko, O., Samilyk, M. (2013) Sucrose Cooling Crystallization Modelling. *Journal of Faculty of Food Engineering*. 2,109–114.
6. Rozsa, L. (2011). On-line monitoring and control of supersaturation and other masecuite parameters in vacuum pans: A control engineering approach. *International sugar jo*. 113(1356), 852-862.
7. Samad, N.A.F.A., Sin, G., Gernaey, K.V., Gani, R. (2013). A systematic framework for design of process monitoring and control (PAT) systems for crystallization processes. *Computers and Chemical Engineering*. 54, 8-23. <https://doi.org/10.1016/j.compchemeng.2013.03.003>
8. Samilyk, M.M. (2018). Udoskonalenyi sposib otrymannia meliasy nyzkoi chystoty z metoiu pidvyshchennia efektu krystalizatsii sakharozy. [An improved method of obtaining low-purity molasses in order to increase the effect of sucrose crystallization.] *Prodovolchi resursy*. 11, 148-154. <https://doi.org/10.31073/foodresources2018-11-17>. (in Ukrainian)
9. Schmalenberg, M., Kreis, S., Weick, L.K., Haas, C., Sallamon, F., Kockmann, N. (2021). Continuous Cooling Crystallization in a Coiled Flow Inverter Crystallizer Technology- Design, Characterization, and Hurdles. *Processes*. 9, 1537. <https://doi.org/10.3390/pr9091537>.
10. Schmalenberg, M., Mensing, L., Lindemann, S., Krell, T., Kockmann, N. (2022). Miniaturized draft tube baffle crystallizer for continuous cooling crystallization. *Chemical Engineering Research and Design*. 178, 232–250. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2021.12.024>.
11. Shamim, F., Hernández, R., Paulen, R., Engell, S. (2016). A hierarchical coordination approach to the optimal operation of a sugar crystallization process. *Computer Aided Chemical Engineering*. 38, 703-708. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63428-3.50122-3>.

Myronchuk V. G, Doctor of Technical Sciences, National University of Food Technologies, Kyiv, Ukraine

Samilyk M. M., PhD, Sumy National Agrarian University, Sumy, Ukraine

Nazarenko Y. V, PhD, Sumy National Agrarian University, Sumy, Ukraine

Sabadash S. M., PhD, Sumy National Agrarian University, Sumy, Ukraine

Industry recommendations for sustainable management of the cooling sucrose crystallization process

Establishing the conditions for achieving the highest possible yield of high quality sugar with minimal loss of sucrose in molasses is an important task for sugar producers and scientists. It is shown that the use of pumping the masecuite of the last

stage of crystallization with water in the molds does not ensure the achievement of the maximum effect of crystallization due to violation of the isohydric conditions of the process. The purpose of this study is to develop an optimal method for carrying out the process of crystallization of sucrose in the massecuite of the last product. The article presents schemes of installations for industrial crystallization of utfei used in different countries of the world. Industry recommendations are given regarding the rational conduct of the process of crystallization of sucrose of the massecuite of the last degree of crystallization in the mixer-crystallizers by cooling. In order to ensure isohydric conditions of the process, instead of pumping the massecuite of the last degree of crystallization with water, it is proposed to carry out its intermediate heating by 7-10°C after cooling the massecuite to 50-55°C. When determining the mode of polythermal crystallization, the purity of the massecuite of the last degree of crystallization after the vacuum apparatus was taken into account. The proposed method of polythermal crystallization of sucrose is implemented by equipping the machine equipment of the station for additional crystallization of the massecuite of the last degree of crystallization with special heaters for intermediate heating of the massecuite in accordance with the layout of such schemes at a particular enterprise. Intermediate heating ensures a more complete depletion of molasses and increases the content and particle size distribution of sugar crystals in the massecuite. An example of the layout of a machine-hardware circuit for additional crystallization of sucrose, equipped with two vertical crystallizers using intermediate heating of the massecuite, is presented.

Key words: *sucrose, sugar, industrial production, crystallization by cooling, intermediate heating, massecuite, molasses, waste production*