

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ УКРАЇНИ  
УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ

На правах рукопису

УДК 664.165

ІВЧУК Надія Павлівна

РОЗРОБКА ТЕХНОЛОГІЧНИХ УМОВ КРИСТАЛІЗАЦІЇ  
ФРУКТОВИ З ВОДНИХ РОЗЧИНІВ

05.18.05 - Технологія цукру та цукристих речовин

А В Т О Р Е Ф Е Р А Т  
дисертації на здобуття вченого ступеня  
кандидата технічних наук

Київ - 1994



Робота виконана в Українському державному університеті харчових технологій.

Наукові керівники: кандидат технічних наук,  
старший науковий співробітник  
ПЕТРУШЕВСЬКИЙ В.В.

доктор технічних наук,  
професор  
БОБРІВНИК Л.Д.

Офіційні опоненти: доктор хімічних наук,  
професор  
МАНК В.В.

кандидат технічних наук,  
старший науковий співробітник  
СУЩЕНКО А.К.

Ведуча організація: Організація орендаторів Верхньодні-  
провського крохмально-патокового комбінату

Захист відбудеться "22" червня 1994 р. о 16<sup>00</sup> год.  
на засіданні спеціалізованої ради Д 068.17.04 Українського дер-  
жавного університету харчових технологій за адресою: м. Київ,  
вул. Володимирська, 68. *Ауд А-210*

З дисертацією можна ознайомитись в бібліотеці УДУХТ.

Автореферат розісланий "19" травня 1994 р.

Вчений секретар  
спеціалізованої ради,  
кандидат технічних наук

Л.М.Хомічак

ЛНБ ім. В. Стефаніка  
АН України

## ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

А к т у а л ь н і с т ь роботи визначена потребою медицини та харчової промисловості в одержанні дієтичного харчування для хворих цукровим діабетом, яких на Україні нараховується біля 1 млн. чоловік.

М е т о ю р о б о т и є вивчення впливу фізико-хімічних факторів на процес кристалізації фруктози з водних розчинів, оптимізація процесу та розробка способу кристалізації фруктози із застосуванням вимушуючого коливального температурного режиму. Для виконання поставленої мети визначені наступні задачі:

- дослідження розчинності фруктози в системі вода-фруктоза-глюкоза;

- дослідження впливу температури, в'язкості фруктозних розчинів та утфелів, доброякісності продуктів, вмісту та розміру твердої фази на процес кристалізації фруктози з водних розчинів;

- установлення оптимальних умов проведення процесу кристалізації фруктози з використанням методу математичного планування експерименту;

- розробка способу кристалізації фруктози з водних розчинів із застосуванням вимушуючого коливального температурного режиму.

Н а у к о в а н о в и з н а роботи визначається наступним:

- визначено розчинність фруктози в системі вода-фруктоза-глюкоза та отримано математичну залежність розчинності фруктози від температури;

- визначено вплив в'язкості фруктозних розчинів на процес кристалізації фруктози, знайдено математичну залежність в'язкості чистих фруктозних розчинів від температури та масової долі сухих речовин;

- вивчено вплив температури, вмісту та розміру твердої фази на в'язкість фруктозних утфелів; знайдено математичні залежності динамічної в'язкості фруктозних утфелів від температури, вмісту кристалів та їх розміру;

- встановлено залежність індукційного періоду від коефіцієнту пересичення, доброякісності та швидкості перемішування при кристалізації фруктози з водних розчинів.

П р а к т и ч н а   з н а ч и м і с т ь   роботи визначається тим, що:

- розроблено спосіб кристалізації фруктози з водних розчинів із застосуванням вимушеного коливального температурного режиму;

- розроблено та перевірено на дослідно-промисловій установці Чернаського цукро-рафінадного заводу технологічну схему одержання кристалічної фруктози з водних розчинів;

- розроблено та затверджено в установленому порядку нормативно-технічну документацію на дослідну партію кристалічної фруктози.

О с н о в н і   п о л о ж е н н я ,   щ о   в и н о с я т ь с я   н а   з а х и с т :

- результати вивчення розчинності в системі вода-фруктоза-глюкоза;

- результати дослідження в'язкості фруктозних розчинів та утфелів;

- результати дослідження тривалості індукційного періоду в залежності від коефіцієнту пересичення, доброякісності, температури та швидкості перемішування;

- результати дослідження впливу ступеню пересичення, кількості та розміру кристалів затравки на кінетику кристалізації фруктози з водних розчинів;

- результати вивчення забарвленості кристалічної фруктози;
- результати розробки способу кристалізації фруктози із застосуванням вимушеного коливального температурного режиму;
- результати дослідно-промислових випробувань кристалізації фруктози з водних розчинів.

**А п р о б а ц і я р о б о т и .** Основні результати роботи доповідались і були схвалені на: XI Всесоюзному симпозиумі "Фізико-хімія крахмала й крахмалопродуктов" в 1984 р. (м. Москва), Всесоюзній науковій конференції "Массовая кристаллизация и кристаллизационные методы разделения смесей" в 1985 р. (м. Черкаси), Всесоюзній науковій конференції "Повышение эффективности, совершенствование процессов и аппаратов химических производств" в 1985 р. (м. Харків); на "I съезде хроматографистов Украины" в 1993 р. (м. Київ), Міжнародній науковій конференції "Розробка та впровадження нових технологій і обладнання у харчову та переробну галузі АПК" в 1993 р. (м. Київ), 51-й, 52-й та 59-й науковій конференціях Київського ордена Трудового Червоного Прапора Інституту харчової промисловості в 1985, 1986 та 1993 рр.

**П у б л і к а ц і і .** За матеріалами дисертації опубліковано 15 робіт, в тому числі одне авторське посвідчення № І406170 від 01.08.88.

**С т р у к т у р а т а о б ' е м р о б о т и .** Дисертаційна робота складається з вступу, п'яти глав, висновків, списку літератури та додатків.

Викладена на 170 стор. основного тексту, вміщує 27 таблиць та 26 ілюстрацій. Список використаної літератури вміщує 176 найменувань.

## ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

В першій главі дано аналіз літературних джерел з теорії зародження центрів кристалізації, швидкості росту кристалів та залежність цих процесів від різних факторів. Описано способи кристалізації фруктози з водних та спиртових розчинів, а також в присутності інших органічних речовин.

В другій главі приводяться методи та методики проведення експериментальних досліджень. Описано лабораторну установку для кристалізації фруктози, приведено розрахункові значення поверхні кристалів фруктози в залежності від їх маси та розміру.

В третій главі представлено результати експериментальних досліджень з вивчення впливу основних фізико-хімічних факторів на процес кристалізації фруктози з водних розчинів.

Одним з таких факторів є розчинність фруктози, яка має велике значення при кристалізації її шляхом охолодження. Відомо, що розчинність фруктози в воді при  $60^{\circ}\text{C}$  в 2 рази вища ніж при  $20^{\circ}\text{C}$ .

При одержанні кристалічної фруктози з цукру основною домішкою її розчинів є глюкоза. Дослідами встановлено, що в інтервалі температур  $20-50^{\circ}\text{C}$  глюкоза чинить на фруктозу слабку висолюючу дію. Так, із зниженням доброякісності насиченого фруктозного розчину на 5% розчинність фруктози зменшується на 0,4% при  $20^{\circ}\text{C}$  та 1,5% при  $40^{\circ}\text{C}$ . При температурах вище  $50^{\circ}\text{C}$  розчинність фруктози в присутності глюкози зростає, що можна пояснити утворенням кристалів глюкози в ангідридній формі при цих температурах.

В трикомпонентній системі вода-фруктоза-глюкоза, співвідношення фаз зручніше представляти графічно в рівносторонньому трикутнику (рис. 1). Встановлено, що в інтервалі температур  $20-60^{\circ}\text{C}$  ізотерми насичення при  $20^{\circ}\text{C}$  (лінії 1, 2),  $50^{\circ}\text{C}$  (лінії 9, 10) та

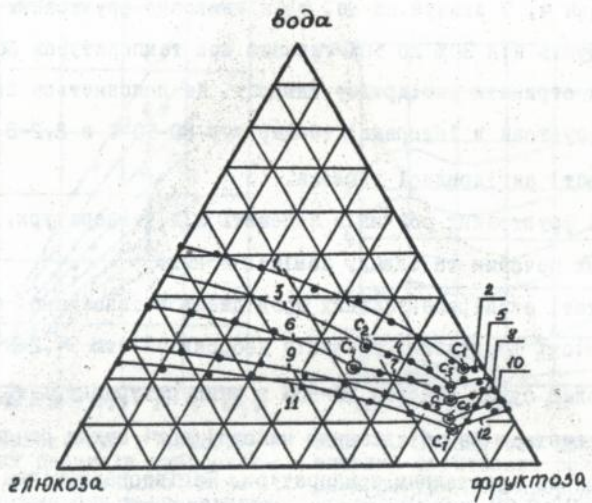


Рис. 1. Розчинність в системі вода-фруктоза-глюкоза

60°C (лінії 11, 12) мають по одній евтектичній точці C<sub>1</sub>, C<sub>6</sub>, C<sub>7</sub>.

Ізотерми насичення при температурах 30°C (лінії 3, 4, 5) та 40°C (лінії 6, 7, 8) мають по дві евтектичні точки C<sub>2</sub>, C<sub>3</sub> та C<sub>4</sub>, C<sub>5</sub>. Евтектичний комплекс в точці C<sub>1</sub> складається з розчину насиченого глюкозою та фруктозою, кристалів фруктози та кристалів глюкози в гідратній формі. Евтектика в точках C<sub>2</sub>, C<sub>4</sub> складається з насиченого розчину глюкози та кристалів глюкози в гідратній та ангідридній формах. Евтектичний комплекс в точках C<sub>3</sub>, C<sub>5</sub>, C<sub>6</sub>, C<sub>7</sub> вміщує розчин насичений глюкозою та фруктозою, кристали фруктози та кристали глюкози в ангідридній формі.

Наявність кристалічної глюкози в евтектичних точках C<sub>1</sub>, C<sub>3</sub>, C<sub>5</sub>, C<sub>6</sub>, C<sub>7</sub> свідчить про те, що з фруктозних розчинів, які вміщують менше як 75% фруктози, отримати чисту кристалічну фруктозу не можливо. Склад евтектики в точках C<sub>2</sub>, C<sub>3</sub>, C<sub>4</sub>, C<sub>5</sub> та наявність

ліній насичення 4, 7 вказує на те, що з глюкозно-фруктозних сиропів, які вміщують від 30% до 50% глюкози при температурах 30°C та 40°C можна отримати ангідридну глюкозу. Це пояснюється тим, що розчинність фруктози в інтервалі температур 30-50°C в 2,2-3 рази вище розчинності ангідридної глюкози.

В'язкість фруктових розчинів залежить від температури, масової долі сухих речовин та складу домішок в них.

В результаті експериментальних досліджень встановлено, що динамічна в'язкість фруктових розчинів доброякісністю 94,2-99,9% та масовою долею сухих речовин 20-90% в температурному інтервалі 20-80°C збільшується із збільшенням масової долі сухих речовин та зменшується із зростанням температури. Напівлогарифмічна залежність динамічної в'язкості ( $\eta$ ) фруктових розчинів доброякісністю 99,9% від масової долі сухих речовин (CP) та температури ( $t$ ) графічно зображується кривими другого порядку та описується рівнянням

$$\eta = (1,453 - 1,157 \cdot 10^{-2} t) \cdot 10^{(4,061 - 7,68 \cdot 10^{-3} t) \frac{CB}{100 - CB}} \quad (1)$$

Рівняння дозволяє визначити в'язкість фруктових розчинів з похибкою, що не перевищує 10%.

Залежність динамічної в'язкості фруктових розчинів в присутності глюкози від масової долі сухих речовин в напівлогарифмічних координатах відповідає на графіку кривим третього порядку (рис. 2). Встановлено, що збільшення вмісту глюкози в водних розчинах фруктози приводить до зростання їх динамічної в'язкості.

Дослідження в'язкості насичених фруктових розчинів показали, що вона зростає з підвищенням температури і зменшується із збільшенням доброякісності (рис. 3).

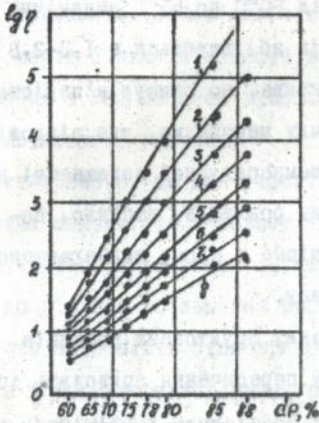


Рис. 2. Залежність в'язкості фруктозних розчинів доброякісності 94,2% від масової долі сухих речовин при температурах, °С: 1 - 20; 2 - 30; 3 - 40; 4 - 50; 5 - 60; 6 - 70; 7 - 80; 8 - 90.

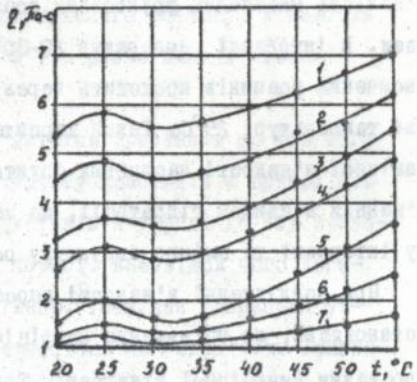


Рис. 3. Залежність в'язкості насичених фруктозних розчинів від температури при доброякісності, %: 1 - 91,0; 2 - 92,0; 3 - 93,0; 4 - 94,0; 5 - 96,3; 6 - 98,3; 7 - 99,3.

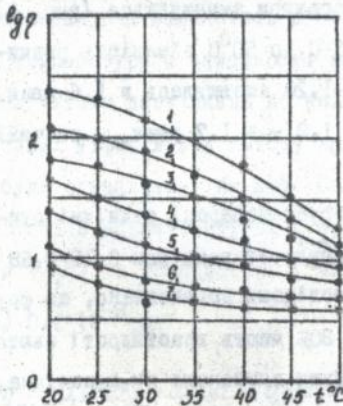


Рис. 4. Вплив температури на в'язкість пересичених фруктозних розчинів доброякісності 96% при коефіцієнті пересичення: 1 - 1,74; 2 - 1,60; 3 - 1,50; 4 - 1,40; 5 - 1,30; 6 - 1,20; 7 - 1,15.

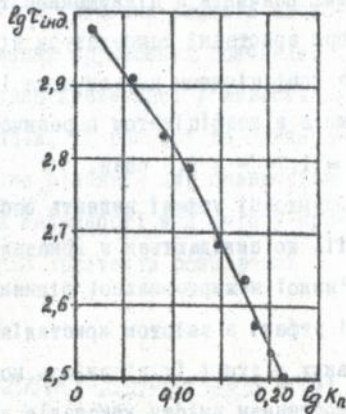


Рис. 5. Логарифмічна залежність тривалості індукційного періоду від коефіцієнту пересичення.

Так, із збільшенням температури від  $30^{\circ}\text{C}$  до  $55^{\circ}\text{C}$  динамічна в'язкість насичених фруктозних розчинів збільшується в 1,3–2,3 рази. В інтервалі температур  $20\text{--}30^{\circ}\text{C}$  крива, що описує в'язкість насичених розчинів проходить через точку максимуму, яка відповідає температурі  $25^{\circ}\text{C}$ . Такий характер температурної залежності динамічної в'язкості насичених фруктозних розчинів, напевно, пов'язаний з явищем гідратації, що має місце в цьому температурному інтервалі та змінює структуру розчину.

При дослідженні в'язкості пересичених фруктозних розчинів встановлено, що збільшення коефіцієнту пересичення приводить до зростання динамічної в'язкості. Так, із зростанням коефіцієнта пересичення на 0,2 динамічна в'язкість збільшується в 3,7 рази, а при збільшенні на 0,5 – в 24,5 рази по відношенню до в'язкості насиченого розчину.

На відміну від в'язкості насичених розчинів в'язкість пересичених розчинів з підвищенням температури зменшується (рис. 4). Так, при зростанні температури від  $20^{\circ}\text{C}$  до  $50^{\circ}\text{C}$  в'язкість розчинів з коефіцієнтом пересичення 1,15–1,20 зменшилась в 1,6 рази, розчинів з коефіцієнтом пересичення 1,3 – в 1,7 рази, а розчинів з  $K_{\text{п}} = 1,74$  – в 1,9 рази.

Фруктозні утфелі являють собою грубодисперсні технічні суспензії, що складаються з кристалів фруктози розміром 0,05–0,63 мк та в'язкої міжкристальної рідини. Дослідами встановлено, що фруктозні утфелі з вмістом кристалів до 30% мають властивості ньютонівських рідин і їх в'язкість може бути визначена як динамічна. Із зростанням вмісту кристалів в утфелі вище 30% він набуває властивостей псевдопластичної рідини і його в'язкість може бути визначена як "уявна".

В'язкість утфелів прямо пропорційно залежить від кількості

в них кристалів. Так, в'язкість утфелю, що містить 40% кристалів, в 3-5 разів більше в'язкості міжкристального розчину, в'язкість же утфелю з 50% вмістом кристалів в 7-9 разів вище в'язкості міжкристального розчину.

Встановлено, що для утфелів з вмістом кристалів до 40% логарифмічна залежність в'язкості від вмісту кристалів є прямолінійною функцією. Збільшення вмісту кристалів в утфелі до 50% приводить до різкого збільшення його в'язкості внаслідок чого логарифмічна залежність стає криволінійною. Тому, для одержання утфелю з хорошими реологічними властивостями по закінченню кристалізації вміст кристалів в ньому повинен складати 45-46% до маси утфелю.

В'язкість утфелю, який вміщує до 30% кристалів незначно залежить від їх розміру. В'язкість утфелів, які вміщують більше 30% помітно зменшується із збільшенням розміру кристалів.

Температурна залежність в'язкості фруктозних утфелів аналогічна температурній залежності насичених фруктозних розчинів.

Результати досліджень по визначенню динамічної в'язкості фруктозних утфелів від вмісту кристалів, їх розміру та температури були опрацьовані на ЕОМ. Одержано рівняння для визначення динамічної в'язкості утфелю ( $\eta_y$ ), в залежності від вмісту кристалів ( $K_p$ ) та температури ( $t$ ), для кристалів розмірами:

$$a) 0,2 \cdot 10^{-8} \text{ м}$$

$$\eta_y = 0,160 K_p^2 + 0,320 t^2 + 0,238 K_p t - 12,134 K_p - 23,959 t + 529,18 \quad (2)$$

$$б) 0,315 \cdot 10^{-8} \text{ м}$$

$$\eta_y = 0,170 K_p^2 + 0,339 t^2 + 0,224 K_p t - 11,249 K_p - 25,608 t + 528,48 \quad (3)$$

в)  $0,4 \cdot 10^{-3}$  м

$$\eta_y = 0,167 Kp^2 + 0,190t^2 + 0,178 Kpt - 10,959 Kp - 14,735t + 353,24 \quad (4)$$

Середнє квадратичне відхилення для рівнянь (2), (3), (4) складає 0,7.

Тривалість процесу кристалізації визначається швидкістю утворення центрів кристалізації (індукційним періодом) та швидкістю їх росту. Дослідження тривалості індукційного періоду ( $\tau_{\text{інд.}}$ ) показали, що він обернено пропорційно залежить від коефіцієнту пересичення ( $K_n$ ), і, в порівняно вузькому інтервалі пересичень (1,05–1,25), його логарифмічна залежність описується рівнянням першого порядку

$$\lg \tau_{\text{інд.}} = A - B \lg K_n \quad (5)$$

При співставленні значень тривалості індукційного періоду в широкому інтервалі пересичень (1,05–2,2) залежність (5) не підтверджується, так як із збільшенням пересичення інтенсивно зростає швидкість утворення центрів кристалізації (рис. 5).

Певний вплив на тривалість індукційного періоду чинить температура. Так, для розчину доброякісності 98% та коефіцієнтом пересичення 1,3, тривалість індукційного періоду при температурі 35°C на 30 хвилин більша ніж при 45°C. Це явище можна пояснити зменшенням молярної доли води в співвідношенні вода:фруктоза та збільшенням масової долі сухих речовин розчину.

Підвищення доброякісності розчину також приводить до зменшення тривалості індукційного періоду.

Кристалізація фруктози відбувається при охолодженні та перемішуванні. Встановлено, що із збільшенням швидкості перемішування ( $n$ ) тривалість індукційного періоду зменшується (рис. 6).

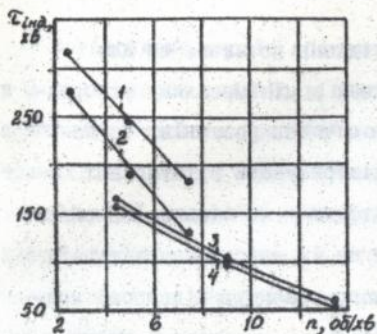


Рис. 6. Залежність тривалості індукційного періоду від швидкості перемішування для розчинів доброякісності 96% при коефіцієнті пересичення: 1 - 1,30; 2 - 1,34 та розчинів доброякісності 98% при коефіцієнті пересичення: 3 - 1,37; 4 - 1,39

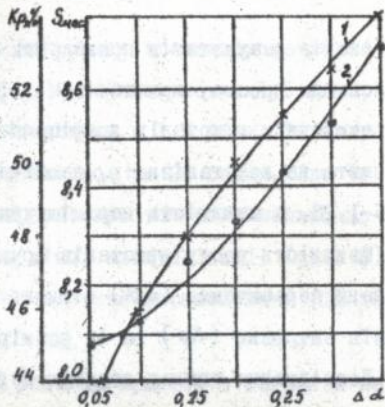


Рис. 7. Залежність масової швидкості кристалізації та вмісту кристалів в утфелі в кінці процесу від ступеню пересичення:

1 -  $S_{max} \cdot 10^{-4}$  кг/год;  
2 -  $K_p$ , %

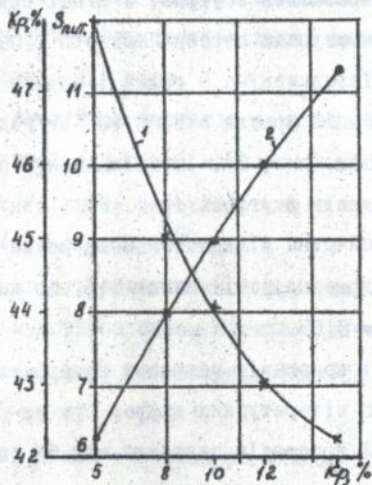


Рис. 8. Залежність питомої швидкості кристалізації та вмісту кристалів в утфелі в кінці процесу від вмісту кристалів

1 -  $S_{лит} \cdot 10^{-3}$ , кг/м<sup>2</sup>.год;  
2 -  $K_p$ , %

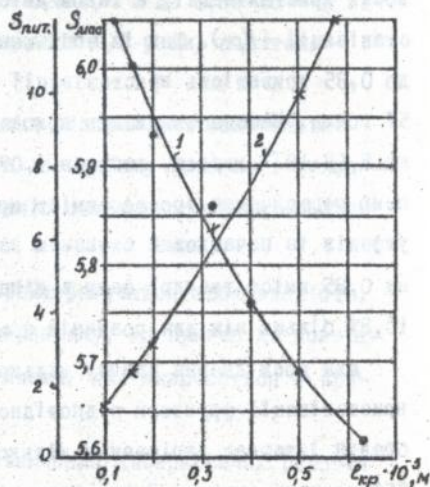


Рис. 9. Залежність масової та питомої швидкостей кристалізації фруктози від розміру кристалів заправки:

1 -  $S_{max} \cdot 10^{-4}$ , кг/год;  
2 -  $S_{лит} \cdot 10^{-3}$ , кг/год.м<sup>2</sup>

Аналіз результатів проведених досліджень показав, що для здійснення процесу кристалізації фруктози з мінімальним утворенням вторинних кристалів коефіцієнт пересичення розчинів, що поступають на кристалізацію, необхідно підтримувати в інтервалі 1,05-1,20, а швидкість перемішування утфелю - не більше 1-2 об/хв.

Швидкість росту кристалів фруктози та їх якість залежать від ступеню пересичення ( $\Delta\alpha$ ) міжкристалного розчину, кількості кристалів затравки ( $K_p$ ) та їх розміру ( $\ell_{кр}$ ).

Дослідження впливу ступеню пересичення на процес кристалізації фруктози проводили з розчину доброякісності 98%, початковим вмістом кристалів 10% до маси сиропу та їх середнім розміром  $0,4 \cdot 10^{-3}$  м. Дослідами встановлено, що в прямій залежності від величини ступеню пересичення ( $\Delta\alpha = K_n - 1$ ) знаходяться тривалість процесу кристалізації ( $\tau_{кр}$ ), масова ( $S_{мас.}$ ) та питома ( $S_{пит.}$ ) швидкості кристалізації, а також вміст кристалів в утфелі в кінці кристалізації ( $K_p$ ). Так із збільшенням ступеню пересичення від 0,05 до 0,35 тривалість кристалізації збільшилась на 9 годин і склала 57 годин. Масова швидкість кристалізації зросла з  $8,08 \cdot 10^{-4}$  кг/год до  $8,68 \cdot 10^{-4}$  кг/год, тобто в 1,07 рази (рис. 7). Із збільшенням ступеню пересичення зростає вміст кристалів в утфелі (рис. 7) і для утфелів із початковим ступенем пересичення міжкристалного розчину 0,35 вміст твердої фази в кінці кристалізації склав 54%, що на 10,3% більше ніж для розчинів з  $\Delta\alpha = 0,05$ .

Для дослідження впливу кількості кристалів затравки на процес кристалізації фруктози відповідно до літературних джерел був вибраний інтервал варіювання кількості кристалів затравки від 5% до 15% до маси сиропу. В дослідах підтримували рівні умови кристалізації: доброякісність сиропу, ступінь пересичення, швидкість перемішування, перепад температур, середній розмір кристалів.

Встановлено, що із збільшенням кількості кристалів затравки в 3 рази масова швидкість кристалізації збільшилась в 1,5 рази, а питома швидкість кристалізації зменшилась в 1,9 рази. Загальна тривалість процесу кристалізації зменшилась на 26 годин. Але із збільшенням кількості кристалів затравки зростає максимально допустимий вміст кристалів в утфелі в кінці кристалізації (рис. 8), тому кількість кристалів затравки не повинна перевищувати 10% до маси сиропу.

Дослідження впливу початкового розміру кристалів затравки на процес кристалізації проводили з використанням кристалів розміром від  $0,1 \cdot 10^{-3}$  м до  $0,63 \cdot 10^{-3}$  м.

Встановлено (рис. 9), що із збільшенням розміру кристалів тривалість кристалізації зростає. Суттєво від розміру кристалів затравки залежать масова та питома швидкості кристалізації. Так, із збільшенням розміру кристалів від  $0,1 \cdot 10^{-3}$  м до  $0,63 \cdot 10^{-3}$  м масова швидкість кристалізації зменшилась в 1,1 рази, а питома — зросла в 8,7 рази.

Аналіз результатів показав, що для підтримання максимально можливої швидкості кристалізації при незначному зростанні тривалості процесу середній розмір кристалів затравки повинен складати  $(0,3-0,32) \cdot 10^{-3}$  м.

Якість кристалічної фруктози характеризується забарвленістю, яка зумовлена шаром міжкристалного розчину, що прилип до поверхні кристалу, та забарвлюючими речовинами, які включаються в кристал при його рості.

З метою вивчення особливостей включення забарвлюючих речовин в кристалічну решітку використовували кристали фруктози розміром від  $0,63 \cdot 10^{-3}$  м до  $0,1 \cdot 10^{-3}$  м. Досліди показали, що забарвлючі речовини розподілені у всьому об'ємі кристалу. Максимальна їх

кількість знаходиться на поверхні та складає від 22% до 32% всіх зароблюючих речовин, що пояснюється не повним зливом плівки міжкристального розчину з поверхні кристалу при його промивці.

Спектральні характеристики кристалів фруктози всіх розмірів подібні між собою і мають мінімум світлопоглинання при 245 нм. В шарах, що знаходяться ближче до центру кристалу, спостерігається смуга світлопоглинання 240-290 нм з максимумом, що переміщується від 270 нм до 278 нм, яка є характерною для продуктів розкладу моносахаридів.

В поверхневих шарах кристалів спостерігається смуга світлопоглинання 270-290 нм з максимумом при 280 нм, яка є характерною для продуктів дегідратації моносахаридів.

Дослідами встановлено, що забарвленість кристалів залежить від їх розміру і збільшується з їх зменшенням. Так питома забарвленість ( $D_n/P_n$ ) фракції кристалів розміром  $0,1 \cdot 10^{-3}$  м в 6 разів більша за питому забарвленість кристалічної фракції розміром  $0,63 \cdot 10^{-3}$  м. Зростання забарвленості дрібних кристалів можна пояснити наявністю в них великої поверхні, яка здатна втримати більшу кількість міжкристального розчину.

Перекристалізація (рекристалізація) характерна для всіх речовин, що кристалізуються. Її можна прискорювати чи уповільнювати, змінюючи умови проведення кристалізації.

Інтенсифікацію рекристалізації фруктози здійснювали шляхом нагріву частини утфелю в окремо розміщеному від кристалізатора теплообміннику з подальшим поверненням його в кристалізатор, а також шляхом додаткового введення в утфель підігрітого міжкристального розчину.

Згідно з проведеними дослідженнями нами запропоновано спосіб кристалізації фруктози з застосуванням вимушеного коливального

температурного режиму.

Кристалізацію здійснювали таким чином. Уварений фруктозний розчин доброякісністю не нижче 93% та масовою долею сухих речовин 88% витримували в кристалізаторі при 85°C протягом 30 хв., При цьому з розчину видаляються бульки повітря, які уповільнюють процес кристалізації. Потім розчин охолоджували до 55°C, вносили 8% кристалів затравки до маси сиропу та кристалізували при охолодженні. З досягненням в утфелі вмісту кристалів 25% до його маси утфель періодично або безперервно відводили на підігрів. Нагрітий на 7°C вище вихідної температури утфель повертали в кристалізатор. За весь час кристалізації на підігрів відводили від 30% до 100% маси утфелю. З досягненням в утфелі вмісту кристалів 40% до його маси в утфель вводили нагрітий на 7°C вище вихідної температури міжкристальний розчин. Його кількість складала 10-15% до маси утфелю. За 10 годин до кінця кристалізації підігрів утфелю та введення міжкристального розчину припиняли. Утфель в кристалізаторі охолоджували до 20°C, центрифугували, промивали охолодженою до 1-2°C питною водою та висушували під вакуумом.

Як видно з табл. I при кристалізації фруктози з застосуванням вимушуючого коливального температурного режиму доброякісність міжкристального розчину зменшується на 0,8%, вихід кристалічної фруктози зростає на 3,3% в порівнянні з типовим способом.

В четвертій главі подано матеріал по плануванню експеримента з метою одержання максимального виходу кристалічного продукту з хорошим гранулометричним складом. В результаті досліджень, проведених методом дробного 4-х-факторного експерименту, було встановлено, що максимальний вихід (47,4%) кристалічного продукту можливий при кристалізації фруктозного розчину доброякісністю не менше 95% і масовою долею сухих речовин 88-89% при плавній зміні

Таблиця І

Порівняльні показники процесу кристалізації фруктози при роботі за типовим способом та із застосуванням вимушеного коливального температурного режиму

Найменування	Спосіб кристалізації фруктози без застосування вимушеного механізму рекристалізації	Спосіб кристалізації фруктози із застосуванням вимушеного механізму рекристалізації
Доброякісність міжкристального розчину $D\delta_{н.р.}, \%$	89,9	89,1
Масова доля сухих речовин міжкристального розчину $СР_{н.р.}, \%$	79,5	78,5
Коефіцієнт пересичення міжкристального розчину, $K_n$	1,09	1,02
Кількість фруктози, що викристалізувалась $m \cdot 10^{-3}$ , кг	36,6	39,6
Вміст кристалів в утфелі в кінці кристалізації $K_p, \%$ до маси утфелю	39,4	44,06
Середній розмір кристалів в кінці кристалізації $\ell_{кр} \cdot 10^3$ , м	0,35	0,47

температури протягом всього періоду кристалізації. Оптимальна кількість кристалів затравки повинна складати 8-9% до маси сиропу.

В п'ятій главі подано матеріал по кристалізації фруктози на дослідно-промисловій лінії Черкаського цукро-рафінадного заводу із фруктозних розчинів, що були отримані при розділенні суміші глюкози та фруктози сахаратним способом.

Кристалізацію фруктози здійснювали за двопродуктовою схемою (рис. 10) способом охолодження в мішалках-кристалізаторах.

Фруктозу першого продукту одержували із фруктозних сиропів доброякісністю 93-94%, рН 3,5-4,0 та масовою долею сухих речовин 88%.



лу і починали кристалізацію. Тривалість кристалізації першого продукту складала 72 год., а другого продукту 102 год. Додержання заданого режиму охолодження здійснювали за допомогою автоматики. По закінченню процесу кристалізації вихід кристалічної фруктози першого продукту склав 35,6%, другого продукту 25,7% до маси вихідного сиропу. Якісні показники кристалічної фруктози першого та другого продуктів приведені в таблиці 2.

Таблиця 2

## Якісні показники кристалічної фруктози

Показники	Перший продукт	Другий продукт
Доброякісність, %	99,71	99,8
Вологість, %	0,2	0,2
Зола, % на 100 г СР	0,0654	0,1078
Забарвленість, од. опт.густ. на 100 г СР	27,0	50,8

Приведені в табл. 2 дані показують, що кристалічна фруктоза першого та другого продуктів може бути використана, як харчовий продукт.

Двопродуктова схема кристалізації фруктози була випробувана в лабораторних умовах для одержання кристалічної фруктози з сиропів, які були отримані на напівпромисловій установці Яготинського цукрового заводу із застосуванням іонообмінних смол в  $\text{Ca}^{++}$ -формі. Аналіз одержаних результатів (табл. 3) показує, що при застосуванні двопродуктової схеми кристалізації фруктози, для високофруктозних сиропів, які одержують хроматографічним розділенням суміші моносахаридів на іонообмінних смолах, можна одержати 86,5% кристалічної фруктози до маси вихідного цукру.

Таблиця 8

Показники кристалізації фруктози першого та другого продуктів із високофруктозних сиропів, які одержані в напівпромислових умовах на Яготинському цукровому заводі

Найменування	Перший продукт	Другий продукт
<b>Вихідний сироп:</b>		
масова доля сухих речовин, %	87,0	88,0
доброякісність, %	96,0	91,0
коефіцієнт пересичення	1,15	1,22
<b>Міжкристальний розчин:</b>		
масова доля сухих речовин, %	78,5	79,9
доброякісність, %	91,0	82,2
коефіцієнт пересичення	1,04	1,04
<b>Кількість фруктози, що викристалізувалась</b>		
% до маси утфелю	42,32	41,9
% до маси цукру	24,32	12,22

Напрацьовані партії кристалічної фруктози та високофруктозного сиропу були передані в НДІГХ МОЗ України для проведення токсико-гігієнічних досліджень. Одержано дозвіл на використання кристалічної фруктози та високофруктозних сиропів, для харчування людей.

Розроблені та затверджені в установленому порядку технічні умови на дослідну партію кристалічної фруктози (ТУ 18 Україна 106-93) та високофруктозного сиропу (ТУ 18 Україна 105-93).

Очікуваний економічний ефект від реалізації кристалічної фруктози для заводу виробничою потужністю 100 тонн переробки цукру за добу в цінах 1993 р. складає 531 990 тис.крб. в рік.

## ВИСНОВКИ ТА РЕКОМЕНДАЦІЇ ПРОМИСЛОВОСТІ

1. Встановлено, що в трикомпонентній системі вода-глюкоза-фруктоза при температурах, нижче  $50^{\circ}\text{C}$ , глюкоза здійснює слабку висолюючу дію на фруктозу, а при температурах вище  $50^{\circ}\text{C}$  глюкоза виступає антикристалізатором фруктози. Тому кристалізацію фруктози треба проводити при температурах нижче  $50^{\circ}\text{C}$ .

2. Одержано математичну залежність динамічної в'язкості чистих фруктозних розчинів від масової долі сухих речовин та температури. Встановлено, що в'язкість насичених фруктозних розчинів в інтервалі температур  $20-55^{\circ}\text{C}$  з підвищенням температури зростає.

3. Встановлено, що фруктозні утфелі з вмістом твердої фази до 30% є ньютонівськими рідинами, а вище 30% - набувають властивостей псевдопластичних рідин. Одержано математичну залежність динамічної в'язкості фруктозних утфелів від вмісту твердої фази та температури. Встановлено, що вміст кристалів в утфелі в кінці кристалізації не повинен перевищувати 45% до маси утфелю, а їх середній розмір повинен бути не менше  $0,4 \cdot 10^{-8}$  м.

4. Знайдено, що тривалість індукційного періоду зменшується з підвищенням коефіцієнту пересичення та доброякісності, а також із зростанням температури та швидкості перемішування. Тому, з метою зменшення утворення вторинних кристалів, кристалізацію фруктози треба проводити з розчинів із коефіцієнтом пересичення  $1,05-1,20$  при швидкості перемішування не більше 2 об/хв.

5. Встановлено, що для одержання утфелів з хорошими реологічними властивостями та максимально допустимим вмістом кристалів в кінці кристалізації, кількість кристалів затравки повинна складати 8-10% до маси сиропу, середній розмір кристалів повинен бути не менше  $(0,3-0,32) \cdot 10^{-8}$  м, коефіцієнт пересичення на початку процесу  $1,05-1,10$ .

6. Визначено, що забарвленість кристалів фруктози обумовлена продуктами кислотного розкладу глюкози та фруктози, а також забарвленими продуктами полімеризації ОМФ, які утворюються внаслідок кислотного розкладу моносахаридів.

7. Розроблено спосіб кристалізації фруктози з водних розчинів із застосуванням вимушеного коливального температурного режиму, який дозволяє збільшити вихід кристалічного продукту на 3,3% в порівнянні з типовим.

8. Визначено оптимальні умови проведення кристалізації фруктози з водних розчинів за допомогою математичного планування експерименту. Встановлено, що для одержання максимального виходу кристалічного продукту кількість кристалів затравки має складати 8-9% до маси вихідного сиропу, масова доля сухих речовин вихідного сиропу має бути 88-89%, зниження температури утфелю протягом всього часу кристалізації має бути рівномірним.

9. Випробувано спосіб кристалізації фруктози з водних розчинів на дослідно-промисловій лінії Черкаського цукро-рафінадного заводу. Спосіб дозволяє одержати 35,6% кристалічної фруктози першого продукту та 25,7% кристалічної фруктози другого продукту до маси вихідного сиропу.

10. Встановлено, що застосування двопродуктової схеми кристалізації фруктози для високофруктозних сиропів, які одержані із використанням іонообмінних смол, дозволяє одержати до 36,5% кристалічної фруктози до маси вихідного цукру.

Основний зміст роботи подано в наступних публікаціях:

1. Одородько Н.И., Архипович Н.А., Петрушевский В.В., Ивчук Н.П. Влияние некоторых физико-химических факторов на кристаллизацию фруктозы // Тез. докл. XI Всесоюзного научного симпозиума

"Физико-химия крахмала и крахмалопродуктов", октябрь 1984 г. - М., 1984. - С. 76-77.

2. Одородько Н.И., Чернякова Т.Я., Ивчук Н.П., Петрушевский А.А., Архипович Н.А. Распределение красящих веществ в кристаллах фруктозы // УкрНИИТИ. - Киев, 1984. - № 1209.

3. Одородько Н.И., Ивчук Н.П., Петрушевский В.В., Архипович Н.А. Исследование влияния некоторых физико-химических факторов на продолжительность индукционного периода кристаллизации фруктозы из водных растворов // Тез. докл. Всесоюзной научной конференции "Массовая кристаллизация и кристаллизационные методы разделения смесей", май 1985 г. - Черкассы, 1985. - С. 71-72.

4. Одородько Н.И., Ивчук Н.П., Петрушевский В.В., Архипович Н.А. Исследование периода скрытого фазового превращения при кристаллизации фруктозы из водных растворов // Тез. докл. Всесоюзной научной конференции "Повышение эффективности, совершенствование процессов и аппаратов химических производств", июль 1985 г. - Харьков, 1985. - С. 48-49.

5. Одородько Н.И., Ивчук Н.П., Андрущенко В.П., Островская А.А., Танащук Л.И., Архипович Н.А. Исследование влияния качества и количества вносимой затравки на процесс кристаллизации фруктозы из водных растворов // УкрНИИТИ. - Киев, 1985 г. - № 1191.

6. Одородько Н.И., Ивчук Н.П., Архипович Н.А., Петрушевский В.В. Об индукционном периоде зародышеобразования фруктозы // Сах. пром-сть. - 1986. - № 2. - С. 49-51.

7. Одородько Н.И., Мирошник В.А., Ивчук Н.П. Некоторые вопросы разработки плана проведения эксперимента с целью оптимизации кристаллизации фруктозы // УкрНИИТИ. - Киев, 1986. - № 1185.

8. Одородько Н.И., Ивчук Н.П., Мирошник В.А. Оптимизация процесса кристаллизации фруктозы // АгронИТИЭИпищепром. - М.,

1986. - № 12.

9. Одородько Н.И., Архипович Н.А., Івчук Н.П., Мирошник В.А. Вязкость фруктозных растворов и сиропов // Сах. пром-сть. -1987. - № 4. - С. 38-41.

10. Мищук Р.Ц., Грабова Л.С., Петрушевский В.В., Івчук Н.П. Термодинамические свойства растворов глюкозы и фруктозы // Сах. пром-сть. - 1987. - № 7. - С. 48-50.

11. А.с. № 1406170 (СССР). Способ кристаллизации фруктозы /Н.П.Івчук, В.В.Петрушевский, Н.И.Одородько, Н.А.Архипович. - Б.И. № 24, 1988.

12. Танащук Л.И., Бобровник Л.Д., Назарова О.П., Скрипник В.Ф., Івчук Н.П. Разделение смеси моносахаридов хроматографическим методом // Тез. докл. "I съезда хроматографистов Украины", май 1998. - Киев, 1998. - С. 6.

13. Танащук Л.И., Бобрівник Л.Д., Назарова О.П., Івчук Н.П., Скрипник В.Ф. Розробка технології отримання високофруктозних сиропів з цукру та напівпродуктів цукрового виробництва // Тез. допов. Міжнародної наукової конференції "Розробка та впровадження нових технологій і обладнання у харчову та переробну галузі АПК", жовтень 1998 р. - Київ, 1998. - С. 42-48.

14. Івчук Н.П., Бобровник Л.Д., Танащук Л.И., Назарова О.П., Скрипник В.Ф. Растворимость в системе фруктоза-вода-глюкоза // Сах. пром-сть. - 1993. - № 7.

15. Івчук Н.П., Бобровник Л.Д., Танащук Л.И., Назарова О.П., Скрипник В.Ф. Вязкость фруктозных утфелей // Сах. пром-сть. - 1994. - № 1. - С. 26-27.

*Л.И. Танащук*



Підписано до друку 13.05.94г формат 60x84/16  
Папір друк. Умов. друк. л. 1,0. Тираж 100 примірник. Заказ 822

---

Надруковано ЦУОП ГНПП "Плодвінконсерв" м. Київ , Сакаганського ,1

457288

AB 30.207