

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Вологодская государственная молочнохозяйственная академия имени Н.В. Верещагина»

На правах рукописи

СЛАВОРОСОВА ЕЛЕНА ВИКТОРОВНА

**РАЗРАБОТКА КРИСТАЛЛИЗАТОРА-ВЫПАРИВАТЕЛЯ
ДЛЯ ПЕРЕРАБОТКИ НФ-КОНЦЕНТРАТА МОЛОЧНОЙ
СЫВОРОТКИ**

Специальность: 05.18.12 Процессы и аппараты пищевых производств

Диссертация

на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:

доктор технических наук, профессор

Фиалкова Евгения Александровна

Вологда – 2021

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	6
ГЛАВА 1 СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ВОПРОСА И ЗАДАЧИ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	12
1.1 Свойства молочной сыворотки и ее производство в России.....	12
1.2 Удаление влаги из сыворотки.....	19
1.3 Удаление солей из сыворотки	23
1.4 Удаление лактозы из сыворотки	29
1.5 Выпарные кристаллизаторы	33
1.6 Способы получения частично делактозированной деминерализованной сыворотки.....	35
1.7 Основные выводы и постановка задач исследования	39
ГЛАВА 2 СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ И ОБОСНОВАНИЕ РЕЖИМОВ РАБОТЫ КРИСТАЛЛИЗАТОРА С ВОЗДУШНЫМ И ВОДЯНЫМ ТЕПЛОНОСИТЕЛЯМИ	43
2.1 Анализ режимов работы кристаллизатора с воздушным охлаждением и подогревом.....	43
2.1.1 Тепловой баланс колонок кристаллизатора.....	45
2.1.2 Время достижения пузырьком температуры кристаллизата.....	47
2.1.3 Материальный баланс колонок	51
2.1.4 Результаты анализа работы кристаллизатора с воздушным охлаждением и подогревом	53
2.2 Анализ режимов работы кристаллизатора с воздушным и водяным охлаждением и подогревом	56
2.2.1 Тепловой баланс.....	58
2.2.2 Анализ процесса теплопередачи в колонке между кристаллизатором и с водяным теплоносителем.....	60
2.2.3 Результаты анализа работы кристаллизатора с воздушным и водяным охлаждением и подогревом	63

ГЛАВА 3 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	70
3.1 Экспериментальные установки и методики исследований	70
3.2 Экспериментальные исследования процесса получения НФ-концентрата творожной сыворотки.....	78
3.3 Предварительные исследования процессов кристаллизации и выпаривания на экспериментальной установке при циклических температурных режимах ...	82
3.4 Экспериментальные исследования процесса кристаллизации лактозы с циклическими температурными режимами	87
ГЛАВА 4 РАЗРАБОТКА КОНСТРУКЦИИ КРИСТАЛЛИЗАТОРА- ВЫПАРИВАТЕЛЯ С ВОЗДУШНЫМ И ВОДЯНЫМ ОХЛАЖДЕНИЕМ И ПОДОГРЕВОМ	95
4.1 Устройство и принцип действия кристаллизатора с воздушным и водяным охлаждением и подогревом	95
4.2 Методика расчета кристаллизатора	97
4.2.1 Геометрические параметры колонки кристаллизатора	97
4.2.2 Барботирующее устройство.....	97
4.2.3 Процесс теплопередачи между кристаллизатором и воздушным пузырьком.....	98
4.2.4 Рубашка колонки	102
4.2.5 Процесс теплопередачи между кристаллизатором и теплоносителем	103
4.3 Расчет кристаллизатора.....	106
4.3.1 Расчет геометрических параметров кристаллизатора	106
4.3.2 Расчет барботирующего устройства.....	107
4.3.3 Расчет процесса теплопередачи между кристаллизатором и воздушным пузырьком.....	109
4.3.4 Расчет рубашки колонки.....	114
4.3.5 Тепловой расчет колонки.....	116
ГЛАВА 5 ИСПЫТАНИЯ ПИЛОТНОЙ УСТАНОВКИ ДЛЯ ВЫПАРИВАНИЯ НФ-КОНЦЕНТРАТА МОЛОЧНОЙ СЫВОРОТКИ И КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ЛАКТОЗЫ.....	121

5.1 Разработка математической модели процесса циклической кристаллизации лактозы	121
5.2 Экспериментальные исследования	134
5.2.1 Описание пилотной установки.....	134
5.2.2 Исследование процесса сгущения в кристаллизаторе	136
5.2.3 Исследование процесса циклической кристаллизации	139
ГЛАВА 6 ЛИНИЯ ПРОИЗВОДСТВА ЧАСТИЧНО ДЕЛАКТОЗИРОВАННОЙ ДЕМИНЕРАЛИЗОВАННОЙ МОЛОЧНОЙ СЫВОРОТКИ.....	145
6.1 Аппаратурное оформление процесса производства частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки	145
6.2 Сравнительная оценка изменения состава сыворотки в процессе производства частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки.....	147
6.3 Методика оптимизации аминокислотного состава белков в продуктах.....	151
6.4 Разработка рецептуры продукта с оптимальным аминокислотным составом	154
6.5 Энергетическая эффективность предлагаемого процесса производства частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки	157
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	162
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	164
СПИСОК ИЛЛЮСТРАТИВНОГО МАТЕРИАЛА	173
ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное) Термодинамические параметры кристаллизатора с воздушным охлаждением и подогревом	176
ПРИЛОЖЕНИЕ Б (Обязательное) Расчет коэффициента теплопередачи между кристаллизатором и водяным теплоносителем.....	179
ПРИЛОЖЕНИЕ В (рекомендуемое) Акт о внедрении результатов диссертационной работы	181
ПРИЛОЖЕНИЕ Г (обязательное) Пример расчета изменения физико-химических параметров в процессе циклической кристаллизации на основе разработанной математической модели.....	183

ПРИЛОЖЕНИЕ Д (рекомендуемое) Акт о внедрении предприятием АО «УОМЗ» ВГМХА им. Н.В. Верещагина результатов диссертационной работы.....	186
ПРИЛОЖЕНИЕ Е (рекомендуемое) Протокол производственной проверки опытного образца кристаллизатора-выпаривателя с воздушным и водяным охлаждением и подогревом.....	188
ПРИЛОЖЕНИЕ Ж (рекомендуемое) Справка о внедрении в учебный процесс ФГБОУ ВО Вологодская ГМХА результатов диссертационной работы.....	193

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы: В соответствии с проектом стратегии развития пищевой и перерабатывающей промышленности Российской Федерации до 2030 года, основными целями, стоящими перед пищевой промышленностью, являются обеспечение населения страны безопасной и качественной пищевой продукцией; обеспечение высоких стандартов экологической безопасности предприятий. В частности, перед молочной промышленностью стоят задачи уменьшения за счет использования современных технологий ресурсоемкости производства, снижения энергопотребления и обеспечения улучшения экологической обстановки в промышленных зонах организаций; вовлечения в хозяйственный оборот вторичных ресурсов, получаемых при производстве молочных продуктов; расширения ассортимента выпускаемой продукции за счет внедрения современных технологий, повышающих пищевую и биологическую ценность продуктов. Особое внимание будет уделено развитию производства пищевых продуктов, обогащенных незаменимыми компонентами, специализированных продуктов детского питания, диетических (лечебных и профилактических) пищевых продуктов, обеспечивающих профилактику заболеваний, увеличение продолжительности и повышение качества жизни населения. Приоритетным направлением развития будут считаться новые технологии, которые позволят значительно расширить выработку продуктов нового поколения с заданными качественными характеристиками, лечебно-профилактических, геронтологических и других специализированных продуктов. Повышение глубины переработки и вовлечение в оборот отходов позволит увеличить выход готовой продукции с единицы перерабатываемого сырья [67]. Особое внимание уделяется задачам сокращения негативного воздействия предприятий на окружающую среду в соответствии с требованиями Федерального закона и приказа Минприроды России [68,83].

Основным вторичным ресурсом молочной промышленности является сыворотка. В России производится в год примерно 4,6 млн. т сыворотки. [69,70]. При этом на пищевые цели используется 21% производимой сыворотки [24]. В основном, переработке подлежит подсырная сыворотка на крупных сыродельных предприятиях. На многочисленных малых и средних предприятиях, выпускающих, как творог, так и сыр, сыворотка редко перерабатывается на пищевые цели. Чаще всего из нее изготавливают сывороточные напитки с различными наполнителями. Иногда она не подвергается дополнительной переработке, а идет в торговую сеть как пастеризованная сыворотка. Большая часть сыворотки с малых и средних предприятий отправляется на корм скоту или сливается в канализацию, что серьезно нарушает экологию за счет большого содержания органических соединений, способных к окислению [78]. Большинство молокоперерабатывающих предприятий в Российской Федерации относится к малым и средним. Например, в Вологодской области функционируют около 20 молочных заводов, производящих в год более 40 тыс. т сыворотки. Подавляющее большинство предприятий использует на производство сыра и творога меньше 20 т молока, и, следовательно, их относят к категории предприятий, не перерабатывающих сыворотку на пищевые цели. Поэтому сыворотка является резервом для обогащения молочных продуктов ценнейшими незаменимыми аминокислотами и микроэлементами. Известное оборудование, используемое для переработки сыворотки, рассчитано на большую производительность [84, 85]. Использование натуральной сыворотки для обогащения пищевых продуктов не представляется возможным, так как она содержит избыток влаги (94 % - 95 %), а сухое вещество сыворотки – избыток лактозы (70 %) и минеральных веществ (15 %) [11]. Удаление влаги, как правило, осуществляется вакуумным выпариванием с последующей сушкой, а удаление солей чаще всего с использованием электродиализа. В результате получается сухой продукт с большим содержанием лактозы, использование которого в традиционных молочных продуктах весьма ограничено.

Большой вклад в научное развитие переработки молочной сыворотки внесли работы Храмцова А.Г., Липатова Н.Н., Евдокимова И.А., Остроумова Л.А., Гаврилова Г.Б., Нестеренко П.Г., Василисина С.В., Жидкова В.Е., Рябцевой С.А., Крашенинина П.Ф., Кравченко Э.Ф., Коваленко М.С., Залашко М.В., Павлова В.А., Полянского К.К., Дыкало Н.Я., Бачуриной Т.П., Володина Д.Н. и др.

Целью диссертационной работы является разработка кристаллизатора-выпаривателя для переработки НФ-концентрата молочной сыворотки, позволяющего усовершенствовать процесс производства частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки.

Рабочая гипотеза. Была выдвинута гипотеза, заключающаяся в возможности совмещения процессов концентрирования сыворотки и кристаллизации лактозы при организации в кристаллизаторе циклических температурных режимов, что позволит использовать в качестве исходного сырья НФ-концентрат молочной сыворотки.

Объектами исследования являются процессы концентрирования НФ-концентрата молочной сыворотки выпариванием и кристаллизации лактозы, совмещенной с процессом выпаривания.

Предметом исследования является НФ-концентрат молочной сыворотки.

Область диссертационного исследования соответствует пунктам 3.2, 3.3, 3.4, 4 паспорта специальности 05.18.12 Процессы и аппараты пищевых производств.

Методы исследования: изучение и анализ литературы, анализ, синтез, эксперимент, измерение, математическое моделирование, моделирование процессов, статистическая обработка данных.

Научная новизна:

– проведено теоретическое обоснование использования кристаллизатора с воздушным и водяным охлаждением и подогревом для выпаривания НФ-концентрата молочной сыворотки, совмещенного с кристаллизацией лактозы;

– теоретически исследовано влияние продолжительности циклов нагревания и охлаждения, а также расхода воздуха в процессе кристаллизации, совмещенном с выпариванием, на изменение содержания сухих веществ в межкристалльной жидкости и на температурные режимы;

– экспериментально исследовано влияние термодинамических параметров работы кристаллизатора и физико-химических свойств кристаллизата на степень кристаллизации и средний размер кристалла лактозы;

– разработана математическая модель процесса кристаллизации, зависящая от физико-химических свойств кристаллизата (температуры, вязкости, плотности, содержания сухих веществ, растворимости лактозы, пересыщения, теплоты парообразования), расхода воздуха и его термодинамических свойств (температуры, влагосодержания), от термодинамических свойств теплоносителя, подаваемого в рубашку.

Практическая значимость работы:

– предложена новая установка для переработки НФ-концентрата молочной сыворотки, совмещающая в себе процессы выпаривания и кристаллизации лактозы, которая может быть использована на предприятиях, имеющих 10-50 т молочной сыворотки в сутки;

– разработана методика инженерного расчета новой конструкции установки для кристаллизации лактозы;

– разработана энергоэффективная линия производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки и предложено ее аппаратное оформление;

– научные и практические результаты исследований использованы при разработке конструкторской документации на устройство для кристаллизации лактозы с воздушным и водяным охлаждением и подогревом КР.0005;

– опытная модель кристаллизатора-выпаривателя КР.0005 на основе производственных испытаний, проведенных АО «УОМЗ» ВГМХА им. Н.В. Верещагина, рекомендована к внедрению;

– результаты проведенных исследований и научно-инженерных расчетов используются в учебном процессе по направлениям подготовки 15.03.02 Технологические машины и оборудование, 19.03.03 Продукты питания животного происхождения.

Апробация и внедрение результатов: Основные положения диссертационной работы доложены и обсуждены на научно-практических конференциях: VI Ежегодном смотре-сессии аспирантов и молодых ученых ВГМХА им.Н.В.Верещагина, (2012 г.); научно-практических конференциях «Вологодские молочные продукты – основа здорового питания» ВГМХА им. Н.В. Верещагина, (2013-2016 г.); 4-й Международной практической конференции «Научные и практические аспекты совершенствования качества продуктов детского и геродиетического питания», Истра, (2014 г.); Международной научно-практической конференции молодых ученых «Инновационные тенденции развития Российской науки» ФГОУ ВПО КрасГАУ, (2015 г.);III Ежегодной международной научно-практической конференции «Биотехнология: наука и практика» ФГБОУ ВПО Воронежский государственный университет инженерных технологий (2015), Международной научно-практической конференции: «Приоритетные направления развития регионального экспорта продукции АПК» ФГБОУ ВО Красноярский ГАУ, г. Красноярск, (2019);Международной научно-практической конференции «Биотехнологические основы получения и применения природных биологически активных веществ» (Нарочанские чтения - 12) Белорусский государственный университет, Северо-Кавказский федеральный университет, г. Минск – Ставрополь (2020 г.);Всероссийской научно-практической конференции «Безопасность и качество сельскохозяйственного сырья и продовольствия», Москва (2020 г.).

Публикации. По результатам исследований на данный момент опубликовано 19 печатных работ из них 7 в изданиях, входящих в перечень российских рецензируемых научных журналов, рекомендованных ВАК РФ. Получены 2 патента РФ.

Структура и объем диссертации. Диссертация включает введение, 6 глав,

заклучение, список литературы из 160 наименований и приложения. Работа изложена на 163 страницах основного текста, включает 54 рисунка и 19 таблиц.

Научные положения, выносимые на защиту:

- закономерности процесса сгущения НФ-концентрата молочной сыворотки при использовании для нагревания воздушного и водяного теплоносителей;
- закономерности процесса кристаллизации лактозы с циклическими температурными режимами при воздушном и водяном охлаждении и нагревании кристаллизата;
- методика инженерного расчета кристаллизатора-выпаривателя с воздушным и водяным охлаждением и подогревом;
- научно-техническое решение процесса кристаллизации, совмещенного с выпариванием и его аппаратное оформление;
- математическая модель процесса циклической кристаллизации лактозы;
- научно-техническое решение процесса производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки и его аппаратное оформление;
- методика расчета оптимального аминокислотного состава композитного продукта;
- результаты разработки состава пищевого продукта, созданного на основе частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки;
- результаты оценки энергетической эффективности линии производства частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки.

ГЛАВА 1 СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ВОПРОСА И ЗАДАЧИ ИССЛЕДОВАНИЯ

1.1 Свойства молочной сыворотки и ее производство в России

Основным источником молочной сыворотки являются производства сыра и творога, которые неуклонно растут на несколько процентов в год. Производство сыра в настоящее время достигает 200 тыс. т в год. [69, 70]. Если учесть, что на 1 т сыра расходуется в среднем 6,5 т молока, то годовому производству сыра сопутствует выработка $200 \cdot (6,5 - 1) = 1100$ тыс. т подсырной сыворотки. Еще в больших объемах в России вырабатывается творог. Его производство в настоящее время приближается к 500 тыс. т в год. В среднем на 1 т творога расходуется 8 т молока, тогда при выработке творога образуется $500 \cdot (8 - 1) = 3500$ тыс. т творожной сыворотки, что более чем в 3 раза превышает количество годового производства подсырной сыворотки.

Как подсырная, так и творожная сыворотка считаются отходами основного производства сыра и творога, а также казеина, производство которого по объемам значительно уступает производству сыра и творога. Согласно исследованиям консалтинговой компании «НЭО Центр» лишь 21 % молочной сыворотки перерабатывается, 59 % идет на корм сельскохозяйственным животным, а около 20 % сливается в сточные воды [24].

Если рассматривать подсырную сыворотку, то чем крупнее сыродельное предприятие, тем большими возможностями по переработке сыворотки оно обладает. Предприятия мощностью 50 т и более молока на сыр в смену перерабатывают в среднем $2/3$ всего объема сыворотки; мощностью от 20 до 50 т – половину объема; мощностью менее 20 т – $1/3$ объема. Многочисленные предприятия из последней категории (менее 20 т молока на сыр в смену) вообще не перерабатывают сыворотку, а сливают ее в канализацию. Молочная сыворотка

содержит большое количество способных к окислению органических соединений, что обуславливает значительный показатель биохимического потребления кислорода (БПК) молочной сывороткой, составляющий 50-60 г O₂/л, что почти в 200 раз больше, чем для хозяйственно-бытовых сточных вод. Например, для осуществления процесса окисления органических соединений, содержащихся в 25 т молочной сыворотки, требуются столько же кислорода, сколько хозяйственно-бытовым стокам города с населением 40 т. человек. В результате сливания сыворотки в водоемы возникают серьезные экологические проблемы. Попадание сыворотки в водоемы снижает в них концентрацию растворенного кислорода, а взвешенные белковые частицы образуют гниющие донные отложения. Собственные очистные сооружения на предприятиях практически отсутствуют, поэтому сточные воды предприятий попадают на очистные сооружения населенных пунктов, что может привести к выходу их из строя [78].

Парадокс ситуации заключается в том, что молочная сыворотка обладает совершенно уникальными пищевыми лечебными свойствами. В ней содержатся незаменимые аминокислоты, важнейшие микроэлементы, витамины и витаминоподобные вещества. Причем большая часть микроэлементов, витаминов и витаминоподобных веществ переходит из молока в сыворотку в процессе производства сыра и творога [73]. Есть данные, что в сыворотку переходят практически все водорастворимые витамины. Например, переход витаминов С, В₆, В₁₂, В₂, В₁ в сыворотку варьируется от 70 % до 140%. Т.е. в процессе производства основных продуктов происходит дополнительное образование витаминов, которые затем переходят в сыворотку. В сыворотку переходит чуть более 10 % казеина, а также 60 % наиболее ценных для питания человека сывороточных белков, которые идентичны белкам плазмы крови и женского молока. По данным Гаврилова Г.Б. в сыворотку переходят 5,6 % казеина и 95,2 % сывороточных белков. [11, 92]. Отсюда можно сделать вывод, что на степень перехода компонентов молока в сыворотку влияет исходное качество молока, а также ассортимент сыров и творога. В мире известны более 15 000 видов молочной сыворотки, а в России можно насчитать тысячи видов. Имеются данные

о том, что белки молочной сыворотки на 90 % состоят из альбуминов и глобулинов, богатых такими аминокислотами как аргинин, гистидин, метионин, лизин, треонин, триптофан и цистин. Эти белки расходуются организмом для регенерации белков печени и плазмы крови [22,52]. Сывороточные белки и казеин различны по аминокислотному составу. Например, в казеине триптофана в 4 раза меньше, а цистина, содержащего серу, в 19 раз меньше, чем в альбумине, и в 7 раз меньше, чем в глобулине. Лизин, участвующий в защитных реакциях организма, в сывороточных белках также содержится в больших количествах [90].

Биологическая ценность белка может быть определена в сравнении или с женским молоком (гуманизированные продукты) или в сравнении с идеальным белком. В качестве критерия сравнительной оценки с идеальным белком принят аминокислотный скор. Аминокислотный скор можно определить как отношение количества каждой незаменимой аминокислоты в испытуемом белке к количеству той же аминокислоты в гипотетически идеальном белке. Сыворотка является ценным продуктом с точки зрения содержания в ней незаменимых аминокислот. Если сравнить рекомендации FAO/ВОЗ (продовольственный Комитет Всемирной организации здравоохранения) по оптимальному содержанию незаменимых аминокислот в 100 г белка с их содержанием в яичном белке, казеине, сывороточном белке и т.д., то именно аминокислоты сывороточного белка наиболее приближены к идеальному составу. По шкале биологической ценности FAO/ВОЗ белки молочной сыворотки (альбумины и глобулины) имеют биологическую ценность 104 в условных единицах, тогда как молоко всего 82 усл.ед., а казеин 77 усл.ед., следовательно, сыворотка имеет более высокую ценность, чем идеальный белок. Белки молочной сыворотки легко расщепляются в пищеварительном тракте, в результате в крови повышается концентрация аминокислот и пептидов. Поскольку состав сывороточных белков является наиболее приближенным к составу мышечной ткани, то его целесообразно использовать для питания спортсменов с целью поддержания их спортивной формы [130,155]. Состав и функциональные свойства белков достаточно хорошо исследованы. [28, 29, 36, 49, 80, 94].

Почти 95 % углеводов молока при производстве сыра и творога переходит в сыворотку. Углеводы в сыворотке представлены в основном лактозой (70 %). Лактоза имеет сладость в 6 раз меньше, чем сахароза, и в 4,6 раза меньше, чем глюкоза. Она хорошо поглощает ароматические вещества, значительно лучше, чем другие углеводы. Лактоза слабо растворяется в воде и не растворяется в спирте и эфире. Углеводы обладают свойством повышать уровень сахара в крови. По гликемическому индексу углеводы разделяются на «плохие» (индекс выше 50) и «хорошие» (индекс ниже 50). В сравнении с сахарозой, которая имеет гликемический индекс 68, лактоза – всего 46, т.е. она, в отличие от сахарозы, относится к «хорошим» углеводам. Это объясняется медленным усвоением лактозы организмом. К примеру, через 30 минут организм усваивает 29% лактозы и 50% сахарозы. Имея высокие биологические, пищевые и лечебные свойства, но не оказывая значительного влияния на уровень сахара в крови, лактоза может применяться в продуктах для диабетиков. Лактоза повышает иммунитет, положительно сказывается на работе центральной и периферической нервной системы, способствует усвоению кальция, улучшает состояние сердечно-сосудистой системы, повышает усвояемость организмом витаминов Е и РР, способствует поддержанию оптимального энергетического баланса клеток мышечных волокон. Лактоза является сырьем для препарата лактулозы, имеющей широкий лечебный спектр воздействия. Известно, что лактулоза используется при лечении гипераммонемии, почечной недостаточности, портальной системной энцефалопатии. В отличие от антибиотиков, лактулоза обладает хорошей переносимостью и не имеет побочных эффектов. Считалось, что у некоторых людей имеется непереносимость лактозы, однако последние исследования показали, что эта непереносимость связана с попаданием в организм небольшого количества лактозы. Организм «не понимает», что в желудок попала лактоза и не вырабатывает соответствующих ферментов. При увеличении количества лактозы в продукте, например, добавление лактозы к молоку, приводит к тому, что продукт хорошо переваривается.

Уникальные свойства сыворотки были известны много веков назад. Еще в 1849 вышла в свет брошюра под названием «Краткое изложение способа лечения сыворотками и молоком с описанием сыворотко-лечебного заведения в С.-Петербурге». В те времена даже существовали многочисленные медицинские учреждения, например в Швейцарии, где с помощью сыворотки излечивались различные хронические заболевания «органов груди и живота», например «легочная чахотка». В Европе существовало около 400 «станций» по лечению молоком и сывороткой. Следует отметить, что сыворотка, как лечебное средство, упоминается еще в сочинениях Гиппократ, Галена, Цельса, Плиния, Гофмана, Боергана и других, [37, 90, 91]. Употребление сыворотки в лечебных целях доходило до 10-12 стаканов в день.

В настоящее время известны результаты большого количества исследований по применению сыворотки как лечебного средства. Например, сыворотка повышает иммунитет организма, ее рекомендуют применять для профилактики гриппа»[43]. С помощью сыворотки поддерживается и восстанавливается микрофлора организма. Благодаря содержащимся в сыворотке лактофлавины, антитоксинам и ферментам, а также молочному сахару, кальциевым солям, калию, магнию, натрию, лимонной и молочной кислотам, фосфатам и стеринам, она обладает стимулирующим, мочегонным и потогонным действием. Молочная сыворотка стимулирует секрецию желудка, поджелудочной железы и печени[9]. Известно, что сыворотка воздействует на организм как геопротектор [6].

Молочная сыворотка имеет высокую доброкачественность и калорийность (36 % от калорийности молока), обладает хорошей усвояемостью (98 %), является биологически и физиологически полноценным продуктом [90].

Как в России, так и за рубежом, в последнее время уделяется большое внимание гуманизированным продуктам питания, в частности, молочным продуктам, которые по составу приближаются к женскому молоку. Применение для этих целей коровьего молока не позволяет приблизиться к идеальному составу, так как в нем содержится в подавляющем количестве белок в виде

казеина (80 %), тогда как сывороточные белки составляют всего 20 %. В женском молоке, напротив, соотношение казеина и сывороточного белка обратное по сравнению с молоком (80 % сывороточных белков и 20 % казеина). Казеин плохо усваивается человеческим организмом, поэтому гуманизированные продукты из чисто коровьего молока нельзя считать полноценными. Тем не менее, выпускаются гуманизирующие добавки СГД-2, СГД-ЭД, СГД-УФ и сывороточно-белковый концентрат РСБ. Некоторые добавки производят из натуральной сыворотки, которую очищают, а затем сгущают и сушат. Недостатком получаемого таким образом продукта является высокое содержание лактозы 74,7 %, низкое содержание белка 13,6 %, а также высокое содержание солей, что существенно отличается от состава женского молока, к которому должны приближаться гуманизированные продукты. Высокое содержание солей ухудшает вкус продукта, поэтому для их удаления применяют электродиализ. Продукт, получаемый после электродиализа, имеет содержание солей ниже на 40 % -50 %, но повышенное содержание лактозы (76,9 %) [72]. Для удаления избыточной лактозы применяют ультрафильтрацию, с помощью которой увеличивают содержание белка до 44,1 % и снижают содержание лактозы до 44,7 %, что приближает такие продукты по составу к женскому молоку. Однако во время ультрафильтрации значительно обедняется состав сыворотки. При производстве сывороточно-белкового концентрата (содержание белка 86,2 %) получаемый продукт, во-первых, существенно отличается от того эталона, к которому стремятся при создании гуманизированных продуктов, а во-вторых, в нем теряются ценнейшие гуманизирующие составные части сыворотки: витамины, витаминоподобные вещества, микроэлементы, полипептиды и т. д. [19, 44, 98, 103, 107, 109, 115, 116, 118, 128, 131, 138, 139, 145, 146, 148, 72].

В настоящее время сыворотку начинают применять в функциональных молочных продуктах. Например, выделенные из молочной сыворотки короткоцепочечные пептиды стимулируют деление эпителиальных клеток и фибробластов, ферментов и иммуномодуляторов. В творожной сыворотке присутствует лактоферрин, который стимулирует образование костной ткани в

организме, подавляет рост микробов, связанный с захватом ими железа. Также в сыворотке содержится лизоцим, который обладает антибактериальным и противовоспалительным действием, и лактопероксидаза, стимулирующая антиоксидантные процессы. Воздействие на организм пищевых добавок, совмещенных с молочной сывороткой, усиливает положительный эффект. Потребление молочной сыворотки восстанавливает микрофлору кишечника, а также способствует нормализации веса тела. В настоящее время на основе сыворотки разработана целая линейка продуктов с лечебным воздействием на организм, а именно, напитки молочные, кисломолочные, творожные пасты и коктейли [5, 21-23].

В сыворотку переходит почти 53 % сухих веществ молока, 92 % лактозы и 73 % минеральных веществ, и около 90 % влаги [72]. По своему составу сыворотка существенно отличается от состава молока, что затрудняет использование ее в традиционных пищевых продуктах. Для того, чтобы сделать ее пригодной для дальнейшего использования, из нее необходимо удалить избыточное содержание влаги, солей и лактозы. Традиционно, удаление влаги из сыворотки осуществляется на вакуум-выпарных установках с последующей сушкой. В результате получается сухая молочная сыворотка с содержанием влаги не более 5%, белка – 8 % - 10 %, лактозы – 60 % - 70 %, солей – не более 15 % [18]. Избыток соли затрудняет процесс удаления влаги из сыворотки как при вакуум-выпаривании, так и при сушке. Для удаления соли из сыворотки применяют мембранные технологии, как правило, это электродиализ, реже – нанофильтрация. При этом получают деминерализованную сыворотку уровнем деминерализации 25 %, 50 %, 70 % и 90 % (таблица 1.1)[17].

Таблица 1.1 – Состав деминерализованной сыворотки

Наименование показателя	Уровень деминерализации сыворотки, %			
	25	50	70	90
Массовая доля золы, % в пересчете на сухое вещество, не более	6,5	4,0	2,5	1,0
Массовая доля лактозы, % в пересчете на сухое вещество, не более	76,0	78,0	79,0	80,0
Массовая доля белка, % в пересчете на сухое вещество, не более	10,0	10,4	10,7	11,0

Если сравнить сыворотку с разными уровнями деминерализации, то видно, что она содержит избыточное количество лактозы (76 % - 80 %) и недостаточное количество белка (10 % - 11 %). В Европе и Америке, помимо деминерализованной сыворотки, производят сыворотку под названием *partially delactosed whey* (частично делактозировавшую сыворотку), на которую приходится 3 % всей перерабатываемой сыворотки [96]. Количество удаленной лактозы может составлять от 30 % до 70 % и даже достигать 85 % от исходного содержания лактозы [64]. Такая сыворотка может иметь более широкие области применения, например, использоваться для приготовления десертов [65]. В России такая сыворотка не производится, хотя она имеет состав, близкий к составу натурального молока, и может применяться в составе традиционных молочных продуктов.

1.2 Удаление влаги из сыворотки

Одним из главных недостатков сыворотки является наличие большого количества влаги. Содержание сухих веществ в сыворотке почти в 2 раза меньше, чем в молоке, и составляет приблизительно 6 %, поэтому транспортировка сыворотки в ее натуральном виде экономически нецелесообразна [83]. Поскольку сыворотка содержит значительное количество влаги, то для ее концентрирования требуются высокие энергозатраты.

Традиционно, первоначальное удаление влаги из сыворотки осуществляются путем вакуум-выпаривания. Одним из показателей эффективности работы вакуум-выпарных аппаратов является удельный расход пара на килограмм выпаренной влаги. Если сравнить между собой применяемые в настоящее время в промышленности вакуум-выпарные аппараты, то на килограмм выпаренной влаги в циркуляционных вакуум-выпарных аппаратах (Виганд 2000, 4000) он составляет 0,4-0,48 кг/кг, в пленочных аппаратах с

термокомпрессией вторичного пара (ОВВ-2, ОВВ-4) – 0,26-0,3 кг/кг. Чем больше корпусов в аппарате, тем меньше удельный расход пара. В пятикорпусном пленочном вакуум-выпарном аппарате с термокомпрессией производительностью 12300 кг/ч, удельный расход пара на выпаренную влагу составляет всего 0,13 кг/кг. Наименьший расход пара на выпаривание 1кг влаги – в аппаратах с механической компрессией (0,03 кг/кг), однако при этом увеличивается потребление электрической энергии [154]. При температурах кипения, превышающих 50°C-65°C происходит денатурация сывороточных белков, поэтому температура выпаривания в вакуум-выпарных аппаратах не превышает этот порог [18, 85, 86]. Еще одним недостатком сыворотки является интенсивное пенообразование в процессе выпаривания, что приводит к потерям продукта с пеной (до 8 % - 9 %). Попадание сыворотки в конденсат приводит к загрязнению сточных вод [89]. Кроме того, под воздействием высокой температуры в процессе вакуум-выпаривания происходит изменение некоторых аминокислот, а также частично теряются витамины и ферменты. При вакуум-выпаривании происходит концентрирование солей, в частности хлористого натрия, который обладает высокой коррозионной активностью [89]. Расход энергии на выпаривание зависит от степени сгущения продукта. Чем больше степень сгущения продукта, тем больше энергии требуется для удаления того же количества влаги.

Наиболее энергозатратным способом удаления влаги из сыворотки является сушка. Считается, что затраты энергии на удаление влаги в распылительной сушилке в 10-20 раз больше, чем в вакуум-выпарном аппарате [85,154]. Если в вакуум-выпарных аппаратах удельный расход теплоты колеблется в пределах от 240 до 800 кДж/кг, то в распылительных сушилках – от 3949 кДж/кг до 40000 кДж/кг [85, 123].

Еще одним способом удаления влаги из сыворотки, получившим широкое распространение за рубежом, является криоконцентрирование. При этом сыворотку замораживают и получают суспензию из кристаллов льда и концентрированной сыворотки. Затем кристаллы льда отделяют и получают сывороточный концентрат. Криоконцентрирование проводят при температурах от

минус 15 °С до 0 °С), этот способ позволяет сохранить исходные полезные свойства сыворотки, а именно, позволяет наиболее полно сохранить весь комплекс незаменимых аминокислот, а также макро- и микроэлементов сыворотки [85, 88]. К недостатку этого способа относится увеличение потерь ценных компонентов сыворотки со льдом при увеличении концентрации сухих веществ. Эти потери могут достигать 20 % [85]. По этой причине процесс криоконцентрирования осуществляют ступенчато, используя многократно один или несколько аппаратов для кристаллизации и разделения [89]. Исследования последних лет по усовершенствованию технологии позволили сократить потери сухих веществ со льдом до 1 % и ниже, а также разработать высокоэффективные аппараты для криоконцентрирования [33, 34, 51]. С помощью криоконцентрирования можно получать концентраты подсырной сыворотки с массовой долей порядка 27-30% и творожной сыворотки 24 % - 27 % после третьей ступени. Вымораживание творожной сыворотки протекает сложнее, чем подсырной [89]. Криоконцентрирование не нашло широкого применения в России из-за дороговизны оборудования и высоких затрат электроэнергии, которые в 5 раз превышают затраты при вакуум-выпаривании. [13, 14, 15, 35, 48, 77, 85, 90].

В последнее время получили распространение мембранные способы удаления влаги из сыворотки. К ним относятся ультрафильтрация, обратный осмос и нанофильтрация.

При ультрафильтрации сыворотки происходит концентрирование только высокомолекулярных компонентов. Она используется для отделения сывороточных белков от молекул солей и сахаров, которые удаляются вместе с влагой. Давление ультрафильтрации варьируется от 0,2 до 1 МПа [93, 150]. В последнее время есть предложения использовать ультрафильтрацию для концентрирования отдельных аминокислот [39, 40]. К недостатку процесса ультрафильтрации относится необходимость осветления сыворотки (отделение остатков жира и казеина), пастеризации для подавления заквасочных культур и осаждения фосфата кальция перед подачей в установку. Недостаточно полная подготовка молочной сыворотки приводит к существенному снижению

технических характеристик мембранных установок. Для преодоления указанных недостатков применяют 2-стадийное концентрирование с применением нанофильтрации и обратного осмоса. Частично недостатки ультрафильтрационной установки могут быть устранены применением керамических мембран.[79].

Процесс отделения влаги при обратном осмосе происходит через полупроницаемые мембраны под давлением, превышающем осмотическое. Давление над мембранами зависит от свойств обрабатываемого раствора и может достигать 10 МПа. Мембраны пропускают растворитель и задерживают молекулы и ионы растворенных веществ, молекулярная масса которых превышает 50 Да [26, 42, 85]. При обработке молочной сыворотки обратным осмосом происходит концентрирование в ней сухих веществ, в том числе молочной кислоты и минеральных солей. Достоинства данного метода: низкие затраты энергии на удаление влаги (в 7,7 раза меньше чем при многокорпусном вакуум-выпаривании) [110]; возможность осуществления процесса при различной температуре, которая позволяет исключить температурное воздействие на термолабильные компоненты сыворотки. Недостатком обратного осмоса является невозможность превышения предельной концентрации. Обратный осмос не позволяет превысить уровень концентрации сыворотки 20 % - 30 % [85]. Есть данные, что эта концентрация не может превышать 18 % - 20 % [154]. Еще одним недостатком обратного осмоса, так же как и выпаривания и криоконцентрирования является высокая кислотность и минерализованность полученного концентрата. Концентраты творожной сыворотки, полученные вакуум-выпариванием, криоконцентрированием и обратным осмосом, имеют выраженный кислый, а после нейтрализации, горько-соленый вкус и требуют дополнительной деминерализации с помощью электродиализа либо ионного обмена, совмещенных с нейтрализацией [87].

В последнее время широко используется нанофильтрационное концентрирование сыворотки. Отделение влаги осуществляется под давлением от 0,5 МПа до 4 МПа через полупроницаемые мембраны. При нанофильтрации

размер задерживаемых частиц составляет от 200 до 500 Да [134, 143, 150]. Структура нанофильтрационных мембран позволяет пропускать одновалентные ионы и задерживать большинство двухвалентных. Поэтому нанофильтрация часто применяется для разделения ионов с различной валентностью, а также для разделения высоко- и низкомолекулярных растворов [71, 140, 149, 155]. Нанофильтрация позволяет осуществлять частичное обессоливание воды, а также сыворотки [2, 7, 10, 47, 121, 122, 132]. Мембраны, применяемые в молочной промышленности, имеют молекулярную массу отсечки порядка 200-300 Да, обладают высокой проницаемостью по одновалентным элементам (40 % - 90 %) и низкой по многовалентным (5 % - 20 %), что позволяет им задерживать наиболее ценные компоненты молочной сыворотки: лактозу, белки, полипептиды, витамины, кальций и магний; пропуская при этом ионы натрия, калия и частично молочную кислоту [31, 120, 125]. Если сравнить нанофильтрацию с другими барометрическими способами отделения влаги, то она имеет ряд преимуществ. Она осуществляется при более низком давлении разделения, с меньшими энергозатратами на удаление влаги, чем обратный осмос. С помощью нанофильтрации можно получать более концентрированную сыворотку с частичной деминерализацией и раскислением, при этом потери по лактозе и белку составляют ничтожно малые доли. [100, 9101, 106, 119-121, 126, 132, 144, 149, 152] Исследованиям процесса нанофильтрации большое внимание уделяется за рубежом. [101, 114, 121, 127].

1.3 Удаление солей из сыворотки

В промышленности для деминерализации сыворотки применяют 3 основных способа: ионный обмен, электродиализ и нанофильтрация.

Сущность ионного обмена заключается в обмене ионами между смолой и растворителем, в результате которого смола поглощает из раствора катионы Na^+ ,

K^+ , Ca^{++} и т.д. и анионы Cl^- , SO_4^- и т.д., входящие в состав солей, и отдает в него катионы H^+ и анионы OH^- . Сыворотку пропускают через ионообменники, пока они не насытятся катионами и анионами [139]. Теоретически ионообмен является очень эффективным способом обессоливания сыворотки, с помощью которого можно удалить до 99 % солей. Однако процессу ионообмена препятствуют белковые фракции, которые оседают на поверхности смол, что приводит к потерям части сывороточных белков. Кроме того происходит смешивание ионообменных смол с компонентами сыворотки, что в дальнейшем затрудняет их регенерацию, поэтому применение ионообмена требует глубокой предварительной очистки сыворотки. В процессе ионообмена смола теряет свой заряд и для возобновления работы требует восстановления, осуществляемого применением большого количества химических реагентов, хранение которых на пищевых предприятиях затруднительно. Кроме того, ионообменные смолы должны обладать свойствами, позволяющими им контактировать с пищевыми продуктами. Все эти факторы, включая низкую производительность установок, не позволяют широко применять ионообмен для деминерализации молочной сыворотки. Ионообмен используется только при производстве высококачественной лактозы, а также на последнем этапе глубокой очистки сыворотки от солей [27, 30, 85, 160, 73].

Наиболее широко применяемым способом обессоливания сыворотки является электродиализ. Электродиализ представляет собой электрохимический процесс, при котором минеральные вещества из сыворотки проходят ионоселективные катионитовые и анионитовые мембраны, при этом под действием постоянного электрического тока удаляются минеральные компоненты и молочная кислота. При электродиализе почти полностью удаляются одновалентные ионы, такие как натрий, калий, хлор и большая часть двухвалентных (кальций, магний, гидрофосфаты). Например, при степени деминерализации 50 % из сыворотки удаляется свыше 60 % ионов калия и 50 % ионов натрия, тогда как содержание солей кальция снижается всего на 15 %, а соли магния практически не удаляются. Из творожной сыворотки при

электродиализной обработке дополнительно удаляются органические кислоты. При 50 % уровне деминерализации молочной сыворотки степень удаления молочной кислоты составляет 70 %, а при 90 % деминерализации – достигает 90 %. Это улучшает органолептические свойства сыворотки и ее качество. Уже при уровне деминерализации 50 % кислая сыворотка приобретает сладковатый вкус, а при дальнейшей деминерализации – сладкий. Максимальный уровень деминерализации сыворотки при электродиализе может достигать 90 %. При этом существенного изменения состава электронейтральных компонентов (лактоза, молекулы белка, витамины) сыворотки практически не происходит. К примеру, потери белка составляют 3 % - 4 %, причем количество небелкового азота уменьшается на 25%, а потери лактозы при 90 % деминерализации составляют 6 % [86]. Получаемая в результате электродиализной обработки сыворотка хорошо поддается процессам вакуумного сгущения и кристаллизации, а также хорошо сушится и имеет высокие органолептические свойства, при этом растворимость сухой сыворотки повышается. Такая сыворотка имеет широкий спектр применения. Перед электродиализной обработкой необходимо предварительно провести сепарирование сыворотки для ее очистки от жира, казеиновой пыли и коагулированных сывороточных белков, так как в процессе электродиализа они оседают на поверхности мембран, затрудняя их работу.[16, 30, 41, 50, 105, 113, 125, 154].

Процесс нанофильтрации классифицируют как баромембранный, занимающий по размеру пор мембран промежуточное место между ультрафильтрацией и обратным осмосом. Нанофильтрационные мембраны пропускают воду с растворенными в ней одновалентными минеральными веществами и задерживают основные компоненты сыворотки (лактозу, белок, сложные витаминные комплексы и витаминоподобные вещества). Механизм задержания поливалентных ионов в процессе нанофильтрации объясняется как ситовым механизмом (механизм просеивания), так и электрическими силами [135]. Перенос растворенного вещества включает два этапа: 1. Распределение ионов на селективной поверхности, согласно заряду; 2. Перенос с помощью

диффузии конвекции и электрофоретической миграции [104]. В настоящее время нанофильтрацию используют для выработки деминерализованной до 30-50% концентрированной молочной сыворотки [154]. Все мембранные методы, включая нанофильтрацию, требуют предварительной очистки сыворотки от жира и взвешенных частиц. Качество нанофильтрации зависит от типа мембран, размера их пор, режимов фильтрации (температуры и давления), кислотности сыворотки и т.д. Как известно, при нанофильтрации удаляются преимущественно одновалентные катионы (натрий, калий), а также анионы (хлор). При этом практически не удаляются двухвалентные положительные ионы (кальций), а также фосфат- и сульфат-ионы. В процессе нанофильтрации удаляется около 15% молочной кислоты.

Для увеличения степени деминерализации сыворотки до 40-50% применяют диафильтрацию. При этом возрастают энергозатраты и требуется большой расход специально подготовленной деионизированной воды. В процессе диафильтрации ретентат разбавляется водой, что несколько увеличивает потери лактозы и таких низкомолекулярных ценных компонентов сыворотки, как аминокислоты, витамины и др. К недостаткам нанофильтрации относят высокое давление и относительно низкую степень деминерализации. Преимуществом нанофильтрации считается возможность одновременной частичной деминерализации, совмещенной с процессом концентрации сыворотки, что снижает энергопотребление при дальнейшей обработке сыворотки. Для дальнейшей деминерализации применяют электродиализ. Концентрирование сыворотки в процессе нанофильтрации положительно сказывается как на ее дальнейшей электродиализной обработке, так и на процессах кристаллизации и сушки [27].

Известно, что процессы концентрирования, деминерализации и раскисления кислой сыворотки с помощью нанофильтрации протекают значительно эффективней по сравнению с подсырной. Это объясняется более интенсивным переносом минеральных веществ через нанофильтрационную мембрану при низких значениях pH [99]. По своей структуре

нанофильтрационные мембраны представляют собой тонкопленочные композитные мембраны. При нейтральном pH нанофильтрационные мембраны преимущественно имеют отрицательный заряд [142].

Движущую силу в процессе нанофильтрации можно определить как разность между статическим давлением в растворе и разностью осмотических давлений между раствором и фильтратом. Теоретически процесс нанофильтрации представляют протекающим через параллельные друг другу поры, имеющие идеальную цилиндрическую форму. При этом профиль потока подчиняется закону Пуазейля. Растворенное вещество представляют в виде твердых сфер, перемещающихся по каналам с небольшой скоростью. [109, 136, 161]. Реальная структура мембран отличается от теоретической. В ней есть свободные пространства, размер которых зависит от степени открытости мембраны [129, 137]. Теория нанофильтрации заряженных растворов базируется на двух механизмах распределения ионов. Первый механизм исключения Доннана заключается в отталкивании ионов раствора одноименными ионами мембраны и пропускание ионов с противоположным зарядом. Вторым механизмом диэлектрического исключения состоит в образовании поляризованного слоя молекул воды в порах и на поверхности мембраны под действием заряда мембраны и момента диполя воды. Поляризация приводит к снижению диэлектрической постоянной внутри поры, таким образом вызывая снижение ее проницаемости в отношении заряженных веществ раствора. [117, 157, 158, 104, 140, 151, 153].

Реальный процесс нанофильтрации многокомпонентных растворов значительно сложнее представленных теоретически. Их теоретическое описание требует введения поправочных коэффициентов, определенных экспериментально. Взаимосвязи между компонентами полидисперсных растворов в процессе нанофильтрации изменяются по мере их концентрирования, что еще больше осложняет теоретическое описание. Нанофильтрация является альтернативой концентрированию и деминерализации сыворотки с помощью вакуум-выпаривания и электродиализа. В особенности до уровня деминерализации 50%,

который наиболее часто используется на молокоперерабатывающих предприятиях и в большинстве случаев достаточен для применения творожной сыворотки в пищевых продуктах [20, 31, 46, 113, 119].

С целью интенсификации процесса нанофильтрации применяется диафильтрация и используются мембраны с высокой проницаемостью по минеральным веществам. Сущность диафильтрации заключается в добавлении в сыворотку определенных объемов деионизированной, либо умягченной воды в процессе нанофильтрации. Традиционно, процесс диафильтрации включает в себя 3 ступени: предварительное концентрирование, разбавление деионизированной водой и окончательное концентрирование [102]. Важность диафильтрации, как способа повышения степени деминерализации сыворотки в процессе нанофильтрации, отмечается рядом авторов [106, 132, 149]. Диафильтрация может, к примеру, проводиться непрерывным способом. При этом в емкость с сывороткой постоянно добавляют деионизированную воду из расчета 0,5-0,75 л на каждый литр удаленного фильтрата. В результате получается концентрат с массовой долей сухих веществ 20-22 % и уровнем деминерализации 55-60 % [147]. Считается, что данный метод является берегающим относительно расхода деионизированной воды [110, 111, 160]. Однако при этом производительность процесса мембранной обработки снижается. Установлено, что наиболее оптимальный режим диафильтрации может быть осуществлен после предварительного концентрирования сыворотки с помощью нанофильтрации до массовой доли сухих веществ 14-16% при удельной скорости фильтрации 20 л/м²·ч, температуре 40°C и давлении в мембранном модуле 2,5 МПа. При этом расход деионизированной воды сокращается в 7-14 раз. Степень деминерализации творожной сыворотки при использовании диафильтрации может достигать 55 %. Раскисление повышается с 10 % до 30%. Массовая доля сухих веществ может достигать 28 %, при этом заключительный этап обработки сопровождается повышением давления с 2,5 МПа до 3 МПа. [31]

1.4 Удаление лактозы из сыворотки

Одним из недостатков сыворотки является избыток лактозы. Как видно из таблицы 1.1, при уровне деминерализации 25 % она составляет 76 %, а при уровне деминерализации – 90 % содержание лактозы в сыворотке – 80 %. Содержание белка, соответственно, – 10 % и 11%. Тогда соотношение лактозы и белка составляет 7,6 и 7,3, что не соответствует составу коровьего (1,4) и даже женского молока (2,7). Поэтому добавка сыворотки к молочным продуктам существенно изменяет их состав. Для получения сыворотки с составом, близким к составу молока необходимо удалить из нее избыточную лактозу.

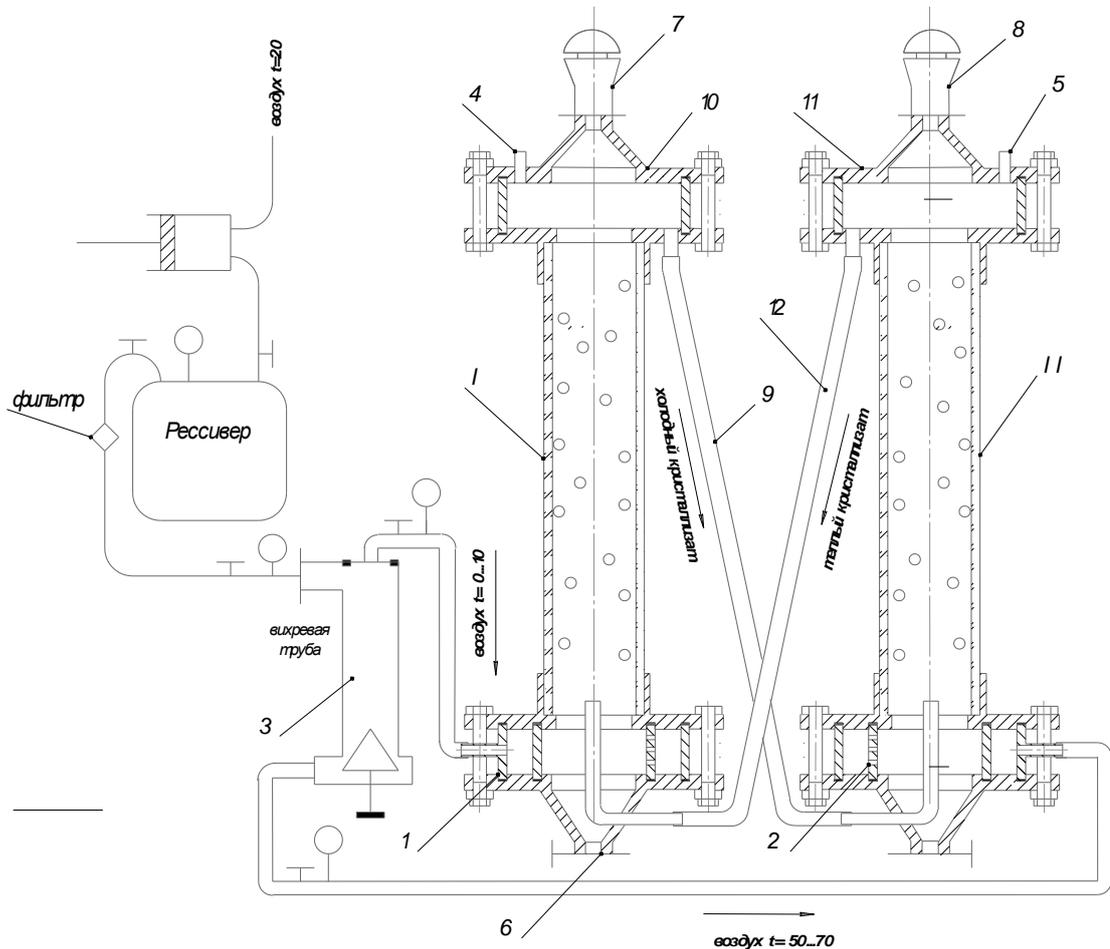
Известен способ отделения лактозы из осветленной творожной сыворотки методом гиперfiltrации через полупроницаемую мембрану [4]. В настоящее время широкое распространение получило производство безлактозных и низколактозных продуктов, например молока, сыра и др., в которых лактоза удаляется методом ферментации химозином, мембранного разделения и колонной хроматографии [53]. Для удаления лактозы из молочного сырья применяют обратный осмос, нанофильтрацию, ультрафильтрацию и микрофильтрацию [54]. Удаление лактозы методом ферментации химозином не позволяет получить сыворотку, которая имеет пищевую ценность. Способ удаления лактозы мембранным разделением и колонной хроматографией имеет низкую производительность и сложен для промышленного производства. Наиболее дешевым широко применяемым в промышленности способом удаления лактозы из сыворотки является ее кристаллизация и механическое отделение. Как правило, этот способ применяют для производства лактозы, при этом сыворотка чаще всего теряет свои пищевые свойства и используется на корм скоту. Потеря пищевых свойств сыворотки связана с ее предварительным осветлением с применением раскисления. Иногда для сохранения пищевых свойств сыворотки раскисление производят путем ее нагрева барботированием пара.

Для кристаллизации лактозы в промышленности применяют кристаллизаторы с механическим перемешиванием и охлаждением кристаллизата. Кристаллизатор КСМ-67 представляет собой горизонтально расположенную ванну с полуцилиндрическим дном, установленную на раме. Объем ванны – 1 м³. Охлаждение производится путем подачи холодной воды внутрь полой мешалки [88]. К недостаткам кристаллизатора относятся инкрустация кристаллов молочного сахара на поверхности перемешивающего устройства, а также сложная конструкция сальниковых устройств, обеспечивающих подачу холодной воды внутрь мешалки. Кроме того, работа кристаллизатора связана с большим расходом охлаждающей воды (500 л/ч) и большой занимаемой им площадью. Кристаллизатор марки РЗ-ОКО представляет собой ванну с охлаждающей рубашкой и мешалкой. Недостатком данного кристаллизатора также является инкрустация кристаллами поверхности теплообмена и большой расход воды. Кристаллизатор КМСР-72 представляет собой горизонтально расположенную ванну, установленную на раме с полуцилиндрическим двойным дном и двойными стенками, между которыми пропускается охлаждающая вода. Кристаллизатор имеет недостатки аналогичные предыдущим.

В настоящее время разработан кристаллизатор с гидропульсатором [88], однако в нем не полностью исключены недостатки, присущие перечисленным выше. Двойная система охлаждения предложена в кристаллизаторе с импульсным электродинамическим излучателем [55]. Данная конструкция обеспечивает интенсивное перемешивание кристаллизата, но имеет повышенный расход охлаждающей воды и громоздкое сложное устройство. Известна еще одна модель кристаллизатора с гидропульсатором, имеющая более простую конструкцию [56]. Некоторое снижение энергопотребления и упрощение конструкции кристаллизатора не освобождает полностью рассматриваемое устройство от перечисленных выше недостатков его аналогов. В кристаллизаторе с шнековым перемешивающим устройством [57] достигается интенсивная турбулизация потока, тем не менее, осаждение кристаллизуемого продукта в

нижней части кристаллизатора не позволяет повторно включить мешалку после отключения привода, что снижает надежность эксплуатации данной конструкции.

Известен вертикальный кристаллизатор с воздушным охлаждением и подогревом (рисунок 1.1), исключаящий кристаллизацию лактозы на охлаждаемой поверхности [58].



1 – труба для кристаллизации; 2 – барботер; 3 – вихревая труба; 4,5 – штуцер для заливки кристаллизата; 6 – штуцер для удаления крупных кристаллов; 7,8 – отверстие для отвода воздуха и удержания пены; 10,11 – верхняя крышка; 12 – труба для теплого кристаллизата.

Рисунок 1.1 –Схема опытной барботажной установки для кристаллизации лактозы

Принцип действия аппарата заключается в следующем. Циркуляция раствора в колоннах осуществляется за счет поступающего через барботеры 1 и 2 воздуха. В колонну I подается холодный воздух с температурой 0 °С - 10 °С, который, охлаждая кристаллизат, способствует процессу кристаллизации лактозы. Образующиеся при этом крупные кристаллы оседают на дно колонны I. Мелкие кристаллы вместе с потоком раствора поднимаются вверх, а затем перетекают по

трубе 9 в колонну II. В колонне II мелкие кристаллы растворяются за счет высокой температуры раствора, так как в нее через барботер 2 подается горячий воздух с температурой 50 °С - 70 °С. Растворение мелких кристаллов повышает степень насыщения раствора. Теплый насыщенный раствор по трубе 12 возвращается в колонну I. Кристаллы в колонне I находятся во взвешенном состоянии, поддерживаемые вертикальным газожидкостным потоком. Кристаллы в колонне I растут до таких размеров, пока газожидкостный поток еще способен удерживать их во взвешенном состоянии. Крупные кристаллы выпадают вниз и удаляются из колонны через штуцер 6. Такая конструкция кристаллизатора интенсифицирует циркуляцию раствора в аппарате, создает лучшие условия кристаллизации и насыщения циркулирующего раствора, позволяет растворять мелкие и выращивать крупные однородные кристаллы и, в конечном итоге, интенсифицирует процессы массопередачи, роста кристаллов и повышает производительность аппарата.

Интенсивное перемешивание за счет барботирования воздуха ведет к образованию мелкокристаллического молочного сахара, что затрудняет его последующее отделение от мелассы. Для растворения мелких кристаллов и интенсификации роста крупных в кристаллизатор периодически подается горячий воздух, за счет чего происходит растворение мелких кристаллов и повышение концентрации раствора [74]. При последующей подаче холодного воздуха начинается более интенсивный рост крупных кристаллов [1]. Такое пятикратное чередование температурных режимов с выдержкой после подачи холодного воздуха при общей продолжительности процесса кристаллизации 22 часа позволяет получить кристаллы размером в среднем 540 мкм. Кристаллизатор состоит из 2-х вертикальных колонн с барботерами в виде перфорированных цилиндрических вставок, через которые с помощью компрессора периодически подается горячий и холодный воздух. Горячий воздух имеет температуру 50 °С - 70 °С, а холодный – 0 °С - 10 °С [38]. Для охлаждения и нагревания воздуха используется вихревая труба Ранка-Хильша [32, 45].

В процессе кристаллизации необходимо добавлять сыворотку, так как используемая изначально сыворотка с содержанием сухих веществ 55 % в процессе барботирования горячего воздуха концентрируется до еще более высокого содержания сухих веществ. Это увеличивает ее вязкость и затрудняет процесс кристаллизации. В связи с этим представляется целесообразным начинать процесс кристаллизации при более низкой концентрации раствора. Воздух, подаваемый в кристаллизатор с воздушным охлаждением и подогревом, будет одновременно поддерживать соответствующий температурный режим и способствовать процессу выпаривания и, соответственно, концентрации кристаллизата. Это позволит избежать повышения вязкости, отрицательно влияющей на процесс кристаллизации.

1.5 Выпарные кристаллизаторы

Известны конструкции выпарных кристаллизаторов, в которых кристаллизация осуществляется преимущественно путем удаления растворителя при выпаривании. В выпарных кристаллизаторах предусмотрен внешний подвод тепла и принудительная циркуляция для интенсификации процесса теплообмена [8].

Например, выпарной аппарат для упаривания и кристаллизации солевого раствора, в котором происходит интенсивное кипение раствора. Для уменьшения уноса капель раствора с паром в нем предусмотрены отбойники и каплеуловитель в виде циклонной ловушки, которые периодически промываются. Недостатком этого аппарата является то, что вместе с паром уходят капли упаренного раствора. В результате на стенках сепаратора и ловушки откладываются соли. Отделяясь от стенок, солевые отложения закупоривают греющие трубки. Кроме того, отложения солей увеличивают сопротивление потоку пара, уменьшая производительность аппарата. Упрощение конструкции сепаратора исключением

каплеуловителей и тангенциальная подача раствора хотя и устраняют возможность засорения сепаратора отложениями, однако не обеспечивают достаточную высокую степень очистки пара.

Известен выпарной аппарат для кристаллизующихся растворов, включающий сепаратор, размещенные в сепараторе каплеуловитель и центробежный отбойник с центральным отверстием, по оси которого установлена форсунка, соединенная с устройством для подачи исходного раствора. Недостатком этого аппарата является то, что отделение капель упаренного раствора из него происходит при этом только за счет центробежных сил. Капли попадают на внутреннюю стенку сепаратора, расположенную в зоне выхода пара, поэтому на вторую ступень в каплеуловитель поступает пар, содержащий капли упаренного раствора. В результате на поверхности элементов каплеуловителя происходит кристаллизация солей.

Выпарной аппарат для кристаллизации растворов, предлагаемый для применения в химической промышленности, содержит вертикальную греющую камеру, сепаратор, подключенный к ней посредством циркуляционной трубы, размещенные в сепараторе каплеуловитель и центробежный отбойник с центральным отверстием, по оси которого установлена форсунка, соединенная с устройством для подачи исходного раствора. Сепаратор снабжен перфорированным конусом, размещенным снаружи форсунки в центральном отверстии центробежного отбойника, при этом форсунка установлена в вершине перфорированного конуса, что повышает эффективность очистки вторичного пара [60].

В некоторых выпарных кристаллизаторах циркуляция раствора осуществляется специальными насосами [61]. Недостатками выпарного аппарата с горизонтально установленным циркуляционным насосом являются необходимость для размещения значительных производственных площадей, быстрый износ подшипников и сальниковых уплотнений вала. Аппараты с принудительной циркуляцией не могут обеспечить оптимальное наполнение выпарного кристаллизатора раствором.

Известен выпарной аппарат-кристаллизатор, который содержит греющую камеру, верхнюю и нижнюю растворные камеры, циркуляционную трубу, вертикальный циркуляционный насос, сливной бачок с паровой, отводящей и сливной трубами, в конструкции которого частично преодолены недостатки аппарата с горизонтальным насосом [62].

Известен аппарат для кристаллизации растворов, включающий сепаратор с подъемной трубой, циркуляционный насос, гидроциклон, опускную и напорную трубы, образующие циркуляционный контур. Данный аппарат позволяет увеличить размеры получаемых кристаллов и повысить его эксплуатационную надежность [63]. Общим недостатком выпарных кристаллизаторов, применяемых в смежных отраслях промышленности, является сложность конструкции и большие расходы энергии.

1.6 Способы получения частично делактозированной деминерализованной сыворотки

Как уже упоминалось выше, в западных странах нашла применение сыворотка, из которой удалена часть солей и лактозы.

Например, из патента США «Обработка сыворотки» следует, что натуральная сыворотка подвергается концентрированию и кристаллизации лактозы. Затем из нее удаляют кристаллы лактозы. Полученную сыворотку осветляют и подвергают электродиализу. Такая сыворотка может быть дополнительно сконцентрирована и высушена. В результате получают сухую деминерализованную сыворотку. Такой способ переработки был предложен для сохранения наиболее ценных пищевых компонентов, содержащихся в сыворотке, и удаления из нее тех компонентов (лактозы и солей), которые придают ей нежелательные вкусовые характеристики. Избыточное содержание солей одновалентных катионов оказывает вредное действие на организм. Удаление из

натуральной сыворотки солей ионообменом или электродиализом затруднительно, поскольку происходит засорение как ионообменных смол, так и мембран, что снижает производительность. Удаление лактозы и солей приводит к увеличению содержания белка, как наиболее ценного компонента сыворотки. Тем более, что избыток лактозы и соли усложняет процесс сушки.

Для получения частично делактозированной деминерализованной сыворотки используется сыворотка, полученная при производстве сыра «Чеддер», кислая творожная сыворотка и нейтрализованная сладкая творожная сыворотка. Сыворотка подвергается концентрированию с помощью вакуум-выпаривания до содержания сухих веществ 50 % - 60 % [65, 73]. Далее осуществляют кристаллизацию лактозы. Удаление крупных кристаллов лактозы из сыворотки осуществляется путем центробежного сепарирования. Количество лактозы, удаляемой на данном этапе, может составлять от 30 % до 70 %. Далее сыворотку подвергают центрифугированию или просеиванию для удаления более мелких кристаллов. На следующем этапе сыворотку нагревают от 43 °С до 50°С для устранения остаточных кристаллов лактозы. Далее производят осветление сыворотки до рН от 3,9 до 6,5 для сыворотки сыра «Чеддер», от 3,9 до 4,2 для творожной сыворотки и от 4,65 до 6,5 для нейтрализованной сладкой творожной сыворотки. Осветленная сыворотка подвергается электродиализу для снижения содержания солей до 55%. В результате получается продукт, который далее снова концентрируется на вакуум-выпарном аппарате от 33 % до 55% сухих веществ, а затем высушивается на распылительной сушилке.[65]

Положительным результатом предложенного способа является снижение соотношения суммарной массы натрия и калия к массе кальция в продукте по сравнению с исходной сывороткой. Во многих случаях, например, для детского питания, желательно иметь пониженное содержание натрия и калия по сравнению с содержанием кальция. Перед электродиализом соотношение суммарной массы натрия и калия с массой кальция в продукте составляет от 4:1 до 6:1. После 20 % деминерализации это соотношение составляет 2:1, а после 55 % деминерализации – 1:6. Объясняется данный факт тем, что, хотя некоторое количество кальция

подвергается электродиализу при деминерализации от 20 % до 55 %, процентное содержание кальция в конечном продукте увеличивается, а не снижается. Это вызвано тем, что ионы натрия, калия и хлора, концентрация которых изначально высокая, удаляются быстрее, чем ионы кальция. В рассматриваемом способе производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки за счет частичного удаления солей (преимущественно одновалентных) и лактозы получается сбалансированный по минеральному, белковому и углеводному составу продукт, который по сухому веществу имеет следующий состав: лактозы – 45 % - 52 %, белка – более 18 % - 24 %, солей – не более 8 % - 13 %.

Данный продукт может быть использован в пищевых целях как самостоятельный или в смеси с другими продуктами, повышая их пищевую ценность. Относительно низкое содержание натрия расширяет области применения этого продукта. Причем общий уровень содержания минеральных веществ находится в диапазоне, обычно считающемся более желательным с точки зрения общей пищевой или органолептической приемлемости. Как известно, натуральная сыворотка из-за высокого содержания лактозы и минеральных солей плохо подвергается сушке. Полученная предложенным способом деминерализованная делактозированная сыворотка хорошо сушится, без налипания на стенки сушильной башни. Полученный сухой продукт обладает стойкостью к слеживанию, негигроскопичен по отношению к атмосферной влаге, и поэтому его можно хранить и продавать в контейнерах, которые негерметичны. Он обладает стойкостью вкуса и не подвержен потемнению в процессе хранения. Данный способ получения частично делактозированной деминерализованной сыворотки предполагает возможность использования ее в качестве компонента в продуктах детского питания и, например, в получении продукта высокой биологической ценности при смешивании полученной данным способом сыворотки с отрубями. Из свежей сыворотки сыра чеддер производят частично делактозированную сыворотку следующим способом: концентрируют ее вакуум-выпариванием до содержания сухих веществ 55%, затем кристаллизуют и центрифугируют.

Путем центрифугирования из него удаляется 55 % лактозы. Если провести повторное концентрирование с последующей кристаллизацией, то в результате после центрифугирования кристаллизата удаляется 80 % исходной лактозы. Отделенную мелассу нагревают до 49 °С и выдерживают 20 минут. Далее ее осветляют на центрифуге и подвергают электродиализу. Электродиализ проводится до достижения 45 % деминерализации. Полученный концентрат доводят до рН 5,0 добавлением извести. Далее продукт концентрируют вакуумным выпариванием до содержания сухих веществ 50 %, а затем высушивают распылением. Сухая частично делактозированная деминерализованная сыворотка, имеет состав: лактоза – 43,0 %, белок – 33 %, зола – 11,5 %, влага – 7,2 %. Способ производства частично делактозированной деминерализованной сухой сыворотки из творожной сыворотки заключается в следующем.

Сырую сыворотку нагревают до 74 °С и выдерживают при такой температуре 1 минуту. Творожную сыворотку концентрируют до 54 % сухих веществ. Затем концентрат кристаллизуется. Путем центрифугирования из него удаляется 55 % лактозы. Далее осуществляется вторая стадия выпаривания, кристаллизации и удаления кристаллов, при которой в общей сложности удаляется 80 процентов исходного содержания лактозы. Концентрат сыворотки нагревают до 49 °С и выдерживают 30 минут. Сыворотку осветляют, подвергают электродиализу (до 45% деминерализации), концентрат доводят до рН 5,0 добавлением небольшого количества гидроксида кальция, а затем сушат в распылительной сушилке. В результате получается сухая частично делактозированная деминерализованная сыворотка, имеющая состав: лактоза – 43,5 %, белок – 36,0 %, зола – 12,0 %, влага – 7,5 %. [65].

Аналогичный способ производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки предложен в Великобритании [66].

1.7 Основные выводы и постановка задач исследования

На основе проведенного литературного обзора можно заключить следующее: в России сыворотка часто сливается в канализацию (особенно на малых предприятиях), что наносит существенный вред экологии. В то же самое время сыворотка является ценнейшим пищевым продуктом, включающим все необходимые организму аминокислоты, минеральные вещества, витамины и единственный углевод животного происхождения – лактозу. К недостаткам сыворотки относятся избыток влаги, минеральных веществ и лактозы, что затрудняет ее применение как пищевого продукта. Для удаления влаги в промышленности чаще всего применяется вакуум-выпаривание и сушка. Минеральные вещества удаляют с применением нанофильтрации, ионообмена, а чаще всего для этой цели используется электродиализ. Лактоза может быть удалена методом гиперфильтрации, ферментации химозином, колонной хроматографии, а также баромембранными методами.

Наиболее дешевым широко применяемым в промышленности способом удаления лактозы из сыворотки является ее кристаллизация и механическое отделение. Чаще всего сыворотку применяют для получения лактозы, сухой деминерализованной сыворотки, сывороточно-белкового концентрата, которые используются в медицине, геронтологии, в детском и спортивном питании, в гуманизированных и функциональных продуктах. Недостатком сухой деминерализованной сыворотки является избыток в ней лактозы. Недостатком сывороточно-белкового концентрата является потеря ценнейших гуманизирующих составных частей сыворотки: витаминов, витаминоподобных веществ, микроэлементов, полипептидов и т. д. Эти недостатки отсутствуют у делактозированной деминерализованной сыворотки, которая производится в западных странах. По белково-углеродо-минеральному составу эта сыворотка мало отличается от молока и может иметь широкое применение в пищевой

промышленности, при этом ее пищевая ценность выше пищевой ценности молока.

Способ производства делактозированной деминерализованной сыворотки по западным технологиям включает вакуум-выпаривание, электродиализ и кристаллизацию, и предполагает переработку больших объемов сыворотки. В России чаще всего на предприятиях имеются небольшие объемы сыворотки, получаемой в результате производства сыра и творога (до 20 т в сутки). Использование высокопроизводительных вакуум-выпарных аппаратов, электродиализных установок и промышленных кристаллизаторов на таких предприятиях экономически нецелесообразно. Одним из путей решения этой проблемы может быть применение перспективного и энергоэффективного метода – нанофильтрации, которая обеспечивает одновременное концентрирование, деминерализацию и раскисление пищевых растворов. Энергозатраты при концентрировании молочной сыворотки с помощью нанофильтрации до умеренных концентраций на порядок ниже, чем при вакуум-выпаривании. Но концентрация сыворотки при нанофильтрации недостаточна для проведения процесса кристаллизации лактозы.

Таким образом, можно заключить следующее: разработка устройства для осуществления дальнейшего сгущения НФ-концентрат и кристаллизации лактозы, позволит получить кристаллизат, из которого лактозу можно удалить механическим путем, получив в результате делактозированную деминерализованную сыворотку, что позволит решить проблему использования отходов производства сыра и творога на пищевые цели.

На основании анализа литературных источников поставлены следующие задачи исследований:

– проанализировать возможность использования известного барботажного кристаллизатора с воздушным охлаждением и подогревом для совмещения процесса сгущения НФ-концентрата молочной сыворотки и кристаллизации лактозы;

- разработать конструкцию кристаллизатора, позволяющую совместить процессы кристаллизации и выпаривания НФ-концентрата молочной сыворотки на основе анализа гидродинамических и термодинамических процессов;
- провести экспериментальные исследования для обоснования наиболее эффективных режимов работы кристаллизатора с воздушным и водяным охлаждением и подогревом;
- разработать методику инженерного расчета, рассчитать и изготовить кристаллизатор-выпариватель;
- разработать математическую модель процессов теплообмена, выпаривания и кристаллизации лактозы в кристаллизаторе с воздушным и водяным охлаждением и подогревом с циклическими температурными режимами работы;
- на основе кристаллизатора-выпаривателя создать пилотную установку для выпаривания НФ-концентрата молочной сыворотки и кристаллизации лактозы и провести ее испытания;
- разработать линию производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки и ее аппаратное оформление;
- разработать методику оптимизации аминокислотного состава и оптимизировать состав композитного продукта на основе частично делактозированной деминерализованной сыворотки;
- оценить энергетическую эффективность усовершенствованного способа производства лактозы и частично делактозированной деминерализованной сыворотки.

Схема организации исследований, в соответствии с поставленными задачами, представлена на рисунке 1.2.

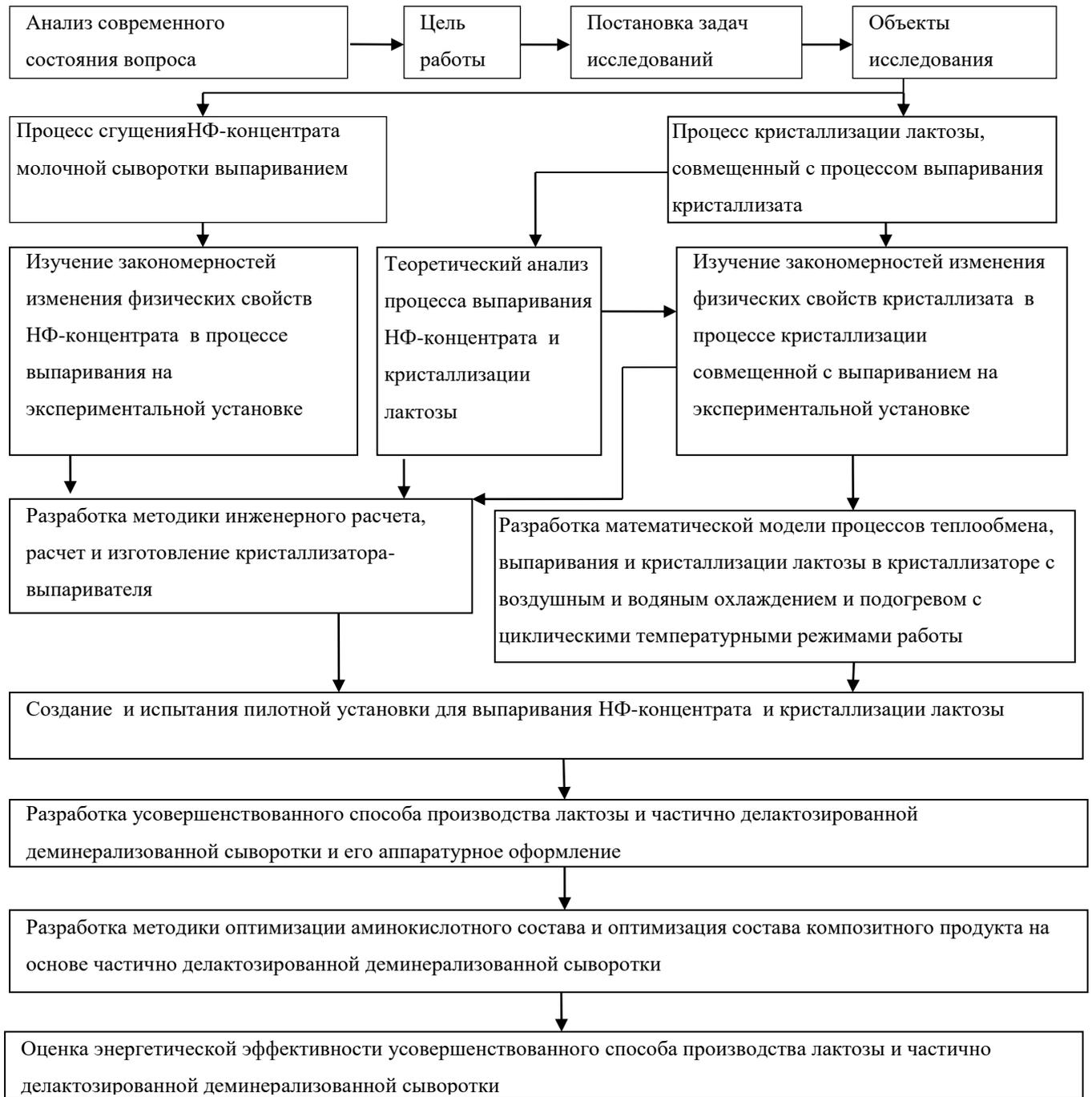


Рисунок 1.2 – Структурная схема организации исследований

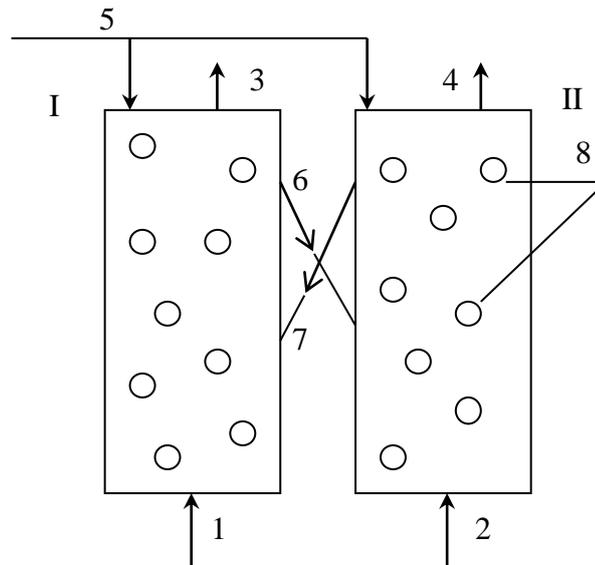
ГЛАВА 2 СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ И ОБОСНОВАНИЕ РЕЖИМОВ РАБОТЫ КРИСТАЛЛИЗАТОРА С ВОЗДУШНЫМ И ВОДЯНЫМ ТЕПЛОНОСИТЕЛЯМИ

2.1 Анализ режимов работы кристаллизатора с воздушным охлаждением и подогревом

Как показал анализ литературных источников, для получения частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки необходимо удалить избыток золы и лактозы. Наиболее целесообразным способом обессоливания сыворотки является нанофильтрация, совмещенная с диафильтрацией, при этом деминерализация может достигать 50 %, при одновременном концентрировании сухих веществ до 25 %-30 % [75]. Наиболее эффективно кристаллизация лактозы с последующим ее удалением может быть осуществлена на кристаллизаторе с воздушным охлаждением и подогревом, на котором осуществляется дополнительное выпаривание избыточной влаги. Это позволит исключить из линии производства дорогостоящее вакуум-выпаривание. Кроме того, интенсификация процесса кристаллизации обеспечивается чередованием процессов охлаждения и нагревания кристаллизата, так как периодическое нагревание обеспечивает растворение мелких кристаллов, которые не поддаются механическому отделению, и интенсивный рост крупных кристаллов за счет повышения степени пересыщения кристаллизата. В процессе нагревания кристаллизата происходит его выпаривание, а в процессе охлаждения – кристаллизация лактозы [74]. Каждый цикл работы кристаллизатора включает по одному нагреванию и охлаждению.

Проведем теоретический анализ температурных режимов работы кристаллизатора с воздушным охлаждением и подогревом и их влияния на физико-химические свойства кристаллизата. Схема кристаллизатора,

включающего две колонки, одна из которых нагревается, а другая охлаждается представлена на рисунке 2.1. Наличие двух колонок оправдывается способом получения горячего и холодного воздуха – с помощью вихревой трубы Ранка-Хильша, когда поступающий из атмосферы воздух разделяется на холодный и горячий. При этом холодный воздух подается в охлаждаемую колонку, а горячий – в нагреваемую.



I и II –нагреваемая и охлаждаемая колонки; 1 и 2 – воздуховоды подачи горячего и холодного воздуха; 3 и 4 – отвод воздуха; 5 – система подпитки; 6 и 7– трубки для перетекания кристаллизата; 8 –воздушные пузырьки

Рисунок 2.1 – Схема кристаллизатора с воздушным охлаждением и подогревом

Принцип действия кристаллизатора заключается в следующем: в нагреваемую колонку I по воздуховоду 1 барботируется горячий воздух, обеспечивающий выпаривание кристаллизата. Для поддержания постоянного объема кристаллизата осуществляется одновременная подпитка его исходным НФ-концентратом через систему 5. Одновременно, за счет охлаждения кристаллизата холодным воздухом, подаваемым по воздуховоду 2 в охлаждаемую колонку II, в ней происходит кристаллизация лактозы. Периодически, в зависимости от продолжительности цикла, осуществляется реверс подачи холодного и горячего воздуха. По трубке для перетекания кристаллизата 6 теплый

насыщенный раствор поступает из нагреваемой I в охлаждаемую II колонку, повышая пересыщение холодного раствора и интенсифицируя процесс кристаллизации лактозы. В охлаждаемой колонке идет процесс кристаллизации. Крупные кристаллы под действием силы тяжести оседают на дно. Мелкие кристаллы находятся во взвешенном состоянии. В верхней части колонки находится обедненный лактозой кристаллизат, который по трубке для перетекания 7 из охлаждаемой колонки перетекает в нагреваемую колонку. Интенсивность нагревания и охлаждения колонок обеспечивается за счет большой площади соприкосновения воздуха с кристаллизатом при его барботировании.

Конструктивные параметры каждой колонки: вместимость 10 л, высота колонки $H=1$ м, диаметр колонки $D=0,1$ м, количество отверстий в барботере $n=20$ шт. диаметром $d=0,005$ м, расположенных друг от друга на расстоянии $S=0,015$ м.

2.1.1 Тепловой баланс колонок кристаллизатора

В нагреваемой колонке кристаллизат получает тепло с поступающими в него пузырьками горячего воздуха и теряет его с выходящим воздухом.

Пренебрегая тепловыми потоками от перетекания кристаллизата и подпитки как малыми, получим уравнение теплового баланса в виде

$$Q_1 - Q_2 = Q_3, \quad (2.1)$$

где Q_1 - количество теплоты, подводимое к кристаллизату с поступающим в него горячим воздухом, Дж;

Q_2 - количество теплоты, отводимое от кристаллизата воздухом выходящим из колонки, Дж;

Q_3 - количество теплоты, которое получает кристаллизат, Дж.

Рассмотрим отдельно каждое слагаемое уравнения теплового баланса.

$$Q_1 = i_{2.вх} \cdot \rho_v \cdot V_1 \cdot \Delta\tau, \quad (2.2)$$

где $i_{2.вх}$ - энтальпия горячего воздуха поступающего в колонку, Дж/кг;

ρ_v - плотность воздуха, кг/м³;

V_1 - объемный расход горячего воздуха, м³/с;

$\Delta\tau$ - интервал времени, в течение которого физические параметры кристаллизата изменяются по линейной зависимости, с;

$$Q_2 = i_{2.вых} \cdot \rho_v \cdot V_1 \cdot \Delta\tau, \quad (2.2a)$$

где $i_{2.вых}$ - энтальпия воздуха на выходе из колонки, Дж/кг;

$$Q_3 = c_{кр} \cdot m_{кр} \cdot (t_k - t_n), \quad (2.3)$$

где $c_{кр}$ - удельная теплоемкость кристаллизата, Дж/(кг·К);

$m_{кр}$ - масса кристаллизата, кг; $m_{кр} = \rho_{кр} \cdot V_{кр}$,

t_n - температура кристаллизата на начало промежутка времени $\Delta\tau$, °С;

t_k - температура кристаллизата в конце промежутка времени $\Delta\tau$, °С

Тогда уравнение теплового баланса (2.1) после преобразований примет вид

$$(i_{2.вх} - i_{2.вых}) \cdot \rho_v \cdot V_1 \cdot \Delta\tau = c_{кр} \cdot m_{кр} \cdot (t_k - t_n). \quad (2.4)$$

С учетом содержания в воздухе паров влаги

$$i_{2.вх} - i_{2.вых} = c_v \cdot (t_{в.н} - t_{в.к}) + (d_{в.н} - d_{в.к}) \cdot r \quad (2.5)$$

где c_v - удельная теплоемкость воздуха, Дж/(кг·К);

$t_{в.н}$ - температура воздуха на входе в колонку, °С;

$t_{в.к}$ - температура воздуха на выходе из колонки (равна температуре кристаллизата на конец промежутка времени $\Delta\tau$), °С

$d_{в.н}$ - влагосодержание горячего воздуха на входе в колонку, кг/кг;

$d_{в.к}$ - влагосодержание воздуха на выходе из колонки, кг/кг;

r - удельная теплота парообразования, Дж/кг.

Предположим, что температура воздуха на выходе из колонки равна температуре кристаллизата $t_{в.к} = t_k$. Подставив изменение энтальпии (2.5) за интервал времени $\Delta\tau$ в уравнение теплового баланса (2.4) выразим температуру кристаллизата в конце этого временного интервала

$$t_{\kappa} = \frac{(c_{\epsilon} \cdot t_{\epsilon.н} + (d_{\epsilon.н} - d_{\epsilon.к}) \cdot r) \cdot \rho_{\epsilon} \cdot V_1 \cdot \Delta\tau + c_{кр} \cdot m_{кр} \cdot t_{н}}{c_{\epsilon} \cdot \rho_{\epsilon} \cdot V_1 \cdot \Delta\tau + c_{кр} \cdot m_{кр}} \quad (2.6)$$

Полученное выражение справедливо как для нагреваемой, так и для охлаждаемой колонок.

Входящий в колонку горячий воздух изначально берется из атмосферы и нагревается в вихревом устройстве. Содержание влаги в нем определяется влагосодержанием атмосферного воздуха. Выходящий воздух насыщается влагой, которая испаряется из кристаллизата. Он имеет 100% влажность, поэтому его влагосодержание зависит только от его температуры. Температура воздушного пузырька зависит от коэффициента теплопередачи между ним и кристаллизатом. Если воздушный пузырек за время своего подъема успевает нагреваться до температуры кристаллизата, то его влагосодержание будет определяться этой температурой.

В охлаждаемой колонке кристаллизат отдает тепло поступающим в него пузырькам холодного воздуха. Термодинамический анализ охлаждаемой колонки аналогичен уже проведенному выше для нагреваемой колонки.

2.1.2 Время достижения пузырьком температуры кристаллизата

Уравнение теплового баланса воздушного пузырька для нагреваемой колонки

$$Q_{n1} = Q_{n2} \quad (2.7)$$

где Q_{n1} – количество теплоты, которое отдает воздушный пузырек, охлаждаясь до температуры кристаллизата, Дж;

Q_{n2} – количество теплоты, которое получает кристаллизат от воздушного пузырька в результате теплопередачи, Дж.

Количество теплоты, которое отдает воздушный пузырек, охлаждаясь до температуры кристаллизата

$$Q_{n1} = c_{\text{в}} \cdot m_{\text{в.н.}} \cdot (t_{\text{в.н.}} - t_{\text{кр.}}), \quad (2.8)$$

где $m_{\text{в.н.}}$ – масса воздушного пузырька, кг,

$t_{\text{в.н.}}$ – температура воздушного пузырька, °С,

$t_{\text{кр.}}$ – температура кристаллизата, °С.

Масса воздушного пузырька равна:

$$m_{\text{в.н.}} = \rho_{\text{в}} \cdot V_n, \quad (2.9)$$

где V_n – объем воздушного пузырька, м³.

Объем воздушного пузырька равен

$$V_n = \frac{\pi \cdot \delta^3}{6} \quad (2.10)$$

где δ – диаметр воздушного пузырька, м,

Количество теплоты, которое получает кристаллизат от воздушного пузырька в результате теплопередачи

$$Q_{n2} = K \cdot f \cdot \Delta t \cdot \tau_n, \quad (2.11)$$

где K – коэффициент теплопередачи, Вт/(м²·К);

f – площадь контакта воздушного пузырька с кристаллизатом, м²;

τ_n – время, за которое температура воздушного пузырька сравняется с температурой кристаллизата, с;

Δt – средний температурный напор °С.

Площадь контакта воздушного пузырька с кристаллизатом, м²

$$f = \pi \cdot \delta^2. \quad (2.12)$$

Температурный напор

$$\Delta t = \frac{\Delta t_{\text{Б}} + \Delta t_{\text{М}}}{2}, \quad (2.13)$$

где $\Delta t_{\text{Б}}$ – большая разность температур между воздухом пузырька и кристаллизатом, °С;

Δt_M – меньшая разность температур между воздухом пузырька и кристаллизатором, °С.

Из уравнения теплового баланса получаем время, которое потребуется для охлаждения пузырька до температуры кристаллизата

$$\tau_n = \frac{c_g \cdot \rho_g \cdot V_n \cdot (t_{g.n.} - t_{кр.})}{K \cdot f \cdot \Delta t} \quad (2.14)$$

Проанализируем процесс охлаждения воздушного пузырька в зависимости от температуры кристаллизата.

Постоянные физические параметры для воздуха и для кристаллизата: удельная теплоемкость воздуха $c_g = 1010 \text{ Дж}/(\text{кг} \cdot ^\circ\text{С})$; плотность воздуха $\rho_g = 1,2 \text{ кг}/\text{м}^3$; температура горячего воздуха $t_{g.n.} = 60^\circ\text{С}$; расход горячего воздуха $V_l = 0,003 \text{ м}^3/\text{с}$; начальная температура кристаллизата $t_{кр.0} = 10^\circ\text{С}$; плотность кристаллизата $\rho_{кр} = 1140,3 \text{ кг}/\text{м}^3$; коэффициент поверхностного натяжения кристаллизата $\sigma = 42,5 \cdot 10^{-3} \text{ Н}/\text{м}$; удельная теплоемкость кристаллизата $c_{кр} = 3290 \text{ Дж}/(\text{кг} \cdot ^\circ\text{С})$; теплопроводность кристаллизата $\lambda_{кр} = 0,6 \text{ Вт}/(\text{м} \cdot \text{К})$; диаметр пузырька $\delta = 11,76 \cdot 10^{-3} \text{ м}$; скорость подъема пузырька $\omega = 0,24 \text{ м}/\text{с}$; коэффициент теплопередачи $K = 8,92 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К})$.

Расчет диаметра пузырька, скорости подъема пузырька и коэффициента теплопередачи между воздушным пузырьком и кристаллизатором представлен в приложении А в соответствии с известной методикой [12].

Объем одного пузырька рассчитаем по формуле (2.10)

$$V_n = \frac{3,14 \cdot (11,76 \cdot 10^{-3})^3}{6} = 8,5 \cdot 10^{-7} \text{ м}^3$$

Площадь контакта воздушного пузырька с кристаллизатором рассчитаем по формуле (2.12)

$$f = 3,14 \cdot (11,76 \cdot 10^{-3})^2 = 4,3 \cdot 10^{-4} \text{ м}^2$$

Температурный напор рассчитаем по формуле (2.13)

$$\Delta t = \frac{50 + 0}{2} = 25^\circ\text{С}, \text{ где}$$

$$\Delta t_B = t_{\text{в.п.к.}} - t_{\text{в.п.н}} = 60 - 10 = 50^\circ \text{C}$$

$$\Delta t_M = 0$$

Время, которое потребуется для охлаждения пузырька до температуры кристаллизата, рассчитаем по формуле (2.14)

$$\tau = \frac{1010 \cdot 1,2 \cdot 8,5 \cdot 10^{-7} \cdot (60 - 10)}{8,92 \cdot 4,3 \cdot 10^{-4} \cdot 25} = 0,53 \text{с}$$

Установлено, что за это время пузырек поднимется на высоту, равную $h = \omega \cdot \tau_n = 0,24 \cdot 0,53 = 0,13 \text{м}$. Следовательно, он достигает температуры кристаллизата еще в процессе своего подъема на высоте меньшей, чем высота слоя жидкости в колонке ($H=0,514 \text{м}$). Таким образом, все тепло, содержащееся в воздушном пузырьке, за время его подъема успевает полностью передаваться кристаллизату. По мере нагревания кристаллизата его температура увеличивается, разность температур кристаллизата и воздуха уменьшается, при этом время охлаждения пузырька остается постоянным.

Аналогичным образом проведем анализ процесса отвода тепла от кристаллизата охлаждаемой колонки холодным воздухом. Постоянные физические параметры для воздуха и для кристаллизата: температура холодного воздуха $t_{\text{х.в}}=0^\circ \text{C}$; расход холодного воздуха $V_2=0,001 \text{ м}^3/\text{с}$; начальная температура кристаллизата $t_{\text{кр.0}}=60^\circ \text{C}$; плотность кристаллизата $\rho_{\text{кр}}=1138,8 \text{ кг}/\text{м}^3$; диаметр пузырька $\delta=8,19 \cdot 10^{-3} \text{ м}$; скорость подъема пузырька $\omega =0,2 \text{ м}/\text{с}$; коэффициент теплопередачи $K=19,9 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К})$ (см. приложение А).

Объем одного пузырька (формула (2.10))

$$V_n = \frac{3,14 \cdot (8,19 \cdot 10^{-3})^3}{6} = 2,9 \cdot 10^{-7} \text{ м}^3.$$

Площадь контакта воздушного пузырька с кристаллизатом (формула (2.12))

$$f = 3,14 \cdot (8,19 \cdot 10^{-3})^2 = 2,1 \cdot 10^{-4} \text{ м}^2.$$

Температурный напор (формула (2.13))

$$\Delta t = \frac{60 + 0}{12} = 30^\circ \text{C},$$

Где $\Delta t_B = t_{\text{в.к.}} - t_{\text{в.н}} = 60 - 0 = 60^\circ \text{C}$

$$\Delta t_m = 0$$

Время, которое потребуется для нагревания пузырька до температуры кристаллизата (формула (2.14))

$$\tau = \frac{1010 \cdot 1,2 \cdot 2,9 \cdot 10^{-7} \cdot (60 - 0)}{19,9 \cdot 2,1 \cdot 10^{-4} \cdot 30} = 0,17 \text{с}$$

За время нагревания пузырек поднимется на высоту, равную $h = \omega \cdot \tau_n = 0,2 \cdot 0,17 = 0,034 \text{м}$. Следовательно, он достигает температуры кристаллизата еще в процессе своего подъема на высоте значительно меньшей, чем высота колонки. Таким образом, за время подъема пузырька тепло от кристаллизата успевает полностью передаваться пузырьку. По мере охлаждения кристаллизата его температура уменьшается, разность температур кристаллизата и воздуха уменьшается, при этом время нагревания пузырька остается постоянным. Полученные результаты показывают, что температура воздуха на выходе из колонки равна температуре кристаллизата.

2.1.3 Материальный баланс колонок

Материальный баланс колонки составляется из условия, что кристаллизат получает влагу с поступающим в него воздухом и кристаллизатом за счет подпитки и теряет с выходящим воздухом. Сухие вещества добавляются в кристаллизат при подпитке. Чем выше температура кристаллизата, тем интенсивнее идет его выпаривание. Выпаренная влага замещается НФ-концентратом с концентрацией сухих веществ 30%.

Масса сухих веществ определяется по формуле

$$m_{c.в.} = \frac{b \cdot m_{кр.}}{100}, \quad (2.15)$$

где b – начальные сухие вещества кристаллизата, %.

Объем выпаренной влаги за интервал времени Δt составляет

$$V_{\text{вып.вл}} = \frac{m_{\text{вл}}}{\rho_{\text{ж}}} = \frac{(d_{\text{в.к}} - d_{\text{в.н}}) \cdot \rho_{\text{в}} \cdot V_1 \cdot \Delta\tau}{\rho_{\text{ж}}}, \quad (2.16)$$

где $m_{\text{вл}}$ – масса выпаренной влаги, кг;

$\rho_{\text{ж}}$ – плотность воды, кг/м³.

Масса добавленного НФ-концентрата с содержанием сухих веществ 30%

$$m_{\text{д.н}} = V_{\text{вып.вл}} \cdot \rho_{\text{н}} = \frac{(d_{\text{в.к}} - d_{\text{в.н}}) \cdot \rho_{\text{в}} \cdot V_1 \cdot \Delta\tau}{\rho_{\text{ж}}} \cdot \rho_{\text{н}}, \quad (2.17)$$

где $\rho_{\text{н}}$ – плотность НФ-концентрата при температуре кристализата и 30% содержания сухих веществ, кг/м³.

Масса сухих веществ, содержащихся в добавляемом НФ-концентрате

$$m_{\text{с.в.д}} = \frac{30 \cdot m_{\text{д.н.}}}{100} = \frac{0,3 \cdot (d_{\text{в.к}} - d_{\text{в.н}}) \cdot \rho_{\text{в}} \cdot V_1 \cdot \Delta\tau}{\rho_{\text{ж}}} \cdot \rho_{\text{н}}. \quad (2.18)$$

Масса сухих веществ в конце расчетного интервала времени $\Delta\tau$

$$m_{\text{с.в.к}} = m_{\text{с.в.}} + m_{\text{с.в.д}} = \frac{b \cdot m_{\text{кр.}}}{100} + \frac{0,3 \cdot (d_{\text{в.к}} - d_{\text{в.н}}) \cdot \rho_{\text{в}} \cdot V_1 \cdot \Delta\tau}{\rho_{\text{ж}}} \cdot \rho_{\text{н}}. \quad (2.19)$$

Масса оставшейся влаги на начало интервала времени $\Delta\tau$

$$W = m_{\text{кр.}} - m_{\text{с.в.}} = m_{\text{кр.}} - \frac{b \cdot m_{\text{кр.}}}{100}. \quad (2.20)$$

Масса оставшейся влаги на конец интервала времени $\Delta\tau$

$$\begin{aligned} W_{\text{к}} &= W - m_{\text{вл.}} + 0,7 \cdot m_{\text{д.н.}} = \\ &= m_{\text{кр.}} - \frac{b \cdot m_{\text{кр.}}}{100} - (d_{\text{в.к}} - d_{\text{в.н}}) \cdot \rho_{\text{в}} \cdot V_1 \cdot \Delta\tau + \frac{0,7 \cdot (d_{\text{в.к}} - d_{\text{в.н}}) \cdot \rho_{\text{в}} \cdot V_1 \cdot \Delta\tau}{\rho_{\text{ж}}} \cdot \rho_{\text{н}}. \end{aligned} \quad (2.21)$$

Масса кристаллизата после добавления НФ-концентратом

$$\begin{aligned} m_{\text{кр.к}} &= m_{\text{с.в.к.}} + W_{\text{к}} = \\ &= m_{\text{кр.}} + \frac{(d_{\text{в.к}} - d_{\text{в.н}}) \cdot \rho_{\text{в}} \cdot V_1 \cdot \Delta\tau}{\rho_{\text{ж}}} \cdot \rho_{\text{н}} - (d_{\text{в.к}} - d_{\text{в.н}}) \cdot \rho_{\text{в}} \cdot V_1 \cdot \Delta\tau. \end{aligned} \quad (2.22)$$

Содержание сухих веществ на конец расчетного интервала времени $\Delta\tau$

$$\begin{aligned}
b_{\kappa} &= \frac{m_{\text{с.в.к.}}}{m_{\text{кр.к}}} \cdot 100\% = \\
&= \frac{\frac{b \cdot m_{\text{кр.}}}{100} + \frac{0,3 \cdot (d_{\text{в.к.}} - d_{\text{в.н.}}) \cdot \rho_{\text{в}} \cdot V_1 \cdot \Delta\tau}{\rho_{\text{ж}}} \cdot \rho_{\text{н}}}{m_{\text{кр.}} + \frac{(d_{\text{в.к.}} - d_{\text{в.н.}}) \cdot \rho_{\text{в}} \cdot V_1 \cdot \Delta\tau}{\rho_{\text{ж}}} \cdot \rho_{\text{н}} - (d_{\text{в.к.}} - d_{\text{в.н.}}) \cdot \rho_{\text{в}} \cdot V_1 \cdot \Delta\tau} \cdot 100\% \quad (2.23)
\end{aligned}$$

2.1.4 Результаты анализа работы кристаллизатора с воздушным охлаждением и подогревом

Известно, что оптимальная продолжительность цикла кристаллизации в кристаллизаторе с воздушным охлаждением и подогревом составляет около 24 часов [31]. На рисунках 2.2 и 2.3 представлены графики изменения температуры кристаллизата и содержания в нем сухих веществ в зависимости от времени для шести 4-часовых циклов, каждый из которых состоит из 2-часового нагревания и 2-часового охлаждения для кристаллизатора с объемом жидкости нагреваемой и охлаждаемой колонок $V_{\kappa}=0,005 \text{ м}^3$ каждая. Расход холодного воздуха $V_2=0,001 \text{ м}^3/\text{с}$; температура холодного воздуха $t_{\text{х.в.}}=0^{\circ}\text{C}$; расход горячего воздуха $V_1=0,003 \text{ м}^3/\text{с}$; температура горячего воздуха $t_{\text{г.в.}}=60^{\circ}\text{C}$; начальное содержание сухих веществ в кристаллизате $b=30 \%$; удельная теплоемкость кристаллизата $c_{\text{кр}}=3290 \text{ Дж}/(\text{кг}\cdot^{\circ}\text{C})$.

В каждом цикле в процессе нагревания к концу 1-го часа температура достигает примерно $31,4^{\circ}\text{C}$ и дальше практически не изменяется. Несмотря на то, что температура поступающего горячего воздуха составляет 60°C , низкая температура кристаллизата ($31,4^{\circ}\text{C}$) объясняется тем, что выпаривание сопровождается отводом большого количества энергии. Чем выше температура выходящего из кристаллизатора воздуха, тем выше его влагосодержание, а следовательно, интенсивнее выпаривание. При температуре воздуха 60°C и температуре кристаллизата $31,4^{\circ}\text{C}$ наступает равновесие, при котором

подводимое к кристаллизату количество теплоты будет равно количеству теплоты, теряемому с выпаренной влагой [64]. При такой температуре интенсивность выпаривания незначительная, что видно из графика изменения содержания сухих веществ.

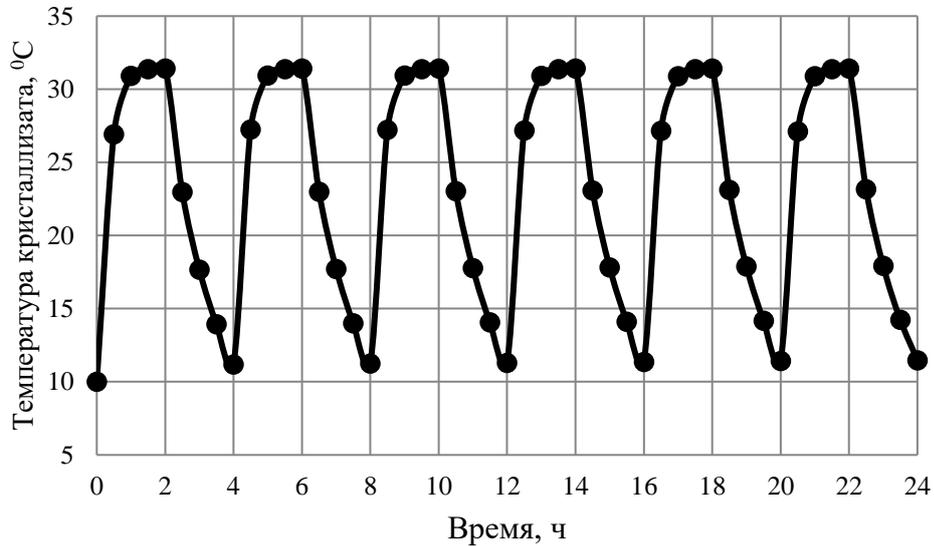


Рисунок 2.2 – Изменение температуры кристаллизата для шести 4-часовых циклов

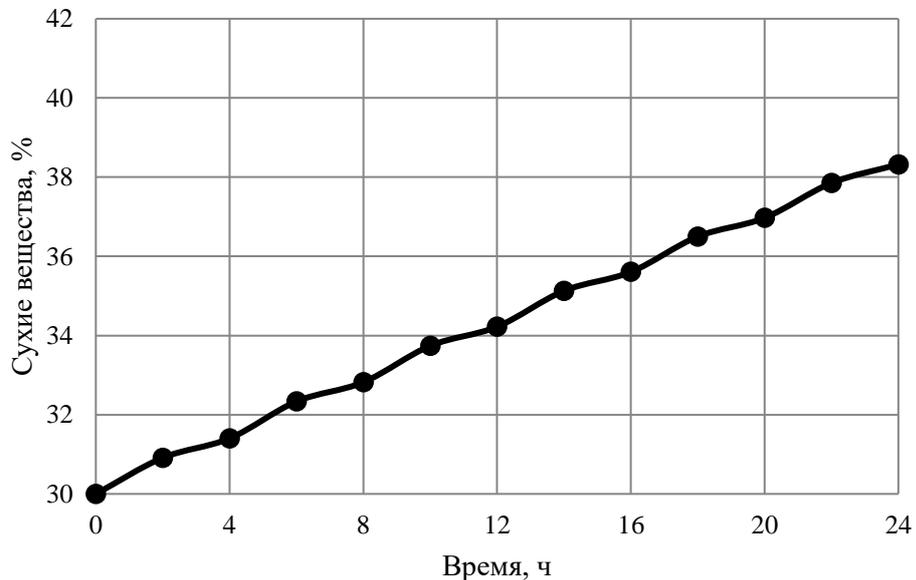


Рисунок 2.3 – Изменение содержания сухих веществ для шести 4-часовых циклов

За все 6 циклов концентрация сухих веществ в кристаллизате повышается от 30 % до 38,3 %, что не позволит выделить достаточно большого количества

лактозы из сыворотки. Наличие трубок для перетекания кристаллизата 6 (рисунок 2.1) еще больше снизит температуру выпаривания и повысит температуру кристаллизации, что окажет отрицательное влияние на оба эти процесса. В процессе охлаждения температура кристаллизата постепенно падает, к концу 2-часового охлаждения она достигает приблизительно $11\text{ }^{\circ}\text{C}$, такой режим охлаждения не может обеспечить достаточно интенсивной кристаллизации лактозы.

Результаты проведенного анализа показывают, что воздушное охлаждение и нагревание не может обеспечить ни интенсивного выпаривания кристаллизата, ни кристаллизации лактозы [38]. Увеличение продолжительности цикла, например, до 8 часов не позволяет повысить температуру кристаллизата в нагреваемой колонке, а следовательно, интенсифицировать процесс его выпаривания, что нельзя сказать о процессе охлаждения. Увеличение продолжительности процесса охлаждения позволяет более чем в два раза снизить температуру кристаллизации лактозы в охлаждаемой колонке. Как видно из рисунка 2.4, температура выпаривания не поднимается выше $31,4\text{ }^{\circ}\text{C}$, в то время как температура кристаллизации понижается до 5°C .

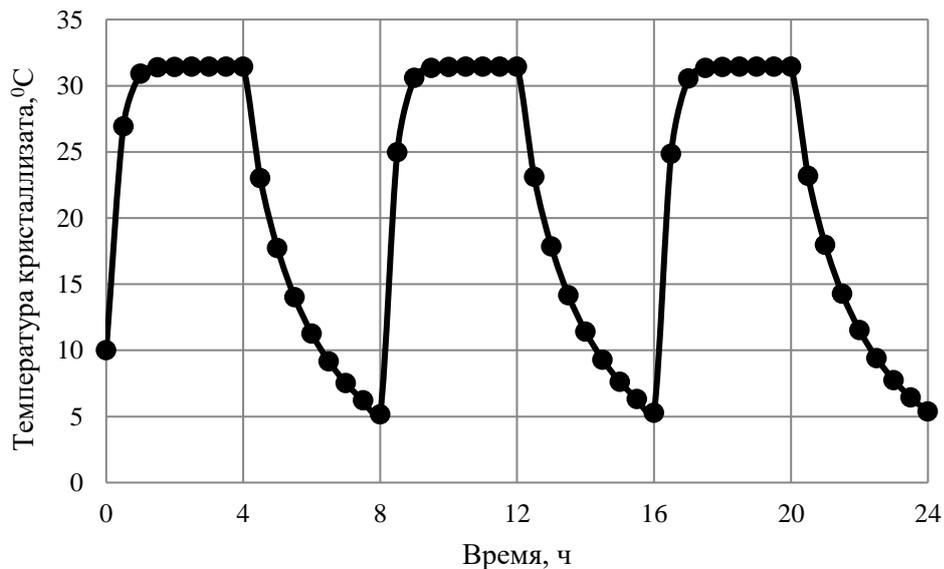


Рисунок 2.4 – Изменение температуры кристаллизата для трех 8-часовых циклов

Понижение температуры охлаждаемой колонки безусловно окажет положительное влияние на процесс кристаллизации лактозы. Однако даже такая низкая температура не позволит существенно интенсифицировать процесс кристаллизации из-за низкого содержания сухих веществ (рисунок 2.5).

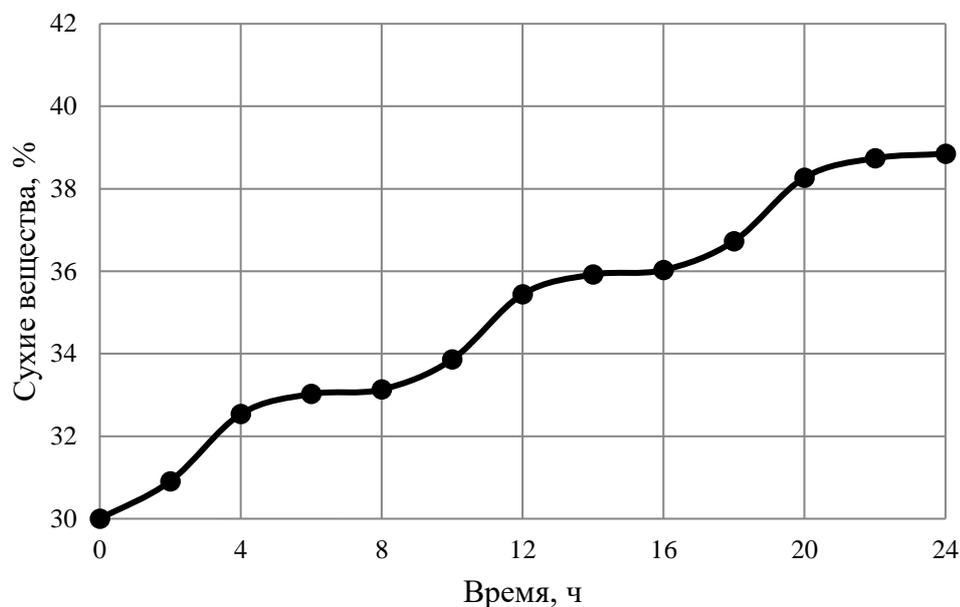


Рисунок 2.5 – Изменение содержания сухих веществ для трех 8-часовых циклов

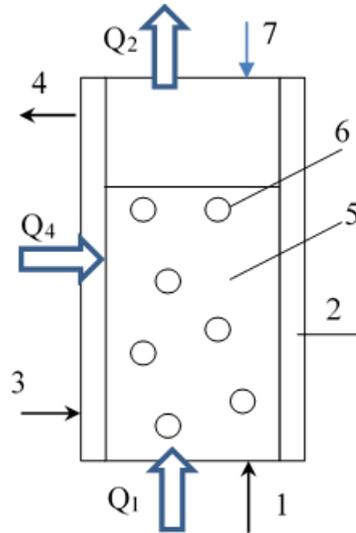
Одним из путей повышения температуры выпаривания и снижения температуры кристаллизации является использование для дополнительного подогрева и охлаждения соответствующих колонок горячей и ледяной воды.

2.2 Анализ режимов работы кристаллизатора с воздушным и водяным охлаждением и подогревом

Как показано выше, одно воздушное охлаждение и нагревание не позволяет достаточно быстро сконцентрировать кристаллизат до процентного содержания сухих веществ (50%), обеспечивающего интенсивную кристаллизацию лактозы [38]. Предлагаемый кристаллизатор с дополнительным водяным охлаждением и

нагреванием соответствующих колонок позволяет избежать указанного недостатка.

На рисунке 2.6 схематически изображена колонка кристаллизатора с воздушным и водяным охлаждением и подогревом с циклическими температурными режимами работы.



1 – воздуховод подачи воздуха в кристаллизатор, 2 – водяная рубашка, 3 и 4 – система подвода и отвода воды, 5 – кристаллизат, 6 – воздушные пузырьки, 7 – подпитка кристаллизатора; Q_1 и Q_4 – количество теплоты, которое получает кристаллизат от воздуха и воды; Q_2 – количество теплоты, уносимое воздухом

Рисунок 2.6 – Схема колонки кристаллизатора с воздушным и водяным теплоносителями

Аналогично описанному выше кристаллизатору с воздушным охлаждением и подогревом в процессе нагревания колонки по воздуховоду 1 барботируется горячий воздух, обеспечивающий выпаривание кристаллизата. Одновременно с воздухом в рубашку 2 в процессе нагревания кристаллизата по трубопроводу 3 подается горячая вода, которая отводится из верхней части рубашки. Для интенсификации процесса и упрощения анализа в дальнейшем подпитка кристаллизатора была исключена. Аналогичным образом происходит охлаждение колонки. По воздуховоду 1 барботируется холодный воздух, а в рубашку 2 подается холодная вода. За счет охлаждения кристаллизата холодным воздухом и холодной водой происходит интенсивная кристаллизация лактозы.

Барботируемый в колонки воздух 6 отводится из верхней части колонки. Периодически осуществляется реверс подачи холодного и горячего воздуха.

2.2.1 Тепловой баланс

В нагреваемой колонке кристаллизат получает тепло с поступающими в него горячим воздухом и с горячей водой, циркулирующей в рубашке и теряет тепло с выходящим воздухом.

Тепловой баланс нагреваемой колонки имеет вид

$$Q_1 - Q_2 + Q_4 = Q_3, \quad (2.24)$$

где Q_4 – количество теплоты, которое получает кристаллизат от горячей воды за счет теплопередачи, Дж.

Количество теплоты, которое получает кристаллизат от горячей воды за счет теплопередачи равно

$$Q_4 = K_I \cdot f_I \cdot \Delta\tau \cdot \Delta t_I \quad (2.25)$$

где K_I – коэффициент теплопередачи между кристаллизатом и горячей водой, Вт/(м²·К);

f_I – площадь поверхности теплопередачи, м²;

Δt_I – средний температурный напор, °С.

Площадь поверхности теплопередачи равна

$$f_I = \pi \frac{(D_{вн} + D_{внеш})}{2} \cdot H, \quad (2.26)$$

где $D_{вн}$ – диаметр внутренней поверхности колонки со стороны кристаллизата, м;

$D_{внеш}$ – диаметр внешней поверхности колонки со стороны рубашки, м;

H – высота колонки, м.

Средний температурный напор

$$\Delta t_1 = \frac{\Delta t_{B1} - \Delta t_{M1}}{\ln \frac{\Delta t_{B1}}{\Delta t_{M1}}} = \frac{\Delta t_{B1} - \Delta t_{M1}}{\ln \Delta t_{B1} - \ln \Delta t_{M1}} \quad (2.27)$$

где Δt_{B1} – большая разность температур между теплоносителем и кристаллизатором в начале и конце интервала времени $\Delta \tau$, °С;

Δt_{M1} – меньшая разность температур между теплоносителем и кристаллизатором в начале и конце интервала времени $\Delta \tau$, °С;

$$\Delta t_{B1} = t_T - t_H$$

$$\Delta t_{M1} = t_T - t_K,$$

где t_T - температура теплоносителя, °С.

При $\frac{\Delta t_{B1}}{\Delta t_{M1}} < 2$ изменение температур приближается к прямолинейной зависимости и поэтому в этом случае с достаточной степенью точности температурный напор можно определить как среднеарифметическую величину

$$\Delta t_1 = \frac{\Delta t_{B1} + \Delta t_{M1}}{2} = \frac{(t_T - t_H) + (t_T - t_K)}{2} = t_T - \frac{1}{2} \cdot (t_H + t_K), \quad (2.28)$$

где t_T - температура теплоносителя, °С.

Подставив в уравнение теплового баланса (2,24) формулы (2,3), (2.5), (2.25), (2.28) получим

$$\begin{aligned} & (c_{\epsilon} \cdot (t_{\epsilon.H} - t_{\epsilon.K}) + (d_{\epsilon.H} - d_{\epsilon.K}) \cdot r) \cdot \rho_{\epsilon} \cdot V_1 \cdot \Delta \tau + \\ & + K_1 \cdot f_1 \cdot \Delta \tau \cdot (t_T - \frac{1}{2} \cdot (t_H + t_K)) = c_{кр} \cdot m_{кр} \cdot (t_K - t_H). \end{aligned} \quad (2.29)$$

Преобразовав выражение (2.29), получим температуру кристаллизата в конце промежутка времени $\Delta \tau$

$$t_K = \frac{(c_{\epsilon} \cdot t_{\epsilon.H} + (d_{\epsilon.H} - d_{\epsilon.K}) \cdot r) \cdot \rho_{\epsilon} \cdot V_1 \cdot \Delta \tau + c_{кр} \cdot m_{кр} \cdot t_H + K_1 \cdot f_1 \cdot \Delta \tau \cdot (t_T - 0,5 \cdot t_H)}{c_{\epsilon} \cdot \rho_{\epsilon} \cdot V_1 \cdot \Delta \tau + c_{кр} \cdot m_{кр} + 0,5 \cdot K_1 \cdot f_1 \cdot \Delta \tau}. \quad (2.30)$$

2.2.2 Анализ процесса теплопередачи в колонке между кристаллизатором и с ВОДЯНЫМ ТЕПЛОНОСИТЕЛЕМ

Анализ произведен для рассмотренной выше колонки высотой $H=1$ м, с внутренним диаметром рубашки со стороны наружной стенки $D_{нар}=0,122$ м, с диаметром внутренней поверхности колонки со стороны кристаллизата $D_{вн.}=0,1$ м, с толщиной стенок $\delta=0,002$ м, с диаметром внешней поверхности колонки со стороны рубашки $D_{внеш.}=0,104$ м, с шириной канала $d=0,01$ м, при температуре горячей и холодной воды 70 °С и 1 °С соответственно, при массовом расходе воды 1000 кг/ч, при температуре горячего и холодного воздуха 60 °С и 0 °С, соответственно, при объемном расходе горячего и холодного воздуха $0,003$ м³/с и $0,001$ м³/с, соответственно. В таблицах 2.1-2.3 приведены исходные данные для анализа процесса теплопередачи в кристаллизаторе с воздушным и водяным охлаждением и подогревом.

Таблица 2.1 – Начальные физические параметры теплоносителя

Физические параметры теплоносителя	Процесс нагревания	Процесс охлаждения
Температура воды $t_{в}$, °С	70	1
Динамическая вязкость воды $\mu_{ж}$, Па·с	$0,406 \cdot 10^{-3}$	$1,7 \cdot 10^{-3}$
Кинематическая вязкость воды $\nu_{ж}$, м ² /с	$0,421 \cdot 10^{-6}$	$1,7 \cdot 10^{-6}$
Теплопроводность воды $\lambda_{ж}$, Вт/(м·К)	0,668	0,515
Удельная теплоемкость воды $c_{ж}$, Дж/(кг·К)	4187	4230

Таблица 2.2 – Начальные физические параметры кристаллизата при содержании сухих веществ 30 %

Физические параметры кристаллизата	Процесс нагревания	Процесс охлаждения
Начальная температура кристаллизата $t_{н}$, °С	10	60
Удельная теплоемкость кристаллизата $c_{кр}$, Дж/(кг·К)	3290	3290
Теплопроводность кристаллизата $\lambda_{кр}$, Вт/(м·К)	0,6	0,6
Динамическая вязкость кристаллизата $\mu_{ж}$, Па·с	$5,62 \cdot 10^{-3}$	$2,65 \cdot 10^{-3}$
Кинематическая вязкость кристаллизата $\nu_{ж}$, м ² /с	$4,93 \cdot 10^{-6}$	$2,33 \cdot 10^{-6}$

Таблица 2.3 – Характеристики теплоносителя и кристаллизата при температуре, равной температуре стенки

Температура стенки t , °С	40	30,5
Динамическая вязкость воды $\mu_{ж}$, Па·с,	$0,653 \cdot 10^{-3}$	$0,804 \cdot 10^{-3}$
Теплопроводность воды $\lambda_{ж}$, Вт/(м·К)	0,635	0,618
Удельная теплоемкость воды $c_{ж}$, Дж/(кг·К)	4174	4174
Удельная теплоемкость кристаллизата $c_{кр}$, Дж/(кг·К)	3290	3290
Теплопроводность кристаллизата $\lambda_{кр}$, Вт/(м·К)	0,6	0,6
Динамическая вязкость кристаллизата $\mu_{ж}$, Па·с	$3,08 \cdot 10^{-3}$	$4,13 \cdot 10^{-3}$

Площадь поверхности теплопередачи, формула (2.26)

$$f_1 = 3,14 \cdot \frac{0,1 + 0,104}{2} \cdot 1 = 0,32 \text{ м}^2$$

Объемный расход теплоносителя определяется выражением

$$Q_V = \frac{Q_M}{\rho}, \quad (2.31)$$

где Q_M – массовый расход теплоносителя, кг/ч;

$\rho_{ж}$ – плотность теплоносителя, кг/м³.

Массовый расход горячей воды Q_M примем равным 1000 кг/ч, тогда объемный расход воды по формуле (2.31) будет равен

$$Q_V = \frac{1000}{965 \cdot 3600} = 2,88 \cdot 10^{-4} \text{ м}^3/\text{с}$$

Скорость потока воды определяется соотношением

$$v_g = \frac{Q_V}{S_{сеч.}}, \quad (2.32)$$

где $S_{сеч.}$ – площадь сечения рубашки колонки, м².

Площадь сечения рубашки колонки, которое имеет форму кольца (рисунок 2.7), определяем как

$$S_{сеч} = \frac{\pi \cdot D_{нар.}^2}{4} - \frac{\pi \cdot D_{внеш.}^2}{4}, \quad (2.33)$$

где $D_{нар.}$ – внутренний диаметр рубашки со стороны наружной стенки, м.

Рассчитаем площадь сечения рубашки по формуле (2.33)

$$S_{сеч} = \frac{3,14 \cdot 0,122^2}{4} - \frac{3,14 \cdot 0,104^2}{4} = 3,5 \cdot 10^{-3} \text{ м}^2$$

Скорость потока воды, рассчитанная по формуле (2.32), будет равна

$$v_6 = \frac{2,88 \cdot 10^{-4}}{3,5 \cdot 10^{-3}} = 0,08 \approx 0,1 \text{ м/с}$$

При движении жидкости в канале произвольного сечения геометрическим размером будет служить гидравлический диаметр

$$d_{\text{г}} = \frac{4 \cdot S_{сеч}}{p}, \quad (2.34)$$

где p – полный смоченный периметр, м.

Полный смоченный периметр определяется выражением

$$p = \pi \cdot D_{\text{внеш.}} + \pi \cdot D_{\text{нар.}} \quad (2.35)$$

Рассчитаем полный смоченный периметр по формуле (2.35)

$$d_{\text{г}} = \frac{4 \cdot 3,5 \cdot 10^{-3}}{3,14 \cdot 0,102 + 3,14 \cdot 0,122} = 0,02 \text{ м}$$

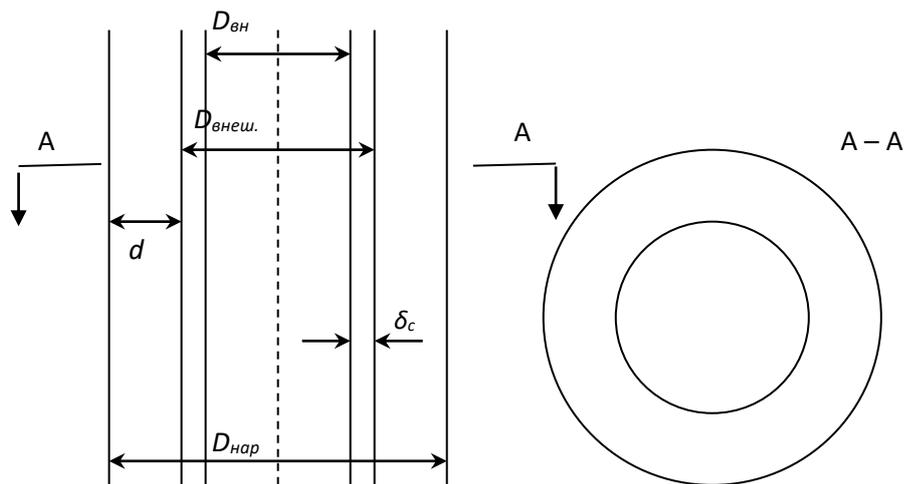


Рисунок 2.7 – Схема системы водяного охлаждения кристаллизатора

Расчет коэффициента теплопередачи от водяного теплоносителя к кристаллизату охлаждаемой и нагреваемой колонок представлен в приложении Б.

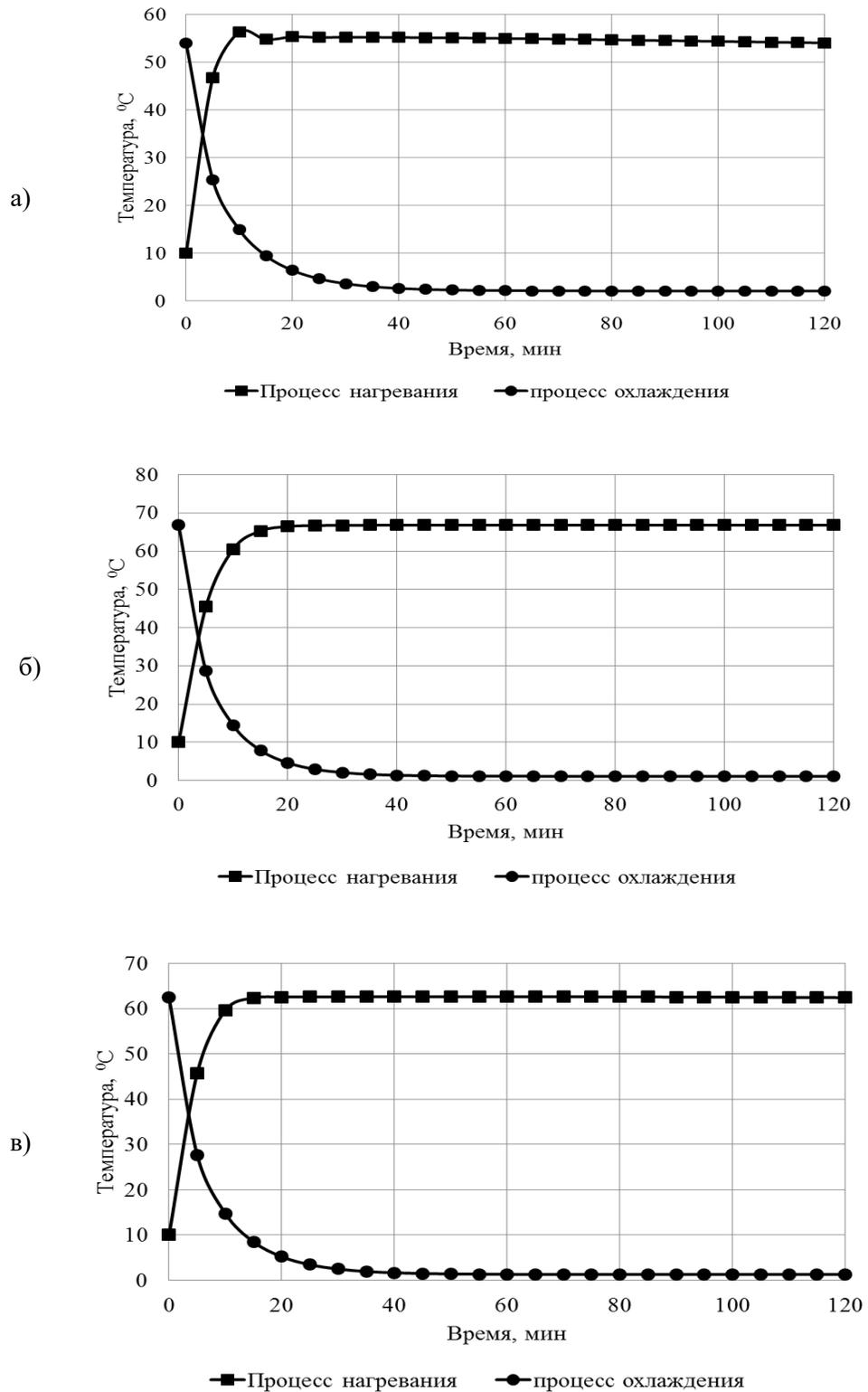
Коэффициент теплопередачи, для предлагаемой конструкции теплообменника в цикле нагревания в начальный период времени составит $277,8 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К})$. Коэффициент теплопередачи в начальный период цикла охлаждения составит $227,8 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К})$.

Масса сухих веществ, объем выпаренной влаги за интервал времени $\Delta\tau$, масса добавленного НФ-концентрата с содержанием сухих веществ 30%, масса сухих веществ содержащихся в добавляемом НФ-концентрате, масса сухих веществ в конце расчетного интервала времени $\Delta\tau$, масса влаги на начало интервала времени $\Delta\tau$, масса влаги на конец интервала времени $\Delta\tau$, масса кристаллизата после добавления НФ-концентрата, сухие вещества на конец интервала времени $\Delta\tau$ рассчитываются по формулам 2.15-2.23.

2.2.3 Результаты анализа работы кристаллизатора с воздушным и водяным охлаждением и подогревом

Для оптимизации расхода холодного и горячего воздуха в кристаллизаторе с воздушным и водяным охлаждением и подогревом проведен сравнительный анализ изменения температуры и содержания сухих веществ для 3 различных расходов. Для горячего и холодного воздуха: а) $0,003$ и $0,001 \text{ м}^3/\text{с}$; б) $0,0003$ и $0,0001 \text{ м}^3/\text{с}$; в) $0,0009$ и $0,0003 \text{ м}^3/\text{с}$. Изменения температуры кристаллизата проанализированы для цикла продолжительностью 4 часа. Изменение содержания сухих веществ – для различных по продолжительности циклов от 2 до 8 часов, при общей продолжительности процесса 24 часа.

Изменение температуры кристаллизата представлено на рисунке 2.8. В результате установлено, что процесс нагревания, сопровождающийся выпариванием, в нагреваемой колонке имеет небольшую продолжительность (около 15 минут). За это время кристаллизат нагревается до максимально возможной температуры, величина которой зависит от расхода воздуха.



а) 0,003 и 0,001 м³/с; б) 0,0003 и 0,0001 м³/с; в) 0,0009 и 0,0003 м³/с

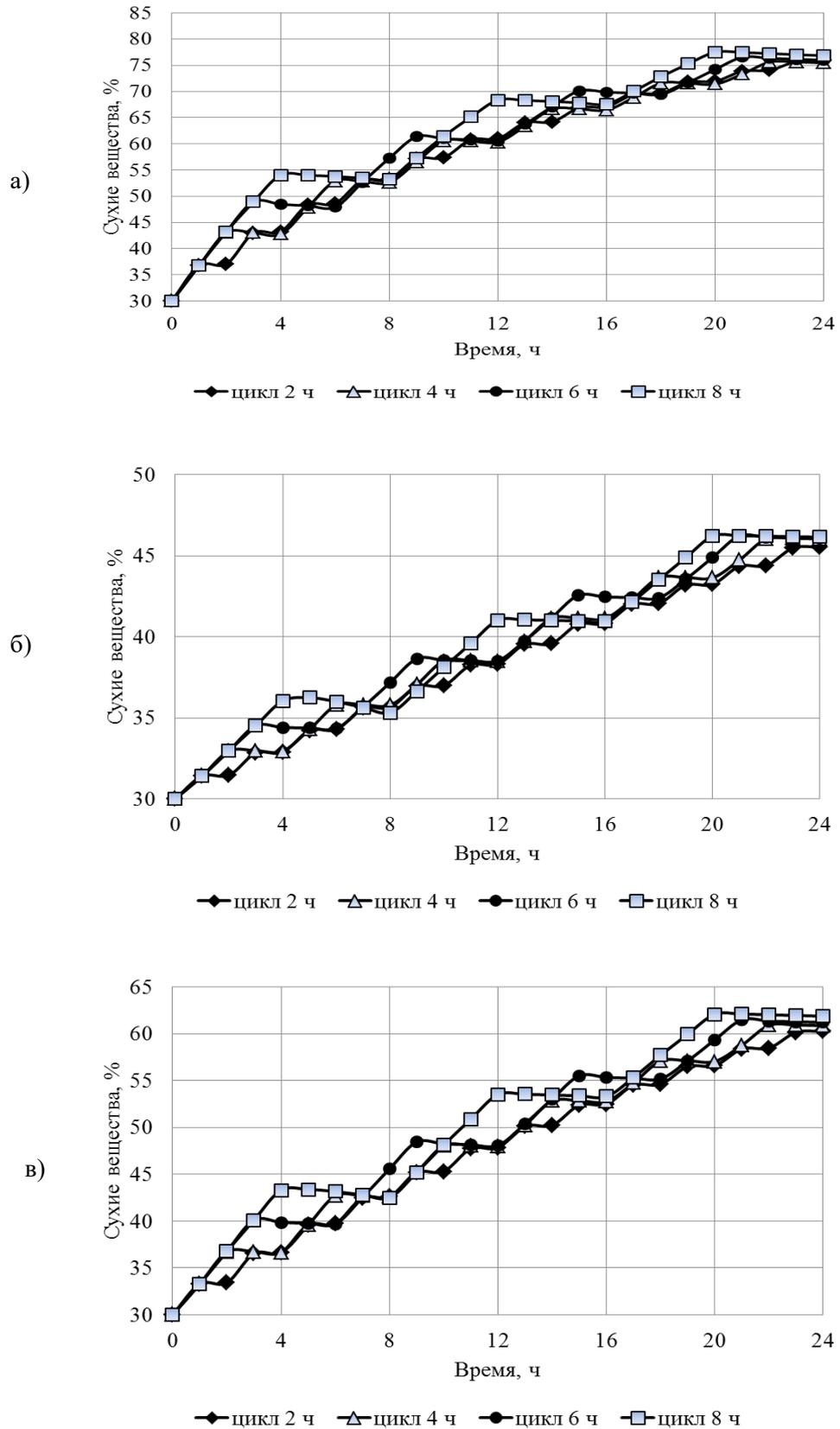
Рисунок 2.8 – Изменение температуры в процессе нагревания и охлаждения для цикла продолжительностью 2 часа с различным расходом воздуха

Дальнейший подвод тепла с горячей водой и с воздухом тратится на процесс выпаривания кристаллизата, который происходит практически при

одной и той же температуре, максимально возможной для рассмотренного режима. Существенное повышение температуры кристаллизата при дополнительном водяном подогреве объясняется дополнительным интенсивным теплопритоком. Кроме теплопритока от воздуха появляется теплоприток от подогревающей воды, что обеспечивает значительно более интенсивное выпаривание и, соответственно, повышение содержания сухих веществ. Для процесса нагревания при самом большом расходе воздуха (0,003 и 0,001 м³/с) температура составляет примерно 55 °С ; при самом маленьком расходе (0,0003 и 0,0001 м³/с) – 67 °С; при среднем – 62 °С. Это объясняется повышением интенсивности выпаривания, сопровождающимся большой потерей тепла при большом расходе воздуха.

Для процесса охлаждения при самом большом расходе воздуха температура составляет примерно 2 °С ; при самом маленьком расходе – 1 °С; при среднем – 1,3 °С. Любой из этих расходов воздуха обеспечивает нормальный процесс кристаллизации.

Как видно из графиков (рисунок 2.9), продолжительность цикла не оказывает существенного влияния на конечное содержание сухих веществ в кристаллизате. Анализ влияния расхода воздуха на конечное содержание сухих веществ показал, что при максимальном расходе воздуха (0,003 и 0,001 м³/с) содержание сухих веществ может возрасти до 78 %. Если сравнить изменение содержания сухих веществ в кристаллизате с дополнительным водяным подогревом (рисунок 2.9а) и без него (рисунки 2.3 и 2.5), то видно, что при одном и том же расходе воздуха к концу процесса содержание сухих веществ при использовании дополнительного водяного нагревания почти в 2 раза выше, чем без него (40 %). Минимальный расход воздуха (0,0003 и 0,0001 м³/с) обеспечивает повышение содержания сухих веществ только до 46 %, что недостаточно для процесса кристаллизации. Оптимальный расход составляет для горячего воздуха 0,0009 м³/с, для холодного - 0,0003 м³/с. При этом расходе воздуха сухие вещества повышаются до 63 %. Такое большое содержание сухих веществ может повысить вязкость кристаллизата, что затруднит процесс кристаллизации. [75].



а) $0,003$ и $0,001$ м³/с; б) $0,0003$ и $0,0001$ м³/с; в) $0,0009$ и $0,0003$ м³/с

Рисунок 2.9 – Изменение содержания сухих веществ в циклах продолжительностью от 2-х до 8-ми часов с различным расходом воздуха

Однако, за счет того, что часть сухих веществ переходит в твердое состояние (кристаллизация), содержание растворенных сухих веществ уменьшается, что снизит вязкость кристаллизата [75].

Достижение высокого содержания сухих веществ позволит существенно интенсифицировать процесс кристаллизации лактозы и обеспечить ее дальнейшее достаточно полное отделение от сыворотки.

Если проанализировать режимы работы кристаллизационной установки с воздушным и водяным охлаждением, то увеличение объемного расхода воздуха по сравнению с выбранным ($0,0009 \text{ м}^3/\text{с}$) приведет к росту содержания сухих веществ. С одной стороны, увеличение содержания сухих веществ повышает вязкость кристаллизата, но, с другой стороны, интенсифицируется процесс кристаллизации. При $62 \text{ }^\circ\text{C}$ растворимость лактозы составляет всего 38 %.

Если учесть, что в НФ-концентрате творожной сыворотки после III этапа диафильтрации [97] лактоза составляет $(75,3 \pm 0,8) \%$, белок – $(13,2 \pm 0,2) \%$, органические кислоты – $(3,7 \pm 0,4) \%$, зола – $(4,3 \pm 0,2) \%$, то концентрация лактозы в водном растворе кристаллизата при содержании сухих веществ 63 % составит 56 %. Следовательно, даже при максимальной температуре выпаривания $62 \text{ }^\circ\text{C}$ 32 % всей лактозы останется в скристаллизованном виде. Интенсификация процесса выпаривания путем повышения температуры воды приведет к повышению температуры кристаллизата, что может вызвать нежелательную денатурацию сывороточных белков [83].

В процессе воздушно-водяного охлаждения кристаллизата наибольшая интенсивность охлаждения приходится на начало процесса. За первые 5 минут температура падает на $32 \text{ }^\circ\text{C}$, за следующие 5 минут – на $15 \text{ }^\circ\text{C}$. За час она достигает $1,3 \text{ }^\circ\text{C}$ и далее не изменяется, поэтому применение водяного охлаждения может быть ограничено промежутком времени в 1 час. Далее вполне достаточно воздушного охлаждения. Недостатком водяного охлаждения является вероятность осаждения кристаллов лактозы на теплообменной поверхности, несмотря на интенсивное перемешивание кристаллизата барботируемым в него

воздухом, поэтому окончательные режимы охлаждения целесообразно уточнить опытным путем.

На рисунке 2.10 представлен график изменения содержания сухих веществ в кристаллизате при отсутствии подпитки. Как видно из графика, при отсутствии подпитки для достижения содержания сухих веществ выше 50% достаточно 8 часов, т.е. одного 8-часового цикла или двух циклов по 4 часа, или четырех циклов по 2 часа. Для сокращения продолжительности экспериментов по оптимизации работы кристаллизатора целесообразно применить именно режим без подпитки.

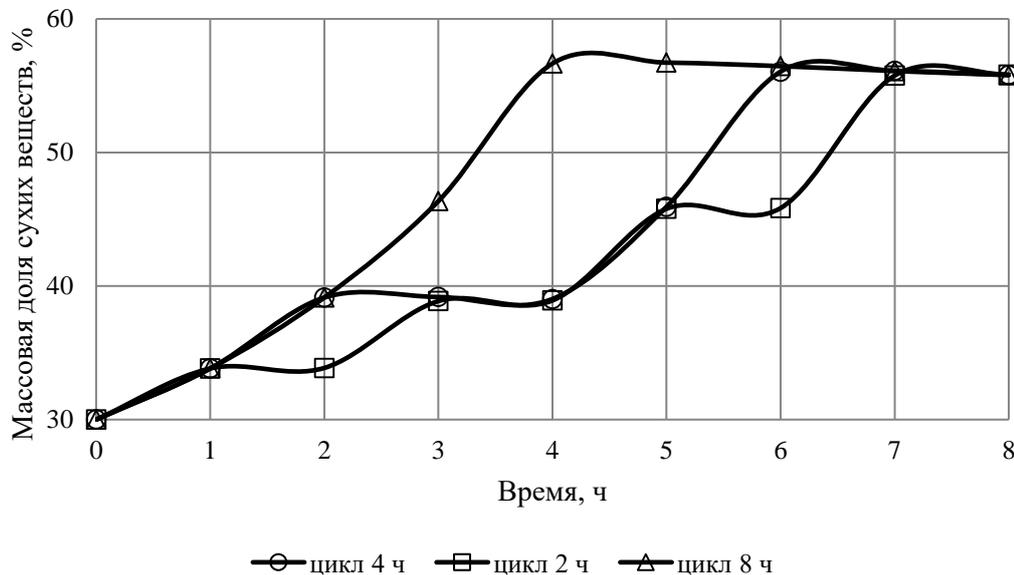


Рисунок 2.10 –Изменение содержания сухих веществ в циклах продолжительностью от 2-х до 8-ми часов без подпитки

Выводы по главе 2:

– В результате аналитических исследований установлено, что при нагревании и охлаждении кристаллизата воздухом в виде отдельных воздушных пузырьков теплопередача между пузырьком и кристаллизатом (при размере пузырька при охлаждении $12 \cdot 10^{-3}$ м, при нагревании $8 \cdot 10^{-3}$ м) происходит за 0,54 с при охлаждении и 0,17 с при нагревании. При этом высота подъема пузырька составляет при охлаждении 0,13 м, при нагревании – 0,034 м, что значительно

меньше высоты слоя жидкости (0,5 м), при этом происходит полный теплообмен между воздухом и кристаллизатором;

– теоретически установлено, что при одновременном нагревании кристаллизата воздухом с температурой 60 °С и водой с температурой 70 °С, при расходе горячего воздуха 0,0009 м³/с, максимальная температура, достигаемая кристаллизатором, составляет 62 °С;

– при одновременном охлаждении кристаллизата воздухом с температурой 0 °С и водой с температурой 1 °С, при расходе холодного воздуха 0,0003 м³/с, минимальная температура кристаллизата составляет 1,3 °С;

– при 24-часовом периоде работы содержание сухих веществ в сыворотке может достигать 63 %.

ГЛАВА 3 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ

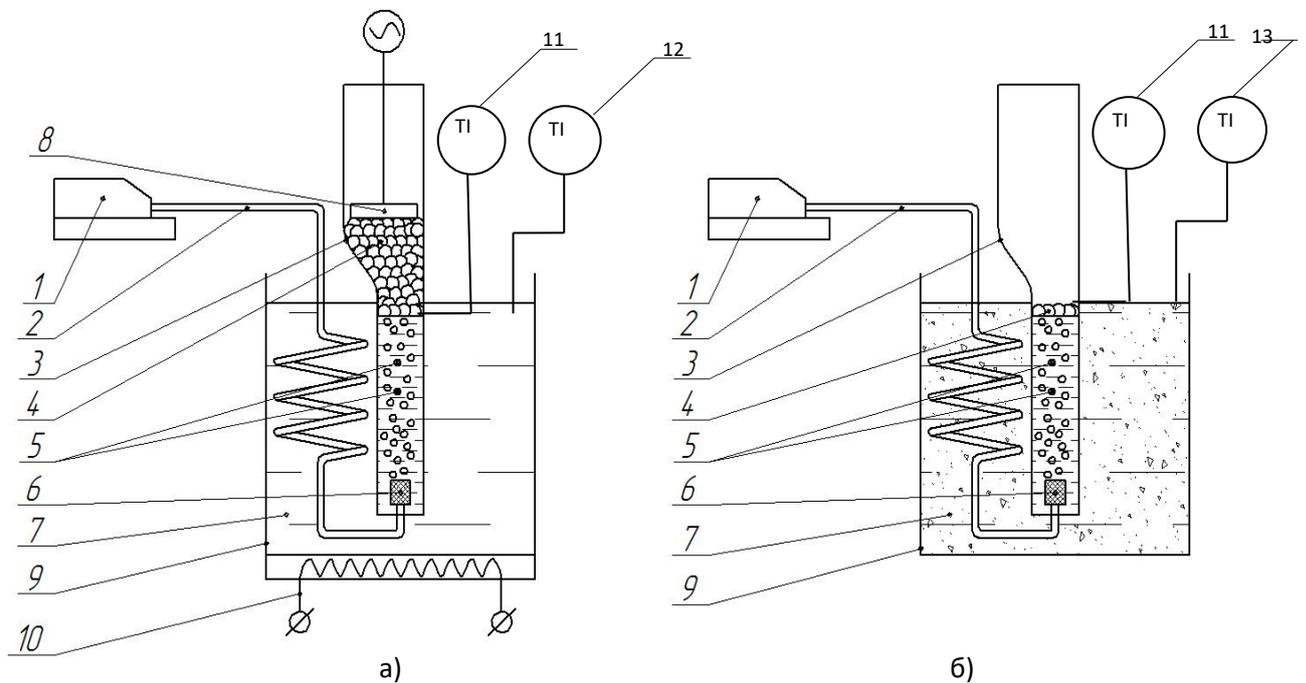
Известно, что использование циклических температурных режимов в процессе кристаллизации позволяет получить более крупные кристаллы, которые впоследствии легче отделить от кристаллизата. За счет того, что в процессе нагревания мелкие кристаллы растворяются быстрее, концентрация раствора увеличивается, что приводит к увеличению скорости роста крупных кристаллов, которые не успели раствориться за время нагревания. Чем шире диапазон варьирования температур и выше частота их колебаний, тем эффективнее процесс кристаллизации. [1,32, 59,82].

Поскольку в разрабатываемом кристаллизаторе совмещаются процессы кристаллизации и выпаривания, температурные режимы его работы требуют уточнения.

3.1 Экспериментальные установки и методики исследований

Для проведения предварительных экспериментальных исследований процесса кристаллизации лактозы при циклических температурных режимах с воздушным и водяным охлаждением и подогревом была создана экспериментальная установка, в которой достаточно было иметь одну колонку малого объема (0,5 л) [74]. В колонке осуществлялось попеременное выпаривание и кристаллизация. Для этого она помещалась то в горячую, то в холодную воду. Горячий и холодный воздух барботировался в колонку при помощи воздушного компрессора (марки «Multi1000»). Нагревание воздуха осуществлялось через воздуховод, находящийся в той же горячей воде, что и колонка. Аналогичным образом осуществлялось охлаждение воздуха. Таким образом, обеспечивалось последовательное воздушно-водяное нагревание и охлаждение кристаллизата.

Экспериментальная установка (рисунок 3.1) состояла из одного модельного кристаллизатора и двух емкостей для воды 9. В состав кристаллизатора входили: корпус 3, воздушный компрессор 1, воздухопровод 2 и устройство для барботирования воздуха 6. В качестве воздуховода 2 использовалась полихлорвиниловая трубка. На конце трубки использовалась специальная насадка, которая являлась барботером. Корпус кристаллизатора и воздухопровод помещались в емкость с водой. В одной из емкостей вода подогревалась с помощью нагревательного элемента 10, а в другой - охлаждалась путем добавления в нее льда.[75].



а) с подогревом б) с охлаждением: 1 – воздушный компрессор; 2 – воздухопровод; 3 – корпус кристаллизатора; 4 – пена; 5 – пузырьки воздуха; 6 – устройство для барботирования воздуха; 7 – вода; 8 – мешалка-пеногаситель; 9 – емкость для воды; 10 – нагревательный элемент

Рисунок 3.1 – Схема экспериментальной установки

В емкости с подогревом сыворотка нагревалась от воды путем теплопередачи через стенку и от барботируемого воздуха, который, проходя по спиралевидному воздухопроводу, нагревался от той же горячей воды. Во второй емкости охлаждение сыворотки осуществлялось подобным образом при помощи холодных воздуха и воды. Для осуществления циклического температурного режима кристаллизатор периодически перемещался из одной емкости в

другую[75]. В процессе нагревания кристаллизата имело место интенсивное пенообразование, особенно выраженное при начальных концентрациях, что осложняло процесс выпаривания. Для гашения пены был использован механический пеногаситель. Фотография установки и составляющих ее элементов представлены на рисунке 3.2. Расход воздуха в кристаллизаторе замерялся по секундомеру путем вытеснения воды из емкости. Температуру контролировали термопарами типа Checktemp 1 HI98509 Digital Thermometer. Содержание сухих веществ в сгущенной молочной сыворотке определяли рефрактометром РЛ-2. Микроскопические исследования проводились на микроскопе OLYMPUS CX31, оснащенном камерой Tour CamU3MOS 1 8000 КРА. Подсчет размеров кристаллов производился с помощью программы Tour Tek TourView Версия: x64, 3.7.6454. Для определения изменения массы кристаллизата в процессе выпаривания после каждого нагревания продуктовая колонка с кристаллизатором взвешивалась на весах марки ВЛТ-1000.

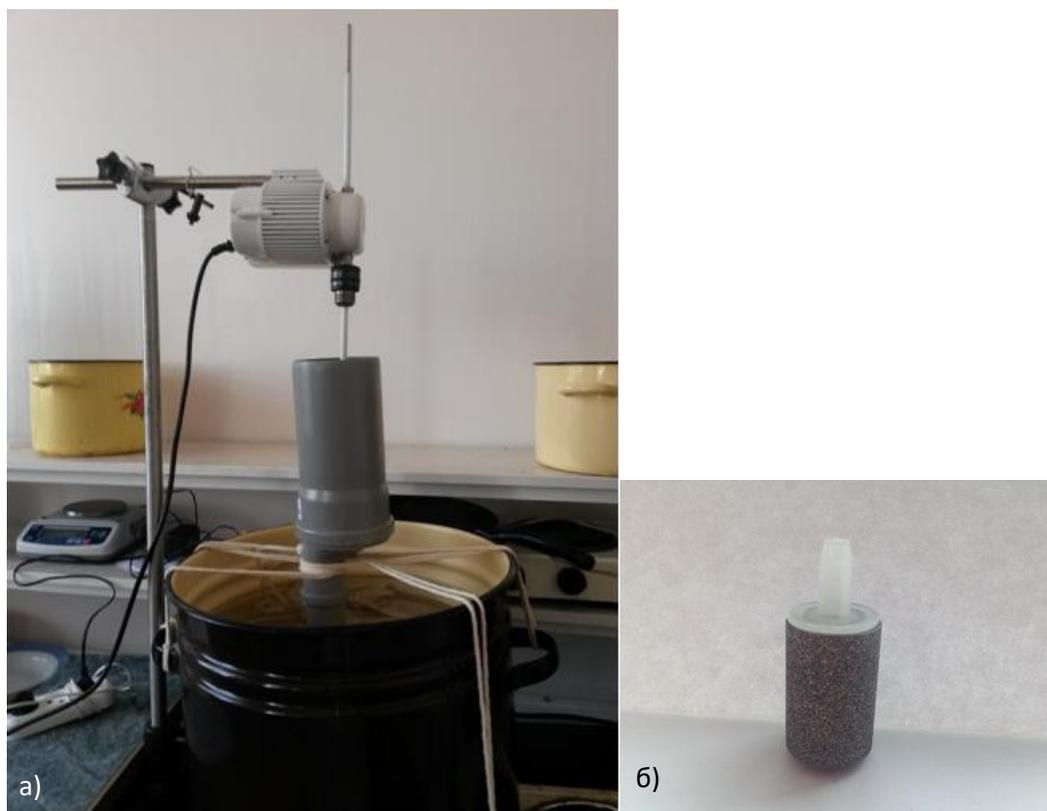


Рисунок 3.2 – Фотографии: а) экспериментальной установки; б) насадки для барботера

Степень кристаллизации лактозы определялась по формуле [75]

$$C = \frac{m_{e.l.}}{m_{c.v.}} = \frac{m_{c.v.} - m_{p.c.v.}}{m_{c.v.}} \cdot 100\%, \quad (3.1)$$

где $m_{e.l.}$ – масса выкристаллизовавшейся лактозы, кг;

$m_{p.c.v.}$ – масса растворенных сухих веществ, кг.

Масса растворенных сухих веществ определялась по формуле [75]

$$m_{p.c.v.} = m_{кр.} \cdot \frac{C.B.}{100}, \quad (3.2)$$

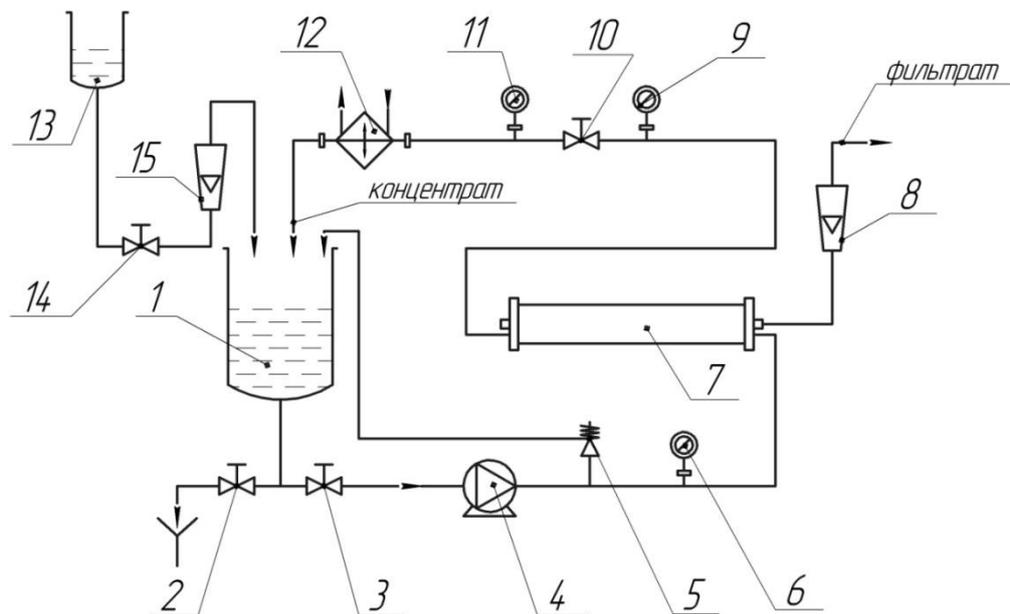
где $C.B.$ – сухие вещества по рефрактометру, %.

Масса выпаренной из кристаллизата влаги определялась как разность между исходной массой кристаллизата и массой его после выпаривания. Масса влаги, оставшейся в кристаллизате после каждого нагревания и охлаждения, определялась как разность между массой кристаллизата после его выпаривания и массой сухих веществ.

Для проведения эксперимента использовался НФ-концентрат творожной сыворотки, который получался при применении специального режима обработки НФ-концентрата, смешанного с деионизированной водой. Нанофильтрация проводилась на баромембранной установке фирмы ТИА (рисунки 3.3 и 3.4), оснащенной нанофильтрационной мембраной марки ЭРН-33-Н с молекулярной массой отсечки 200 Да, что позволяло концентрировать все ценные компоненты творожной сыворотки, пропуская при этом ионы одновалентных элементов и частично молочную кислоту.[75].

Для мембранной обработки сыворотки использовался периодический режим, при котором сыворотка многократно пропускалась через один и тот же мембранный модуль. Получить сыворотку высокой концентрации с минимальным содержанием солей позволяло добавление в процесс нанофильтрации дополнительной операции – диафильтрации. В процессе мембранной обработки сыворотки с применением диафильтрации можно выделить три ступени: предварительное концентрирование, разбавление, заключительное концентрирование [102]. Температура измерялась термометром типа ТЛ-4. Содержание сухих веществ в сгущенной молочной сыворотке определяли

рефрактометром РЛ-2 [75]. Электропроводность измерялась кондуктометром – Эксперт - 002.



- 1 – продуктовая емкость; 2,3,14 – ручной клапан; 4 – насос; 5 – предохранительный клапан;
 6,9 – манометр; 7 – мембранный модуль; 8, 15 – расходомер; 10 – игольчатый вентиль;
 11 – термометр; 12 – теплообменник; 13 – емкость для деионизированной воды

Рисунок 3.3 – Схема экспериментальной нанофильтрационной установки с диафильтрацией



Рисунок 3.4 – Фотография нанофильтрационной установки

Для определения свойств фильтрата и концентрата использовались стандартные методы (таблица 3.1).

Таблица 3.1 – Методы исследований сыворотки

Наименование показателя	Наименование метода	ГОСТ, другие источники
Массовая доля сухих веществ	Рефрактометрический	ГОСТ 24908-84
Температура	Термометрический метод	ГОСТ 26754-85
Длительность процесса	Хронометрический метод	ГОСТ 23350-83
Активная кислотность	Потенциометрический метод	ГОСТ 26781-85
Титруемая кислотность	Титрование	ГОСТ 8764-92
Массовая доля золы	Метод озоления	ГОСТ 26226
Массовая доля белковых веществ	Метод Кьельдаля	ГОСТ 23327-78
Массовая доля лактозы	Метод Бертрана	ГОСТ Р 51259-99

В процессе эксперимента предварительно отфильтрованная творожная сыворотка заливалась в продуктовый бак 1. Подача сыворотки в мембранный модуль 7 осуществлялась с помощью поршневого насоса 4. В мембранном модуле происходило разделение сыворотки на фильтрат и концентрат. Игольчатым вентилем 10 устанавливалось давление процесса нанофильтрации. Для поддержания температуры процесса использовался теплообменник типа труба в трубе 12. Фильтрат, получаемый в процессе концентрирования, непрерывно удалялся, а концентрат возвращался в продуктовый бак.

Клапана 2 и 3 предназначены для слива концентрата из бака. Предохранительный клапан 5 служит для защиты мембраны от повреждения при скачках давления. С помощью манометров 6 и 9 осуществляется контроль давления на входе и выходе из мембранного модуля 7. Расходомером 8 фиксировалась скорость фильтрации. Для контроля температуры процесса нанофильтрации использовался термометр 11. Для осуществления процесса диафильтрации нанофильтрационная установка была оснащена дополнительной емкостью для деионизированной воды 13, расход которой определялся с помощью расходомера 15 и регулировался ручным клапаном 14.

Отбор проб исходной сыворотки осуществлялся спустя минуту от начала циркуляции сыворотки при дополнительном перемешивании ее в продуктивном баке 1 вручную. В процессе концентрирования фильтрат отводился в специальную мерную емкость, а концентрат возвращался в продуктовый бак 1. Скорость изменения давления в процессе эксперимента не превышала 0,2 МПа/мин.

Наиболее эффективный способ концентрирования творожной сыворотки нанофильтрацией с последующей диафильтрацией заключается в следующем. Предварительная концентрация нанофильтрацией осуществляется при постоянной удельной скорости фильтрации до достижения максимального давления при постоянной максимальной температуре. Для минимизации расхода деионизированной воды и сокращения энергозатрат на процесс диафильтрации вода добавляется постепенно, по мере удаления фильтрата, при этом расход воды равняется расходу удаляемого фильтрата. Объем концентрата остается постоянным. Диафильтрация осуществляется при постоянном максимальном давлении. Оптимальный объем деионизированной воды в процессе диафильтрации составляет 20% от исходного объема сыворотки. Заключительное концентрирование начинается после использования всего объема деионизированной воды и позволяет сконцентрировать сыворотку до массовой доли сухих веществ 31,2 %, степени деминерализации 55 % и раскисления 30 % [31].

По достижении давления в мембранном модуле 3 МПа в продуктовый бак 1 из емкости 13 подавалась деионизированная вода, при этом, как упоминалось выше, расход деионизированной воды равнялся расходу удаляемого фильтрата. После окончания диафильтрации осуществляли заключительное концентрирование.[75].

По завершении работы, после удаления концентрата из продуктового бака, осуществлялась мойка установки. Мойка включала: ополаскивание, мойку кислотным раствором, ополаскивание, мойку щелочным раствором, ополаскивание.

Характеристики экспериментальной нанофильтрационной установки представлены в таблице 3.2.

Таблица 3.2 – Характеристики экспериментальной нанофильтрационной установки

Мембрана	
Изготовитель	ЗАО НТЦ «Владипор»
Материал	Полипиперазинамид
Марка	ЭРН 33 Н
Активная площадь S , м ²	2
Диапазон рабочей температуры, °С	2 - 40
Давление P_{\max} , МПа	4
Рекомендованное рабочее давление P_r , МПа	2,5
Установка	
Объем бака, V	50л
Насос	CAT PUMP, 311
Мощность	2,2 кВт
Расход	900л/ч

Процесс нанофильтрации осуществляли при температуре 40°С и постоянной удельной скорости фильтрации 20 л/(м²ч) до достижения давления 3 МПа. Нанофильтрация продолжалась до достижения концентрации сухих веществ в концентрате 20 %. Дальнейшее повышение содержания сухих веществ путем нанофильтрации становилось энергозатратным из-за снижения скорости процесса. Наиболее целесообразным способом дальнейшего повышения содержания сухих веществ и более глубокой деминерализации является диафильтрация. Начиная процесс диафильтрации путем подачи деионизированной воды в продуктовую емкость. При этом расход деионизированной воды равнялся расходу удаляемого фильтрата. После окончания диафильтрации осуществлялось заключительное концентрирование. [75].

3.2 Экспериментальные исследования процесса получения НФ-концентрата творожной сыворотки

Для исследований использовалась творожная сыворотка, полученная АО УОМЗ ВГМХА имени Н.В. Верещагина. Начальный объем сыворотки составлял 50 л с содержанием сухих веществ 6 % [75].

Для первичного сгущения творожной сыворотки используется баромембранная установка фирмы ТИА, оснащенная нанофильтрационной мембраной марки ЭРН-33-Н с молекулярной массой отсечки 200 Да [75]. Целью первичного концентрирования является не только удаление из сыворотки максимально возможного количества влаги, но и минеральных веществ и молочной кислоты. В процессе нанофильтрации наиболее эффективно удаляются катионы натрия и калия, и анионы хлора. А катионы с высокой валентностью (кальций, фосфор, магний и др.), наиболее полезные для организма, практически не удаляются.

На первом этапе (участок А-В) концентрирование творожной сыворотки нанофильтрацией осуществлялось до содержания сухих веществ 20 % при температуре 40 °С и постоянной удельной скорости фильтрации 20л/м²·ч, при этом давление в мембранном модуле возрастало до 3 МПа (рисунок 3.5). Дальнейшее повышение давления приведет к нестабильности работы мембраны. 3 МПа – это максимальное давление, не сокращающее срок службы мембраны, по достижении которого начинался 2-й этап.

На втором этапе (участок В-С) производился процесс диафильтрации, при котором в сыворотку добавлялась деионизированная вода, взятая в объеме 10 л (20% от исходного объема сыворотки) при постоянном давлении 3 МПа, при этом расход воды равнялся расходу удаляемого фильтрата. Использование диафильтрации позволяет увеличить степень деминерализации, максимально удалить молочную кислоту и максимально сконцентрировать сыворотку.

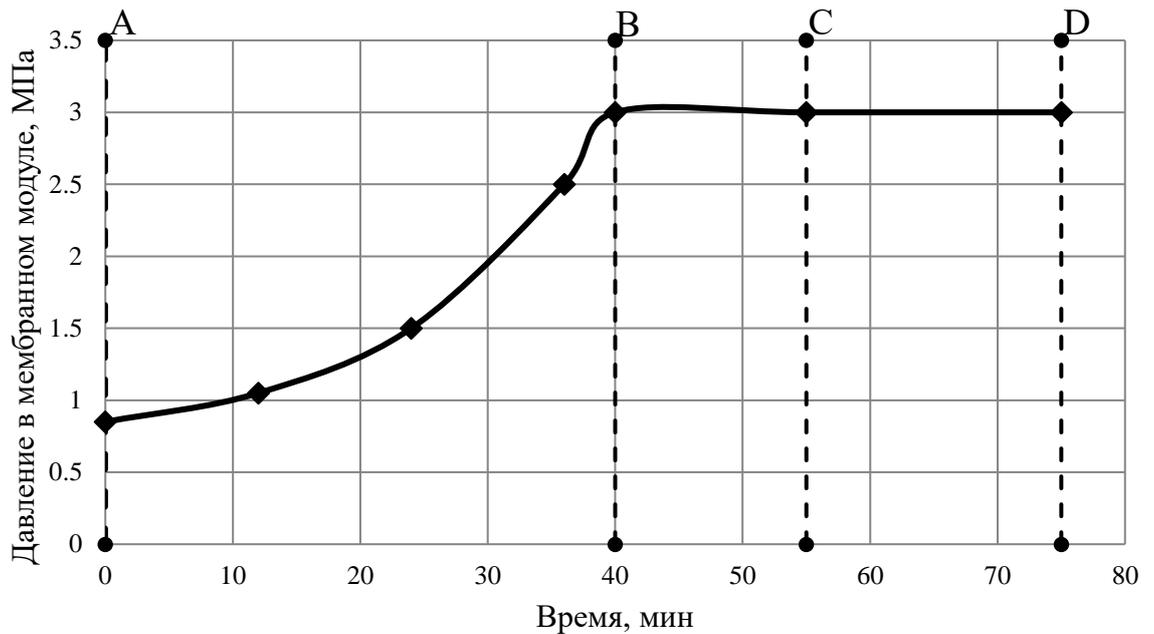


Рисунок 3.5 – Изменение давления в мембранном модуле

На третьем этапе (участок С-D) осуществлялось заключительное концентрирование нанофильтрацией при постоянном давлении 3 МПа. При этом удельная скорость фильтрации снижалась до 3-5 л/м²·ч. В результате массовая доля сухих веществ повысилась до 27,2 %, степень деминерализации – до 47 % и раскисление – до 30 %. Продолжительность первого этапа составила 40 минут, второго – 15 минут и третьего – 20 минут.

На рисунке 3.6 видно, что на участке А-В, соответствующем концентрированию нанофильтрацией, массовая доля сухих веществ в концентрате творожной сыворотки возрастает от 6 % до 20%. На участке В-С, соответствующем процессу диафильтрации, происходит снижение массовой доли сухих веществ в концентрате. Это объясняется незначительным превышением подаваемой в концентрат деионизированной воды над отводом фильтрата в процессе диафильтрации, несмотря на то, что с фильтратом происходит частичное удаление минеральных веществ и молочной кислоты. На участке С-D происходит заключительное концентрирование, при этом концентрация сухих веществ увеличивается до 27,2 %.

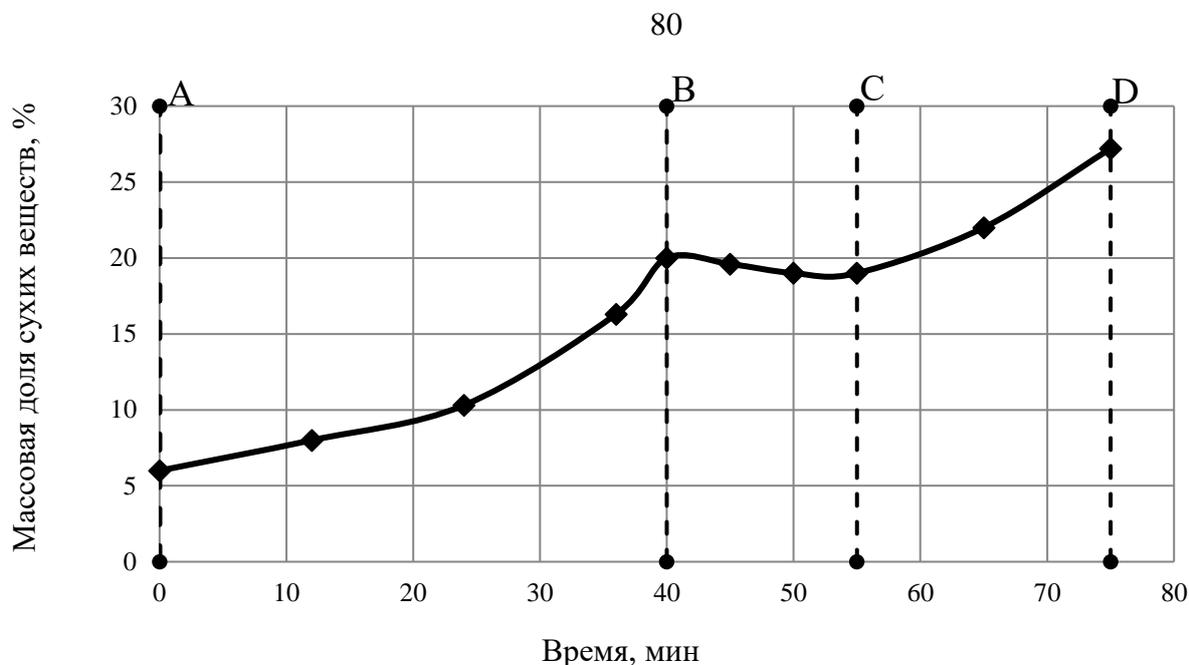


Рисунок 3.6 – Зависимость массовой доли сухих веществ концентрата от продолжительности нанофильтрации, совмещенной с диафильтрацией

На рисунке 3.7 представлена зависимость электропроводности фильтрата и концентрата творожной сыворотки, от времени, в процессе нанофильтрации, совмещенной с диафильтрацией. Электропроводность концентрата является косвенным показателем степени его деминерализации, т.к. электропроводность жидкости зависит от концентрации ионов солей. В процессе нанофильтрации с фильтратом отводятся соли, причем это в основном соли тяжелых металлов.

При нанофильтрации происходят два взаимоисключающих процесса. С одной стороны – концентрирование сыворотки и сопутствующее ему концентрирование минеральных веществ, а с другой стороны – унос минеральных веществ в фильтрат. В результате электропроводность концентрата несколько повышается от 8,15 до 9,1 мСм/см, причем в процессе концентрирования сыворотки содержание влаги в ней уменьшается, и концентрация соли увеличивается. По достижению сухих веществ 16,3% (через 36 минут от начала концентрирования) минеральные вещества в сгущаемой сыворотке достигают такой большой концентрации, что отвод их с фильтратом начинает снижать содержание их в концентрате и его электропроводность уменьшается. Концентрация солей в фильтрате на всем участке нанофильтрации А-В растет, а

максимальная скорость роста достигается после 36 минуты. На 40-й минуте начинается процесс диафильтрации, при котором к концентрату добавляется деионизированная вода, что приводит к снижению содержания соли как в концентрате, так и в фильтрате, о чем свидетельствует снижение их электропроводности на участке В-С. В процессе заключительного концентрирования (участок С-D) концентрация минеральных веществ в сгущаемой сыворотке продолжает падать, электропроводность снижается до 7,76 мСм/см, при этом электропроводность фильтрата достигает 7,7 мСм/см. В результате степень деминерализации концентрата достигает 47%.

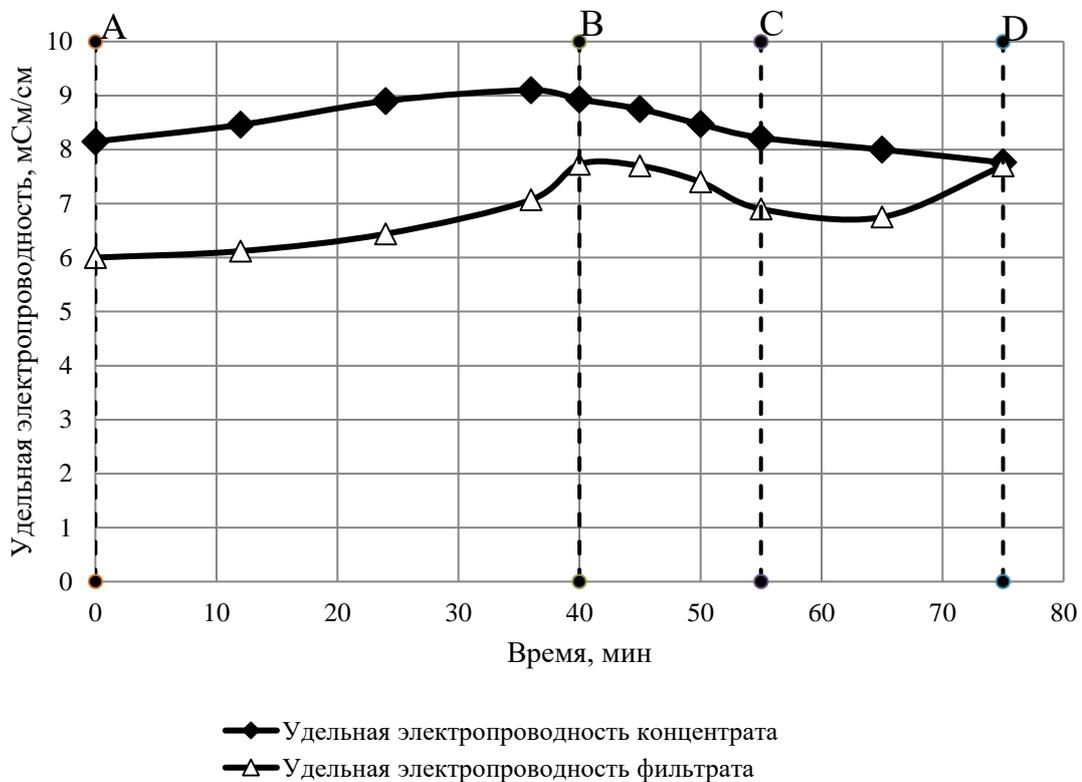


Рисунок 3.7 – Зависимость удельной электропроводности концентрата и фильтрата концентрата от продолжительности нанофильтрации, совмещенной с диафильтрацией

Полученный НФ-концентрат творожной сыворотки использовался в качестве исходного сырья для дальнейшего сгущения, совмещенного с кристаллизацией лактозы на экспериментальной установке [75].

3.3 Предварительные исследования процессов кристаллизации и выпаривания на экспериментальной установке при циклических температурных режимах

Как известно, интенсивность рекристаллизации при циклическом режиме процесса кристаллизации возрастает с увеличением амплитуды и частоты колебаний температуры [1]. Анализ, проведенный в предыдущей главе, показал, что продолжительность одного цикла не оказывает существенного влияния на конечное содержание сухих веществ при фиксированной продолжительности всего процесса (рисунки 2.11 и 2.12) [76]. Время нагревания кристаллизата от начальной температуры до температуры выпаривания составляет около 15 минут. За те же 15 минут происходит охлаждение кристаллизата от температуры выпаривания до 10°C, необходимых для проведения достаточно интенсивного процесса кристаллизации (рисунок 2.10), поэтому, для экспериментальных исследований выбрана минимальная продолжительность цикла 2 часа, т.е. один час – нагревание и один час – охлаждение.

Продуктовая колонка экспериментального кристаллизатора заполнялась НФ-концентратом творожной сыворотки в объеме 300 мл с массовым содержанием сухих веществ 27,2 %, степенью деминерализации 47 %. Масса кристаллизата составляет 0,337 кг (масса сухих веществ в кристаллизате составляет $0,337 \cdot 0,272 = 0,092$ кг). Содержание лактозы в сухом веществе – 78 %, белка – 12 %, золы – 4,1 %.

Продуктовая колонка с сывороткой помещалась в емкость с горячей водой, где в нее барботировался горячий воздух в течение 1 часа. Температура горячей воды составляла 70 °С – 72 °С, при этом температура барботируемого воздуха, который нагревался от воды, составляла 45 °С. Расход воздуха составлял $15 \cdot 10^{-6}$ м³/с. Затем продуктовая колонка перемещалась в емкость с холодной водой, имеющей температуру 4 °С – 6 °С, где в нее барботировался холодный воздух также в течение 1 часа. Температура воздуха, который охлаждался при

помощи холодной воды, составляла 16 °С. Затем данные циклы повторялись с такой же периодичностью еще 10 раз. После каждого нагревания продуктовая колонка с кристаллизатом взвешивалась, что позволяло определить количество выпаренной влаги. Общее время эксперимента составило 20 ч. [75].

Графики изменения температуры кристаллизата в процессах нагревания и охлаждения представлены на рисунке 3.8.

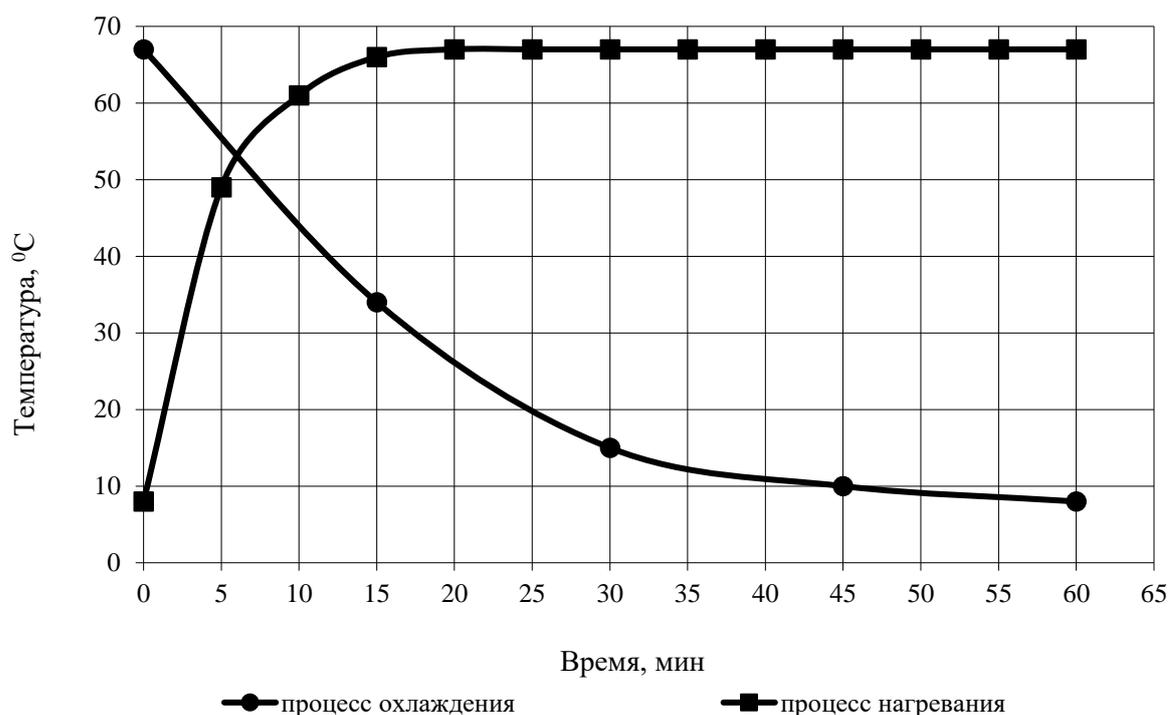


Рисунок 3.8 – Изменение температуры в процессе нагревания и охлаждения для цикла продолжительностью 2 часа

При нагревании температура измерялась каждые 5 минут, а при охлаждении – каждые 15 минут. Нагревание и охлаждение кристаллизата, как было показано выше (глава 2), происходит в основном за счет теплопередачи от нагревающей и охлаждающей воды, соответственно. Барботирование воздухом служит для интенсификации процесса теплоотдачи между стенкой продуктовой емкости и кристаллизатом, а также в процессе нагревания кристаллизата за счет него происходит выпаривание влаги из кристаллизата. Как видно из графика, процесс нагревания до максимальной температуры 67 °С происходит за 20 минут. В течение всего периода охлаждения (60 минут) в цикле температура кристаллизата падает до предельно низкого значения 8 °С при данных условиях.

Содержание сухих веществ в межкристальном растворе определялось по рефрактометру в конце каждого часа. Изменение содержания сухих веществ, степени кристаллизации лактозы и содержания влаги в кристаллизате представлены на графике (рисунок 3.9).

В периоды нагревания содержание влаги в кристаллизате уменьшается значительно существеннее, чем в периоды охлаждения. Выпаривание в ходе охлаждения объясняется высокой температурой кристаллизата на начало процесса охлаждения. Основная влага выпаривается из раствора в течение первых 7 циклов, а далее снижение содержание влаги в кристаллизате незначительно и составляет примерно 1 % за цикл. Это объясняется повышением вязкости кристаллизата и частичным засорением барботера белком и кристаллами лактозы.

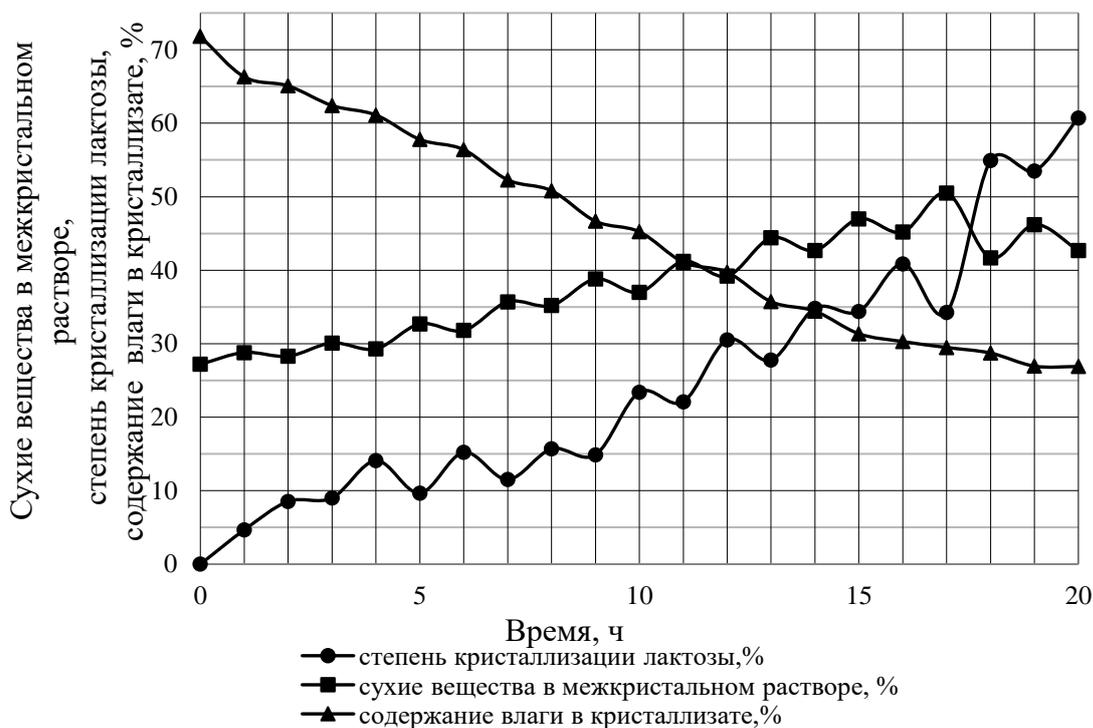


Рисунок 3.9 – Изменение физико-химических свойств кристаллизата (содержание сухих веществ, степень кристаллизации лактозы, содержание влаги в кристаллизате) в процессе кристаллизации, совмещенной с выпариванием

Как видно из графика, существенное снижение содержания сухих веществ за счет интенсификации процесса кристаллизации происходит по достижении уровня в 50 %. При этом значительно нарастает интенсивность кристаллизации,

степень кристаллизации лактозы достигает 55 %, а в последнем цикле возрастает до 60 % (формула (3.1.)). В связи с этим представлялось целесообразным произвести сгущение до 50 % содержания сухих веществ, а только после этого производить охлаждение и кристаллизацию лактозы [75].

Следующая серия экспериментов по предварительному сгущению до содержания сухих веществ 50 % проводилась на вышеописанной установке. Сгущение осуществлялось путем барботирования горячего воздуха с температурой 45 °С в кристаллизат, при одновременном его нагревании с помощью горячей воды с температурой 70 °С - 72 °С. В конце каждого часа в течение всего процесса выпаривания, осуществлялось взвешивание кристаллизата, измерение массовой доли сухих веществ в межкристалльном растворе и микрофотосъемка кристаллов. Как видно из графика (Рисунок 3.10) за 7 часов выпаривания содержание сухих веществ увеличилось от 27,2 % до 50,5 %, а при дальнейшем выпаривании начало падать. [75].

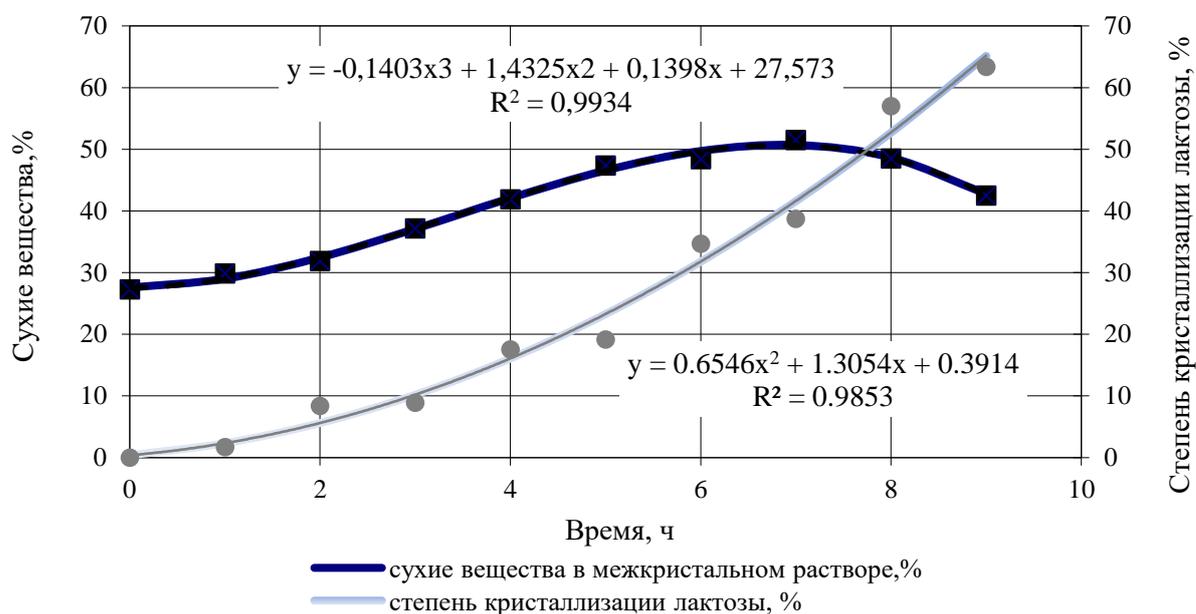
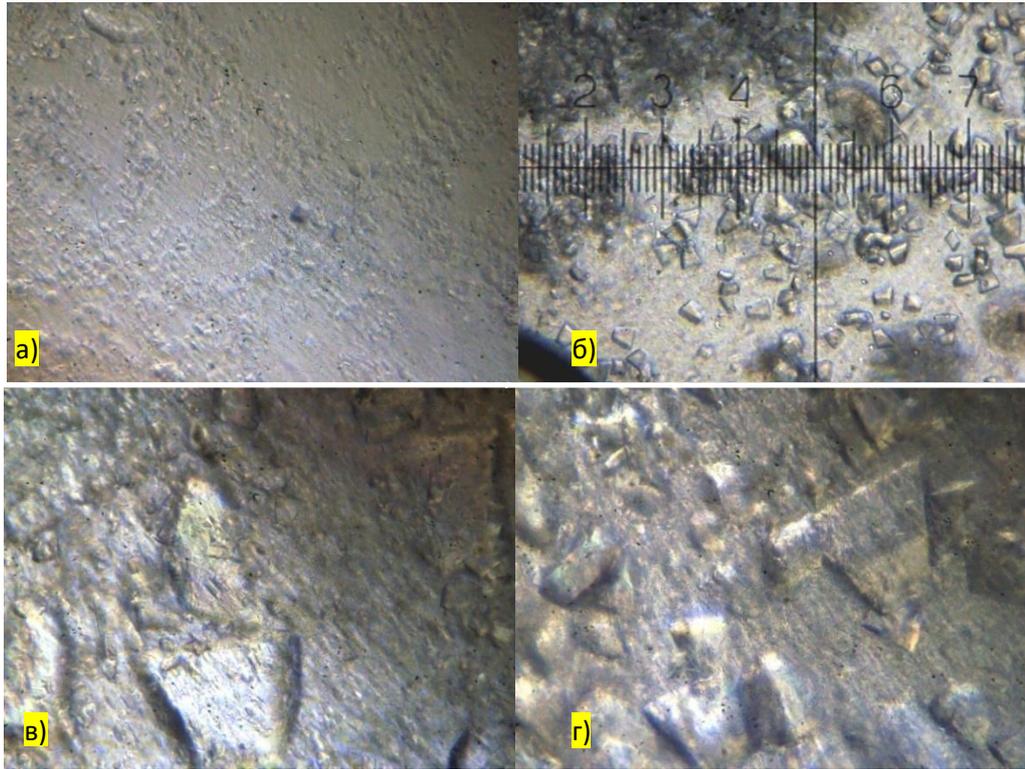


Рисунок 3.10 – Изменения содержания сухих веществ и степени кристаллизации лактозы в процессе сгущения

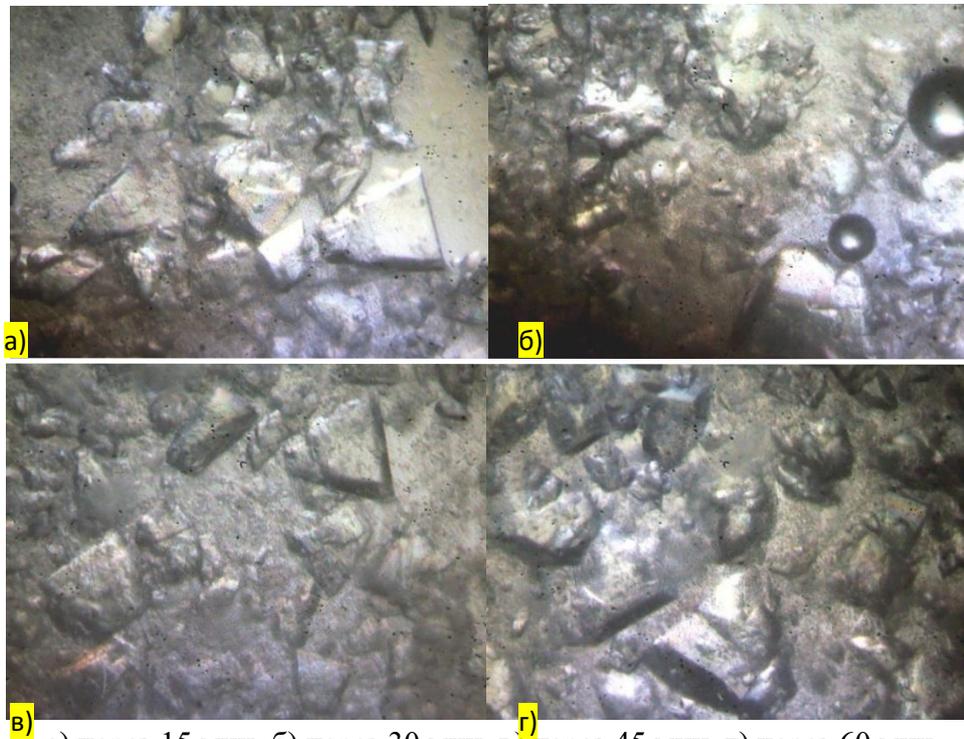
Микроскопирование показало, что началась интенсивная кристаллизация (рисунок 3.11). Степень кристаллизации при этом достигла 57 %. Дальнейшее охлаждение в течение часа позволило понизить сухие вещества до 42,5 %, а степень кристаллизации лактозы повысить до 63,3 %. На рисунке 3.12

представлены результаты микрофотографирования кристаллизата в процессе охлаждения через каждые 15 минут.



а) через 5 часов, б) через 6 часов, в) через 7 часов, г) через 8 ч

Рисунок 3.11 – Микрофотографии кристаллов в процессе выпаривания при 20-ти кратном увеличении (1 деление линейки=3,2мкм)



а) через 15 мин, б) через 30 мин, в) через 45 мин, г) через 60 мин

Рисунок 3.12 – Микрофотографии кристаллов в процессе охлаждения при 10-ти кратном увеличении (1 деление линейки=6,2мкм)

В результате установлено, что процесс кристаллизации нанофильтрата творожной сыворотки при одновременном выпаривании позволяет увеличить степень кристаллизации лактозы свыше 60 %. Эксперименты показали, что охлаждение кристаллизата целесообразно начинать проводить при достижении сухих веществ 50 % - 55 %, что сокращает время процесса кристаллизации более чем в 2 раза.[75].

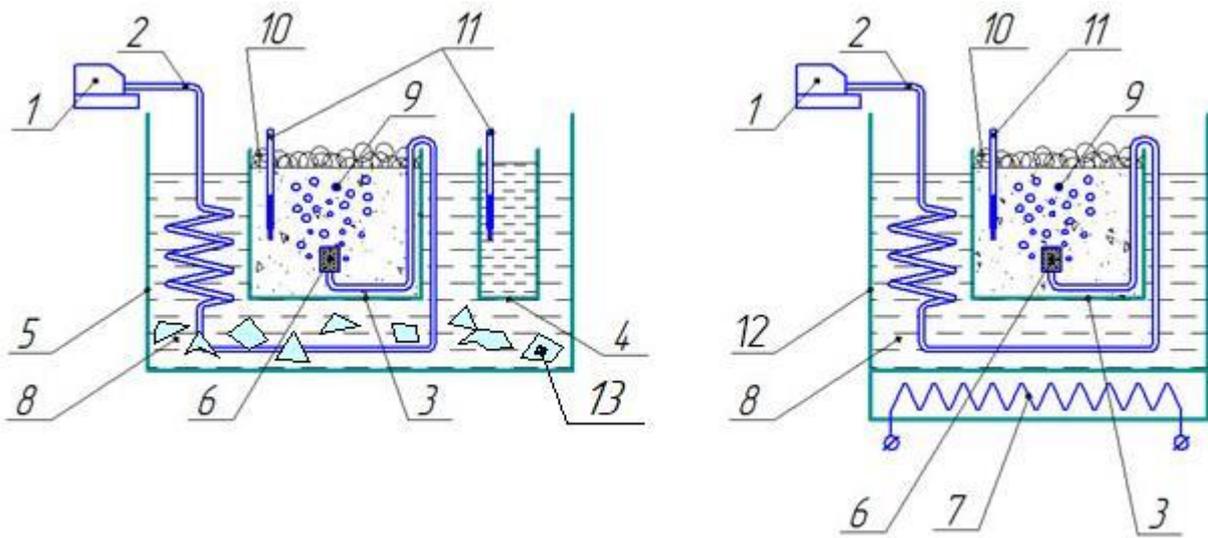
3.4 Экспериментальные исследования процесса кристаллизации лактозы с циклическими температурными режимами

Экспериментальные исследования проводились на упрощенном образце кристаллизатора-выпаривателя, в котором не требовался пеногаситель, т.к. начальная концентрация сгущенного нанофильтрата составляла 55 % сухих веществ. При таких высоких концентрациях пенообразование практически отсутствует.

Лабораторный образец кристаллизатора-выпаривателя (рисунок 3.13) состоит из двух емкостей для экспериментального 3 и контрольного образцов 4, которые погружаются в термостат 5 с водой, охлажденной с помощью добавления в нее льда 13. В емкость с экспериментальным образцом с помощью воздушного компрессора 1 по воздуховоду 2 через устройство для барботирования 6 подается воздух. Воздуховод также помещается в термостат. Во втором термостате 12, аналогичном первому, вода подогревается с помощью нагревательного элемента 7.

Для осуществления циклического температурного режима экспериментальный образец периодически перемещается из одного термостата в другой. При этом контрольный образец все время находится в холодном термостате. В горячем термостате сыворотка нагревается от воды путем теплопередачи через стенку и от барботируемого воздуха, который, проходя по

спиралевидному воздуховоду, нагревается от той же горячей воды. В холодном термостате охлаждение сыворотки осуществляется подобным образом при помощи холодных воздуха и воды. Расход воздуха составлял $15 \cdot 10^{-6} \text{ м}^3/\text{с}$. [75].



а) с охлаждением; б) с подогревом: 1 – воздушный компрессор; 2 – воздуховод; 3 – емкость с экспериментальным образцом; 4 – емкость с контрольным образцом; 5 – холодный термостат; 6 – устройство для барботирования воздуха; 7 – нагревательный элемент; 8 – вода; 9 – пузырьки воздуха; 10 – пена; 11 – термометры; 12 – горячий термостат; 13 – лед

Рисунок 3.13 – Схема экспериментальной установки

Известно, что варьирование температурных режимов в процессе кристаллизации способствуют более интенсивному росту кристаллов [3, 59, 95]. При этом наибольший эффект достигается при увеличении амплитуды и частоты колебаний температур при общем понижении температуры в каждом последующем цикле [1].

Для проведения эксперимента использовался НФ-концентрат творожной сыворотки, обессоленный до 50 %, сгущенный до содержания сухих веществ 55 %. Сухие вещества НФ-концентрата молочной сыворотки состояли в основном из лактозы (68 %) и белка (13,2 %), а также молочной кислоты (11,3 %), золы (6,6 %) и жира (0,9 %). Тогда концентрация лактозы в растворе составила 45 %. Для эксперимента использовались две колбы: одна с экспериментальным, вторая с контрольным образцом. [74].

Колба с экспериментальным образцом периодически помещалась в холодный и горячий термостаты. В горячем термостате температура поддерживалась на уровне 70 °С, а в холодном – на уровне 5 °С. Попадая в холодный термостат, НФ-концентрат охлаждался, что способствовало кристаллизации лактозы. В горячем термостате происходило частичное растворение лактозы. Предварительные эксперименты показали, что при равных периодах нагревания и охлаждения в цикле, выкристаллизованная за время охлаждения лактоза практически полностью растворяется, тогда как целью нагревания является растворение только мелких кристаллов с тем, чтобы повысить концентрацию раствора и ускорить рост крупных кристаллов. Известны исследования, когда циклическая кристаллизация сопровождалась постепенным снижением предельных значений температур нагревания и охлаждения в каждом цикле. Такой температурный режим способствовал растворению мелких кристаллов и росту крупных. Это позволяло в 1,5-2 раза увеличить размер кристаллов по сравнению с контрольным образцом, который подвергался постепенному охлаждению на том же промежутке времени [1]. Варьирование температур предлагалось осуществлять постепенным повышением и снижением температуры термостата, но это трудоемкий процесс, т.к. регулирование температуры самого кристаллизующегося раствора производится по косвенному параметру (температуре термостата). Такой процесс сложно осуществить в реальных условиях на производстве. На практике такого постепенного снижения предельных значений температур продукта на протяжении всех циклов его обработки можно достичь постепенным увеличением периода охлаждения и сокращением периода нагревания в каждом последующем цикле.[74]

Для того, чтобы избежать растворения крупных кристаллов, продолжительность нагревания была короче продолжительности охлаждения. Проведены 2 серии опытов. В первой серии продолжительность цикла составляла 25 минут. В первом цикле продолжительность охлаждения – 15 мин, а нагревания – 10 мин. Время нагревания в каждом последующем цикле сокращалось на 5 мин [74]. Процесс состоял из трех циклов. Во втором цикле охлаждение продолжалось

20 мин, а нагревание – 5 мин. Последний цикл включал окончательное охлаждение, которое продолжалось 25 минут. Начальное количество НФ-концентрата составляло 0,178 кг как для экспериментального, так и для контрольного образцов. Изменения температур контрольного и экспериментального образцов для первой серии опытов представлены в таблице 3.3. Экспериментальный образец концентрата молочной сыворотки, взятый при температуре 68 °С, помещался в холодный термостат на 15 минут, где охлаждался до 17 °С. Затем колба с НФ-концентратом перемещалась в горячий термостат на 10 минут, при этом температура кристаллизата возрастала до 56,8 °С. В следующем цикле колба перемещалась в холодный термостат на 20 минут, при этом происходило охлаждение продукта до 7 °С, после чего он нагревался в течение 5 минут до температуры 48,6 °С. В последнем цикле время охлаждения составило 25 мин. При этом температура кристаллизата на конец процесса охлаждения составила 6,5 °С. Контрольный образец в тоже самое время помещался в холодный термостат с температурой 5 °С, где находился в течение всего эксперимента, так что его температура за 75 мин падала от 68 °С до 6 °С. [74].

Таблица 3.3– Изменение температур экспериментального и контрольного образцов для первой серии опытов

Время, мин		0	15	25	45	50	75
Температура, °С	экспериментальный образец	68	17	56,8	7	48,6	6,5
	контрольный образец	68	25	16	6	6	6

После каждого охлаждения измерялось содержание сухих веществ в обоих образцах (таблица 3.4).

Таблица 3.4 –Изменение содержания сухих веществ в экспериментальном и контрольном образцах

Время, мин	0	15	45	75
Сухие вещества в экспериментальном образце, %	55	51,8	46,5	45,5
Сухие вещества в контрольном образце, %	55	53,5	48,6	44

В контрольном образце содержание сухих веществ постепенно падало от 55 % до 44 % [74]. В экспериментальном образце падение сухих веществ сначала происходило интенсивнее, чем в контрольном, а после 45 минуты уменьшалось медленней, чем в контрольном. Казалось бы, что из этого можно сделать вывод, что кристаллизация в контрольном образце пошла интенсивнее, чем в экспериментальном, но следует учесть, что в экспериментальный образец барботировался воздух, что приводило к испарению влаги и повышению содержания сухих веществ.

Воспользуемся формулой [154] для пересчета массовой доли сухих веществ в кристаллизате на процент выкристаллизовавшейся лактозы

$$C = \frac{(S_1 - S_2) \cdot 9500 \cdot 100}{L \cdot S_1 \cdot (95 - S_2)}, \quad (3.3)$$

где C – степень кристаллизации лактозы;

S_1 – общее содержание сухих веществ, %;

S_2 – содержание сухих веществ в кристаллизованном концентрате по рефрактометру, %;

L – процентное содержание лактозы (68 %).

Для контрольного образца общее содержание сухих веществ не изменялось в процессе опыта и составляло 55 %. Процентное содержание сухих веществ в конце процесса кристаллизации, определенное по рефрактометру, составило 44 %. Для контрольного образца процент выкристаллизовавшейся лактозы, рассчитанный по формуле (3.3), составил 54,8 % [74].

Для экспериментального образца в процессе нагреваний происходило выпаривание влаги из кристаллизата. Общее содержание влаги в образце к концу процесса кристаллизации уменьшилось на 3,5 г. В результате общее содержание сухих веществ увеличилось до 57 %. Процентное содержание сухих веществ в конце процесса кристаллизации, определенное по рефрактометру, составило 45,5 %. Степень кристаллизации для экспериментального образца по формуле (3.3) составила 57 %, что незначительно отличалось от контрольного образца в сторону увеличения. Выбранный режим позволяет осуществить не более трех

циклов варьирования температур. Тем не менее, увеличение количества циклов, как следует из литературных данных, может интенсифицировать процесс кристаллизации.

Для исследования влияния увеличения количества циклов на процесс кристаллизации была проведена вторая серия опытов. В каждом цикле время нагревания последовательно сокращалось на 2 минуты, а время охлаждения настолько же увеличивалось, так что полный период каждого из 4-х циклов составлял 30 минут. Общее время эксперимента составляло 2 часа. Изменения температур контрольного и экспериментального образцов для второй серии опытов представлены в таблице 3.5. Экспериментальный образец концентрата молочной сыворотки, взятый при температуре 63,6 °С, помещался в холодный термостат на 20 минут, где охлаждался до 12°С. Затем колба с НФ-концентратом перемещалась в горячий термостат на 10 минут, при этом температура кристаллизата возрастала до 59,8 °С. В следующем цикле колба с НФ-концентратом перемещалась в холодный термостат на 22 минуты, при этом происходило охлаждение продукта до 10,4 °С, после чего он нагревался в течение 8 минут до температуры 57,4 °С. В третьем цикле время охлаждения составило 24 минуты, а время нагревания – 6 минут. Минимальная температура охлаждения в этом цикле составила 9,4 °С, а максимальная температура нагревания – 54,5 °С. В последнем цикле охлаждение осуществлялось в течение 30 минут. [74].

Контрольный образец в тоже самое время помещался в холодный термостат с температурой 5 °С, где находился в течение всего эксперимента, так что его температура за 2 часа падала от 63,6 °С до 6,9 °С [74].

Таблица 3.5 – Изменение температуры экспериментального и контрольного образцов для второй серии опытов

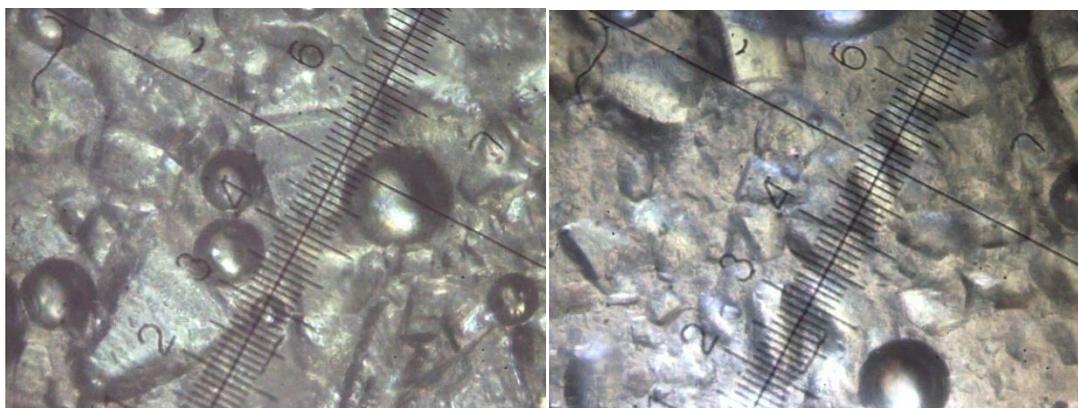
Время, мин		0	20	30	52	60	84	90	120
Температура, °С	экспериментальный образец	63,6	12	59,8	10,4	57,4	9,4	54,5	7,5
	контрольный образец	63,6	22	19,7	11	10	6,9	6,9	6,9

Так же, как и в первой серии опытов, общее содержание сухих веществ для контрольного и экспериментального образцов составляло 55 % [38]. Процентное содержание сухих веществ в конце процесса кристаллизации, определенное по

рефрактометру, составило 43,8 %. Для контрольного образца процент выкристаллизовавшейся лактозы, рассчитанный по формуле (3.3), составил 54,8 %.

В процессе нагреваний происходило выпаривание влаги из кристаллизата: в первом цикле выпарилось 3 г, во втором – 2 г, в третьем – 1 г, в четвертом – 1 г. Тогда общее содержание влаги в экспериментальном образце к концу процесса кристаллизации уменьшилось на 7 г. В результате общее содержание сухих веществ увеличилось до 58,6 %. Процентное содержание сухих веществ в конце процесса кристаллизации, определенное по рефрактометру, составило 44,5 %. Степень кристаллизации для экспериментального образца по формуле (3.3) составила 65 %.

Для проведения анализа гранулометрического состава выкристаллизованного продукта после 4-х циклов его обработки и сравнения с контрольным образцом были сделаны микрофотографии. Микрофотосъемка экспериментального и контрольного образцов представлена на рисунке 3.14.



а) экспериментальный образец; б) контрольный образец. Объектив с 10-ти кратным увеличением, цена деления линейки = 6,20 мкм

Рисунок 3.14– Микрофотографии кристаллов

Анализ микрофотографий показал, что средний размер кристалла экспериментального образца, подвергнутого циклической температурной обработке, составляет 120 мкм, а контрольного – 68 мкм, что в 1,8 раза меньше.

Таким образом, экспериментальные исследования показали, что процесс кристаллизации с циклическим температурным режимом при последовательном сокращении времени нагревания и увеличении времени охлаждения в каждом

последующем цикле позволяет постепенно понижать максимальную температуру нагревания и минимальную температуру охлаждения. Такой режим приводит к увеличению среднего размера кристалла почти в 2 раза по сравнению с контрольным образцом, режим охлаждения которого соответствует традиционному. Предлагаемый режим может быть реализован на практике, без неоправданного усложнения системы автоматического регулирования.[74].

Выводы по 3 главе:

– Установлено, что процесс нанофильтрации творожной сыворотки, включающий три этапа: первичное концентрирование при постоянной удельной скорости фильтрации 20 л/м²ч; диафильтрацию с добавлением деионизированной воды в количестве 20 % от исходного объема сыворотки при постоянном давлении 3 МПа и заключительное концентрирование при постоянном давлении 3 МПа, позволяют повысить содержание сухих веществ сыворотки с 6 % до 27,2 %, степень деминерализации – до 47 %;

– экспериментально установлено, что при температуре горячей воды 70 °С, температуре горячего воздуха 45 °С, температуре холодной воды 4 °С – 6 °С, температуре холодного воздуха 16 °С, расходе горячего и холодного воздуха 15·10⁻⁶ м³/с кристаллизат нагревается до 67 °С, а охлаждается до 8 °С. При этом интенсивная кристаллизация лактозы наступает при достижении содержания сухих веществ свыше 50 %. Поэтому оптимальным режимом работы кристаллизатора является первоначальное сгущение НФ-концентрата до содержания сухих веществ как минимум 50 % с последующим проведением циклической кристаллизации;

– экспериментально установлено, что при циклической кристаллизации (4 цикла), последовательном сокращении времени нагревания и увеличении времени охлаждения, общем понижении температуры в каждом последующем цикле можно увеличить степень кристаллизации до 65 % при среднем размере кристалла 120 мкм.

ГЛАВА 4 РАЗРАБОТКА КОНСТРУКЦИИ КРИСТАЛЛИЗАТОРА-ВЫПАРИВАТЕЛЯ С ВОЗДУШНЫМ И ВОДЯНЫМ ОХЛАЖДЕНИЕМ И ПОДОГРЕВОМ

4.1 Устройство и принцип действия кристаллизатора с воздушным и водяным охлаждением и подогревом

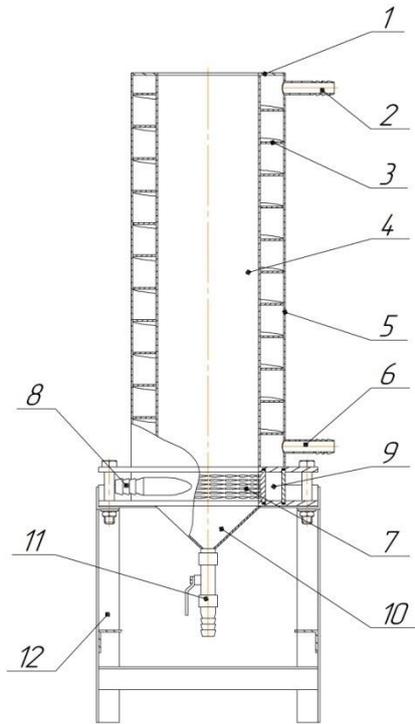
Проведенные ранее расчеты (см. главу 2) показали, что одно воздушное охлаждение и нагревание не позволяет достаточно быстро сконцентрировать кристаллизат до требуемого для нормального процесса кристаллизации процентного содержания сухих веществ (50 % - 55 %) [38].

Предлагаемый кристаллизатор с дополнительным водяным охлаждением и нагреванием позволяет избежать указанного недостатка. Эксперименты показали, что процесс кристаллизации, влияющий на конечный результат, начинается с содержания сухих веществ 50 % - 55 %, поэтому для первоначального концентрирования и последующей кристаллизации достаточно одной колонки, в которую попеременно подается холодная и горячая вода и холодный и горячий воздух, соответственно.

В главах 2 и 3 проведено аналитическое и экспериментальное обоснование возможности применения воздушного и водяного охлаждения и подогрева для осуществления процесса сгущения НФ-концентрата сыворотки с последующей кристаллизацией лактозы. На рисунке 2.8 представлена схема кристаллизатора с воздушным и водяным охлаждением и подогревом кристаллизата. Для интенсификации процессов теплообмена представляется целесообразным организовать спиралевидное движение как воздушных пузырьков, подаваемых в кристаллизат, так и водяного теплоносителя, подаваемого в рубашку колонки.

На рисунке 4.1 схематически изображен кристаллизатор с циклическими температурными режимами работы. Аппарат представляет собой колонку 4.

Внутри колонки расположен барботер 9, представляющий собой перфорированную цилиндрическую вставку, через которую, с помощью компрессора, через патрубок 8, подается воздух. Нагревание и охлаждение происходит при прохождении воздуха с комнатной температурой по теплообменнику типа труба в трубе, который нагревается и охлаждается горячей и холодной водой, подаваемой в рубашку кристаллизатора. Заполнение аппарата осуществляется через верхнюю крышку 1. Готовые кристаллы удаляются из колонки через штуцер 11. Через отверстия в барботере в колонку сквозь слой кристаллизата, попеременно, благодаря средствам автоматизации, барботируется горячий и холодный воздух. Отверстия в барботере 7 располагаются по



касательной к внутренней стенке аппарата. Такая конструкция барботера позволяет закручивать кристаллизат внутри колонки, создавая лучшие условия для кристаллизации. Одновременно с воздухом, подаваемым в колонку кристаллизатора, в рубашку 5 колонки подается горячая или холодная вода через штуцер 6. Выход воды осуществляется через штуцер 2. В рубашке расположена спиралевидная направляющая 3, благодаря которой вода циркулирует, закручиваясь в противоположную сторону от вращения продукта в колонке [73].

Кристаллизатор установлен на опору 12.

1 – верхняя крышка; 2 – штуцер для отвода воды; 3 – направляющая рубашки; 4 – колонка; 5 – рубашка колонки; 6 – штуцер для подачи воды; 7 – отверстия в барботере; 8 – патрубок подачи воздуха; 9 – барботер; 10 – днище; 11 – штуцер для удаления готовых кристаллов; 12 – опора.

Рисунок 4.1 – Схема кристаллизатора с циклическими температурными режимами работы

Отличительной особенностью данного кристаллизатора является возможность концентрирования сыворотки в процессе кристаллизации, что позволяет заменить дорогостоящее вакуум-выпаривание мембранным

концентрированием, например нанофильтрацией, с последующим выпариванием в кристаллизаторе [73].

4.2 Методика расчета кристаллизатора

4.2.1 Геометрические параметры колонки кристаллизатора

Исходным параметром при расчете кристаллизатора является объем кристаллизата $V_{кр}$. Зададимся высотой корпуса кристаллизатора $H_{кр}$. С учетом образования пены кристаллизатор заполняем на $1/2$ высоты.

Внутренний диаметр колонки кристаллизатора определяется по известным высоте и объему

$$D_{вн} = \sqrt{4 \cdot \frac{V_{кр}}{\pi \cdot (H_{кр}/2)}}, \quad (4.1)$$

где $V_{кр}$ – объем кристаллизата, м³;

$H_{кр}$ – высотой корпуса кристаллизатора, м.

Диаметр конуса в основании барабана, барботера и отверстия во фланцах также будет равен $D_{вн}$, м. Высоту конуса выбираем конструктивно равной $D_{вн}/2$, при этом угол у основания конуса равен 90^0 .

4.2.2 Барботирующее устройство

Расчет барботирующего устройства сводится к определению количества отверстий при известной средней скорости истечения воздуха.

Площадь всех отверстий в барботере, F , м²

$$F = \frac{V}{w}, \quad (4.2)$$

где V – объемный расход воздуха, м³/с;

w – скорость истечения воздуха из барботера, м/с.

Площадь одного отверстия, F_1 , м²

$$F_1 = \frac{\pi \cdot d_0^2}{4}, \quad (4.3)$$

где d_0 – диаметр отверстий барботера, м.

Количество отверстий, n

$$n = \frac{F}{F_1}. \quad (4.4)$$

В разрабатываемом кристаллизаторе нагревание и охлаждение продукта осуществляется, с одной стороны, путем барботирования воздуха непосредственно в продукт, а с другой стороны, благодаря теплообмену его с водяным теплоносителем через стенку колонки.

4.2.3 Процесс теплопередачи между кристаллизатором и воздушным пузырьком

Образование воздушных пузырьков в кристаллизаторе происходит при подаче воздуха через рассчитанное выше цилиндрическое барботирующее устройство с тангенциально расположенными в нем отверстиями. Размер пузырьков зависит от физических свойств кристаллизата и воздуха: плотности и поверхностного натяжения, а также скорости истечения пузырька из отверстий барботера.

Режим истечения газовых пузырьков может быть свободным и цепочным, что зависит от параметра Φ [12]

$$\Phi = 1 + \left(1 + \frac{We^2}{Fr} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad (4.5)$$

где We - критерий Вебера;

Fr - критерий Фруда.

Критерий Вебера определяется по формуле

$$We = \frac{w^2 \cdot d_0 \cdot \rho_{кр}}{\sigma}, \quad (4.6)$$

где $\rho_{кр}$ – плотность кристаллизата;

σ – коэффициент поверхностного натяжения кристаллизата.

Критерий Фруда определяется по формуле

$$Fr = \frac{w^2}{g \cdot d_0}, \quad (4.7)$$

где g – ускорение свободного падения, м/с².

Скорость истечения воздуха определяется по формуле

$$w = \frac{V}{\left(n \cdot \frac{\pi}{4} \cdot d_0^2 \right)}, \quad (4.8)$$

Если $\Phi < 27$, то режим истечения свободный и средние диаметры образующихся воздушных пузырьков определяются по формуле

$$\delta = 0,9 \cdot \left(\frac{3 \cdot \sigma \cdot d_0}{\rho_{кр} \cdot g} \right)^{\frac{1}{3}} \cdot \Phi^{\frac{1}{2}}. \quad (4.9)$$

Если $\Phi > 27$, то режим истечения цепочный и средние диаметры образующихся воздушных пузырьков определяются по формуле

$$\delta = 0,5 \cdot \left(\frac{3 \cdot \sigma \cdot d}{\rho_{кр} \cdot g} \right)^{\frac{1}{3}} \cdot \Phi^{\frac{1}{3}}. \quad (4.10)$$

Скорость подъема пузырька ω определяется в зависимости от значения числа Рейнольдса

при $2 \leq Re \leq Re_1$, где

$$\text{Re}_1 = 1,5 \cdot \left(\frac{g \cdot \rho_{кр} \cdot \sigma^3}{\mu_{кр}^4} \right)^{0,214}, \quad (4.11)$$

где $\mu_{кр}$ – динамическая вязкость кристаллизата, Па·с;

$$\omega = \frac{0,77 \cdot \delta^{1,28}}{v_{кр}^{0,52}}, \quad (4.12)$$

где $v_{кр}$ – кинематическая вязкость кристаллизата, м²/с;

при $\text{Re}_1 \leq \text{Re} \leq \text{Re}_2$, где

$$\text{Re}_2 = \frac{(\rho_{кр} \cdot g)^{0,25} \cdot \sigma^{0,75}}{\mu_{кр}}, \quad (4.13)$$

$$\omega = 1,91 \sqrt{\frac{\sigma}{(\rho_{кр} \cdot \delta)}}; \quad (4.14)$$

при $\text{Re} \geq \text{Re}_2$

$$\omega = 0,714 \cdot \sqrt{g \cdot \delta}. \quad (4.15)$$

Критерий Рейнольдса для кристаллизата относительно воздушного пузырька определяется по формуле

$$\text{Re}_{кр} = \frac{\omega \cdot \delta}{v_{кр}}. \quad (4.16)$$

Критерий Прандтля для кристаллизата определяется по формуле

$$\text{Pr}_{кр} = \frac{c_{кр} \cdot \mu_{кр}}{\lambda_{кр}}, \quad (4.17)$$

где $c_{кр}$ – удельная теплоемкость кристаллизата, Дж/(кг·°С);

$\lambda_{кр}$ – теплопроводность кристаллизата, Вт/(м·К).

Критерий Нуссельта для кристаллизата относительно воздушного пузырька определяется по формуле

$$\text{Nu}_{кр.в} = 0,66 \cdot \text{Re}_{кр}^{0,5} \cdot \text{Pr}_{кр}^{0,33} \left(\frac{\text{Pr}_{кр}}{\text{Pr}_в} \right)^{0,25}, \quad (4.18)$$

где $\text{Pr}_в$ – критерий Прандтля для воздуха.

Коэффициент теплоотдачи со стороны кристаллизата воздушному пузырьку определяется по формуле

$$\alpha_{кр.г} = \frac{Nu_{кр.г} \cdot \lambda_{кр}}{\delta} . \quad (4.19)$$

Критерий Рейнольдса для воздуха внутри пузырька

$$Re_{г} = \frac{\omega \cdot \delta}{\nu_{г}} , \quad (4.20)$$

где $\nu_{г}$ – кинематическая вязкость воздуха, м²/с.

Критерий Нуссельта для воздуха внутри пузырька

$$Nu_{г} = 1,4 \cdot Re_{г}^{0,4} \cdot Pr_{г}^{0,33} \left(\frac{Pr_{г}}{Pr_{кр}} \right)^{0,25} . \quad (4.21)$$

Коэффициент теплоотдачи со стороны воздушного пузырька к кристаллизату, Вт/(м²·К)

$$\alpha_{г} = \frac{Nu_{г} \cdot \lambda_{г}}{\delta} , \quad (4.22)$$

где $\lambda_{г}$ – теплопроводность воздуха, Вт/(м·К).

Коэффициент теплопередачи между воздушным пузырьком и кристаллизатом

$$K = \frac{1}{\frac{1}{\alpha_{кр}} + \frac{1}{\alpha_{г}}} . \quad (4.23)$$

Объем одного воздушного пузырька

$$V_{пуз} = \frac{\pi \cdot \delta^3}{6} . \quad (4.24)$$

Количество пузырьков, образующихся за единицу времени

$$N_1 = \frac{V}{V_{пуз}} . \quad (4.25)$$

Время подъема пузырька

$$t = \frac{H}{\omega} , \quad (4.26)$$

где H – высота слоя жидкости в колонке кристаллизатора, м.

Количество пузырьков, находящихся одновременно в кристаллизаторе

$$N = N_1 \cdot t \quad (4.27)$$

Площадь контакта воздушных пузырьков с кристаллизатором

$$f = N \cdot \pi \cdot \delta^2 \quad (4.28)$$

4.2.4 Рубашка колонки

Для интенсификации процесса теплообмена между теплоносителем и кристаллизатором в рубашке предусмотрена спиралевидная направляющая, которая организует поток и позволяет увеличить скорость его движения.

При массовом расходе горячей воды Q_M объемный расход воды Q_V определяется по формуле (2.31)

$$Q_V = \frac{Q_M}{\rho}$$

Скорость потока воды определяется по формуле (2.32)

$$v_s = \frac{Q_V}{S_{сеч.}}$$

Площадь сечения канала рубашки, который имеет прямоугольную форму (рисунок 4.2), определяется как

$$S_{сеч} = h_1 \cdot d, \quad (4.29)$$

где h_1 – расстояние между соседними витками, м;

d – ширина внутреннего пространства рубашки, м.

Расстояние между соседними витками

$$h_1 = \frac{H_p}{N_s}, \quad (4.30)$$

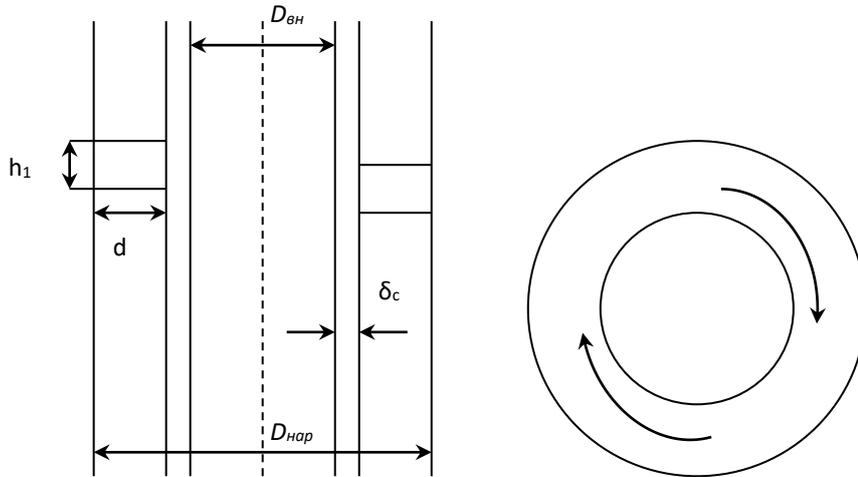
где H_p – высота рубашки, м;

N_s – количество витков спиральной вставки.

Ширина внутреннего пространства рубашки

$$d = \frac{D_{нар} - (D_{вн} + 2 \cdot \delta_c)}{2}, \quad (4.31)$$

где δ_c – толщина стенок колонки, м.



$D_{вн}$ – внутренний диаметр колонки кристаллизатора; $D_{нар}$ – внутренний диаметр рубашки со стороны наружной стенки; h_1 – расстояние между соседними витками; δ_c – толщина стенки; d – ширина внутреннего пространства рубашки

Рисунок 4.2 – Схематическое изображение цилиндрической части колонки кристаллизатора

При движении жидкости в канале произвольного сечения геометрическим размером будет служить эквивалентный диаметр сечения канала

$$d_{\text{э}} = \frac{4 \cdot S_{\text{сеч}}}{p}, \quad (4.32)$$

где p – полный смоченный периметр, м.

Полный смоченный периметр

$$p = 2 \cdot (h_1 + d). \quad (4.33)$$

4.2.5 Процесс теплопередачи между кристаллизатором и теплоносителем

Определим коэффициент теплопередачи между кристаллизатором и водяным теплоносителем. Для этого найдем коэффициенты теплоотдачи для внешней и внутренней поверхности стенки [12].

Критерий Рейнольдса для теплоносителя

$$\text{Re}_{жс} = \frac{v_{\text{в}} \cdot d_{\text{э}}}{\nu_{жс}} \quad (4.34)$$

где $\nu_{жс}$ – кинематическая вязкость теплоносителя, м²/с.

Критерий Прандтля для теплоносителя

$$\text{Pr}_{жс} = \frac{c_{жс} \cdot \mu_{жс}}{\lambda_{жс}}, \quad (4.35)$$

где $c_{жс}$ – удельная теплоемкость теплоносителя, Дж/(кг·°С);

$\mu_{жс}$ – динамическая вязкость теплоносителя, Па·с;

$\lambda_{жс}$ – теплопроводность теплоносителя, Вт/(м·К).

Критерий Прандтля для теплоносителя при температуре стенки

$$\text{Pr}_{жс.с} = \frac{c_{жс.с} \cdot \mu_{жс.с}}{\lambda_{жс.с}}, \quad (4.36)$$

где $c_{жс.с}$ – удельная теплоемкость теплоносителя при температуре стенки, Дж/(кг·°С);

$\mu_{жс.с}$ – динамическая вязкость теплоносителя при температуре стенки, Па·с;

$\lambda_{жс.с}$ – теплопроводность теплоносителя при температуре стенки, Вт/(м·К).

Температуру стенки определим как среднее арифметическое между температурой теплоносителя и температурой кристаллизата

$$t = \frac{t_{жс} + t_{к}}{2}, \quad (4.37)$$

где $t_{жс}$ – температура теплоносителя, °С;

$t_{к}$ – температура кристаллизата, °С;

Определим длину канала для теплоносителя, умножив длину витка спирали на количество витков

$$l = \pi \cdot d_{ср} \cdot N_{\text{в}}, \quad (4.38)$$

где $d_{ср}$ – среднее значение диаметра витка спирали, м.

Среднее значение диаметра витка спирали равно

$$d_{ср} = \frac{D_{нар} + (D_{вн} + 2 \cdot \delta_c)}{2}. \quad (4.39)$$

Определим соотношение длины канала для теплоносителя к эквивалентному диаметру.

При течении жидкости в трубах, изогнутых по радиусу, при условии, что $Re_{ж}=10^4-5 \cdot 10^6$ и $Pr_{ж}=0,6-2500$ и $l/d_э > 50$. Критерий Нуссельта для теплоносителя

$$Nu_{жс} = A \cdot Re_{жс}^m \cdot Pr_{жс}^n \cdot \left(\frac{Pr_{жс}}{Pr_{жс.с}} \right)^{0,25}, \quad (4.40)$$

где A, m, n – числовые коэффициенты.

Числовые коэффициенты в формуле (4.40) принимаются равными

$$m = 0,8; n = 0,43$$

$$A = 0,021 \cdot \left(1 + 1,77 \cdot \frac{d_э}{l} \right), \quad (4.41)$$

Коэффициент теплоотдачи от теплоносителя к стенке

$$\alpha_{жс} = \frac{Nu_{жс} \cdot \lambda_{жс}}{d_э}. \quad (4.42)$$

Критерий Рейнольдса для кристаллизата определяется по формуле (4.16).

Критерий Прандтля для кристаллизата определяется по формуле (4.17).

Критерий Прандтля для кристаллизата при температуре стенки

$$Pr_{кр.с} = \frac{c_{кр.с} \cdot \mu_{кр.с}}{\lambda_{кр.с}}, \quad (4.43)$$

где $c_{кр.с}$ – удельная теплоемкость кристаллизата при температуре стенки, Дж/(кг·°С);

$\mu_{кр.с}$ – динамическая вязкость кристаллизата при температуре стенки, Па·с;

$\lambda_{кр.с}$ – теплопроводность кристаллизата при температуре стенки, Вт/(м·К).

Критерий Нуссельта для кристаллизата рассчитаем по формуле для жидкости при ламинарном течении

$$Nu_{кр} = A \cdot Re_{кр}^m \cdot Pr_{кр}^n \cdot \left(\frac{Pr_{кр}}{Pr_{кр.с}} \right)^{0,25} \cdot \left(\frac{d}{l} \right)^S, \quad (4.44)$$

где $d = D_{вн}$ – внутренний диаметр аппарата, м;

$l = H$ – высота слоя жидкости в колонке кристаллизатора, м.

A, m, n, S – числовые коэффициенты.

Для определения значений коэффициентов рассчитаем соотношение $\frac{d}{l} = \frac{D_{\text{вн}}}{H}$

Если $\frac{d}{l} > 0,1$, то при таком условии значения коэффициентов будут следующие:

$A = 1,4$; $m = 0,4$; $n = 0,33$; $S = 0,4$.

Коэффициент теплоотдачи от стенки кристаллизату

$$\alpha_{\text{кр}} = \frac{Nu_{\text{кр}} \cdot \lambda_{\text{кр}}}{D_{\text{вн}}} \quad (4.45)$$

Коэффициент теплопередачи между кристаллизатором и теплоносителем

$$K_1 = \frac{1}{\frac{1}{\alpha_{\text{кр}}} + \frac{\delta_c}{\lambda} + \frac{1}{\alpha_{\text{ж}}}} \quad (4.46)$$

где λ – теплопроводность материала стенки, Вт/(м·К).

4.3 Расчет кристаллизатора

4.3.1 Расчет геометрических параметров кристаллизатора

Исходным параметром при расчете кристаллизатора является объем кристаллизата $V_{\text{кр}} = 0,005 \text{ м}^3$ (5л). Зададимся высотой корпуса кристаллизатора $H_{\text{кр}} = 0,6 \text{ м}$. С учетом образования пены кристаллизатор заполняем на $1/2$ высоты.

Рассчитаем внутренний диаметр колонки кристаллизатора по формуле (4.1)

$$D_{\text{вн}} = \sqrt{4 \cdot \frac{0,005}{3,14 \cdot (0,6/2)}} = 0,14 \text{ м}$$

Диаметр конуса, барботера и отверстия во фланцах равны $0,14 \text{ м}$. Высота конуса также будет равна $0,14 \text{ м}$, т.к. угол у основания конуса составляет 90° .

4.3.2 Расчет барботирующего устройства

Скорости истечения воздуха из отверстий равны. Тогда расчет барботирующего устройства сводится к расчету количества отверстий при известной средней скорости истечения.

Скорость истечения воздуха из барботера $\omega_g = 1 \text{ м/с}$.

В соответствии с расчетами, проведенными во 2-й главе, оптимальный расход воздуха примем $V = 0,0009 \text{ м}^3/\text{с}$. Площадь всех отверстий в барботере определяется по формуле (4.2)

$$F = \frac{0,0009}{1} = 0,0009 \text{ м}^2 .$$

Если диаметр отверстий примем $d_o = 0,003 \text{ м}$, то площадь одного отверстия (формула (4.3)) составляет

$$F = \frac{3,14 \cdot (0,003)^2}{4} = 7,1 \cdot 10^{-6} \text{ м}^2 ;$$

Количество отверстий (формула (4.4))

$$N = \frac{0,0009}{7 \cdot 10^{-6}} = 126$$

Если диаметр отверстий примем $d_o = 0,004 \text{ м}$, то площадь одного отверстия и количество отверстий составляет соответственно (формулы (4.3) и (4.4)):

$$F_1 = \frac{3,14 \cdot 0,004^2}{4} = 12,56 \cdot 10^{-6} \text{ м}^2 ,$$

$$N = \frac{0,0009}{12,56 \cdot 10^{-6}} = 72 .$$

Высота слоя жидкости в разрабатываемом кристаллизаторе значительно меньше, чем в известном барботажном кристаллизаторе. Необходимо, чтобы воздушный пузырек, проходя через слой кристаллизата, успевал нагреваться до его температуры. Для обеспечения этого условия следует уменьшить диаметр пузырька, что достигается уменьшением диаметра отверстий в барботере. Поэтому принимаем 102 отверстия, располагаем горизонтально по отношению к

внутренней поверхности барботера их в шесть рядов по 17 отверстий в каждом, при диаметре отверстия $d_0=0,003$ м. Высота барботера 0,04 м, а с учетом фланцев $0,04 + 0,007 \times 2 = 0,054$ м (рисунок 4.3).

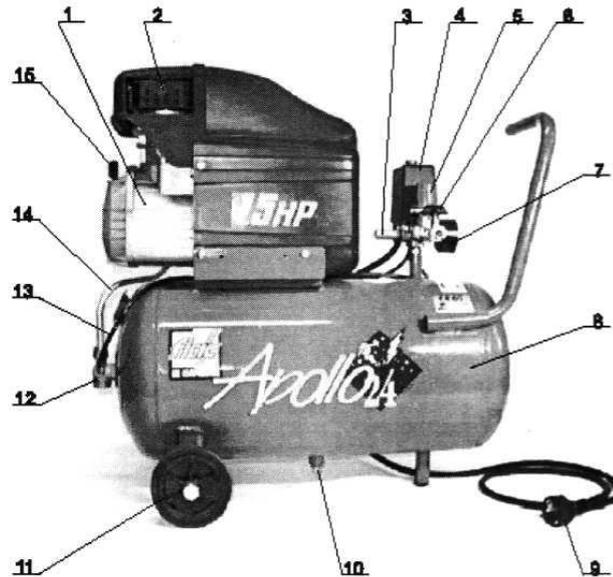


Рисунок 4.3– Фотография барботирующего устройства

Для подачи воздуха используется компрессор FIAC 24-2 с максимальным расходом воздуха $V=150$ м³/ч = 0,042 м³/с (Рисунок 4.4), технические характеристики компрессора приведены в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Техническая характеристика компрессора FIAC 24-2

Производительность (по всасыванию), л/мин	240
Рабочее давление сжатого воздуха МПа (бар)	0,8 (8)
Количество ступеней сжатия	1
Число цилиндров компрессора	1
Номинальная мощность двигателя, кВт	1,5
Напряжение питания, В	220
Объем ресивера, л	24
Габаритные размеры, мм не более	
Длина	580
Ширина	300
Высота	590
Масса, кг не более	25



1 – компрессорная группа с коаксиальным приводом, 2 – воздушный фильтр, 3 – клапан предохранительный, 4 – реле давления, 5 – редуктор, 6 – выходной кран, 7 – манометр, 8 – ресивер, 9 – сетевой кабель (с евровилкой ГОСТ 28244 82), 10 – вентиль слива конденсата, 11 – колеса, 12 – обратный клапан, 13 – разгрузочный воздухопровод, 14 – нагнетательный воздухопровод, 15 – масляный щуп

Рисунок 4.4 – Устройство и состав масляного компрессора

4.3.3 Расчет процесса теплопередачи между кристаллизатором и воздушным пузырьком

Для определения режима истечения газовых пузырьков, (формула (4.5)) рассчитаем скорость истечения воздуха (4.8), критерий Вебера (4.6) и критерий Фруда (4.7) для процессов нагревания и охлаждения

$$w_{нагр.} = \frac{0,0009}{\left(102 \cdot \frac{3,14}{4} \cdot 0,003^2\right)} = 1,25 \text{ м/с}$$

$$w_{охл.} = \frac{0,0003}{\left(102 \cdot \frac{3,14}{4} \cdot 0,003^2\right)} = 0,42 \text{ м/с}$$

$$We_{нагр} = \frac{1,25^2 \cdot 0,003 \cdot 1250,5}{42,5 \cdot 10^{-3}} = 110,3$$

$$We_{охл.} = \frac{0,42^2 \cdot 0,003 \cdot 1190}{42,5 \cdot 10^{-3}} = 35,3$$

$$Fr_{нагр.} = \frac{1,25^2}{9,8 \cdot 0,003} = 53,15$$

$$Fr_{охл.} = \frac{0,42^2}{9,8 \cdot 0,003} = 6$$

$$\Phi_{нагр.} = 1 + \left(1 + \frac{110,3^2}{53,15}\right)^{\frac{1}{2}} = 17,1$$

$$\Phi_{охл.} = 1 + \left(1 + \frac{35,3^2}{6}\right)^{\frac{1}{2}} = 16,5$$

Т. к. $\Phi < 27$, то режим истечения свободный и средние диаметры образующихся воздушных пузырьков определяются по формуле (4.9)

$$\delta_{нагр.} = 0,9 \cdot \left(\frac{3 \cdot 42,5 \cdot 10^{-3} \cdot 0,003}{1250,5 \cdot 9,8}\right)^{\frac{1}{3}} \cdot 17,1^{\frac{1}{2}} = 11,7 \cdot 10^{-3} \text{ м}$$

$$\delta_{охл.} = 0,9 \cdot \left(\frac{3 \cdot 42,5 \cdot 10^{-3} \cdot 0,003}{1190 \cdot 9,8}\right)^{\frac{1}{3}} \cdot 16,5^{\frac{1}{2}} = 11,7 \cdot 10^{-3} \text{ м}$$

Рассчитаем граничные значения числа Рейнольдса Re_1 и Re_2 для определения скорости подъема пузырька по формулам (4.11) и (4.13)

$$Re_{1нагр.} = 1,5 \cdot \left(\frac{9,8 \cdot 1250,5 \cdot (42,5 \cdot 10^{-3})^3}{(46,3 \cdot 10^{-3})^4}\right)^{0,214} = 20,5$$

$$Re_{1охл.} = 1,5 \cdot \left(\frac{9,8 \cdot 1190 \cdot (42,5 \cdot 10^{-3})^3}{(12,6 \cdot 10^{-3})^4}\right)^{0,214} = 61,9$$

$$Re_{2нагр.} = \frac{(1250,5 \cdot 9,8)^{0,25} \cdot (42,5 \cdot 10^{-3})^{0,75}}{46,3 \cdot 10^{-3}} = 21,3$$

$$Re_{2охл.} = \frac{(1190 \cdot 9,8)^{0,25} \cdot (42,5 \cdot 10^{-3})^{0,75}}{12,6 \cdot 10^{-3}} = 77,2$$

При $2 \leq Re \leq 20,5$ для процесса нагревания и $2 \leq Re \leq 61,9$ для процесса охлаждения, скорость подъема пузырька определяется по формуле (4.12)

$$\omega_{нагр.} = \frac{0,77 \cdot (11,7 \cdot 10^{-3})^{1,28}}{(37 \cdot 10^{-6})^{0,52}} = 0,52 \text{ м/с}$$

$$\omega_{охл.} = \frac{0,77 \cdot (11,7 \cdot 10^{-3})^{1,28}}{(10,6 \cdot 10^{-6})^{0,52}} = 1 \text{ м/с}$$

При $20,5 \leq Re \leq 21,3$ для процесса нагревания и $61,9 \leq Re \leq 77,2$ для процесса охлаждения, скорость подъема пузырька определяется по формуле (4.14)

$$\omega_{нагр.} = 1,91 \sqrt{\frac{42,5 \cdot 10^{-3}}{(1250,5 \cdot 11,7 \cdot 10^{-3})}} = 0,10 \text{ м/с}$$

$$\omega_{охл.} = 1,91 \sqrt{\frac{42,5 \cdot 10^{-3}}{(1190 \cdot 11,7 \cdot 10^{-3})}} = 0,11 \text{ м/с}$$

При $Re \geq 21,3$ для процесса нагревания и $Re \geq 77,2$ для процесса охлаждения, скорость подъема пузырька определяется по формуле (4.15)

$$\omega_{нагр.} = 0,714 \cdot \sqrt{9,8 \cdot 11,7 \cdot 10^{-3}} = 0,24 \text{ м/с}$$

$$\omega_{охл.} = 0,714 \cdot \sqrt{9,8 \cdot 11,7 \cdot 10^{-3}} = 0,24 \text{ м/с}$$

Рассчитаем критерий Рейнольдса для кристаллизата относительно воздушного пузырька по формуле (4.16) для рассчитанных по формулам (4.12), (4.14) и (4.15) значений скорости подъема пузырька

$$Re_{кр.нагр.} = \frac{0,5 \cdot 11,7 \cdot 10^{-3}}{37 \cdot 10^{-6}} = 158,1$$

$$Re_{кр.нагр.} = \frac{0,1 \cdot 11,7 \cdot 10^{-3}}{37 \cdot 10^{-6}} = 31,6$$

$$Re_{кр.нагр.} = \frac{0,24 \cdot 11,7 \cdot 10^{-3}}{37 \cdot 10^{-6}} = 75,9$$

$$Re_{кр.охл.} = \frac{1 \cdot 11,7 \cdot 10^{-3}}{10,6 \cdot 10^{-6}} = 1103,8$$

$$Re_{кр.охл.} = \frac{0,11 \cdot 11,7 \cdot 10^{-3}}{10,6 \cdot 10^{-6}} = 121,4$$

$$Re_{кр.нагр.} = \frac{0,24 \cdot 11,7 \cdot 10^{-3}}{10,6 \cdot 10^{-6}} = 264,9$$

Сравнив полученные значения числа Рейнольдса с граничными условиями, определили, что скорость подъема воздушного пузырька в процессах нагревания и охлаждения будет одинакова и равна 0,24 м/с.

Определяем критерий Прандтля для кристаллизата по формуле (4.17)

$$Pr_{кр.нагр.} = \frac{3290 \cdot 46,3 \cdot 10^{-3}}{0,6} = 253,9$$

$$Pr_{кр.охл.} = \frac{3290 \cdot 12,6 \cdot 10^{-3}}{0,6} = 69,1$$

Рассчитаем критерий Нуссельта для кристаллизата относительно воздушного пузырька по формуле (4.18)

$$Nu_{кр.нагр.} = 0,66 \cdot 75,9^{0,5} \cdot 253,9^{0,33} \left(\frac{253,9}{0,7} \right)^{0,25} = 156$$

$$Nu_{кр.охл.} = 0,66 \cdot 264,9^{0,5} \cdot 69,1^{0,33} \left(\frac{69,1}{0,7} \right)^{0,25} = 137$$

Коэффициент теплоотдачи со стороны кристаллизата к воздушному пузырьку рассчитаем по формуле (4.19)

$$\alpha_{кр.нагр.} = \frac{156 \cdot 0,6}{11,7 \cdot 10^{-3}} = 8000 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К})$$

$$\alpha_{кр.охл.} = \frac{137 \cdot 0,6}{11,7 \cdot 10^{-3}} = 7025,6 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К})$$

Критерий Рейнольдса для воздуха внутри пузырька как в процессе нагревания, так и охлаждения (4.20)

$$Re_{в.} = \frac{0,24 \cdot 11,7 \cdot 10^{-3}}{14 \cdot 10^{-6}} = 200,6$$

Критерий Нуссельта для воздуха внутри пузырька (4.21)

$$Nu_{в.нагр.} = 1,4 \cdot 200,6^{0,4} \cdot 0,7^{0,33} \left(\frac{0,7}{253,9} \right)^{0,25} = 2,4$$

$$Nu_{в.охл.} = 1,4 \cdot 200,6^{0,4} \cdot 0,7^{0,33} \left(\frac{0,7}{69,1} \right)^{0,25} = 3,3$$

Рассчитаем коэффициент теплоотдачи со стороны воздушного пузырька к кристаллизату по формуле (4.22)

$$\alpha_{в.нагр.} = \frac{2,4 \cdot 0,026}{11,7 \cdot 10^{-3}} = 5,3$$

$$\alpha_{в.охл.} = \frac{3,3 \cdot 0,026}{11,7 \cdot 10^{-3}} = 7,3$$

Коэффициент теплопередачи между воздушным пузырьком и кристаллизатом рассчитаем по формуле (4.23)

$$K_{нагр.} = \frac{1}{\frac{1}{8000} + \frac{1}{5,3}} = 5,3$$

$$K_{охл.} = \frac{1}{\frac{1}{7025,6} + \frac{1}{7,3}} = 7,29$$

Объем 1 воздушного пузырька, как в процессе нагревания, так и охлаждения (формула (4.24))

$$V_{пуз} = \frac{3,14 \cdot (11,7 \cdot 10^{-3})^3}{6} = 0,8 \cdot 10^{-6} \text{ м}^3$$

Количество пузырьков, образующихся за единицу времени (4.25)

$$N_{1нагр.} = \frac{0,0009}{0,8 \cdot 10^{-6}} = 1125$$

$$N_{1охл.} = \frac{0,0003}{0,8 \cdot 10^{-6}} = 375$$

Время подъема пузырька как в процессе нагревания, так и охлаждения (4.26)

$$t = \frac{0,3}{0,24} = 1,25\text{с}$$

Количество пузырьков, находящихся одновременно в кристаллизате (формула (4.27))

$$N_{нагр.} = 1125 \cdot 1,25 = 1406,25 \approx 1406$$

$$N_{охл.} = 375 \cdot 1,25 = 468,75 \approx 469$$

Площадь контакта воздушных пузырьков с кристаллизатом (4.28)

$$f_{нагр.} = 1406 \cdot 3,14 \cdot (11,7 \cdot 10^{-3})^2 = 0,6\text{м}^2$$

$$f_{охл.} = 469 \cdot 3,14 \cdot (11,7 \cdot 10^{-3})^2 = 0,2\text{м}^2$$

4.3.4 Расчет рубашки колонки

Примем высоту рубашки $H_p=0,548\text{м}$, внутренний диаметр рубашки со стороны наружной стенки $D_{нар}=0,201\text{ м}$, толщину стенок $\delta_c=0,002\text{ м}$, количество витков $N_g=11$.

Поскольку температура воды в рубашке при нагревании составляет $70\text{ }^\circ\text{С}$, а при охлаждении – $1\text{ }^\circ\text{С}$, то плотность воды принимаем условно равной 1000 кг/м^3 . Вода подается с помощью насоса НСУ «Агидель», предназначенного для перекачивания воды, пищевых продуктов, а также моющих и дезинфицирующих жидкостей с температурой до $95\text{ }^\circ\text{С}$.

Массовый расход воды $1800\text{ кг/ч} = 0,5\text{ кг/с}$, тогда объемный расход воды по формуле (2.31) составляет

$$Q_v = \frac{0,5}{1000} = 5 \cdot 10^{-4}\text{ м}^3/\text{с}$$

Для определения площади сечения канала рубашки(рисунок 4.5) по формуле (4.29), рассчитаем расстояние между соседними витками по формуле (4.30) и ширину внутреннего пространства рубашки по формуле (4.31)

$$h_1 = \frac{0,548}{11} = 0,0498\text{м} \approx 0,05\text{м},$$

$$d = \frac{0,205 - (0,140 + 2 \cdot 0,002)}{2} = 0,0305\text{м} \approx 0,03\text{м}$$

$$S_{сеч} = 0,05 \cdot 0,03 = 1,5 \cdot 10^{-3} \text{ м}^2$$

Скорость потока воды определим по формуле (2.32)

$$v_с = \frac{5 \cdot 10^{-4}}{1,5 \cdot 10^{-3}} = 0,3\text{м/с}$$

Для расчета эквивалентного диаметра канала рубашки по формуле (4.32), рассчитаем полный смоченный периметр (формула (4.33))

$$p = 2 \cdot (0,05 + 0,03) = 0,16\text{м}$$

$$d_{\text{э}} = \frac{4 \cdot 1,5 \cdot 10^{-3}}{0,16} = 0,0375\text{м} \approx 0,04\text{м}$$



Рисунок 4.5 – Конструкция спиральной направляющей рубашки

4.3.5 Тепловой расчет колонки

Тепловой расчет сводится к определению коэффициента теплопередачи. Для расчета коэффициента теплопередачи определим коэффициенты теплоотдачи для внешней и внутренней поверхности стенки колонки. Начальные физические параметры теплоносителя представлены в таблице 2.1. Начальные физические параметры кристаллизата с содержанием сухих веществ 50 % представлены в таблице 4.2. Характеристики теплоносителя и кристаллизата с содержанием сухих веществ 50 % при температуре, равной температуре стенки представлены в таблице 4.3.

Таблица 4.2 – Начальные физические параметры кристаллизата с содержанием сухих веществ 50 %

Физические параметры кристаллизата	Процесс нагрева	Процесс охлаждения
Начальная температура кристаллизата t_n , °С	10	60
Удельная теплоемкость кристаллизата $c_{кр}$, Дж/(кг·К)	3290	3290
Теплопроводность кристаллизата $\lambda_{кр}$, Вт/(м·К)	0,6	0,6
Динамическая вязкость кристаллизата $\mu_{жс}$, Па·с	$46,3 \cdot 10^{-3}$	$12,6 \cdot 10^{-3}$
Кинематическая вязкость кристаллизата $\nu_{жс}$, м ² /с	$37 \cdot 10^{-6}$	$10,6 \cdot 10^{-6}$

Таблица 4.3 – Характеристики теплоносителя и кристаллизата с содержанием сухих веществ 50 % при температуре равной температуре стенки

Температура стенки t , °С	40	30,5
Динамическая вязкость воды $\mu_{жс}$, Па·с,	$0,653 \cdot 10^{-3}$	$0,804 \cdot 10^{-3}$
Теплопроводность воды $\lambda_{жс}$, Вт/(м·К)	0,635	0,618
Удельная теплоемкость воды $c_{жс}$, Дж/(кг·К)	4174	4174
Удельная теплоемкость кристаллизата $c_{кр}$, Дж/(кг·К)	3290	3290
Теплопроводность кристаллизата $\lambda_{кр}$, Вт/(м·К)	0,6	0,6
Динамическая вязкость кристаллизата $\mu_{жс}$, Па·с	$21,2 \cdot 10^{-3}$	$27,2 \cdot 10^{-3}$

Критерий Рейнольдса для теплоносителя (горячая и холодная вода) определяем по формуле (4.34)

$$Re_{ж.г} = \frac{0,5 \cdot 0,04}{0,414 \cdot 10^{-6}} = 48309$$

$$Re_{ж.х} = \frac{0,5 \cdot 0,04}{1,73 \cdot 10^{-6}} = 11561$$

Критерий Прандтля для теплоносителя (горячая и холодная вода) определяем по формуле (4.35)

$$Pr_{ж.г} = \frac{4190 \cdot 0,414 \cdot 10^{-3}}{0,67} = 2,59$$

$$Pr_{ж.х} = \frac{4230 \cdot 1,73 \cdot 10^{-3}}{0,55} = 13,31$$

Для расчета критерия Прандтля для воды при температуре стенки Pr_c по формуле (4.36) определим температуру стенки по формуле (4.37)

$$t_g = \frac{70 + 10}{2} = 40^{\circ}\text{C}$$

$$t_x = \frac{1 + 60}{2} = 30,5^{\circ}\text{C}$$

$$Pr_{c.g} = \frac{4174 \cdot 0,653 \cdot 10^{-3}}{0,635} = 4,29$$

$$Pr_{c.x} = \frac{4174 \cdot 0,804 \cdot 10^{-3}}{0,618} = 5,43$$

Для определения длины канала для теплоносителя по формуле (4.38), определим средний диаметр канала по формуле (4.39)

$$d_{cp} = \frac{0,205 + (0,14 + 2 \cdot 0,002)}{2} = 0,175\text{м}$$

$$l = 3,14 \cdot 0,175 \cdot 11 = 6,04\text{м}$$

$$\frac{l}{d_{\text{э}}} = \frac{6,04}{0,04} = 151 > 50$$

Критерий Нуссельта для теплоносителя рассчитаем по формуле (4.40), где по формуле (4.41) рассчитываем коэффициент $A = 0,021 \cdot (1 + 1,77 \cdot \frac{0,04}{6,04}) = 0,0213$,

принимая $m = 0,8$; $n = 0,43$

$$Nu_{ж.г} = 0,0213 \cdot 48309^{0,8} \cdot 2,59^{0,43} * (\frac{2,59}{4,29})^{0,25} = 158$$

$$Nu_{ж.х} = 0,0213 \cdot 11561^{0,8} \cdot 13,31^{0,43} * (\frac{13,31}{5,43})^{0,25} = 144,4$$

Коэффициент теплоотдачи для теплоносителя рассчитываем по формуле (4.42)

$$\alpha_{ж.г} = \frac{158 \cdot 0,67}{0,04} = 2646,5 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К}),$$

$$\alpha_{ж.х} = \frac{144,4 \cdot 0,55}{0,04} = 1985,5 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К}).$$

Критерий Рейнольдса для кристаллизата рассчитаем по формуле (4.16)

$$Re_{кр.нагр} = \frac{0,24 \cdot 0,14}{37 \cdot 10^{-6}} = 908,1$$

$$Re_{кр.охл} = \frac{0,24 \cdot 0,14}{10,6 \cdot 10^{-6}} = 3169,8$$

Критерий Прандтля для кристаллизата рассчитаем по формуле (4.17)

$$Pr_{кр.нагр} = \frac{3290 \cdot 46,3 \cdot 10^{-3}}{0,6} = 253,9$$

$$Pr_{кр.охл} = \frac{3290 \cdot 12,6 \cdot 10^{-3}}{0,6} = 69,1$$

Критерий Прандтля для кристаллизата при температуре стенки по формуле (4.43)

$$Pr_{кр.нагр} = \frac{3290 \cdot 21,2 \cdot 10^{-3}}{0,6} = 116,2$$

$$Pr_{кр.охл} = \frac{3290 \cdot 27,2 \cdot 10^{-3}}{0,6} = 149,1$$

Течение кристаллизата в аппарате можно считать ламинарным. Для расчета критерия Нуссельта определим соотношение геометрических параметров колонки

$$\frac{d}{l} = \frac{D_{\text{вн}}}{H} = \frac{0,140}{0,6} = 0,23 > 0,1$$

При таком условии значения коэффициентов будут

следующие: $A = 1,4$; $m = 0,4$; $n = 0,33$; $S = 0,4$

Критерий Нуссельта для жидкости при ламинарном течении рассчитаем по формуле (4.44)

$$Nu_{\text{ж.нагр}} = 1,4 \cdot 908,1^{0,4} \cdot 253,9^{0,33} \cdot \left(\frac{253,9}{116,2}\right)^{0,25} \cdot \left(\frac{0,14}{0,6}\right)^{0,4} = 89,6$$

$$Nu_{\text{ж.охл}} = 1,4 \cdot 3169,8^{0,4} \cdot 69,1^{0,33} \cdot \left(\frac{69,1}{149,1}\right)^{0,25} \cdot \left(\frac{0,14}{0,6}\right)^{0,4} = 65,3$$

Коэффициент теплоотдачи от стенки кристаллизату рассчитаем по формуле (4.45)

$$\alpha_{\text{ж.нагр}} = \frac{89,6 \cdot 0,6}{0,14} = 384 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К})$$

$$\alpha_{\text{ж.охл}} = \frac{65,3 \cdot 0,6}{0,14} = 279,9 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К})$$

Коэффициент теплопередачи рассчитаем по формуле (4.46)

$$K_{\text{нагр}} = \frac{1}{\frac{1}{384} + \frac{0,002}{17,5} + \frac{1}{2646,5}} = 323 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К}),$$

$$K_{\text{охл}} = \frac{1}{\frac{1}{279,9} + \frac{0,002}{17,5} + \frac{1}{1985,5}} = 238,6 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К}).$$

Коэффициент теплопередачи для предлагаемой конструкции теплообменника при использовании горячей воды в рассматриваемый интервал времени составит $323 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К})$, при использовании холодной воды в рассматриваемый период времени составит $238,6 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К})$.

Кристаллизатор-выпариватель был изготовлен на предприятии «Вологодский машиностроительный завод» ОП ООО «НПО Машиностроения «СВАРОГ» на основе конструкторской документации на изготовление устройства

для кристаллизации лактозы с воздушным и водяным охлаждением и подогревом, подтвержденной патентом Российской Федерации № 2590755 (приложение В).

Выводы по 4 главе:

– Разработана конструкция кристаллизатора-выпаривателя с воздушным и водяным охлаждением и подогревом вместимостью 5 л кристаллизата;

– рассчитаны конструктивные параметры кристаллизатора: внутренний диаметр колонки $D_{вн} = 0,14$ м, количество отверстий в барботере $n=102$, которые располагаются горизонтально по отношению к внутренней поверхности барботера в шесть рядов по 17 отверстий, диаметр отверстий в барботере $d_0=0,003$ м;

– определены термо- и гидродинамические параметры кристаллизата, теплоносителя и воздушного пузырька: скорость движения теплоносителя в винтовом канале рубашки – 0,3 м/с, коэффициент теплопередачи между кристаллизатором и теплоносителем при использовании горячей воды составляет 323 Вт/(м²·К), при использовании холодной воды составляет 238,6 Вт/(м²·К), диаметр воздушного пузырька – $11,7 \cdot 10^{-3}$ м, скорость подъема воздушного пузырька – 0,24 м/с, коэффициент теплопередачи между воздушным пузырьком и кристаллизатором для процесса нагревания – 5,3 Вт/(м²·К), процесса охлаждения – 7,3 Вт/(м²·К).

ГЛАВА 5 ИСПЫТАНИЯ ПИЛОТНОЙ УСТАНОВКИ ДЛЯ ВЫПАРИВАНИЯ НФ-КОНЦЕНТРАТА МОЛОЧНОЙ СЫВОРОТКИ И КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ЛАКТОЗЫ

5.1 Разработка математической модели процесса циклической кристаллизации лактозы

Для оптимизации режимов работы кристаллизатора-выпаривателя была разработана математическая модель процесса кристаллизации, зависящая от физико-химических свойств кристаллизата (температуры, вязкости, плотности, содержания сухих веществ, растворимости лактозы, пересыщения, теплоты парообразования), расхода воздуха и его термодинамических свойств (температуры, влагосодержания). Предложенная математическая модель позволила определить количество растворенной и выкристаллизовавшейся лактозы и проанализировать изменение процентного содержания сухих веществ в межкристалльном растворе. Адекватность предлагаемой математической модели оценивалась путем сравнения с данными полученными на экспериментальной установке.

Для проведения эксперимента использовался НФ-концентрат творожной сыворотки, обессоленный до 50 %, сгущенный до содержания сухих веществ 55 %. Сухие вещества НФ-концентрата состояли в основном из лактозы (79,6 %) и белка (13,2 %), золы (3,7 %) [74]. Были исследованы два образца: экспериментальный и контрольный. Их начальная температура составляла 68 °С, а начальная масса каждого – 0,155 кг. Контрольный образец помещался в емкость с холодной водой на 3,5 ч. Температура холодной воды поддерживалась на уровне 3 °С - 5 °С. Экспериментальный образец подвергался циклической температурной обработке. Для этого он помещался в охлаждающую емкость, где охлаждался от начальной температуры 68 °С в течение часа. Охлаждение

осуществлялось холодной водой путем теплопередачи и барботированием охлажденного до температуры 10°C воздуха. Затем образец перемещался в емкость для нагревания на 15 минут. Нагревание осуществлялось горячей водой с температурой $70^{\circ}\text{C} - 75^{\circ}\text{C}$ и подогретым до температуры 40°C воздухом, который барботировался в кристаллизат. Весь процесс кристаллизации лактозы в опытном образце включал 3-кратное охлаждение и 2-кратное нагревание. Расход воздуха составлял $(16-21)\cdot 10^{-6} \text{ м}^3/\text{с}$. Такой большой интервал варьирования расхода воздуха объясняется тем, что пропускная способность барботера в процессе кристаллизации лактозы снижалась. Это обстоятельство послужило поводом для выравнивания интервалов нагревания. В процессе работы кристаллизатора расход воздуха уменьшался от $21\cdot 10^{-6}$ до $16\cdot 10^{-6} \text{ м}^3/\text{с}$, что позволило постепенно снижать интенсивность нагревания и, соответственно, снижать максимальную температуру при нагревании. Это позволило соблюдать режим постепенного снижения температуры нагревания и охлаждения в циклах. В процессе барботирования воздух насыщался влагой из продукта, в результате чего осуществлялось выпаривание кристаллизата. В ходе эксперимента фиксировалась температура кристаллизата, содержание сухих веществ в межкристальном растворе и масса кристаллизата, что позволяло определить количество выпаренной влаги. В конце каждого цикла производилась микрофотосъемка контрольного и экспериментального образцов.

Математическая модель описывает процессы теплопередачи, выпаривания и кристаллизации лактозы при условиях эксперимента для опытного и контрольного образцов. При этом изменяются практически все физические параметры системы: плотность, кинематическая и динамическая вязкость, содержание сухих веществ, растворимость лактозы, пересыщение, скорость образования кристаллической лактозы, количество растворенной и выкристаллизовавшейся лактозы. Причем все эти параметры взаимосвязаны. Для анализа изменения вышеперечисленных параметров каждый цикл охлаждения и нагревания разбивался на малые интервалы времени Δt , в течение которого

физические параметры кристаллизата можно условно принять изменяющимися по линейной зависимости.

Проведен анализ изменения температуры кристаллизата, показателя скорости образования кристаллической лактозы, содержания сухих веществ в межкристальном растворе, процента выкристаллизованной лактозы. Пример расчета представлен в приложении Г. Результаты проведенных исследований представлены в виде графиков. Для оценки адекватности анализа реальному процессу представлены экспериментальные данные.

Значения температуры кристаллизата в конце каждого временного интервала определялись по формуле (2.30), полученной из уравнения теплового баланса (2.24). Изменение температуры кристаллизата в экспериментальном и контрольном образцах для расчетных и опытных данных представлено на рисунке 5.1.

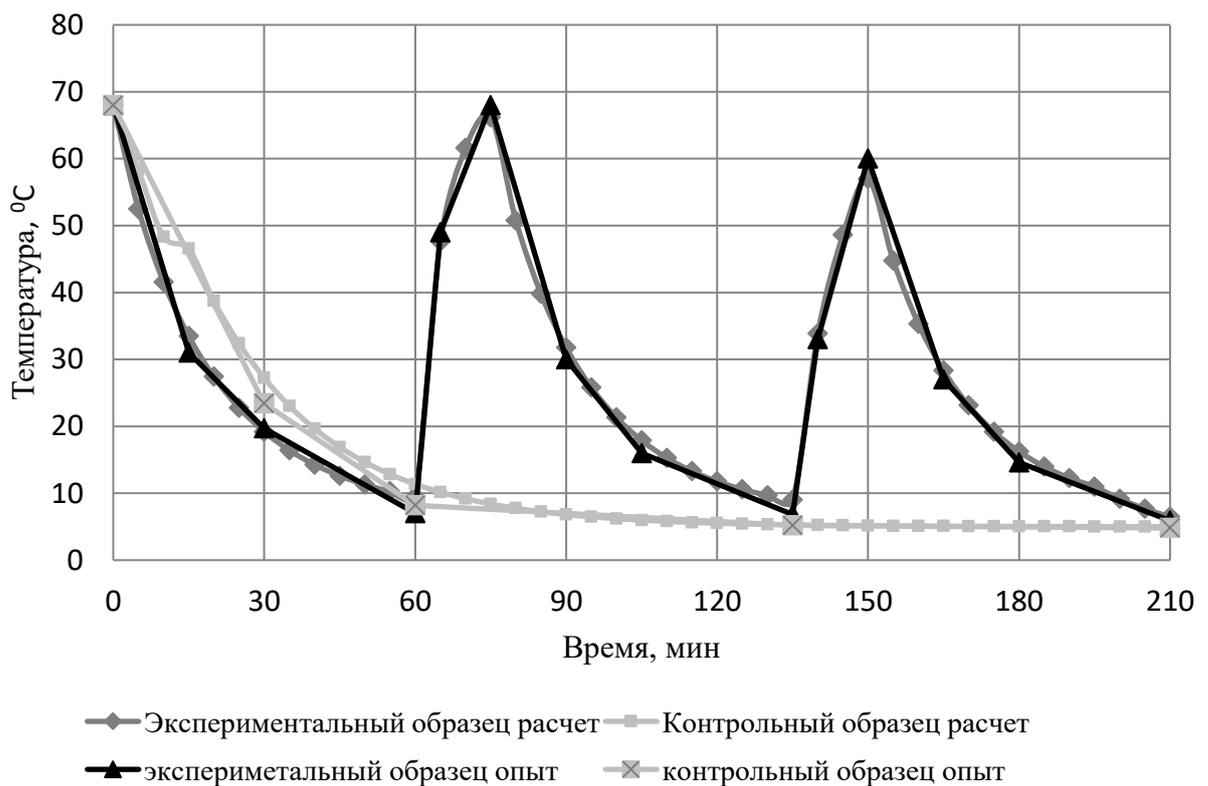


Рисунок 5.1 – Изменение температуры кристаллизата в экспериментальном и контрольном образцах

Измерение температуры при охлаждении производилось через 15 минут, а при нагревании – в начале, в середине и конце процесса. Для расчетного графика

интервал времени составлял 5 минут. Экспериментальные и теоретические кривые хорошо совпадают (максимальная абсолютная погрешность 2,5 °С).

Одним из наиболее важных показателей процесса кристаллизации является скорость образования кристаллической лактозы, которая зависит от температуры и пересыщения раствора. Поскольку в процессе кристаллизации в барботажном кристаллизаторе-выпаривателе пересыщение постоянно изменяется, то для того, чтобы исключить влияние пересыщения в качестве показателя скорости образования кристаллической лактозы взято снижение концентрации раствора на единицу пересыщения в единицу времени [81]

$$g = \frac{\Delta C}{\Delta \tau \cdot \Delta C_n}, \quad (5.1)$$

где ΔC – снижение концентрации раствора, кг лактозы на 100 кг влаги, в процентах;

ΔC_n – пересыщение, кг лактозы на 100 кг влаги в процентах;

$\Delta \tau$ – расчетный интервал времени, ч.

Пересыщение определялось по формуле

$$\Delta C_n = C - C_{нас}, \quad (5.2)$$

где C – концентрация исследуемого раствора, кг лактозы на 100 кг влаги в процентах;

$C_{нас}$ – концентрация насыщенного раствора, кг лактозы на 100 кг влаги в процентах.

Концентрация насыщенного раствора определялась по формуле для метастабильной области [81]

$$C_{нас} = 11,5 \cdot 10^{0,012t_{кр}}. \quad (5.3)$$

Концентрация исследуемого раствора определялась по формуле [75]

$$C = \frac{m_l}{m_g} \cdot 100\% \quad (5.4)$$

где m_l – масса лактозы, кг;

m_g – масса влаги, кг.

Содержание сухих веществ в межкристальном растворе определялось по формуле [75]

$$C.B. = \frac{m_{p.l.} + m_{\bar{o}} + m_3}{m_{p.l.} + m_{\bar{o}} + m_3 + m_6} \cdot 100\% , \quad (5.5)$$

где $m_{p.l.}$ – масса растворенной лактозы, кг;

$m_{\bar{o}}$ – масса белка, кг;

m_3 – масса золы, кг.

Экспериментально установлено, что показатель скорости образования кристаллической лактозы, в конечном счете, является функцией температуры и может определяться по формуле [81]

$$\vartheta = 0,032 \cdot 10^{0,045t_{кр}} . \quad (5.6)$$

Анализ изменения показателя скорости образования кристаллической лактозы для опытного и контрольного температурных режимов представлен на графике (рисунок 5.2).

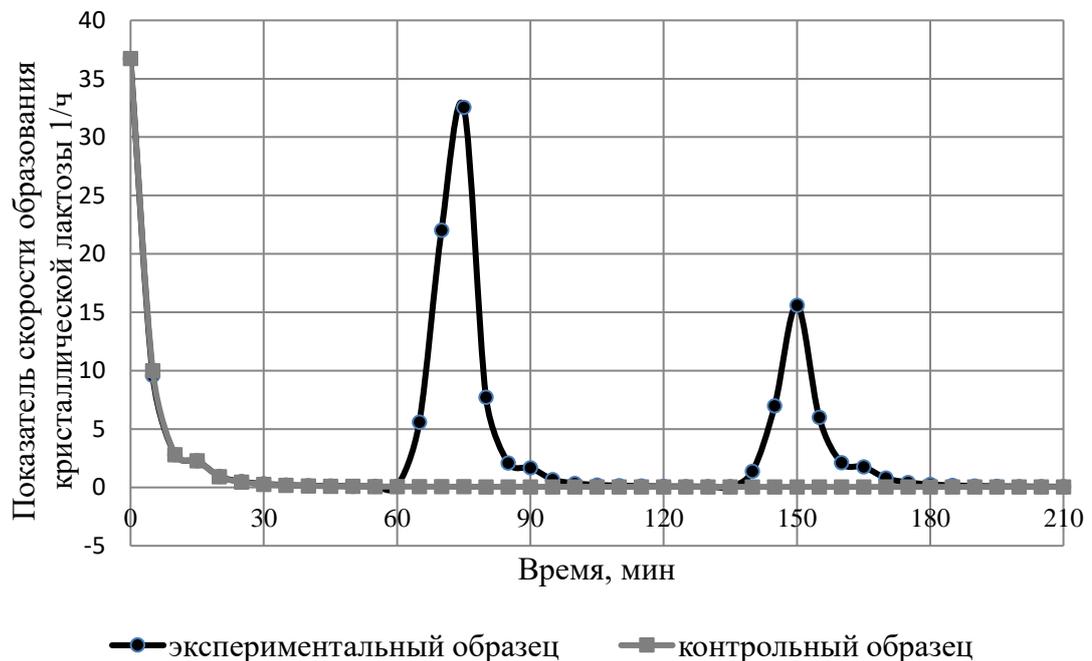


Рисунок 5.2 – Показатель скорости образования кристаллической лактозы для экспериментального и контрольного образцов

Пики показателя скорости образования кристаллической лактозы для экспериментального образца наблюдаются на отрезках, соответствующих процессу нагревания кристаллизата. Это объясняется тем, что показатель

скорости образования кристаллической лактозы является функцией, зависящей от температуры.

Для подтверждения степени адекватности теоретических положений результатам эксперимента сравнивались расчетное и экспериментальное содержание сухих веществ в межкристальном растворе. Содержание сухих веществ в растворе экспериментально определялось по рефрактометру. Аналитически содержание сухих веществ определялось с учетом снижения содержания растворенной лактозы за счет ее кристаллизации. В экспериментальном образце происходило одновременное увеличение содержания сухих веществ, связанное с выпариванием влаги и его снижение при кристаллизации лактозы. Причем оба эти процесса зависели от температурных режимов. В контрольном образце происходило снижение содержания сухих веществ только за счет кристаллизации лактозы. Изменение содержания растворенных сухих веществ в процессе кристаллизации для экспериментального и контрольного образцов по результатам опыта и расчетным данным представлено на рисунке 5.3.

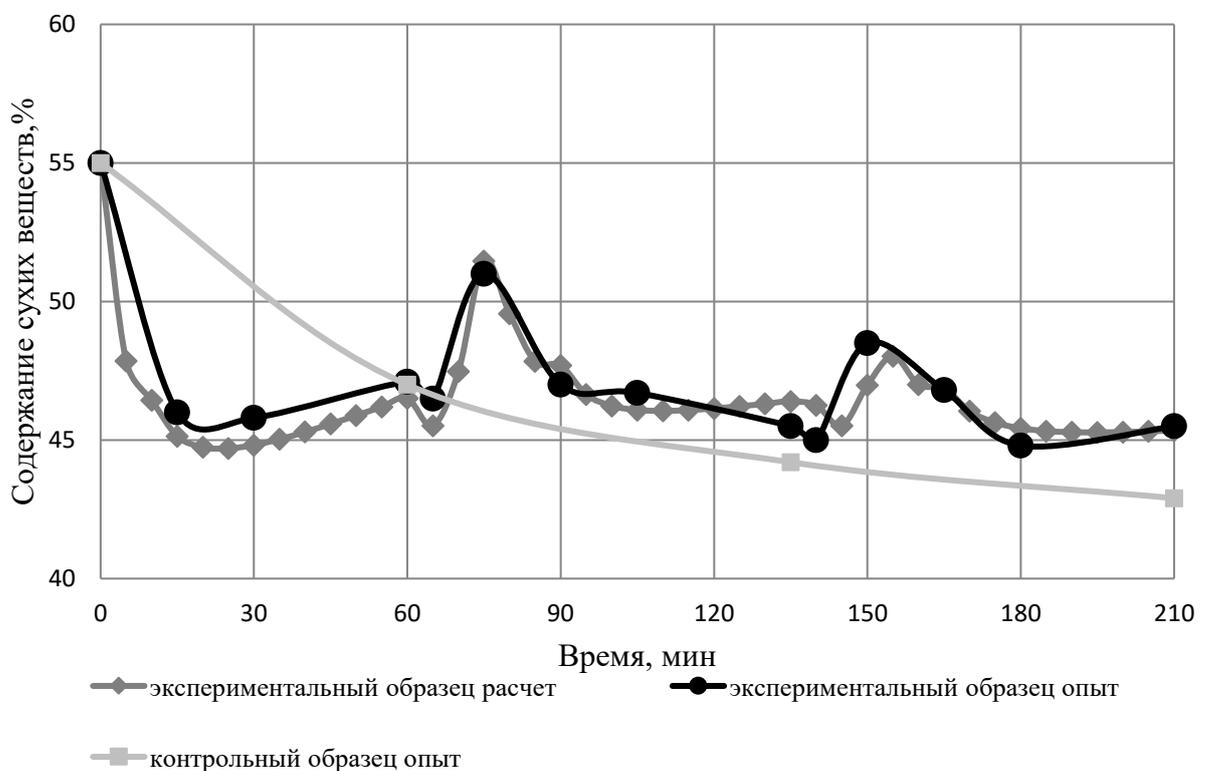


Рисунок 5.3 –Изменение содержания растворенных сухих веществ в процессе кристаллизации

Как показал теоретический анализ, изменения сухих веществ имеют достаточно сложную закономерность в каждом цикле, тогда как к концу процесса охлаждения и нагревания в каждом цикле результаты теоретического расчета и эксперимента имеют близкие значения, что можно наблюдать на представленной гистограмме (рисунок 5.4). Максимальное значение абсолютной погрешности по сухим веществам составляет 1,5 %, а относительной – 3%. Сложная зависимость изменения содержания сухих веществ объясняется тем, что процесс кристаллизации в кристаллизаторе с воздушным и водяным охлаждением и подогревом сопровождается выпариванием влаги из кристаллизата. Поэтому одновременно происходит снижение содержания сухих веществ из-за кристаллизации и его рост из-за выпаривания. Кроме того, не следует исключать, что существенное влияние на оба эти процесса оказывают колебания температуры.

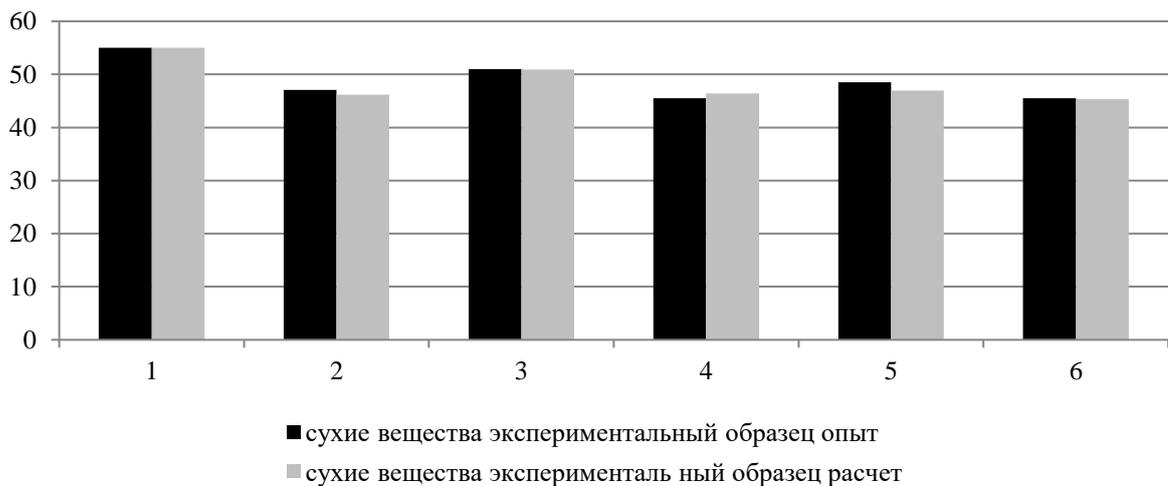


Рисунок 5.4 – Гистограмма содержания растворенных сухих веществ в экспериментальном образце по опытным и расчетным данным на конец процесса охлаждения и нагревания в каждом цикле

При подробном рассмотрении процесса охлаждения (на примере 1-го цикла) видно, что активнее всего процесс кристаллизации происходит в первые минуты, так как, чем выше температура кристаллизата, тем выше показатель скорости кристаллизации лактозы (снижение концентрации раствора на единицу пересыщения в единицу времени). При этом в первые 10 минут количество растворенной лактозы значительно уменьшается (с 70 до 40 г), а затем начинает

снижаться медленней (за 50 минут с 40 до 33г). Одновременно с этим количество влаги в растворе постоянно уменьшается за счет выпаривания барботируемым воздухом (рисунок 5.5). Поэтому отношение массы растворенной лактозы к массе влаги сначала уменьшается, а затем начинает расти, что и объясняет сложный характер изменения содержания сухих веществ в процессе охлаждения (рисунок 5.6).

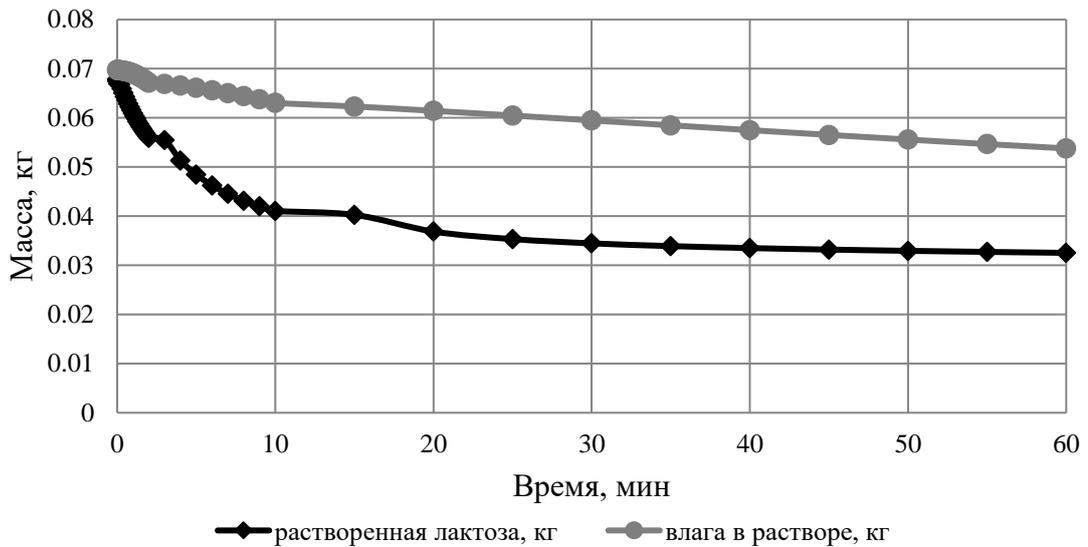


Рисунок 5.5 – Изменение массы растворенной лактозы и влаги в растворе для первого цикла охлаждения

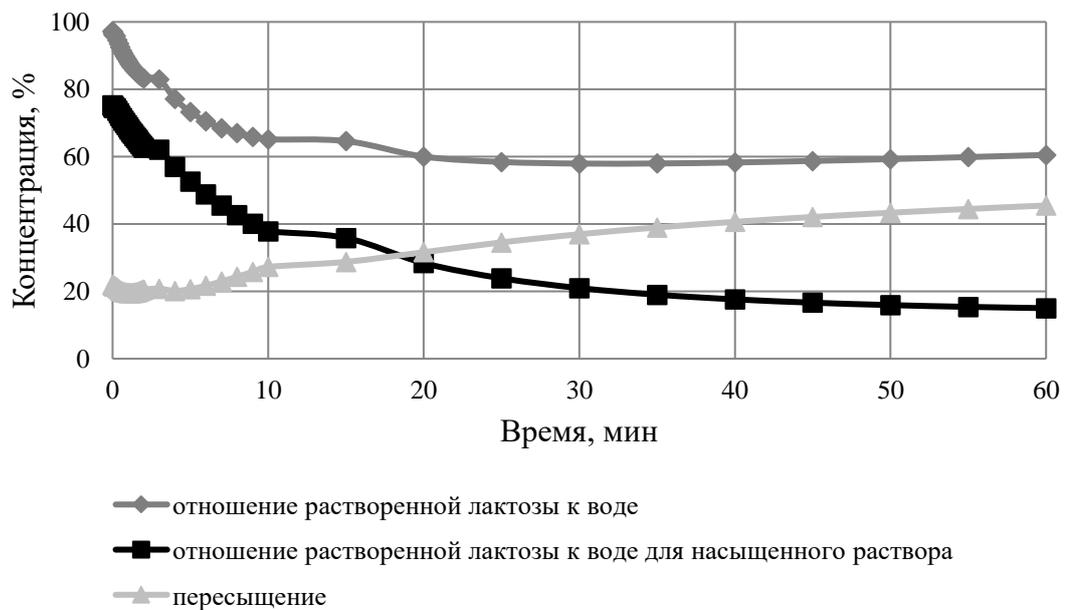


Рисунок 5.6– Сравнительная оценка концентраций пересыщенного и насыщенного растворов для первого цикла процесса охлаждения

В процессе нагревания количество растворенной лактозы сначала уменьшается, так как продолжается кристаллизация (в течение примерно 7 минут), а затем начинает расти, так как при повышении температуры происходит растворение кристаллов лактозы, что увеличивает ее концентрацию в растворе. При этом количество влаги в растворе в течение 7 минут почти не изменяется, так как при низких температурах выпаривание незначительно, а затем начинает уменьшаться (рисунок 5.7).

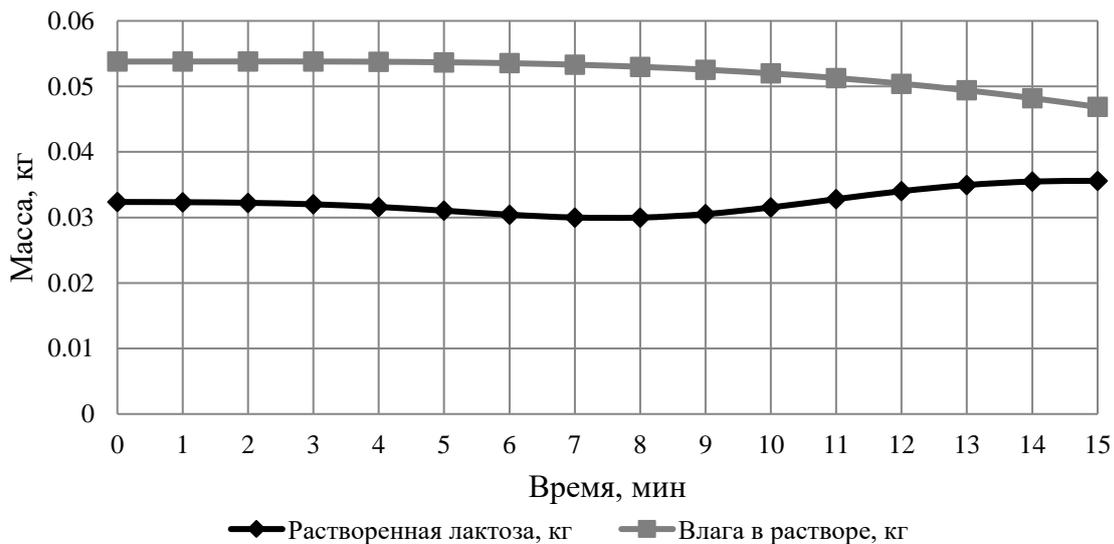


Рисунок 5.7 – Изменение массы растворенной лактозы и влаги в растворе для первого цикла нагревания

Поэтому отношение массы растворенной лактозы к массе влаги сначала уменьшается (с 60 % до 56 %), а затем существенно возрастает (до 76 %) (рисунок 5.8), что и объясняет характер изменения содержания сухих веществ в процессе нагревания.

Поскольку целью процесса кристаллизации является наиболее полное отделение лактозы от сыворотки, то наибольший интерес представляет динамика изменения процента выкристаллизованной лактозы в процессе кристаллизации, сопровождающейся выпариванием при циклическом изменении температуры. Для расчета массы выкристаллизованной лактозы воспользуемся формулой (5.1)

$$m_{к.л.} = \frac{\Delta C}{100} \cdot m_g = \frac{\vartheta \cdot \Delta \tau \cdot \Delta C_n}{100} \cdot m_g. \quad (5.7)$$

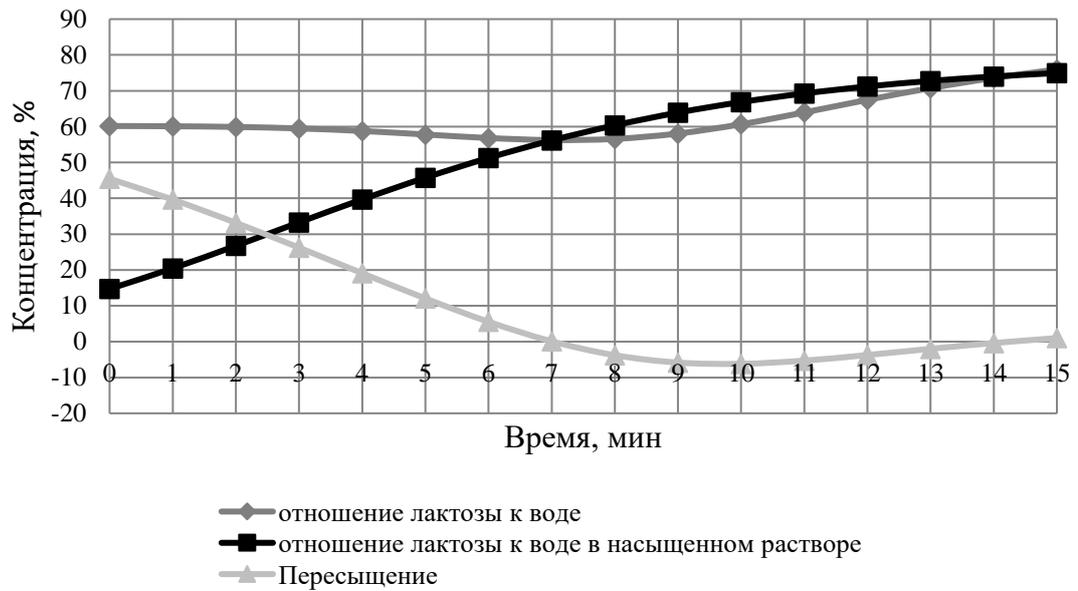


Рисунок 5.8 – Сравнительная оценка концентраций пересыщенного и насыщенного растворов для первого цикла процесса нагревания

Количество выкристаллизованной лактозы по отношению к начальному количеству лактозы в процентном отношении определялся по формуле

$$C_{к.л.} = \frac{m_{к.л.}}{m_{л.}} \cdot 100 \quad (5.8)$$

Для оптимизации процесса кристаллизации целесообразно провести теоретические исследования циклов охлаждения и нагревания, анализируя при этом процент выкристаллизованной лактозы. Каждый период нагревания и охлаждения разбивался на интервалы, в которых физико-химические параметры кристаллизата менялись незначительно. В начале каждого периода температура существенно изменялась, поэтому интервал брался минимальным и составлял 1 секунду, с последующим его увеличением до 1 минуты к 3 минуте и оставался неизменным до конца периода. Для наглядности на график выносились данные о проценте выкристаллизованной лактозы за 5-ти минутный период (рисунок 5.9). В процессе 1-го охлаждения в течение первых 60-ти минут процент выкристаллизованной лактозы растет от 0 до 52,3%. С 60-й по 75-ю минуты в процессе нагревания процент выкристаллизованной лактозы сначала растет до 55%, а затем падает до 48%.

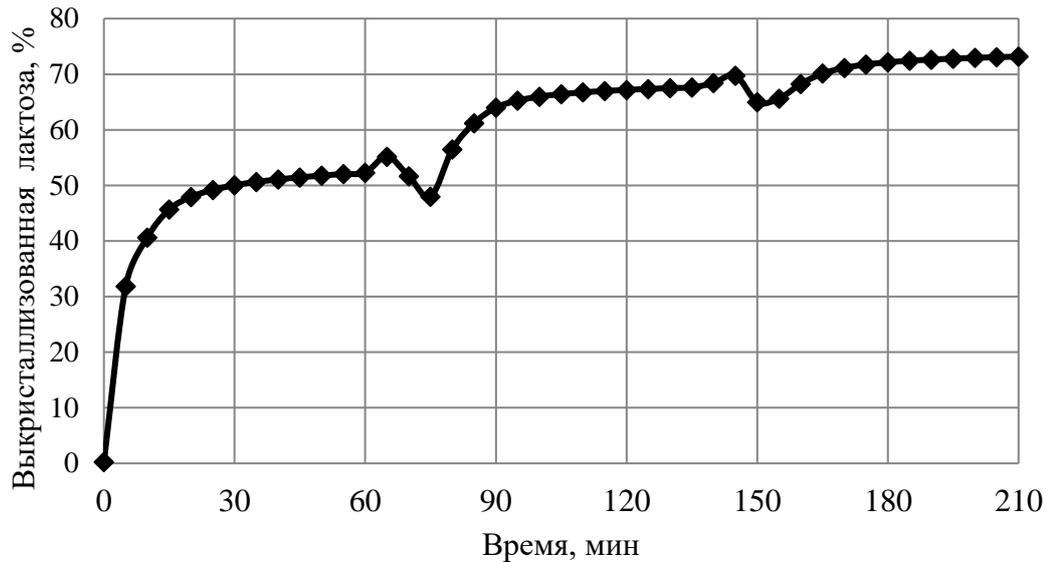


Рисунок 5.9 – Динамика изменения процента выкристаллизованной лактозы в процессе кристаллизации

В таблице 5.1. представлено изменение состава сыворотки в экспериментальном и контрольном образцах.

Таблица 5.1 – Изменение состава сыворотки в процессе кристаллизации

Время, мин	Экспериментальный образец						Контрольный образец			
	0	60	75	135	150	210	0	60	135	210
Масса образца, г	155	135	124	136	116	125	155	155	155	155
Сухие вещества по рефрактометру, %	55	47,1	51	45,5	48,5	45,5	55	47	44,2	42,9
Вода, г	78,3	58,3	47,3	59,3	39,3	48,3	78,3	78,3	78,3	78,3
Белок, г	13,2	13,2	13,2	13,2	13,2	13,2	13,2	13,2	13,2	13,2
Зола, г	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7
Лактоза растворенная, г	78,8	35,0	32,3	32,6	20,1	23,4	78,8	52,5	45,1	41,9
Лактоза скристаллизованная, г	0,8	44,6	47,3	47	59,5	56,2	0,8	27,1	34,5	37,7
Масса сухих веществ растворенных, г	95,7	51,9	49,2	49,5	37,0	40,3	95,7	69,4	62,0	58,8

Для экспериментального образца рассмотрен состав в момент окончания процессов охлаждения и нагревания в каждом из трех циклов. Для контрольного образца моменты времени совпадают с окончаниями циклов охлаждения экспериментального образца. Для экспериментального образца в процессе

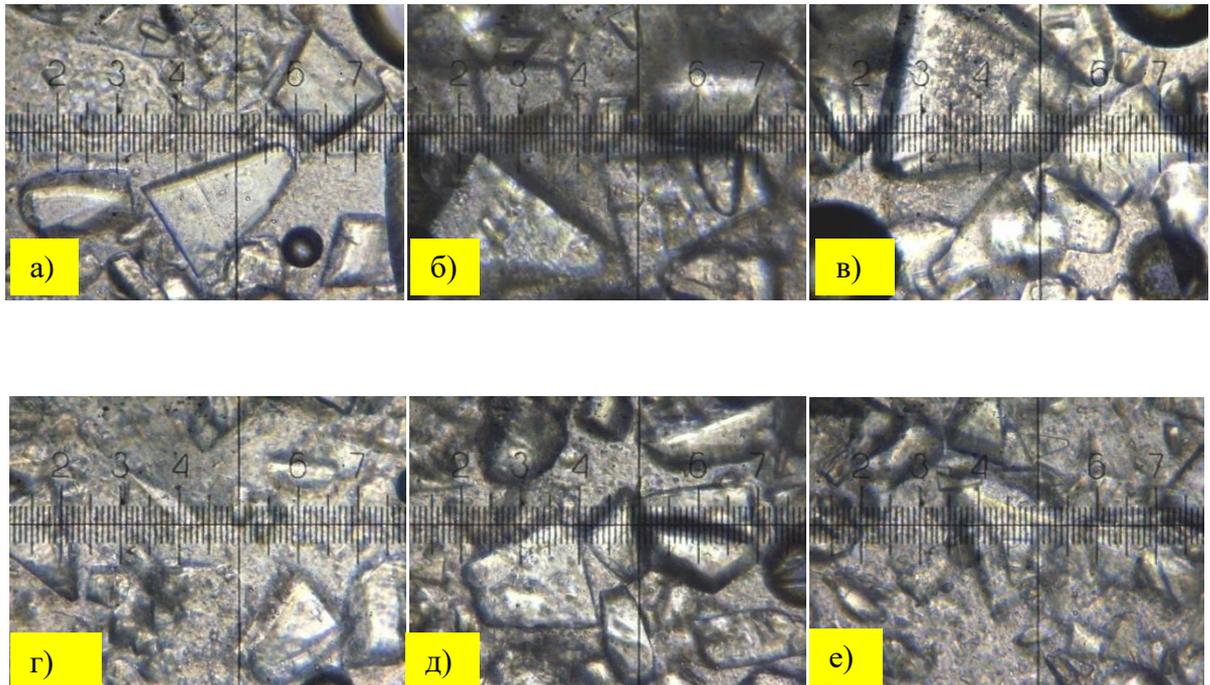
охлаждения сыворотки в первом цикле содержание растворенных сухих веществ уменьшилось с 55 % до 47,1%, при этом выделилась почти половина растворенной в сыворотке лактозы: из 77,8 г выкристаллизовалось 44,6 г. Если сравнить с контрольным образцом, то там выкристаллизовалось только 27,1 г, что почти в 2 раза меньше, чем в экспериментальном. Это объясняется тем, что масса влаги при первом охлаждении уменьшилась, и соответственно, увеличилась концентрация растворенной лактозы, что интенсифицировало процесс кристаллизации.

В процессе первого нагревания произошло дальнейшее испарение влаги. Масса ее уменьшилась до 47,3 г. При этом содержание растворенных сухих веществ, определяемое по рефрактометру, увеличилось до 51% за счет уменьшения количества влаги. При этом в процессе нагревания еще продолжалась кристаллизация лактозы. Масса выкристаллизованной лактозы увеличилась до 47,3 г. В процессе охлаждения во втором цикле содержание растворенных сухих веществ уменьшилось с 51 % до 45,5 %, при этом масса выкристаллизованной лактозы уменьшилась до 47 г. Это объясняется тем, что процесс охлаждения идет медленно и из-за запаздывания процесса растворения лактозы, по сравнению с процессом охлаждения, растворение продолжилось в начале процесса охлаждения. Поскольку температура кристаллизата в процессе охлаждения становится ниже температуры барботируемого воздуха, то количество влаги в образце увеличивается за счет конденсации в нем влаги из воздуха.

В процессе второго нагревания из-за выпаривания влаги масса экспериментального образца уменьшилась до 116 г, при этом масса выкристаллизованной лактозы увеличилась до 59,5 г, что наблюдалось и при первом нагревании. Процесс 3-го охлаждения экспериментального образца идет аналогично 2-му охлаждению. При этом масса выкристаллизованной лактозы уменьшается до 56,2 г. Если сравнить первое охлаждение с 2-мя последующими, то кристаллизация в нем идет лучше, так как оно начинается с комнатной температуры 20°C, тогда как последующие начинаются с температур 68 °C и

63 °С. В контрольном образце к концу 2-го охлаждения масса выкристаллизованной лактозы составила 34,5 г, к концу 3-го охлаждения – 37,7 г. Сравнительный анализ показал, что при совмещении процессов кристаллизации и выпаривания в экспериментальном образце выкристаллизовалось примерно в 1,5 раза больше лактозы, чем в контрольном.

На рисунке 5.10 представлены микрофотографии кристаллов лактозы экспериментального и контрольного образцов через 60, 135 и 210 мин после начала процесса кристаллизации. Это время соответствует окончанию процессов охлаждения экспериментального образца в каждом из 3-х циклов. Если сравнить экспериментальный и контрольный образец, то видно, что кристаллы в экспериментальном образце значительно больше по размеру. Одновременно с более интенсивной кристаллизацией лактозы в экспериментальном образце увеличивается и средний размер кристалла, что является важным в процессе отделения лактозы. [74].



экспериментальный образец: а)через 60 мин, б)через 135 мин, в) через 210 мин; контрольный образец: г)через 60 мин,д)через 135 мин, е) через 210 мин

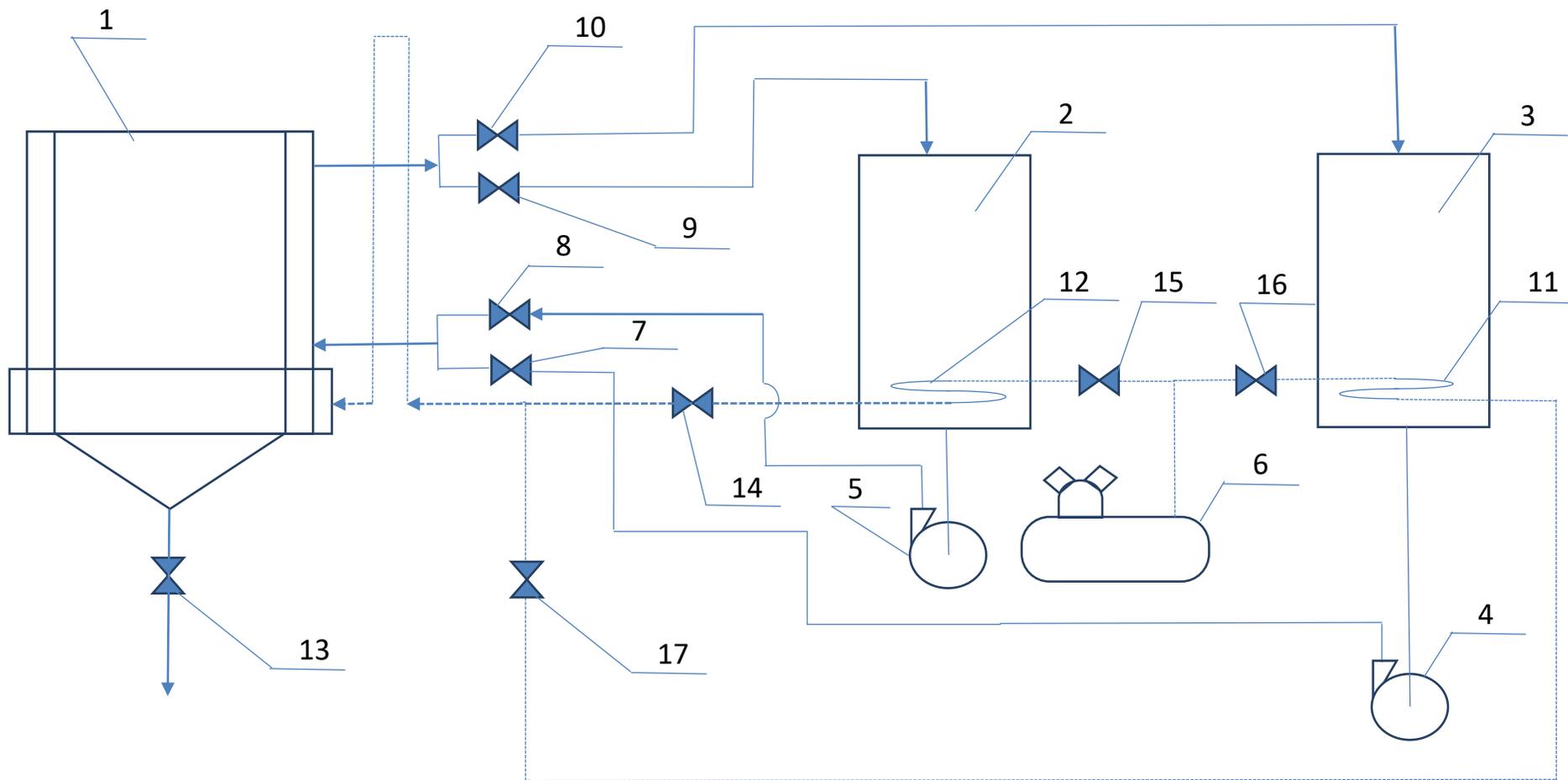
Рисунок 5.10 – Микрофотографии кристаллов (1 деление линейки=6,2мкм)

5.2 Экспериментальные исследования

5.2.1 Описание пилотной установки

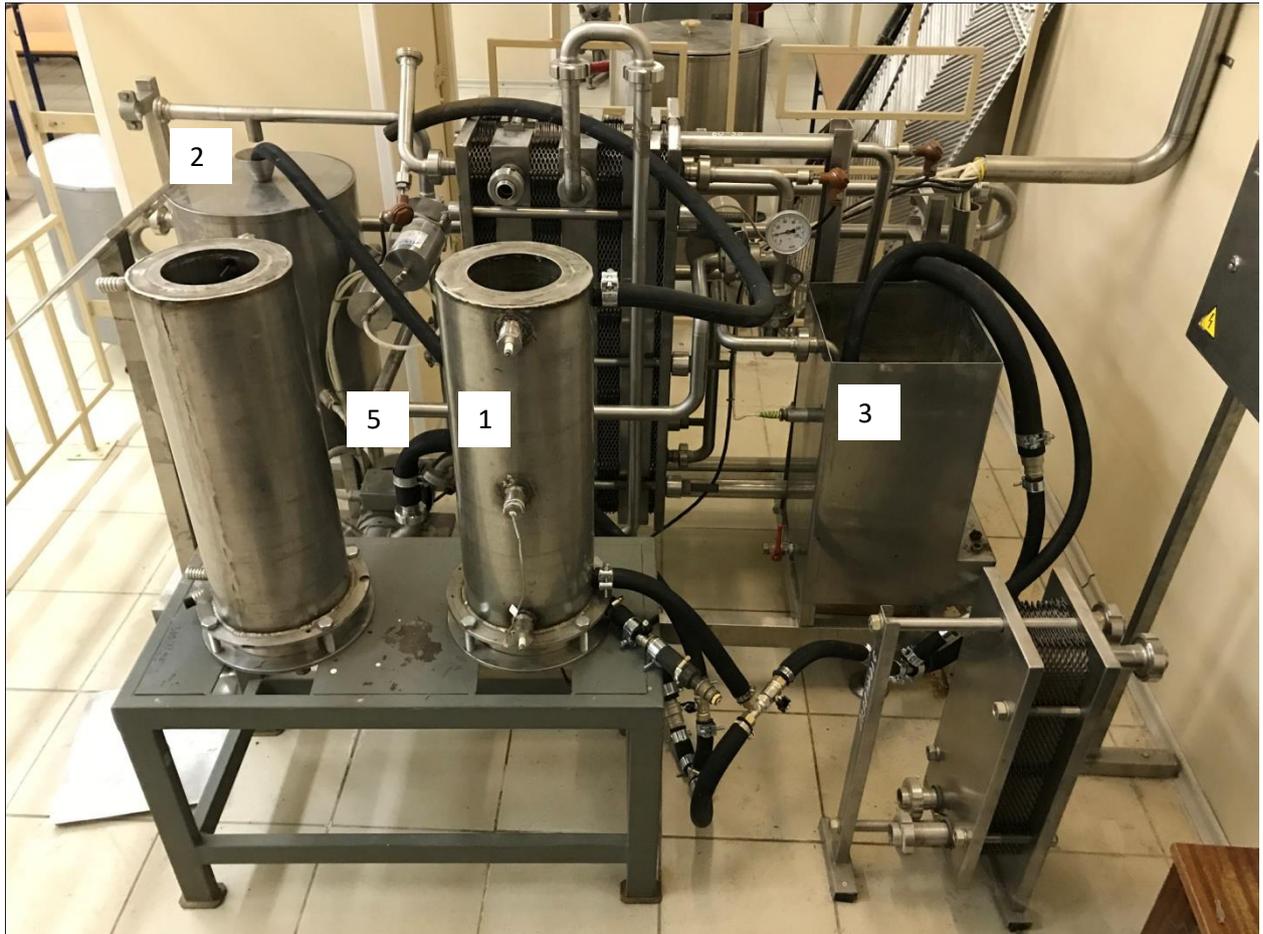
Пилотная установка (рисунок 5.11) включает в себя кристаллизатор-выпариватель 1, две емкости для холодной 2 и горячей 3 воды и, соответственно, 2 насоса для подачи холодной 5 и горячей 4 воды, а также компрессор для подачи воздуха 6.

Принцип действия установки заключается в следующем. В процессе охлаждения кристаллизата вода из емкости 2 насосом 5 подается в рубашку кристаллизатора. Пройдя через рубашку, нагретая вода возвращается в емкость с холодной водой. Для поддержания низкой температуры в емкости с холодной водой в эксперименте использовался лед. При этом вентили 8 и 9 были открыты, а 7 и 10 закрыты. Одновременно с холодной водой в барботажное устройство кристаллизатора подавался холодный воздух, который охлаждался с помощью змеевика 11 в емкости 2. При подаче холодного воздуха вентили 14 и 15 открывались, а 16 и 17 были закрыты. В процессе нагревания кристаллизата вода из емкости 3 насосом 4 подается в рубашку кристаллизатора. Пройдя через рубашку, охлажденная вода возвращается в емкость с горячей водой. Для поддержания высокой температуры в емкости с горячей водой в эксперименте использовался электрический подогреватель. При этом вентили 7 и 10 были открыты, а 8 и 9 закрыты. Одновременно с горячей водой в барботажное устройство кристаллизатора подавался воздух, который нагревался с помощью змеевика 12 в емкости 3. При подаче в кристаллизатор горячего воздуха вентили 14 и 15 закрывались, а 16 и 17 были открыты. Через вентиль 13 осуществляют отгрузку кристаллизата. На рисунке 5.12 представлена фотография пилотной установки.



1 – кристаллизатор-выпариватель; 2 – емкость для холодной воды; 3 – емкость для горячей воды; 4 – насос для подачи горячей воды; 5 – насос для подачи холодной воды; 6 – компрессор для подачи воздуха; 7, 8, 9, 10, 13, 14, 15, 16, 17 – вентили; 11, 12 – змеевики

Рисунок 5.11 – Схема пилотной установки для выпаривания НФ-концентрата молочной сыворотки и кристаллизации лактозы



1 – кристаллизатор-выпариватель; 2 – емкость для холодной воды; 3 – емкость для горячей воды; 5 – насос для подачи холодной воды

Рисунок 5.12 – Пилотная установка

5.2.2 Исследование процесса сгущения в кристаллизаторе

Для эксперимента использовался НФ-концентрат творожной сыворотки с массовым содержанием сухих веществ 27,2 %, степенью деминерализации 47%. Продуктовая колонка кристаллизатора-выпаривателя объемом 10 л ($0,010 \text{ м}^3$) заполнялась наполовину, так как в процессе выпаривания кристаллизата имеет место пенообразование. Плотность кристаллизата – 1140 кг/м^3 . Масса кристаллизата составляла $0,0053 \cdot 1140 = 6 \text{ кг}$. Масса сухих веществ в кристаллизате составляла $6 \cdot 0,272 = 1,632 \text{ кг}$. Содержание лактозы в сухом веществе – $(75,3 \pm 0,8)\%$,

белка – $(13,2 \pm 0,2)$ %, золы – $(4,3 \pm 0,2)$ %, органических кислот – $(3,7 \pm 0,4)$ %. Расход воздуха рассчитывался по скорости истечения из воздуховода, которая определялась с помощью крыльчатого анемометра АСО-3 с пределами измерения скорости от 0,3 до 5 м/с, для воздуха с температурой от минус 10 °С до плюс 50 °С. Расход воздуха V составлял $750 \cdot 10^{-6}$ м³/с. Сгущение осуществлялось путем барботирования в кристаллизат воздуха с начальной температурой 35°С. Воздух забирался из помещения и нагревался в змеевике с помощью горячей воды с температурой 63°С.[75]. Проходя через слой кристаллизата, пузырьки воздуха нагревались до его температуры. В конце каждого часа в течение всего процесса выпаривания осуществлялось измерение массовой доли сухих веществ в кристаллизате. Площадь поверхности теплообмена f_T между кристаллизатом и горячей водой определялась по высоте заполнения колонки H

$$f_T = \pi \cdot D_{\text{вн}} \cdot H = 3,14 \cdot 0,14 \cdot 0,3 = 0,132 \text{ м}^2.$$

На рисунке 5.13 представлены графики изменения содержания сухих веществ и степени кристаллизации лактозы в процессе выпаривания.

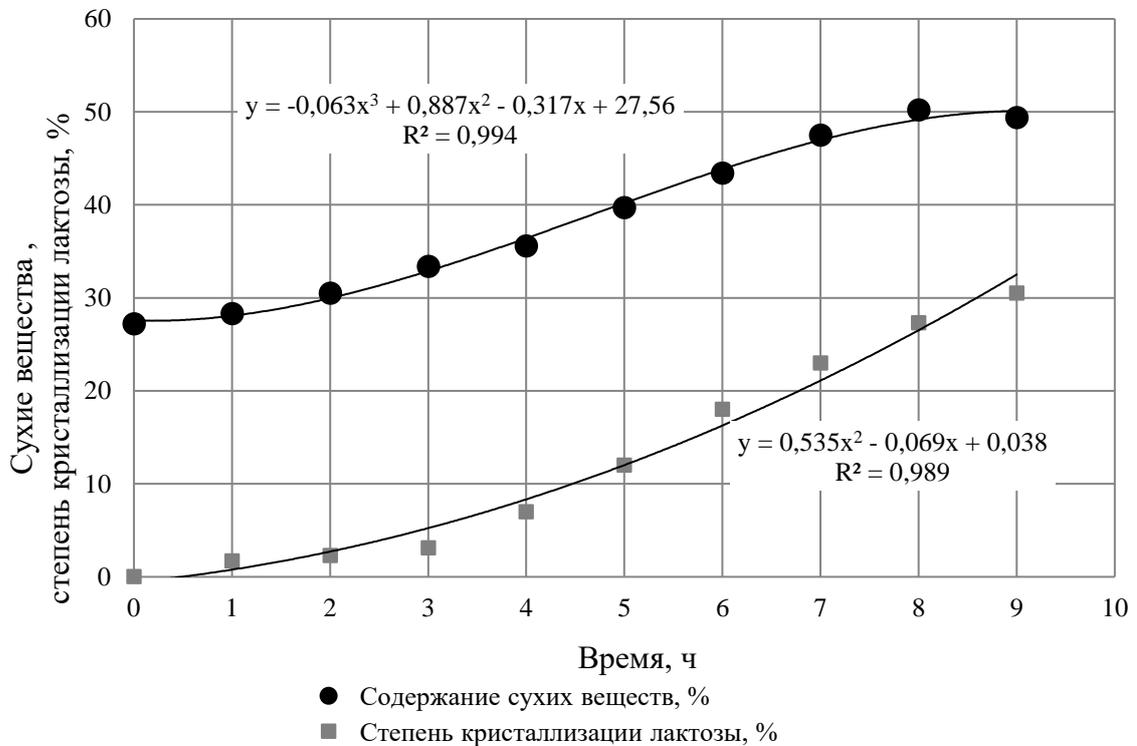


Рисунок 5.13 – Изменение содержания сухих веществ и степени кристаллизации лактозы в процессе сгущения

Содержание сухих веществ определялось с помощью рефрактометра РЛ-2. Как видно из графика, за 8 часов выпаривания содержание сухих веществ увеличилось от 27,2 % до 50,2 % , а при дальнейшем выпаривании начало падать. Наименьшая скорость роста содержания сухих веществ наблюдается в начале процесса сгущения, повышение содержания сухих веществ в кристаллизате от 27,2 % до 30 % происходит за два часа [38, 75]. По мере сгущения скорость роста содержания сухих веществ растет до 50,2 %. Повышение содержания сухих веществ от 30 % до 50,2 % происходит за шесть часов. Дальнейшее сгущение приводит к снижению содержания сухих веществ до 49,4 % за счет массовой кристаллизации лактозы. Количество выпаренной влаги определялось по уровню заполнения колонки. Степень кристаллизации лактозы рассчитывалась по формуле (3.1). По мере удаления влаги скорость кристаллизации лактозы возрастает.

На рисунке 5.14 показан график изменения температуры кристаллизата в процессе сгущения.

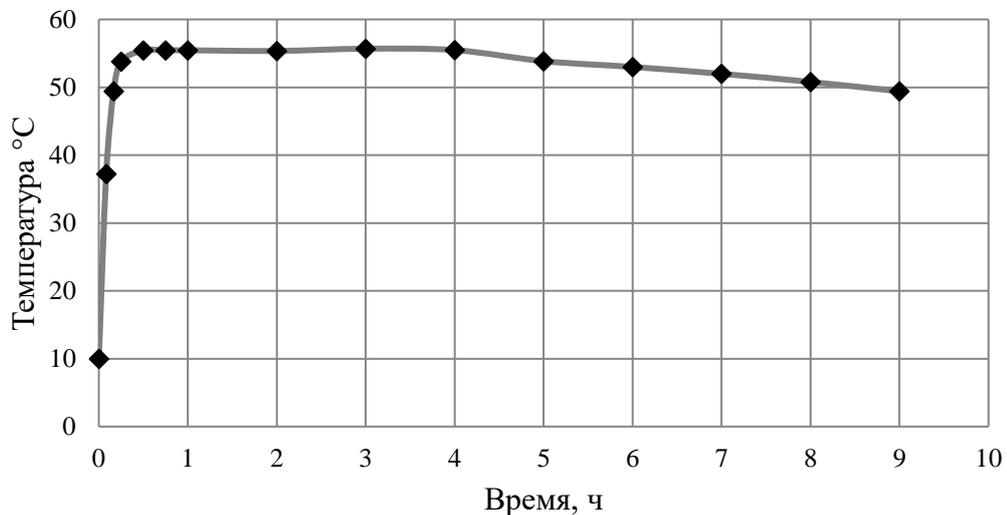


Рисунок 5.14 – Изменение температуры в процессе сгущения

Время повышения температуры от начального значения 10 °C до максимального значения 56 °C составляет 40 минут. До 4-го часа сгущения температура практически не меняется, а после 4-го начинает медленно падать. К девятому часу она падает до 49,4 °C. Это объясняется тем, что вязкость

кристаллизата растет и коэффициент теплопередачи от теплоносителя уменьшается. Расчет коэффициента теплопередачи по методике, представленной в 4 главе показал, что он падает от 430 до 277 Вт/(м²·К) к началу 9-го часа. Причем существенное падение коэффициента теплопередачи начинается с 6-го часа. Кроме того, при выпаривании уменьшается объем кристаллизата, а, соответственно, уменьшается поверхность теплообмена.

5.2.3 Исследование процесса циклической кристаллизации

Масса полученного в результате сгущения кристаллизата составила 2,36 кг. Полученный кристаллизат имел температуру 49,4 °С, содержание сухих веществ в кристаллизате – 49,4 %. Масса оставшейся в кристаллизате влаги – 1,1 кг. Исходная масса сухих веществ в кристаллизате составляла 1,632 кг, из них лактозы – 1,22 кг. Количество выпаренной из кристаллизата влаги в процессе сгущения составило 3,64 кг. Масса выкристаллизованной лактозы в конце процесса выпаривания определялась как разность между исходной массой сухих веществ и массой растворенных сухих веществ, которые определяли по формуле 3.2. В результате масса выкристаллизованной лактозы составила 0,47 кг.

На рисунке 5.15 показан график циклического изменения температуры в процессе кристаллизации лактозы. В соответствии с результатами проведенных экспериментов выбран режим работы кристаллизатора, включающий четыре охлаждения продолжительностью по 1 часу и пятое 3-часовое охлаждение, разделенные 15-ти минутным нагреваниями. Температура охлаждающего воздуха – 10 °С, температура холодной воды – 5 °С. Температура греющего воздуха и воды имеют те же значения, что и в процессе сгущения: 35 °С и 63°С, соответственно. В процессе охлаждения температура кристаллизата понижалась до 8°С. В процессе нагревания температура росла до 44 °С. Такой режим несколько отличается от оптимального, предусматривающего постепенное

снижение и максимальной и минимальной температуры кристаллизата. Однако в производственных условиях это несколько осложнит процесс регулирования температуры, поэтому выбран упрощенный режим.

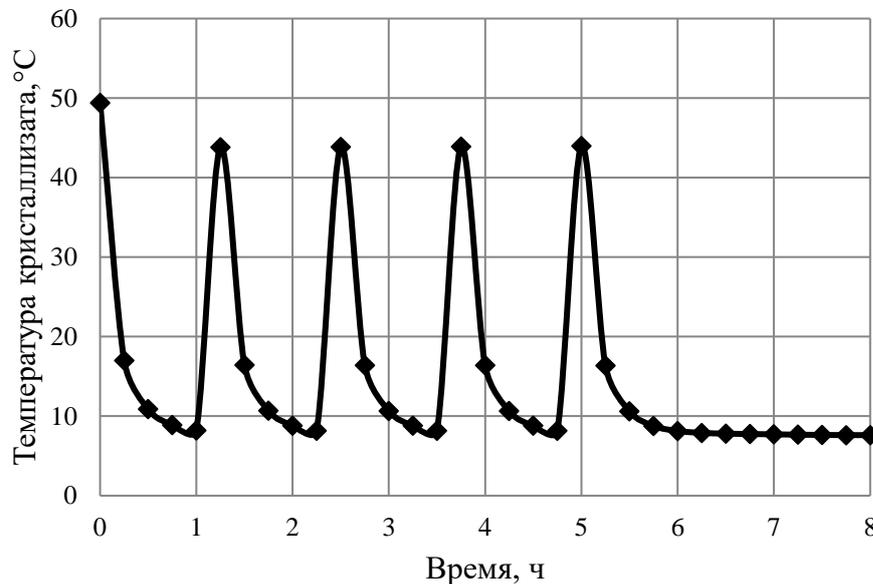


Рисунок 5.15– Температурные режимы процесса циклической кристаллизации

На рисунке 5.16 представлен графики изменения растворенных сухих веществ, которые определялись по рефрактометру и процент выкристаллизованной лактозы по отношению к исходной лактозе и к исходным сухим веществам. Процент выкристаллизованной лактозы по отношению к исходной лактозе определялся по формуле (5.8). Процент выкристаллизованной лактозы по отношению к исходным сухим веществам определялся по формуле (3.1). Процент выкристаллизованной лактозы по отношению к исходному ее количеству увеличивается с 51,8 % до 82 %. Скорость кристаллизации лактозы возрастает в процессе первого нагревания начале процесса второго охлаждения в промежуток времени с 1 часа до 1,5 часов. Это объясняется тем, что показатель скорости кристаллизации растет с повышением температуры (см. формулу (5.6)) и остается высоким в начале процесса охлаждения. При этом содержание сухих веществ падает с 43 % до 39,4 %, а процент выкристаллизованной лактозы возрастает с 58 % до 69 %. В процессе последующих нагреваний и охлаждений максимальный показатель скорости кристаллизации уменьшается (рисунок 5.2), насыщение раствора снижается, поэтому скорость самой кристаллизации

лактозы меняется незначительно. График изменения процента выкристаллизованной лактозы по отношению к исходным сухим веществам по форме повторяет описанный выше график. За 8 часов процесса при циклической кристаллизации лактозы с часовым охлаждением и 15-ти минутным нагреванием при увеличении процесса охлаждения в последнем цикле до 3-х часов содержание растворенных сухих веществ снизилось с 49,4 % до 32,6 %.

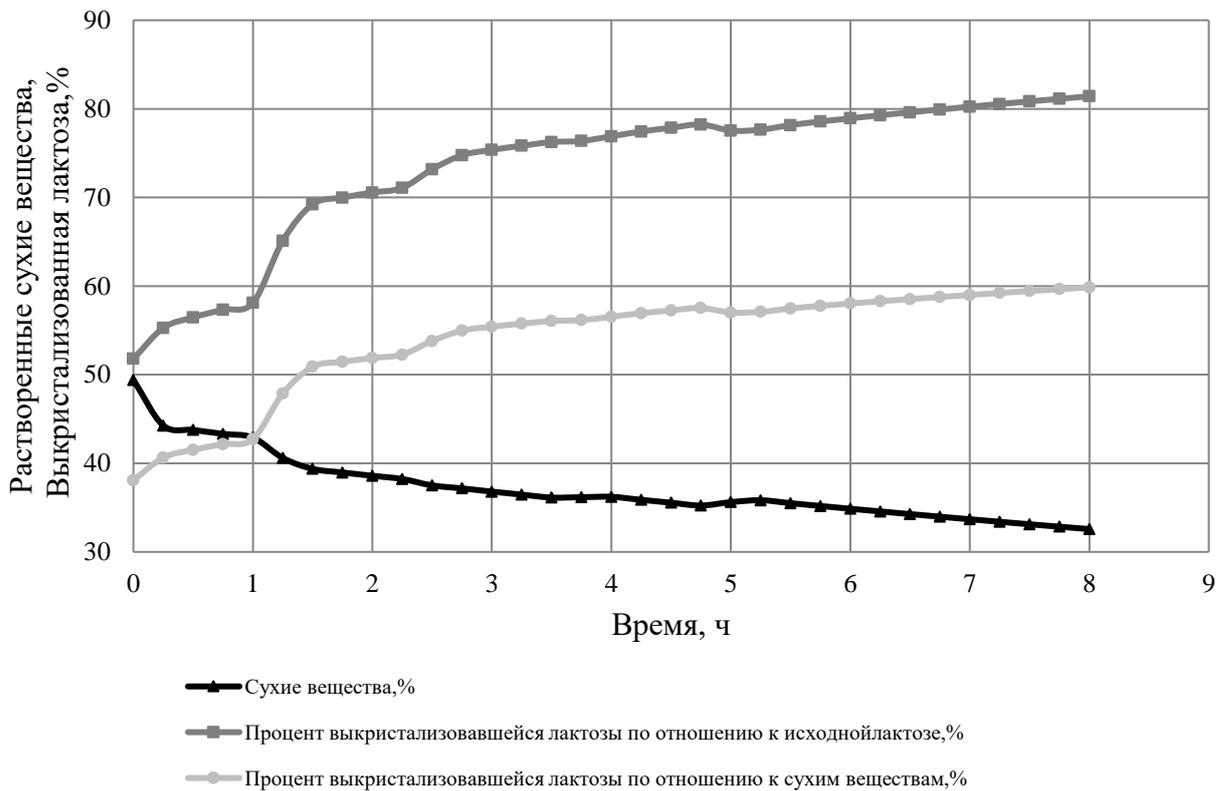


Рисунок 5.16 – Изменение растворенных сухих веществ и процента выкристаллизованной лактозы по отношению к исходной лактозе и к исходным сухим веществам

Увеличение количества циклов и уменьшение продолжительности процессов нагревания и охлаждения приведет к снижению температуры нагревания и увеличению температуры охлаждения, что отрицательно скажется на процессе кристаллизации.

Для обоснования оптимального режима процесса циклической кристаллизации увеличим продолжительность охлаждения в каждом цикле до 2-х часов, при этом количество циклов за те же 8 часов сократится до 3-х (рисунок 5.17). В процессе всех 4-х охладений в каждом цикле температура кристаллизата снижается до 7,5 °С, что практически не отличается от минимальной температуры

при часовом охлаждении. Максимальная температура 15-ти минутного нагревания в каждом цикле, как и следовало ожидать, так же не отличается от температуры, достигаемой в предыдущей серии опытов.

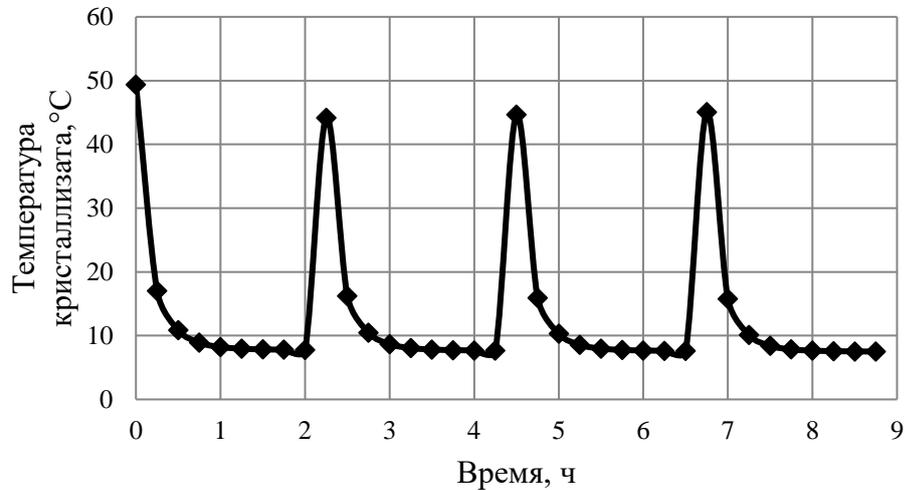


Рисунок 5.17 – Температурные режимы процесса циклической кристаллизации при 2-х часовой продолжительности цикла охлаждения

На рисунке 5.18 представлены графики изменения растворенных сухих веществ, которые определялись по рефрактометру и процента выкристаллизованной лактозы по отношению к исходной лактозе при 2-часовой продолжительности цикла охлаждения. По прошествии первого цикла охлаждения и нагревания и 15-ти минутного охлаждения (через 2,5 часа после начала процесса циклической кристаллизации) процент выкристаллизованной лактозы в эксперименте составил 70 %. Если сравнить с предыдущей серией опытов с 4-мя циклами нагревания и охлаждения, то в ней процент выкристаллизованной лактозы достигает практически того же значения через 1,5 часа. В процессе последнего 15-ти минутного нагревания и 15-ти минутного охлаждения (с 6,5 до 7 часов после начала процесса) из-за малого содержания сухих веществ происходит растворение лактозы, и процент выкристаллизованной лактозы падает с 77 % до 75 %, что существенно сказывается на результате всего процесса циклической кристаллизации. В результате процент выкристаллизованной лактозы в конце процесса, через 8,75 часа, остался на уровне предыдущего цикла (77 %). Таким образом, последний цикл не привел к увеличению процента выкристаллизованной лактозы. Следовательно, можно

считать, что предыдущий режим процесса циклической кристаллизации, включающий четыре цикла нагревания с последним 3-часовым охлаждением, позволяет максимально интенсифицировать процесс кристаллизации.

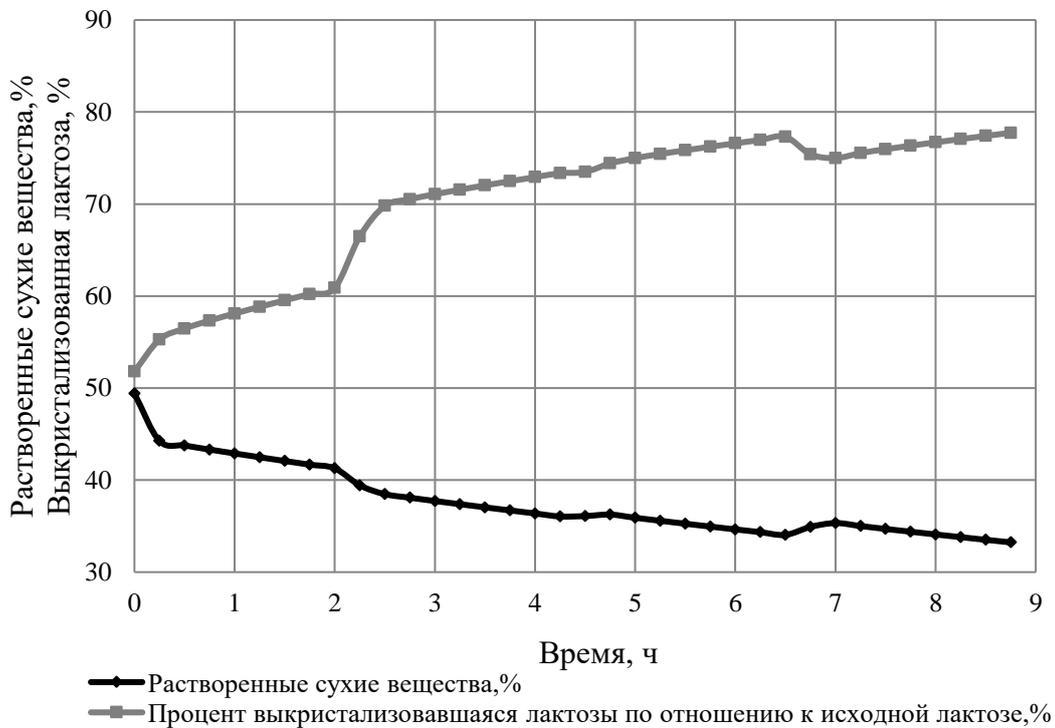


Рисунок 5.18 – Изменение растворенных сухих веществ и процента выкристаллизованной лактозы по отношению к исходной лактозе при 2-х часовой продолжительности цикла охлаждения

Выводы по 5 главе:

– Разработана математическая модель процессов теплообмена, выпаривания и кристаллизации лактозы в кристаллизаторе с воздушным и водяным охлаждением и подогревом с циклическими температурными режимами работы, позволяющая определить температурные режимы работы, содержание растворенных сухих веществ, процент выкристаллизованной лактозы, показателя скорости кристаллизации в каждый момент времени в зависимости от физико-химических свойств кристаллизата (температуры, вязкости, плотности, содержания сухих веществ, растворимости лактозы, пересыщения, теплоты парообразования), от расхода воздуха и его термодинамических свойств (температуры, влагосодержания), а также от термодинамических свойств теплоносителя подаваемого в рубашку (температуры, плотности, вязкости);

– установлено, что при расходе воздуха $21 \cdot 10^{-6}$ м³/с, температуре охлаждающего воздуха 10 °С и холодной воды 5 °С, минимальная температура кристаллизата колеблется в пределах 5,7 °С - 9,6 °С; при температуре нагретого воздуха 40 °С и горячей воды 75 °С максимальная температура кристаллизата колеблется в пределах 60 °С - 68 °С. При этом содержание растворенных сухих веществ в процессе 3-х циклов кристаллизации уменьшилось с 55 % до 45,3 %, Соотношение выкристаллизованной лактозы к исходному содержанию сухих веществ возрастает до 73 %, что хорошо совпадает с экспериментальными данными;

– испытания пилотной установки показали, что процесс сгущения НФ-концентрата творожной сыворотки с массовым содержанием сухих веществ 27,2 %, степенью деминерализации 47 %, объемом 5 л при расходе воздуха $750 \cdot 10^{-6}$ м³/с, при температуре воздуха 35 °С, при температуре горячей воды 63 °С происходит при температуре от 49,4 °С до 56 °С и продолжается 9 часов, при этом содержание сухих веществ возрастает до 49,4 %. Степень кристаллизации лактозы составляет 30,5 % от исходного содержания сухих веществ;

– наиболее эффективный режим циклической кристаллизации при температуре охлаждающего воздуха 10 °С и температуре холодной воды 5 °С, включающий 4 цикла, позволяет выкристаллизовать 81,4 % от исходного количества лактозы.

ГЛАВА 6 ЛИНИЯ ПРОИЗВОДСТВА ЧАСТИЧНО ДЕЛАКТОЗИРОВАННОЙДЕМИНЕРАЛИЗОВАННОЙ МОЛОЧНОЙ СЫВОРОТКИ

6.1 Аппаратурное оформление процесса производства частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки

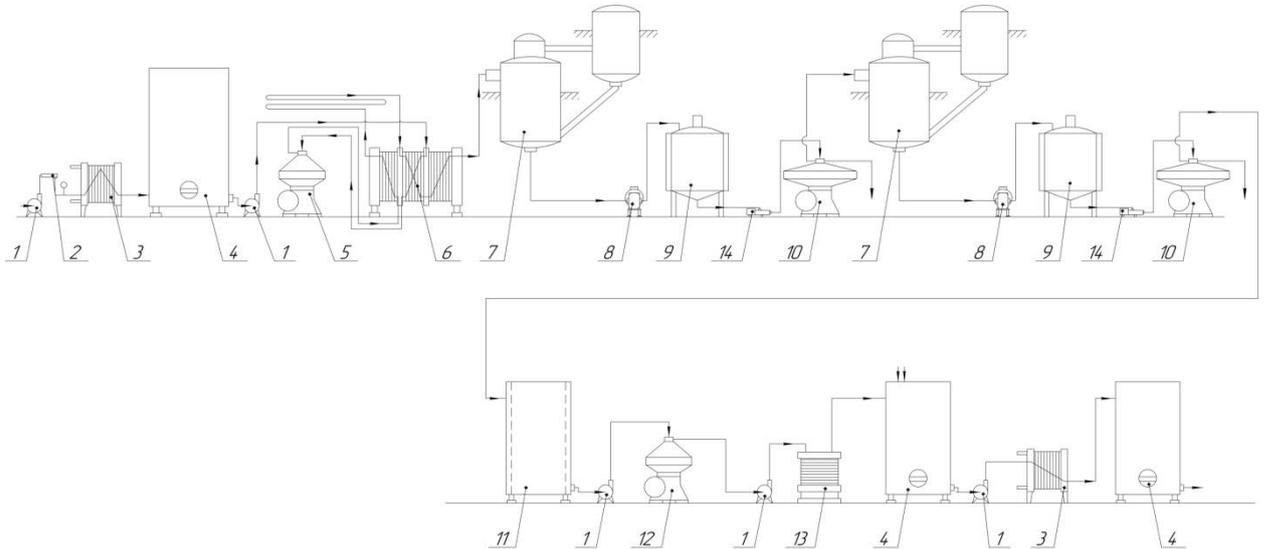
Известный способ производства частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки предусматривает следующие этапы: пастеризацию в течение 1 минуты при температуре 74 °С, сгущение путем вакуум выпаривания до 54 % -55 % сухих веществ, кристаллизацию лактозы, удаление до 55 % лактозы центрифугированием, повторное сгущение делактозированной сыворотки вакуум-выпариванием, повторная кристаллизация, удаление центрифугированием до 80 % лактозы от ее начального содержания, нагревание полученной глубоко делактозированной сыворотки до 49 °С и выдерживание в течение 20-30 минут для растворения оставшихся кристаллов лактозы, осветление на осадительной центрифуге, электродиализ до 45 % деминерализации, раскисление гидроксидом кальция до рН 5,0. При необходимости полученный продукт может подвергаться сушке [65].

Аппаратурная схема производства частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки по описанному выше способу показана на рисунке 6.1.

К недостаткам данного способа можно отнести большое количество операций, высокие капитальные затраты, сложное энергоемкое оборудование и большую длительность процесса.

Предлагаемый нами способ производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки предназначается для малых молокоперерабатывающих предприятий (на выработку сыра и творога

используют не более 20 т молока в смену), которые практически не перерабатывают свою сыворотку, а отправляют ее на корм скоту или сливают в канализацию, нанося тем самым вред экологии и теряя ценнейшие составные части молока [71].

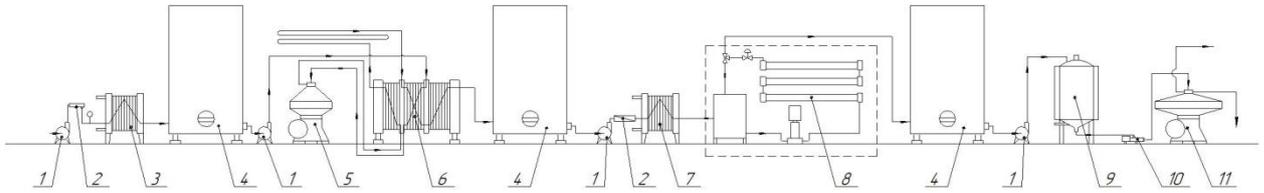


1 – центробежный насос; 2 – фильтр; 3 – охладитель; 4 – резервуар; 5 – сепаратор; 6 – пастеризационно-охладительная установка; 7 – вакуум-выпарной аппарат; 8 – кулачковый насос; 9 – емкостной кристаллизатор; 10 – центрифуга; 11 – подогреватель; 12 – осадительная центрифуга; 13 – электродиализная установка; 14 – винтовой насос

Рисунок 6.1 – Известный способ производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки

Например, к таким предприятиям относятся практически все предприятия Вологодской области, которые вырабатывают за год более 40 тыс. т сыворотки. Поэтому разработанное нами оборудование предназначается именно для таких многочисленных предприятий с небольшими объемами вырабатываемой сыворотки, которую они могут использовать для обогащения традиционных, в частности, кисломолочных продуктов. Предлагаемый способ производства включает: пастеризацию, осветление сыворотки, нанофильтрацию, совмещенную с диафильтрацией, с помощью которой сыворотка концентрируется до 28 % - 30 % сухих веществ и деминерализуется до 50 % содержания солей, выпаривание совмещенное с кристаллизацией лактозы при которой происходит концентрация сыворотки до 55 % сухих веществ и кристаллизация 70 % - 80 % от всей изначальной лактозы, центрифугирование при котором отделяется 50 % от

изначальной лактозы [75]. На рисунке 6.2 показана предлагаемая схема производства делактозированной деминерализованной молочной сыворотки.



1 – насос; 2 – фильтр; 3 – охладитель; 4 – резервуар; 5 – сепаратор; 6 – пастеризационно-охлаждающая установка; 7 – подогреватель; 8 – нанофильтрационная установка; 9 – кристаллизатор-выпариватель; 10 – винтовой насос; 11 – центрифуга

Рисунок 6.2 – Аппаратурная схема производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки на основе кристаллизатора-выпаривателя

6.2 Сравнительная оценка изменения состава сыворотки в процессе производства частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки

Пример. На предприятии после выработки творога остается 10 тонн сыворотки. Сыворотка имеет состав: 94 % влаги и 6 % сухих веществ, из них 4 % лактозы, 0,89 % белка, 0,7 % золы, 0,36 % жира, остальное – 0,05 %. Рассмотрим пример изменения компонентного состава сыворотки по массе в расчете на 10 тонн исходной сыворотки и в процентном соотношении.

В таблице 6.1 представлено изменение состава сыворотки в процессе производства лактозы и сухой частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки известным способом при начальном ее количестве 10 тонн.

В процессе первичного вакуум-выпаривания до содержания сухих веществ 55 % происходит выпаривание большей части влаги, имеющейся в изначальной сыворотке (94,8 %). После удаления 55 % лактозы центрифугированием сухие вещества сыворотки понижаются на 36,7 % до 42 % сухих веществ в мелассе. После повторного сгущения до 55 % сухих веществ удаляется 2,2 % от

изначальной влаги сыворотки. Завершающая кристаллизация позволяет удалить 80 % от начального содержания лактозы, уменьшая сухие вещества сыворотки на 53 % до 47,5 % сухих веществ в мелассе после повторной кристаллизации. В результате центрифугирования перед деминерализацией удаляются 25 % белка, тогда сухие вещества сыворотки уменьшаются на 3,7 % до 45,4 % содержания сухих веществ в мелассе. После удаления 45 % минеральных веществ сухие вещества сыворотки уменьшаются на 5,25 % до 42,2 % содержания сухих веществ в мелассе.

Таблица 6.1– Изменение компонентного состава в процессе производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки по известному способу

Этап обработки	Влага	Растворенная лактоза	Выкристаллизованная лактоза	Белок	Жир	Зола	Прочее	Всего
Исходная сыворотка, кг	9400	400	0	89	36	70	5	10000
Исходная сыворотка, %	94	4	0	0,89	0,36	0,70	0,05	100
Удаление жира, кг	9400	400	0	89	0	70	5	9964
Удаление жира, %	94,34	4,01	0	0,89	0	0,70	0,05	100
Вакуум-выпаривание, кг	461,45	400	0	89	0	70	5	1025,45
Вакуум-выпаривание, %	45	39,01	0	8,68	0	6,83	0,49	100
Кристаллизация, кг	461,45	180	220	89	0	70	5	1025,45
Кристаллизация, %	45	17,55	21,45	8,68	0	6,83	0,49	100
Повторное вакуум-выпаривание, кг	281,5	180	0	89	0	70	5	625,5
Повторное вакуум-выпаривание, %	45	28,8	0	14,2	0	11,2	0,8	100
Повторная кристаллизация, кг	281,5	80	100	89	0	70	5	625,5
Повторная кристаллизация, %	45	12,8	16	14,2	0	11,2	0,8	100
Удаление белка, кг	281,5	80	0	66,75	0	70	5	503,25
Удаление белка, %	55,94	15,90	0	13,26	0	13,91	0,99	100
Электродиализ, кг	281,5	80	0	66,75	0	38,5	5	471,75
Электродиализ, %	59,67	16,96	0	14,15	0	8,16	1,06	100

В таблице 6.2 представлено изменение состава сыворотки в процессе производства частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки предлагаемым способом при начальном ее количестве 10 тонн.

При сепарировании сыворотки происходит ее осветление и удаление жира. Во время нанофльтрации происходит удаление влаги и золы. В результате массовая доля сухих веществ повышается до 27,2 %, степень деминерализации – 47 %, при этом было удалено 47 % золы и 84,88 % влаги. В процессе кристаллизации в кристаллизаторе-выпаривателе происходит дальнейшее выпаривание влаги, при сопутствующем процессе кристаллизации. Цикл работы кристаллизатора-выпаривателя предусматривает первоначальное сгущение до 55% сухих веществ.

Таблица 6.2 – Изменение компонентного состава в процессе производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки по предлагаемому способу

Этап обработки	Влага	Растворенная лактоза	Выкристаллизованная лактоза	Белок	Жир	Зола	Прочее	Всего
Исходная сыворотка, кг	9400	400	0	89	36	70	5	10000
Исходная сыворотка, %	94	4	0	0,89	0,36	0,70	0,05	100
Удаление жира, кг	9400	400	0	89	0	70	5	9964
Удаление жира, %	94,34	4,01	0	0,89	0	0,70	0,05	100
Нанофльтрация, кг	1421,47	400	0	89	0	37,10	5	1952,57
Нанофльтрация, %	72,80	20,49	0	4,56	0	1,90	0,26	100
Первичное сгущение в кристаллизаторе-выпаривателе, кг	434,54	400	0	89	0	37,10	5	965,64
Первичное сгущение в кристаллизаторе-выпаривателе, %	45	41,42	0	9,22	0	3,84	0,52	100
Сгущение+кристаллизация, кг	205,2	120	280	89	0	37,10	5	736,3
Сгущение+кристаллизация,%	27,87	16,30	38,03	12,09	0	5,04	0,68	100
Центрифугирование, кг	205,2	120	80	89	0	37,1	5	536,3
Центрифугирование, %	38,26	22,38	14,92	16,6	0	6,91	0,93	100

При этом удаляется 10,5 % от исходной влаги. В процессе кристаллизации удаляется 2,44 % исходной влаги. Оставшаяся влага составляет 2,19 % от

исходной влаги. В процессе производства сухой делактозированной деминерализованной сыворотки необходимо удалить оставшуюся влагу до содержания 4 %. Тогда процентный состав полученного продукта: влага – 4 %; лактоза – 58 % (34,8+27,2); белок – 26 %; минеральные вещества – 11 %; остальные составляющие, входящие в сухие вещества сыворотки – 1 %.

В результате получается продукт, близкий по процентному соотношению белков, лактозы и золы к женскому молоку. Количество влаги, удаляемой из сыворотки на каждом этапе в процессе получения делактозированной деминерализованной сыворотки представлено на рисунке 6.3.

Процентное соотношение влаги, удаляемой в каждом из двух способов производства делактозированной деминерализованной молочной сыворотки, представлено на рисунке 6.3.



Рисунок 6.3 – Процентное соотношение влаги, удаляемой при а) известном и б) предлагаемом способе производства лактозы и частично делактозированной деминерализованной сыворотки

Если подвергать полученную сыворотку дальнейшей сушке, за счет этого увеличивается продолжительность хранения, и при больших объемах это целесообразно. Сравним состав сухой деминерализованной делактозированной сыворотки, полученной известным и предлагаемым способом (таблица 6.3).

Предлагаемый способ позволяет получить продукт с высоким содержанием белка (25,8 %) и пониженным содержанием золы (11 %). Содержание лактозы в предлагаемом продукте (58 %) мало отличается от женского молока и приближается по составу к коровьему, поэтому полученный продукт может быть использован на предприятии в производстве традиционных, например, кисломолочных продуктов.

Таблица 6.3 – Состав сухой частично делактозированной деминерализованной сыворотки на 10т исходного продукта

	Продукт	Влага	Лактоза	Белок	Зола	Прочее	Всего
Предлагаемый способ	сухая делактозированная деминерализованная сыворотка, %	4,00	57,99	25,8	10,76	1,45	100,0
	сухая делактозированная деминерализованная сыворотка, кг	13,8	200	89,00	37,1	5	344,9
Известный способ	сухая делактозированная деминерализованная сыворотка, %	4,00	40,37	33,68	19,43	2,52	100,0
	сухая делактозированная деминерализованная сыворотка, кг	7,93	80	66,75	38,5	5	198,2

6.3 Методика оптимизации аминокислотного состава белков в продуктах

Эффективность белкового обмена в организме зависит не только от количества принимаемого с пищей белка, но и от его аминокислотного состава. Различные белки обладают неодинаковой пищевой ценностью. Полагают, что, чем ближе аминокислотный состав принимаемого пищевого белка к аминокислотному составу белков тела, тем выше его биологическая ценность. Безусловно, здесь нельзя не упомянуть тот факт, что степень усвоения белка зависит от эффективности его гидролиза протеиназами кишечника человека. Белковые вещества, входящие в состав шерсти, волос, перьев и др., несмотря на их близкий аминокислотный состав к белкам тела человека, почти не используются в качестве пищевого белка, т. к. организм человека их не усваивает.

Белки содержат около 20 аминокислот. Недостаток некоторых из них, может привести к серьезным нарушениям белкового обмена в организме, развитию отрицательного азотистого баланса, истощению, остановке роста,

нарушениям функции нервной системы и др. Однако к отрицательным последствиям для организма может привести недостаток лишь восьми из необходимых организму аминокислот. Это те аминокислоты, которые не могут синтезироваться в организме, поэтому они названы незаменимыми и должны содержаться в пище. К ним относятся: триптофан, лизин, лейцин, валин, фенилаланин, метионин, изолейцин и треонин.

Поскольку усвояемость белков ограничена минимальным процентным содержанием данной аминокислоты по отношению к ФАО/ВОЗ, то для наиболее объективной оценки степени оптимальности состава смешанных продуктов следует пользоваться таким общепринятым показателем, как аминокислотный скор. Среди химических методов оценки пищевых качеств продуктов метод аминокислотного сора (scor - счет, подсчет) наиболее распространен. Он основан на сравнении аминокислотного состава белка оцениваемого продукта с аминокислотным составом стандартного (идеального) белка.

Аминокислотный скор в процентах по каждой i -той незаменимой аминокислоте каждого из j продуктов (например, пшеничных отрубей, сыворотки, или их смеси) определяется по формуле

$$c_{i,j} = \frac{a_{i,j} \text{ НАК. ИССЛ.}}{a_i \text{ НАК. СТ.}} \times 100\%, \quad (6.1)$$

где $a_{i,j} \text{ НАК. ИССЛ.}$ — содержание i -той незаменимой аминокислоты в 1 грамме белка j -того исследуемого продукта, мгм;

$a_i \text{ НАК. СТ.}$ — содержание i -той незаменимой аминокислоты в 1 грамме идеального стандартного белка, мгм.

Биологическая ценность пищевого продукта отражает его способность удовлетворять потребность организма в незаменимых аминокислотах. Поскольку различные продукты имеют различные соотношения содержащихся в них аминокислот, то есть возможность создания комбинированного продукта и подобрать такое соотношение ингредиентов, что полученный продукт будет иметь более высокую биологическую ценность, чем каждый из исходных.

В качестве критерия ценности продукта по незаменимым аминокислотам выберем минимум квадрата невязок между содержанием каждой незаменимой аминокислоты в грамме идеального продукта и рассматриваемого продукта. Сначала минимизируем среднеквадратичное отклонение состава смеси из n продуктов по каждой из восьминезаменимых аминокислот, а именно, по содержанию их в 1 г белка. Для этого найдем сумму квадратов невязок, или отклонений содержания каждой из аминокислот в смеси, состоящей из n продуктов от аминокислотного состава идеального продукта

$$E = \sum_{i=1}^8 \left[a_{i \text{ НАК. СТ.}} - \frac{\sum_{j=1}^n a_{i,j \text{ НАК. ИССЛ.}} \cdot x_j}{\sum_{j=1}^n x_j} \right]^2, \quad (6.2)$$

где x_j – составная часть j -го продукта в смеси.

Минимум квадрата невязок достигается при условии $\frac{dE}{dx_j} = 0$. В результате получим систему из n линейных уравнений с n неизвестными. Для двух смешиваемых продуктов $n = 2$, уравнение (6.2) примет вид

$$E = \sum_{i=1}^8 \left[a_{i \text{ НАК. СТ.}} - \frac{a_{i,1 \text{ НАК. ИССЛ.}} \cdot x_1 + a_{i,2 \text{ НАК. ИССЛ.}} \cdot x_2}{x_1 + x_2} \right]^2, \quad (6.3)$$

Минимум квадрата невязок для этого упрощенного варианта оптимального смешения продуктов даст два линейных уравнения относительно двух неизвестных x_1 и x_2

$$\begin{cases} \frac{dE}{dx_1} = \frac{d \sum_{i=1}^8 \left[a_{i \text{ НАК. СТ.}} - \frac{a_{i,1 \text{ НАК. ИССЛ.}} \cdot x_1 + a_{i,2 \text{ НАК. ИССЛ.}} \cdot x_2}{x_1 + x_2} \right]^2}{dx_1} = 0 \\ \frac{dE}{dx_2} = \frac{d \sum_{i=1}^8 \left[a_{i \text{ НАК. СТ.}} - \frac{a_{i,1 \text{ НАК. ИССЛ.}} \cdot x_1 + a_{i,2 \text{ НАК. ИССЛ.}} \cdot x_2}{x_1 + x_2} \right]^2}{dx_2} = 0 \end{cases} \quad (6.4)$$

В результате решения уравнения (6.4) мы получим оптимальное соотношение компонентов x_1 и x_2

$$\frac{x_1}{x_2} = \frac{\sum_{i=1}^8 (a_{i \text{ НАК. СТ.}} - a_{i,2 \text{ НАК. ИССЛ.}}) \cdot (a_{i,2 \text{ НАК. ИССЛ.}} - a_{i,1 \text{ НАК. ИССЛ.}})}{\sum_{i=1}^8 (a_{i \text{ НАК. СТ.}} - a_{i,1 \text{ НАК. ИССЛ.}}) \cdot (a_{i,1 \text{ НАК. ИССЛ.}} - a_{i,2 \text{ НАК. ИССЛ.}})}, \quad (6.5)$$

6.4 Разработка рецептуры продукта с оптимальным аминокислотным составом

Рассмотрим с точки зрения соотношения незаменимых аминокислот частично делактозировавшую деминерализованную сыворотку (лактоза – 46 % белок – 34 % зола – 14 %) и пшеничные отруби, представленные в таблице 6.4.

Поскольку воздействие аминокислот на организм взаимосвязано, некоторые заменимые аминокислоты могут сокращать потребность организма в незаменимых аминокислотах. Например, цистин снижает потребность организма в метионине на 80%, а тирозин снижает потребность в фенилаланине на 70 %. Поэтому цистин и тирозин включены в таблицу 6.4 незаменимых аминокислот вместе с метионином и фенилаланином.

Таблица 6. 4 – Аминокислотный состав и скор продуктов в граммах на 100 граммов белка

Состав белка продуктов	Лейцин	Изолейцин	Триптофан	Треонин	Лизин	Валин	Метионин + цистин	Фенилаланин+ тирозин	Σ
Идеальный белок ФАО/ВОЗ	7	4	1	4	5,5	5	3,5	6	36
Белок пшеничных отрубей	6,5	3,9	0,8	2,5	1,8	3,8	1,4	5,1	25,8
Аминокислотный скор пшеничных отрубей	0,93	0,98	0,80	0,63	0,33	0,76	0,40	0,85	0,72
Белок молочной сыворотки	11,3	6,5	2,5	5,6	11,5	5,5	5,6	6,3	54,8
Аминокислотный скор молочной сыворотки	1,61	1,63	2,50	1,40	2,09	1,10	1,60	1,05	1,52
Белок комбинированного продукта	7,8	4,25	2,11	4,07	6,22	5,17	4,59	6,92	41,13
Аминокислотный скор комбинированного продукта	1,11	1,06	2,11	1,02	1,13	1,03	1,31	1,15	1,14

Как видно из таблицы 6.4, белок молочной сыворотки насыщен незаменимыми аминокислотами значительно больше, чем белок пшеничных отрубей. На это указывает и аминокислотный состав, и аминокислотный скор.

Расчеты для таблицы 6.4 для пшеничных отрубей и сыворотки дают $x_{1\text{бел}}/x_{2\text{бел}}=2,6$. Это значит, что оптимальное соотношение белка пшеничных отрубей и белка сыворотки равно двум целым и шести десятым. Тогда в 100 граммах белка смеси будет содержаться:

$$\frac{100}{1+0,39} \cdot 1 = 72\text{г} \quad \text{белков отрубей,}$$

$$\frac{100}{1+0,39} \cdot 0,39 = 28 \text{ г белков сыворотки.}$$

Содержание аминокислот в комбинированном продукте представлено в таблице 6.4 .

Определим, в каком соотношении должны присутствовать отруби и сыворотка в комбинированном продукте. Допустим, для получения аминокислотного скора комбинированного продукта, состоящего из пшеничных отрубей и сыворотки, необходимо, например, чтобы в нем присутствовало 2,6 граммов белков отрубей и 1 грамм белков сыворотки. В качестве сывороточного компонента будем рассматривать частично делактозированную деминерализованную сыворотку, имеющую в своем составе 34 % белка и пшеничные отруби с содержанием белка 14,4%. Определим, каким будет соотношение продуктов при рассчитанном выше соотношении белковой составляющей $x_1/x_2=2,6$.

$x_{1\text{прод}}/x_{2\text{прод}}=(2,6 \cdot 100/14,4)/(1 \cdot 100/34)=6,14$. Это значит, что на 6,1 частей пшеничных отрубей приходится 1 часть частично делактозированной деминерализованной сухой творожной сыворотки. Определим состав смешанного продукта, приходящийся на 100 граммов. Количество отрубей в 100 граммах продукта:

$X_{1\text{прод}}=(100/7,1) \cdot 6,1=85,92$ граммов. Количество сыворотки в 100 граммах продукта: $X_{2\text{прод}}=(100/7,1) \cdot 1=14,08$ граммов.

Определим, как влияет добавление в пшеничные отруби частично делактозированной деминерализованной сыворотки на пищевую ценность разработанного смешанного продукта (таблица 6.5). При этом у

комбинированного продукта значительно повышается процент от суточной нормы потребления белков по сравнению с пшеничными отрубями.

Таблица 6.5 – Пищевая ценность продукта из пшеничных отрубей и частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки

Продукт		Лейцин	Изолейцин	Триптофан	Треонин	Лизин	Валин	Метионин + цистин	Фенилаланин + тирозин
Суточная норма потребления белков		4,594	2,000	0,799	2,404	4,110	2,503	1,800	4,404
Пшеничные отруби	В 100 г	0,93	0,49	0,28	0,5	0,6	0,73	0,605	1,031
	Процент от нормы	20,2	24,3	35,3	20,8	14,6	29	13	13
	В 85,92г	0,78	0,41	0,24	0,42	0,50	0,61	0,51	0,86
Молочная сыворотка	В100 г	3,31	1,90	0,73	1,64	3,37	1,614	1,64	1,85
	Процент от нормы	72,2	95,3	91,85	68,4	82,1	64,48	35,32	24,21
	В 14,08 г	0,54	0,31	0,12	0,27	0,55	0,26	0,27	0,3
85,92 г пшеничных отрубей + 14,08 г молочной сыворотки	В 100 г	1,32	0,72	0,36	0,69	1,05	0,87	0,76	1,16
	Процент от нормы	28,65	35,86	44,47	28,53	24,54	34,74	16,62	14,66

Если вернуться к таблице 6.4 и сравнить аминокислотный скор отдельных продуктов, а именно, пшеничных отрубей, молочной сыворотки и комбинированного продукта, то отношение между минимальным и максимальным скором в процентах составляет

для пшеничных отрубей

$$\frac{0,33}{0,98} \cdot 100\% = 34\%;$$

для делактозированной деминерализованной сыворотки

$$\frac{1,1}{2,5} \cdot 100\% = 44\%;$$

для комбинированного продукта

$$\frac{1,02}{2,11} \cdot 100\% = 48\%.$$

Это означает, что незаменимые белки пшеничных отрубей усваиваются только на 34%, сыворотки – на 44%, а полученного из них комбинированного продукта – на 48 %. Это объясняется тем, что, как упоминалось выше, усвояемость белков ограничена минимальным аминокислотным скором. Кроме того, в сыворотке содержатся витамины, витаминоподобные вещества, она богата так необходимыми организму микроэлементами. Кроме того, в продукте будет присутствовать лактоза, обладающая лечебными свойствами для организма. Таким образом, использование белков сыворотки для обогащения пищевых продуктов помогает повысить пищевую ценность каждого из продуктов: пищевых отрубей – в 1,4 раза и самой сыворотки – в 1,1 раза.

6.5 Энергетическая эффективность предлагаемого процесса производства частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки

Сравнительная оценка энергопотребления представленных способов производства частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки показала, что наибольшую эффективность имеет предложенный способ, включающий нанофильтрацию, совмещенную с диафильтрацией, сгущение, совмещенное с кристаллизацией, и центрифугирование.

В таблице 6.6 представлены сравнительные затраты на выработку частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки при 2-х различных

способах производства и соответственном аппаратурном оформлении. В расчетах не учитывались расходы энергии на пастеризацию сыворотки, перекачивание, центрифугирование, а также в расчет не были включены потери. Значения удельных затрат энергии были взяты из доступных литературных источников соответствующих наиболее современным образцам оборудования [113], и паспортных данных оборудования. Для расчетов использовались усредненные тарифные данные по Вологодской области.

Таблица 6.6 – Сравнительная оценка энергозатрат на выработку частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки [72]

Параметр		Известный способ				Предлагаемый способ	
		Электродиализ	Молога-1М	Выпаривание Виганд 2000	Кристаллизация КМСР-72	Нанофильтрация + диализация ТСВНФ5	Кристаллизация + выпаривание
Затраты энергии на обработку 1 т сыворотки	Пар, Гкал	-	0,26	-	-	-	
	Вода, м ³	-	9	21,6	0,1	-	
	Эл. энергия, кВт·ч	5	1,35	26,4	5,1	54,1	
Стоимость энергозатрат	Пар, р/Гкал	2000	-	580	-	-	
	Водоснабжение, р/м ³	35	-	346,5	42,35	3,5	
	Водоотведение, р/ м ³	24	-	237,6	29	2,4	
	Эл. энергия, р/кВт·ч	7,5	1,77	11,1	26,4	38,25	405,75
Всего на 1 т сыворотки, р		1,77	1175,2	97,75	44,15	405,75	
		1274,72				449,9	
Всего на 10 т сыворотки, р		12745				4499	

Расход электроэнергии на обработку 1 т исходной сыворотки производим из расчета, что при переработке 10 т сыворотки на электродиализ поступает 472 кг

(таблица 6.1), тогда при переработке 1 т сыворотки на электродиализ поступит 47,2 кг сконцентрированной сыворотки. Учитывая, что энергозатраты на 1 т обрабатываемого продукта составляют 5 кВт·ч, на обработку 47,2 кг они составят $47,2 \cdot 5 / 1000 = 0,236$ кВт·ч. Затраты электроэнергии на электродиализ $0,236 \cdot 7,5 = 1,77$ р.

При первичном и повторном вакуум-выпаривании обрабатывается 1,1 т исходной сыворотки. Расход пара на вакуум-выпаривание составляет $0,26 \cdot 1,1 = 0,29$ Гкал. Тогда стоимость пара составит $0,29 \cdot 2000 = 580$ р. Расход воды на вакуум-выпаривание составляет $9 \cdot 1,1 = 9,9$ м³. Затраты на водоснабжение и водоотведение для вакуум-выпарного аппарата составляют соответственно $9,9 \cdot 35 = 346,5$ р., $9,9 \cdot 24 = 237,6$ р. Затраты на электроэнергию при вакуум-выпаривании – $1,35 \cdot 1,1 \cdot 7,5 = 11,1$ руб. Расход воды на кристаллизацию – $21,6 \cdot (80,55 + 52,55) / 1000 = 1,21$ м³. Затраты на водоснабжение и водоотведение для кристаллизатора составляют соответственно $1,21 \cdot 35 = 42,35$ р., $1,21 \cdot 24 = 29$ р. Затраты на электроэнергию в процессе кристаллизации – $26,4 \cdot (80,55 + 52,55) / 1000 \cdot 7,5 = 26,4$ р.

Расчет затрат энергии на нанофильтрацию, совмещенную с диафильтрацией. При нанофильтрации и диафильтрации на нанофильтрационной установке ТСВНФ5 затраты на 1 кг удаленной влаги составляют 0,006 кВт·ч. При нанофильтрации 1 т сыворотки удаляется 848,8 кг влаги (таблица 6.2). Расход энергии составляет $848,8 \cdot 0,006 = 5,1$ кВт·ч.

Рассчитаем расход энергии на кристаллизацию, совмещенную с выпариванием. В процессе кристаллизации, совмещенной с выпариванием, выпаривается $10,81 + 2,12 = 12,93$ % влаги (13%). При нагревании воздуха до 60°C каждый кг воздуха поглощает 0,1 кг влаги из кристаллизата. Выпаривание продолжается 8 ч. За это время должно выпариться $(13 \cdot 940 \text{ кг}) / 100 = 122,2$ кг влаги. Тогда в час выпаривается $122,2 / 8 = 15,28$ кг. Расход воздуха при условии, что каждый кубометр воздуха поглощает 0,1 кг влаги, составит $15,28 / 0,1 = 152,8$ м³/ч (2,5 м³/мин). Компрессор марки К23 при давлении подачи 0,5 бар имеет производительность 3 м³/мин. Мощность компрессора – 2,2 кВт. За время работы

(8 ч) он потребляет $2,2 \cdot 8 = 17,6$ кВт·ч электроэнергии. Если допустить, что процесс кристаллизации, совмещенный с выпариванием, может продолжаться до 8 ч, то расход электроэнергии удваивается и составит 35,2 кВт·ч. Рассчитаем расход холода на охлаждение кристаллизата в процессе циклической кристаллизации. В каждом из 4 циклов охлаждения кристаллизат охлаждается на $44 - 8 = 36^\circ\text{C}$. Масса кристаллизата составляет в среднем 64 кг. Расход холода на охлаждение в одном цикле – $4190 \cdot 64 \cdot 36 = 9,65 \cdot 10^6$ Дж. Тогда потребляемая мощность составит 2,7 кВт. Учитывая, что КПД компрессора составляет 50%, и количество потребляемой электрической энергии в 2 раза меньше, чем вырабатывается холода, то можно считать, что количество потребляемой электроэнергии составит $2,7 \cdot 7 = 18,9$ кВт·ч.

Известный способ, предлагаемый в США для получения частично делактозированной деминерализованной сыворотки, реализуемый на российском оборудовании с применением вакуум-выпарного аппарата Виганд 2000, кристаллизатора КМСР-72 и электродиализной установки Молога-1М, требует на переработку 10 т сыворотки 12745 рублей. В предлагаемом нами способе с применением нанофильтрационной установки ТСВНФ5 и разработанного кристаллизатора-выпаривателя затраты на переработку 10 т продукции составляют 4499 рублей, что в 2,8 раз меньше затрат на выработку частично делактозированной деминерализованной сыворотки известным способом.

На АО «УОМЗ» ВГМХА им. Н.В. Верещагина была проведена пробная выработка частично делактозированной деминерализованной сыворотки и молочного сахара (приложения Д и Е).

Выводы по 6 главе:

- разработана линия производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки, включающая процессы нанофильтрации, совмещенной с диафильтрацией, и выпаривания, совмещенного с кристаллизацией;
- установлено, что при переработке натуральной сыворотки получается частично делактозированная деминерализованная сыворотка с составом: лактоза –

26,3 % , белок – 19,5 %, минеральные вещества – 8,1 %, прочее – 1,1 %, влага – 45 %;

– спроектирован комбинированный продукт с оптимальным аминокислотным составом, состоящий из частично делактозированной деминерализованной сыворотки и пшеничных отрубей с соотношением компонентов 1:6,1;

– установлено, что затраты на переработку 10 т сыворотки по предлагаемой технологии составляют 4499 рублей, что в 2,8 раз меньше затрат по известной технологии.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Анализ показал, что известный барботажный кристаллизатор с воздушным охлаждением и подогревом не дает возможности эффективно сгустить НФ-концентрат молочной сыворотки до значений, обеспечивающих достаточно интенсивный процесс кристаллизации. Для устранения указанного недостатка была разработана конструкция кристаллизатора с воздушным и водяным охлаждением и подогревом, позволяющая совместить процессы кристаллизации и выпаривания НФ-концентрата молочной сыворотки. Проанализированы гидродинамические, термодинамические и эксплуатационные характеристики кристаллизатора, которые показали возможность его использования для эффективного концентрирования кристаллизата и кристаллизации лактозы.

На лабораторной установке проведены экспериментальные исследования и обоснованы наиболее эффективные режимы работы кристаллизатора с воздушным и водяным охлаждением и подогревом. Разработана методика инженерного расчета, рассчитан и изготовлен кристаллизатор-выпариватель.

На основе кристаллизатора-выпаривателя создана пилотная установка для проведения экспериментальных исследований по выпариванию концентрата молочной сыворотки и кристаллизации лактозы, проведены ее испытания.

Разработан способ производства частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки в 2,8 раз более энергоэффективный, чем известный в настоящее время. Проведена сравнительная оценка изменения состава сыворотки в процессе производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки по известному и предлагаемому способу. Разработана методика оптимизации аминокислотного состава, по которой рассчитана рецептура комбинированного продукта на основе частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки.

Частично делактозированная деминерализованная сыворотка по белково-минерально-углеводному составу приближается к молоку, но обладает более

высокой пищевой ценностью и может быть использована на предприятии в производстве традиционных молочных продуктов для их обогащения ценными ингредиентами, содержащимися в сыворотке. При этом решается проблема утилизации сыворотки, а главное – исключается ее слив в канализацию, который наносит значительный ущерб экологии.

Результаты работы могут быть использованы при проектировании линии производства частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки на предприятиях с выработкой сыворотки менее 50 т в сутки. Разработанный кристаллизатор-выпариватель и методика его инженерного расчета используется в учебном процессе (приложение Ж).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Бажал, И.Г.** Интенсификация изогидрической кристаллизации при помощи принудительной рекристаллизации [Текст]/И.Г. Бажал, Е.П. Дзюбенко, О.Д. Куреленко, [и др.]//Журнал прикладной химии. –1973. – XL VI №9. –С.1973-1978.
2. **Берговин, А.М.** Мембранная фильтрация в молочной отрасли [Текст]/ А.М. Берговин//Переработка молока.- 2009.-№10.- С. 50 – 51.
3. **Белозерова, Д. А.** Влияние циклической температурной обработки кристаллизата на скорость роста кристаллов лактозы /Д.А. Белозерова [и др.]// Молочнохозяйственный вестник [Электронный ресурс] : электронный период. теорет. и науч.-практ. журнал / ред.А.Л. Бирюков; ФГБОУ ВО ВГМХА имени Н. В. Верещагина. – Вологда-Молочное. – 2012.№ 2 (6) – С. 69-75. – URL: <http://molochnoe.ru/journal>.
4. **Белов, Н. И.** Концентрирование и очистка молочной сыворотки гиперфильтрацией [Текст]/ Н. И.Белов, Н. И. Липатов, // Молочная промышленность. –1970. – №5. –С.17-19.
5. **Белякова, Т.Н.** Функциональные продукты как тренд XXI века [Текст]/ Т.Н. Белякова, Д.С. Печуркина// Молочная промышленность.-2020.-№2.-С.46-47.
6. **Биосыворотки L, LB – эликсир молодости.** Последние достижения отечественной биотехнологии: Информация БелНИКТИММП. Минск, 2006
7. **Боу-Хабиб, Дж.** От отхода к ценному продукту.Переработка сыворотки мембранной фильтрацией [Текст]/ Дж. Боу-Хабиб, В.Тальхаммер// Молочная промышленность. - 2009. -№7.- С. 59 – 61.
8. **Бэмфорт, А. В.** Промышленная кристаллизация [Текст]/ А. В. Бэмфорт. –М.: Химия, 1969. – с. 240
9. **Вайнштейн, Х.И.** Молочная сыворотка, ее свойства и лечебное применение [Текст]/ Х.И. Вайнштейн. - Челябинск: Южно-Уральск. кн. изд-во, 1973.- 132 с.
10. **Гаврилов, Г.Б.** Мембранные процессы для переработки молока и сыворотки [Текст]/ Г.Б. Гаврилов, Э.Ф. Кравченко, В.Г. Гаврилов // Сыроделие и маслоделие. – 2013. – № 6. – С. 22–23.
11. **Гаврилов, Г.Б.** Справочник по переработке молочной сыворотки. Технологии. Процессы и аппараты. Мембранное оборудование [Текст]/ Г.Б. Гаврилов, А.Ю. Просеков, Э.Ф. Кравченко, В.Г. Гаврилов. – Санкт-Петербург: Профессия, 2015. – 176 с.
12. **Гальперин, Н.И.** Основные процессы и аппараты химической технологии. В двух книгах [Текст]/ Н.И. Гальперин. – М.: Химия, 1981. – 812 с.
13. **Гулько, П.А.** Концентрирование вымораживанием [Текст]/ П.А. Гулько, А.В. Учайкин, А.В. Карчин // Качество продукции, технологий и образования: мат-лы 7-й Всерос. науч.-практ. конф. с междунар. участием. – Магнитогорск: МиниТип, 2012. – С. 489–490.
14. **Гулько, П.А.** Криоконцентрирование [Текст]/ П.А. Гулько// Пищевые продукты и здоровье человека: мат-лы 3-й Всерос. конф. студентов, аспирантов и молодых ученых. – Кемерово: КемТИПП, 2010. – С. 292–293.
15. **Гулько, П.А.** Криоконцентрирование жидких пищевых продуктов [Текст]/ П.А. Гулько // Пищевые продукты и здоровье человека: мат-лы 4-й Всерос. конф. с междунар. участием студентов, аспирантов и молодых ученых. – Кемерово: КемТИПП, 2011. – С. 226–227
16. **Гаршина, Т.И.** Переработка молочной сыворотки с помощью электродиализа [Текст]/ Т.И.Гаршина// Молочная промышленность. – 2012. – №11 –С. 55-57.
17. **ГОСТ Р 56833-2015** Сыворотка молочная деминерализованная. Технические условия. - М.: Стандартиформ, 2016
18. **ГОСТ 33958-2016**Сыворотка молочная сухая. Технические условия. - М.: Стандартиформ, 2019.

19. **Детское питание: Руководство для врачей** [Текст] / Под редакцией В. А. Тутельяна, И. Я. Коня. -М.: ООО «Медицинское информационное агентство», 2009. - 952 с.
20. **Донских, А. Н.** Разработка альтернативных технологий производства деминерализованной творожной сыворотки: автореф. дис. ... канд. техн. наук: 05.18.04/ Донских Александр Николаевич. – Ставрополь, 2013. – 24с.
21. **Донская, Г.А.** Биокорректоры для сывороточных напитков [Текст]/Г.А. Донская, Е.В. Захарова // Молочная промышленность. - 2012. -№ 1.- С. 71-72.
22. **Донская, Г.А.** Молочная сыворотка в функциональных продуктах [Текст]/ Г.А. Донская, Г.В. Фриденберг // Молочная промышленность.- 2013.- № 6.- С.52-54.
23. **Донская, Г.А.** Эффективные технологии использования молочной сыворотки [Текст]/ Г.А. Донская, Г.В. Фриденберг // Молочная промышленность.- 2009.- № 12.- С.38-40.
24. **Дятловская, Е.** В России лишь 21 % молочной сыворотки идет на переработку [Электронный ресурс]/Е. Дятловская, Т. Кулистикова// Агроинвестор.- 2019. URL: <https://www.agroinvestor.ru/analytics/news/31329-v-rossii-lish-21-molochnoy-syvorotki-idet-na-pererabotku> / (дата обращения 07.04 2020).
25. **Дыкало, Н.Я.** Решение основной задачи пищевой комбинаторики (методДФК)[Текст]/Н.Я. Дыкало, В.Г. Куленко, Е.А. Фиалкова ,[и др.]// Научные и практические аспекты совершенствования качества продуктов детского и геродиетического питания. Материалы 3-й Международной научно-практической конференции.–Истра: –2012.–С.7-10.
26. **Дытнерский, Ю.И.** Баромембранные процессы. Теория и расчет [Текст]/ Ю.И. Дытнерский. – М.: Химия, 1986. - 271 с. : ил.; 21 см. - (Сер. "Процессы и аппараты хим. и нефтехим. технологии").
27. **Золотарева, М.С.** Электродиализ – наиболее эффективный процесс деминерализации молочной сыворотки [Текст]/ М.С.Золотарева, Д.Н. Володин, А.С.Бессонов, [и др.] // Молочная промышленность. – 2014. – №3 –С. 37-38.
28. **Зобкова, З.С.** Использование функциональных пищевых ингредиентов творожной сыворотки [Текст]/ З.С. Зобкова, С.А. Щербакова // Молочная промышленность.-2007.-№4. – С.54-55.
29. **Ельчанинов, В.В.** Номенклатура и биохимические свойства основных сывороточных белков коровьего молока. Альфа-альбумин и сывороточный альбумин [Текст]/ В.В. Ельчанинов// Сыроделие и маслоделие.-2009.-№5.-С.50-52.
30. **Евдокимов, И.А.** Электродиализ молочной сыворотки [Текст]/ И.А. Евдокимов, Н.Я. Дыкало, А.В. Пермяков.// Монография. – Георгиевск: ГТИ (филиал) СевКавГТУ, 2009. – 248 с.
31. **Костюков, Д.М.** Совершенствование процесса производства сухой деминерализованной творожной сыворотки [Текст]: дис. ... канд. техн. наук : 05.18.12 / Костюков Дмитрий Михайлович. [Место защиты: Всерос. науч.-исслед. ин-т мясной пром-сти им. В.М. Горбатова]. – Москва, 2016. – 160 с.: ил
32. **Качалова, Е.А.** Разработка установки для кристаллизации лактозы с воздушным охлаждением и подогревом [Текст]: дис. ... канд. техн. Наук: 05.18.12 / Качалова Елена Александровна. [Место защиты: ГНУ "Всероссийский научно-исследовательский институт мясной промышленности"].- – М., 2009.- 162 с.
33. **Короткий, И. А.** Исследование процессов криоконцентрирования молочной сыворотки / И. А. Короткий, П. А. Гунько, Д. Е. Федоров // Вестник Красноярского государственного аграрного университета. – 2014. – Т. 88, № 1. – С. 148–153.
34. **Короткий, И. А.** Современные тенденции в переработке молочной сыворотки [Текст]/ И. А. Короткий, И.Б. Плотников, И.А. Мазеева // Техника и технология пищевых производств. – 2019. – Т.49, №2. – С. 227-234.
35. **Короткий, И. А.** Разделительное вымораживание молочной сыворотки [Текст]/ И. А. Короткий, И.Б. Плотников, И.А. Мазеева // Молочная промышленность. – 2019. –№11. – С. 33-34.

36. **Кравченко, Э.Ф.** Состав и некоторые функциональные свойства белков молока [Текст] / Э.Ф. Кравченко, Ю.Я. Свириденко, Н.В. Плисов // Молочная промышленность. - 2005. - №11. - С.42-44.
37. Краткое изложение способа лечения СЫВОРОТКАМИ и МОЛОКОМ с описанием сывороотко-лечебного заведения в С.-Петербурге. Для врачей
38. **Куленко, В.Г.** Анализ тепло-массообменных процессов в кристаллизаторе с циклическими температурными режимами / В.Г. Куленко, Е.А. Фиалкова, Е.В. Славоросова // Молочнохозяйственный вестник [Электронный ресурс] : электронный период. теорет. и науч.-практ. журнал / ред. В. В. Беляев ; ФГБОУ ВПО ВГМХА имени Н. В. Верещагина. – Вологда-Молочное. – 2014. – с.64-68. – Режим доступа: <http://molochnoe.ru/journal>.
39. **Лазарев, В.А.** Баромембранная установка концентрирования аминокислот молочной сыворотки методом ультрафильтрации [Электронный ресурс] / В.А. Лазарев, Т.А. Титова // Электронный научный журнал. – 2015. – №2(2). – С. 180-185.
40. **Лазарев, В.А.** Концентрирование аминокислот молочной сыворотки методом ультрафильтрации на керамических мембранах [Текст] / В.А. Лазарев, Т.А. Титова // Сборник: Актуальные проблемы пищевой промышленности и общественного питания. / Материалы Международной практической конференции. – 2017. – С. 127-130.
41. **Лаврова, З.Д.** Электродиализная деминерализация молочной сыворотки [Текст] / З.Д. Лаврова, Г.А. Бедюх, И.А. Анищенко // Теория и практика сорбционных процессов. – 1981. – Вып.14 – С. 119-122.
42. **Липатов, Н.Н.** Мембранные методы разделения молока и молочных продуктов [Текст] / Н.Н. Липатов, В.А. Марьин, Е.А. Фетисов. – М.: Пищевая промышленность, 1976. – 168с.
43. **Луфф, Ст.** Сыворотка как средство укрепления иммунитета / перевод статьи С. Луфф «The Whey to Immunity» // Переработка молока. - 2006. - № 2. - С. 39–41.
44. **Мартинчик, А. Н.** Общая нутрициология [Текст] / А. Н. Мартинчик, И. В. Маев, О. О. Янушевич. - М.: Медпресс-информ, 2005. - 392 с.
45. **Мартынов, А. В.** Что такое вихревая труба? [Текст] / А.В. Мартынов, В.М. Бродянский. – М.: «Энергия», 1976. – 152с. : ил.; 20 см. - (Б-ка теплотехника).
46. **Михнева, В.А.** Эффективный способ переработки творожной сыворотки [Текст] / В.А. Михнева, М.С. Золоторева, А.С. Бессонов, [и др.] // Молочная промышленность. – 2011. – №1. – С.45-46.34.
47. **Мирончук, В.Г.** Экспериментальное исследование влияния высокого давления на эффективность процесса нанофильтрации молочной сыворотки при использовании мембран ОПМН-П [Текст] / В.Г. Мирончук, И.О. Грушевская, Д.Д. Кучерук, [и др.] // Мембраны и мембранные технологии. Т. 3 (1). – 2013. – С. 3–8.
48. **Овсяников, В.Ю.** Кривоцентрирование молочной сыворотки [Текст] / В.Ю. Овсяников, Ю.С. Краминова, С.Л. Панченко // Молочная промышленность. – 2017. – №1. – С.61-63.
49. **Остроумов, Л.А.** Использование сывороточных белков в продуктах питания [Текст] / Л.А. Остроумов, Ю.В. Леоненко, И.С. Разумникова, В.П. Емелин // Молочная промышленность. - 2008. - №11. - С.76-77.
50. **Полянский, К.К.** Деминерализация молочной сыворотки электродиализом [Текст] / К.К. Полянский, В.А. Шапошник, А.Н. Пономарев // Молочная промышленность. – 2004. – №10 – С. 48-49.
51. **Панченко, С. Л.** Исследование процесса концентрирования творожной сыворотки методом вымораживания: дис. ... канд. техн. наук: 05.18.12 / Панченко Сергей Леонидович. – Воронеж, 2010. – 187 с.
52. «Протемикс» концентрат белков молочной сыворотки. – Режим доступа: xn--80aefldbmovdaqbgr7mza1d.com.
53. **Пат. 2443116 Российская Федерация, МПК А23С9/14, А23С9/142.** Способ производства безлактозного молока [Текст] / Янь Иквianь (CN), Ван Гаисиа (CN), Као Мейин

(CN), Янь Имоу (CN); заявитель и патентообладатель Шанхай Шанлон Дэйри Ко. – 2009102850/10; заявл. 16.07.2007; опубл. 27.02.2012.

54. Пат. **2550274** **Российская Федерация**, МПК А23С9/00, В01Д61/00. Низколактозный и безлактозный молочный продукт и способ его получения [Текст]/ Тиканмяки Ретта (FI), Каллиойнен Харри (FI); заявитель и патентообладатель Валио ЛТД. (FI). – 2011111561/10; заявл. 10.05.2015; опубл. 28.08.2009.

55. Пат. **2053303** **Российская Федерация**, МПК С13F1/02, С13К5/00. Кристаллизатор [Текст]/Петров С.М.; заявитель и патентообладатель Воронежский технологический институт. – 94005433/13; заявл. 15.02.1994; опубл. 27.01.96. Бюл. №5.

56. Пат. **2048524** **Российская Федерация**, МПК С13F1/02, С13 5/00. Кристаллизатор [Текст]/ Петров С.М.; заявитель и патентообладатель Воронежский технологический институт. – 94005434/13; заявл. 15.02.1994; опубл. 20.11.95. Бюл. №24.

57. Пат. **2093584** **Российская Федерация**, МПК С13 5/00, С13F1/02. Устройство для кристаллизации сахаросодержащего раствора [Текст]/ Калашников Г.В., Петров С.М. заявитель и патентообладатель Воронежский технологический институт. – 94026863/13; заявл. 1507.1991; опубл. 20.10. 1997. Бюл. № 16.

58. Пат. **2300572** **Российская Федерация**, МПК С13К 5/00, С13F 1/02. Установка для кристаллизации лактозы [Текст]/Фиалкова Е. А., Качалова Е. А., Куленко В. Г., Липатов Н. Н., Топал О. И., Костюков Е. М.; заявитель и патентообладатель ФГОУ ВПО "Вологодская государственная молочнохозяйственная академия имени Н.В. Верещагина"; – 2005114242/13; заявл. 11.05.05; опубл. 10.06.07

59. Пат. **2464321** **Российская Федерация**, МПК С13К5/00, А23С21/00. Способ производства молочного сахара [Текст]/ Куленко В. Г., Фиалкова Е. А., Костюков Е. М., Качалова Е. А., Белозерова Д.А.; заявитель и патентообладатель ФГОУ ВПО "Вологодская государственная молочнохозяйственная академия имени Н.В.Верещагина"; заявл. 20.12.2010; опубл. 20.10. 2012

60. Пат. **1075479** **СССР**. МПК В01Д 1/10, В01Д 45/12. Выпарной аппарат для кристаллизации растворов [Текст]/, Картовский Ю.В., Серкин А.Ю., Токманцев Н.К. – 3406898/26; заявл. 10.03.1982 ; опубл. 27.01.1995.

61. Пат. **1457200** **СССР**, МПК В 01 Д 9/02. Кристаллизатор [Текст]/, Гонионский В.Ц., Левераш В.И., Ронкин В.М. – 4233686/26; заявл. 23.04.1987 ; опубл. 10.06.1996.

62. Пат. **58939** **Российская Федерация**, МПК В01Д 1/12 . Выпарной аппарат-кристаллизатор [Текст]/ Васильев В.И., Напольских В.П., Трофимов Л. И. , Шмелев В. Г. ; патентообладатели: Васильев В.И., Напольских В.П., Трофимов Л. И. , Шмелев В. Г. – 2005136574/22; заявл. 24.11.2005 ; опубл. 10.12.2006.

63. Пат. **2 341 316** **Российская Федерация**, МПК В01Д 9/02. Аппарат для кристаллизации растворов [Текст]/Ронкин В. М., Малышев А. Б.; заявитель и патентообладатель Закрытое акционерное общество Научно-производственное предприятие "Машпром" (ЗАО НПП "Машпром"). – 2006145229/15; заявл. 19.12.2006; опубл. 20.12.2008

64. Пат. № 2617940 **Российская Федерация**, МПК В01Д9/00, В01Д61/02, А23С21/00, А23С7/04, А23С1/14. Способ переработки молочной сыворотки [Текст] /Куленко В.Г., Шевчук В.Б., Славоросова Е.В., Дыкало Н.Я., Фиалкова Е.А.; заявитель и патентообладатель ФГОУ ВО "Вологодская государственная молочнохозяйственная академия имени Н.В.Верещагина"; заявл. 18.03.2015; опубл. 28.04.2017. 20 и 19

65. Пат. **3615664** **США**, МКИ А 23С 21/00, А23С 9/144, А23С 9/00. Обработка сыворотки [Текст]/Francis Leo H. (Burlingame, CA) заявитель и патентообладатель Foremost-McKesson, Inc. (San Francisco, CA); заявл. 5.12.69.; опубл. 26.10.71.

66. Пат. **1306402** **Великобритания**, НКИ А 2 В МКИ А 23С 21/00. Продукт из молочной сыворотки. Опубл. 14.02.73

67. Проект стратегии развития пищевой и перерабатывающей промышленности Российской Федерации на период до 2030 года URL: <https://barley-malt.ru/wp->

content/uploads/2019/11/proekt-strategyy-razvytyja-pyschevoj-y-pererabatyvajuschej-promyshlennosty-rf.pdf

68. **Приказ Минприроды России** от 4 декабря 2014 г. № 536 «Об утверждении критериев отнесения отходов к I - V классам опасности по степени негативного воздействия на окружающую среду».

69. **Рыбалова, Т.И.** Переработка молока: итоги 2016 года [Текст]/ Т.И. Рыбалова// Молочная промышленность. – 2017. – № 2. – С.4-8.

70. **Рыбалова, Т.И.** Молочная индустрия России в 2018 г [Текст]/ Т.И. Рыбалова // Молочная промышленность. – 2019. – № 1. – С.4-9.

71. **Свитцов, А.А.** Введение в мембранную технологию [Текст]/ А.А. Свитцов. - М.: ДеЛи принт, 2007. -208 с.

72. **Славоросова, Е.В.** Научное обоснование перспективного направления переработки молочной сыворотки./ Е.В. Славоросова, В.Г. Куленко, Е.А. Фиалкова [и др.] Инновационные тенденции развития российской науки: материалы VIII Международной научно-практической конференции молодых ученых/под общ. ред. А.Г.Миронова; Краснояр. гос. аграр. ун-т. –Красноярск. -2015. с.251-254. 21

73. **Славоросова, Е.В.** Энергоэффективный способ получения низколактозной деминерализованной молочной сыворотки./ Е.В. Славоросова, В. Г. Куленко, В.Б. Шевчук [и др.] // Актуальная биотехнология. – Биоактуаль (Воронеж).-2015. № 3 (14). С. 82-83. 15

74. **Славоросова, Е.В.** Интенсификация процесса кристаллизации лактозы в сгущённой молочной сыворотке./ Е.В. Славоросова, В.Г. Куленко, В.Б. Шевчук [и др.] // Молочнохозяйственный вестник [Электронный ресурс] : электронный период. теорет. и науч.-практ. журнал / ред. А.Л. Бирюков ; ФГБОУ ВПО ВГМХА имени Н. В. Верещагина. – Вологда-Молочное. – 2016 №2 (22). – С.109-116. – Режим доступа: <http://molochnoe.ru/journal>.

75. **Славоросова, Е.В.** Экспериментальные исследования процесса сгущения нанофильтра молочной сыворотки с сопутствующей кристаллизацией лактозы / Е.В. Славоросова, В.Г. Куленко, В.Б. Шевчук [и др.] // Молочнохозяйственный вестник [Электронный ресурс] : электронный период. теорет. и науч.-практ. журнал / ред. А.Л. Бирюков ; ФГБОУ ВПО ВГМХА имени Н. В. Верещагина. – Вологда-Молочное. – 2016. №3 (23). – С.84-90. – Режим доступа: <http://molochnoe.ru/journal>.

76. **Славоросова, Е.В.** Кристаллизатор-выпариватель для переработки молочной сыворотки/ Е.В. Славоросова, В.Г. Куленко, В.Б. Шевчук [и др.] // Молочнохозяйственный вестник [Электронный ресурс] : электронный период. теорет. и науч.-практ. журнал / ред. А.Л. Бирюков; ФГБОУ ВПО ВГМХА имени Н. В. Верещагина. – Вологда-Молочное. – 2016. №3 (23). – С.76-83. – Режим доступа: <http://molochnoe.ru/journal>.

77. **Станиславская, Е.Б.** Криоконцентрирование биологически активных веществ молочной сыворотки с применением жидкого азота [Текст]/ Е.Б. Станиславская, Т.В. Парина, А.В. Мельник // Успехи современного естествознания. – 2011. – № 7. – С. 211–212.

78. **Свириденко, Ю.А.** Использование молочной сыворотки и локальная очистка стоков / Ю.А. Свириденко, Э.Ф. Кравченко, О.А. Яковлева // Молочная промышленность. – 2008. – № 11. – С.58-60.

79. **Тимкин, В.А.** Производство концентрата молочной сыворотки баромембранными методами [Электронный ресурс]/ В.А. Тимкин, Л.А. Новопашин// Научно-технический вестник технические системы в АПК. – 2019. – №3(3). –С. 91-98.

80. **Токарев, Э.С.** Сывороточные белки для функциональных напитков [Текст]/ Э.С. Токарев, Е.Н. Баженова, Р.Ю. Мироедова // Молочная промышленность.-2007.-№10.-С. 55-56.

81. **Фиалков А. Н.** Теоретические и экспериментальные исследования в целях комплексного решения проблемы рационального использования составных частей молока[Текст]: дис. ... докт. техн. наук:05.18.04 / Фиалков Александр Николаевич.– М., 1973.- 340 с. :ил.

82. **Фиалкова, Е.А.** Анализ влияния циклического режима работы кристаллизатора с воздушным охлаждением и подогревом на скорость роста кристаллов./ Е.А. Фиалкова, В.Г. Куленко, Е.В. Славоросова [и др.] // Молочнохозяйственный вестник [Электронный ресурс]:

электронный период. теорет. и науч.-практ. журнал / ред. А.Л. Бирюков; ФГБОУ ВПО ВГМХА имени Н. В. Верещагина. – Вологда-Молочное. – 2015. – с.87-95. – Режим доступа: <http://molochnoe.ru/journal>.

83. **Федеральный закон** от 24 июня 1998 г. №89-ФЗ «Об отходах производства и потребления»

84. **Храмцов, А.Г.** Производство сухой подсырной сыворотки [Текст]/ А.Г. Храмцов, Н.Е. Заец, Г.Н. Доценко// Обзор. Информ. / ЦНИИТЭИмясомолпром. Сер. Сыродельная и маслодельная промышленность. М., 1975.- 37 с.

85. **Храмцов, А.Г.** Переработка и использование молочной сыворотки: технологическая тетрадь [Текст]/ А.Г. Храмцов, В.А.Павлов, И.Л. Евдокимов, [и др.]. М.: Росагропромиздат, 1989.-271с.-ISBN:5-260-00084-6.

86. **Храмцов, А.Г.** Молочная сыворотка [Текст]/ А.Г. Храмцов. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Агропромиздат, 1990. – 240 с.: ил.; 21 см.; ISBN 5-10-000944-6.

87. **Храмцов, А.Г.** Современные способы сушки творожной сыворотки: Обзорная информация [Текст]/ А.Г. Храмцов, Л.Е. Давыдянц, П.Г. Нестеренко – М.: АгроНИИТЭИММП, 1990. – 45с.

88. **Храмцов, А.Г.** Производство молочного сахара [Текст]/ А.Г. Храмцов, В.В. Рохмистров. – 2-е изд. – М.: Агропромиздат, 1991. – 126 с.

89. **Храмцов, А.Г.** Производство сгущенных концентратов молочной сыворотки: Учебное пособие [Текст]/ А.Г. Храмцов, П.Г.Нестеренко, Е.А.Чеботарев. – Ставрополь: Институт развития образования, 1998. – 80 с.

90. **Храмцов, А.Г.** Феномен молочной сыворотки [Текст]/ А.Г. Храмцов. – СПб.: Профессия, 2011. – 804 с.

91. **Храмцов, А.Г.** Молочная сыворотка в медицине: исторический феномен [Текст] / А.Г. Храмцов // Молочная промышленность. – 2012. – № 7. – С.54-55.

92. **Храмцов, А.Г.** Сокровище найдено: что с ним делать? [Текст]/ А.Г. Храмцов, И.А. Евдокимов, П.Г. Нестеренко, [и др.] // Молочная промышленность. –2013. –№6. –С.30-32.

93. **Шапошник, В.А.** Мембранные методы разделения смесей веществ [Текст]/ В.А. Шапошник // Соросовский Образовательный Журнал. – 1999. – №9. – С.27-32.

94. **Шевелев, К.** Сыворотка – ценный субпродукт [Текст]/ К. Шевелев// Молочная промышленность.-2005.-№1.-С.60-61.

95. **Шевчук, В.Б.** Исследование процесса кристаллизации лактозы из молочной сыворотки при циклическом охлаждении/ В.Б.Шевчук, В.Г. Куленко., Д.А. Белозерова// Молочнохозяйственный вестник [Электронный ресурс] : электронный период. теорет. и науч.-практ. журнал / ред.А.Л. Бирюков; ФГБОУ ВО ВГМХА имени Н. В. Верещагина. – Вологда-Молочное. – 2011. – С. 37-44. – URL: <http://molochnoe.ru/journal>.

96. **Шумейко, В.В.** Состояние рынка молочной сыворотки в России и за рубежом [Электронный ресурс]/ В.В. Шумейко//Научное сообщество студентов XXI столетия. Экономические науки: сб. ст. по мат. VI междунар. студ. науч.-практ. конф. № 6. URL: <http://sibac.info/archive/economy/6.pdf> (дата обращения 29.10.2019).

97. **Шохалов, В.А.** Состав НФ-концентратов творожной сыворотки [Текст]/ В.А. Шохалов, А.А. Кузин, Н.Я. Дыкало// Молочная промышленность. –2014. – №12. –С.56–57.

98. **Arenz, S.** Breastfeeding and childhood obesity: a systematic review [Text] / S. Arenz, R. Ruckerl, B.Koletzko, R. von Kries // Int J Obes Relat Metab Disord. 2004; 28: 1247–1256.

99. **Ahn, Kyu-Hong** Removal of ions in nickel electroplating rinse water using low-pressure nanofiltration [Text]/ /Kyu-Hong Ahn, Song Kyung-Guen, Cha Ho-Young, Yeom Ick-Tae// Desalination. –1999. –122. –pp. 77–84.

100. **Atra, R.** Investigation of ultra-and nanofiltration for utilization of whey protein and lactose [Text]/ R. Atra, G.Vatai, E. Bekassy-Molnarand, [et al.]. –Food Eng., 67 (3) (2005) 325 – 332.

101. **Barrantes, L.D.** Partial deacidification and demineralization of cottage cheese whey by nanofiltration [Text]/ L.D. Barrantes, C.V. Morr. – J. Food Sc., 62 (1997), 338 – 341.

102. **Blatt, W.** Membrane ultrafiltration: the diafiltration technique and its application to microsoluble exchange and binding phenomena [Text]/ W. Blatt, S. Robinson// *Anal. Biochem.* –1968.–26. –pp. 151–173.
103. **Boehm, G.** Effect of increasing dietary threonine intakes on amino acid metabolism of central nervous system and peripheral tissues in growing rats [Text] / G. Boehm, Cervantes [et al.] // *Pediatr. Res.*, Dec 1998; 44: 900–906.
104. **Bowen, R.W.** Characterisation and prediction of separation performance of nanofiltration membranes [Text]/ R.W Bowen, H. Mukhtar// *Journal of Membrane Science.* – 1996. – 112. – pp. 263-274.
105. **Brusilovsky, M.** Prediction of reverse osmosis membrane salt rejection in multi-ionic solutions from single-salt data [Text]/ M. Brusilovsky, D. Hasson.– *Desalination* 71 (1989).– 355-366.
106. **Cuartas-Uribe, B.** Comparison of two nanofiltration membranes NF200 and Ds-5 DL to demineralize whey [Text]/ B. Cuartas-Uribe, M.I. Alcaina-Miranda, E. Soriano-Costa and A. Bes-Pia// *Desalination.*–2006.–№.199. –pp. 43-45.
107. **Darling, P.** Threonine kinetics in preterm infants fed their mothers' milk or formula with various ratios of whey to casein [Text] / P. Darling, M. Dunn, G. Sarwar, [et al.] // *Am J Clin Nutr.* 1999; 69: 105–114 .
108. **Davis J. M.,** Alderson N. L., Welsh R. S. // *AJCN.* 2000. Vol. 72. 573–578 P.
109. **Ferry, J. D.** Statistical evaluation of sieve constants in ultrafiltration [Text]/ J. D. Ferry// *Journal of General Physiology.*– 1936.– № 20.– pp. 95–104.
110. **Foley, G.** Ultrafiltration with variable volume diafiltration: a novel approach to water saving in diafiltration processes [Text]/ G. Foley// *Desalination.* –2006. – 199. –pp. 220 – 221.
111. **Foley, G.** Water usage in variable volume diafiltration: comparison with ultrafiltration and constant volume diafiltration [Text]/ G. Foley// *Desalination.* –2006. – 196. –pp. 160 – 163.
112. **Garcia, E.** Energetic study for both reverse osmosis and multiple effect evaporation. Comparison for the waste leaching liquid from the citric juice production [Text]/ E. Garcia, J.M. Gosalvez, J.Lora, [et al.] // *ICEF9.* – 2004.
113. **Gregory, A.G.** Desalination of sweet-type whey salt drippings for whey solids recovery [Text]/ "Trends in whey utilization", *Bulletin of the IDF* 212 (1987).– pp. 38-49.
114. **Günther, Ch.** Demineralization of whey and whey products in *Bulletin of the International Dairy Federation (IDF) n° 311: "Advances in Membrane Technology for Better Dairy Products"*[Text]/ Ch. Günther, G. Hutson. – FIL/IDF.– Brussels (Belgium).– 1996. –49p.
115. **Gunther, A.L.** Protein intake during the period of complementary feeding and early childhood and the association with body mass index and percentage body fat at 7 y of age [Text] / A.L. Gunther, A.E. Buyken. 2007,jun85(6):1626-1633
116. **Gunther, A. L.** The influence of habitual protein intake in early childhood on BMI and age at adiposity rebound: results from the DONALD Study [Text] / A. L. Gunther, A. E. Buyken, A. Kroke // *Int J Obes(Lond).* 2006,– Jul;30(7).–pp.1072–1079 .
117. **Hagmeyer, G.** Modelling the salt rejection of nanofiltration membranes for ternary ion mixtures and for single salts at different pH values [Text]/ G. Hagmeyer, R.Gimbel// *Desalination.*– 1998.– №117.–pp. 247-256.
118. **Heine,W.** The significance of tryptophan in human nutrition [Text] / W. Heine, M. Radke, K.D. Wutzke // *Amino Acids.* 1995, 9, 191–205.
119. **Horton, B.S.** Anaerobic fermentation and ultra-osmosis, in "Trends in whey utilization" [Text]/ B.S. Horton. –*Bulletin IDF* 212 (1987), 77-83.
120. **Horton, B. S.** Wheys of recovery [Text]/ B.S. Horton.–*Dairy Ind. Int.*, 5(1996), 39 – 42.
121. **Horst van der, H.C.** Use of nanofiltration for concentration and demineralization in the dairy industry: Model for mass transport [Text] / H.C. van der Horst, J.M.K Timmer, T. Robertsen, [et al.] – *J. Membr. Sci.*, 104 (1995), 205 – 218.
122. **Hudson, T.** Nanofiltration and ion exchange for the demineralization of whey [Text]/ T. Hudson// in: *Whey, Special Issue 9804, Int. Dairy Fed.*, -Brussels, Belgium, 1998, pp. 88 – 92.

123. **Jeantet, R.** Nanofiltration of sweet whey by spiral wound organic membranes: Impact of hydrodynamics [Text]/ R. Jeantet, J. Rodriguez, A. Garem. – Lait 80 (2000) 155 – 163.
124. **Jeantet, R.** Interet de la nanofiltration dans la production de poudres de lactoserum demineralisees [Text]/ R. Jeantet, P. Schuck, M.H. Famelart, [et al.] .- Lait .-1996.-№76 .-pp. 283 – 301.
125. **Kelly, P.M.** Partial demineralisation of whey by nanofiltration [Text]/ P.M. Kelly, B.S. Horton, H. Burling// Int. Dairy Fed. Annual Sessions Tokyo, Group B47, B-Doc 213.– 1991.–pp.87.
126. **Kelly, P.M.** Partial demineralization of whey by nanofiltration [Text]/ P.M. Kelly, B.S. Horton, H. Burling// New Applications of Membrane Processes, Special Issue 9201, Int. Dairy Fed.– Brussels, Belgium.– 1992.– pp. 130–140.
127. **Kelly, J.** Desalination of Acid Casein Whey by Nanofiltration [Text]/ J. Kelly, P. Kelly// Int. Dairy J.–1995.–5.– pp. 291-303.
128. **Koletzko, B.** Can infant feeding choices modulate later obesity risk? [Text] / B. Koletzko, R. von Kries, R. C. Monasterolo, [et al.] // Am J Clin Nutr. 2009; 89: 1502 S–1508 S. \
129. **Košuticv K.** Porosity of some commercial reverse osmosis and nanofiltration polyamide thin-film composite membranes [Text]/ K. Košuticv, L. Kaštelan-Kunst, B. Kunst// J. Membrane Sci.– 2000–№ 168.– pp. 101–108.
130. **Layman, D.K.** High Protein Diets in Weight Reduction: effects on fat mass, muscle mass and risk factors of the metabolic syndrome [Text]/ D.K. Layman// Proceedings of the 5th International Whey Conference «Wheyvolution». –Paris, 2008.
131. **Michaelsen, K. F.** What is known? Short-term and long-term effects of complementary feeding [Text] / K. F. Michaelsen // Nestle Nutr Workshop Ser Pediatr Program. 2005; 56: 185–200.
132. **Minhalma, M.** Optimization of “Serpa” cheese whey nanofiltration for effluent minimization and by-products recovery [Text]/ M.Minhalma, V. Magueijo, D.P. Queiroz, [et al.] // J. Environ. Management. –2007. – 82.–pp. 200-206.
133. **Mikkonen, H.** Effect of nanofiltration on lactose crystallization [Text]/ H. Mikkonen, P. Helakorpi, L. Myllykoski, [et al.]. –Milchwissenschaft, 56(6) (2001) 307–310.
134. **Nabi, G.** Use of nanofiltration for concentration and demineralization in the dairy industry[Text]/ G. Nabi, B. Nasrabadi, T. Nasrabadi //Pakistan Journal of Biological Sciences. – 2006. – 9 (5): 991-994.
135. **Nakao, S.** Determination of pore size and pore size distribution. 3. Filtration membranes [Text]/ S. Nakao// Journal of Membrane Science. –1994. –96. –pp. 131-165.
136. **Nakao, S.I.** Models of membrane transport phenomena and their application for ultrafiltration data [Text]/ S.I. Nakao, S. Kimura// Journal of Chemical Engineering of Japan.– 1982.– №15.– pp. 200-212.
137. **Nyström, M.** Fouling and retention of nanofiltration membranes [Text]/ M. Nyström, L. Kaipia, S. Luque// J. Membrane Sci.–1995.–№ 98.– pp. 249–262.
138. **Nutrition of normal infants.** 1993. 420 p.
139. **Owen, C.G.** Effect of infant feeding on the risk of obesity across the life course: a quantitative review of published evidence [Text]/ C.G. Owen, R.M. Martin, P.H. Whincup, [et al.] // Pediatrics. 2005; 115:1367–1377 .
140. **Peeters, J.M.** Characterization of nanofiltration membranes [Text]/J.M. Peeters// PhD Thesis University of Twente.–1997.
141. **Pedersen, R.** Development of membrane processes in milk processing/ R. Pedersen// APV Pasilac AS.- 1990.
142. **Petersen, R.J.** Composite Reverse Osmosis and Nanofiltration Membranes [Text]/ R.J. Petersen// J. Memb. Sci. –1993.–pp. 81-150.
143. **Rautenbach, R.** Separation potential of nanofiltration membranes [Text]/ R. Rautenbach, A. Gröschl. – Desalination 77 (1990), 73-84.
144. **Rektor, A.** Membrane filtration of Mozzarella whey[Text]/ A. Rektor, G. Vatai// Desalination.–2004.– 162 .–pp.279-286.

145. **Rigo, J.** An infant formula free of glicomacropptide prevents hyperthreoninemia in formula-fed preterm infants [Text]/ J. Rigo, G. Boehm, G. Georgi, [et al.] // J Pediatrics Gastroenterology Nutr. 2001, Feb; 32 (2): 127–130.
146. **Rolland-Cachera, M. F.** Influence of macronutrients on adiposity development: a follow study of nutrition [Text]/M. F. Rolland-Cachera, M. Deheeger, M. Akrou, [et al.]// Int J Obes Relat Metab Disord. 1995; 19: 573–578.
147. **Roman, A.** Partial demineralization and concentration of acid whey by nanofiltration combined with diafiltration [Text]/ A. Roman, J. Wang, J. Csanadi, [et al.]// Desalination. –2009. – 241. –pp. 288 – 295.
148. **Scaglioni, S.** Early macronutrient intake and overweight at five years of age [Text]/ S. Scaglioni, C. Agostoni, R. D. Notaris [et al.] // Int J Obes Relat Metab Disord. 2000; 24: 777–781.
149. **Suarez, E.** Partial demineralization of whey and milk ultrafiltration permeate by nanofiltration at pilot-plant scale [Text]/ E. Suarez, A. Lobo, S. Alvarez, [et al.] . – Desalination, 198 (2006).– 274-281.
150. **Timmer, J.M.K.** Properties of nanofiltration membranes; model development and industrial application [Text]/ J.M.K. Timmer. – Eindhoven : Technische Universiteit Eindhoven, 2001.
151. **Tsuru, T.** Calculation of ion rejection by extended Nernst-Planck equation with charged reverse osmosis membranes for single and mixed electrolyte solutions [Text]/ T. Tsuru, S. Nakao, S.Kimura// J. Chem. Eng. of Japan.–1991.–№ 24.–pp. 511-517.
152. **Vasiljevic, T.** Comparison of nanofiltration and high pressure ultrafiltration of cottage cheese whey and whey permeate [Text]/ T. Vasiljevic, P. Jelen. –Milchwissenschaft 55 (2000). –145–149.
153. **Wang, X.L.** Electrolyte transport through nanofiltration membranes by the space charge model and the comparison with the Teorell Meyer Sievers model [Text]/ X.L. Wang, T. Tsuru, S. Nakao, [et al.]// J. Membr. Sci.–1995.– №103.–pp. 117-133.
154. **Westergaard, V.** Milk Powder Technology Evaporation and Spray Drying/ V. Westergaard // Niro A/S. - Copenhagen, Denmark, 2004.
155. **Wolfe,R.R.** Interaction of Exercise and Whey Protein to Promote Muscle Anabolism [Text]/R.R. Wolfe //Proceedings of the 4th International Whey Conference «The Wonders of Whey...Catch the Power».- Chicago, 2005.-p.1-11.
156. **Xu, Y.** Investigation of the solute separation by charged NF membranes: effect of pH, ionic strength and solute type/ Y. Xu , R.E. Lebrun. – J. Membr. Sci., 158 (1999) 93–104.
157. **Yaroshchuk, A.E.** Dielectric exclusion of ions from membranes [Text]/ A.E. Yaroshchuk// Adv. Coll. Int. Sci.– 2000.–85.–pp. 193-230.
158. **Yaroshchuk, A.E.** Non-steric mechanisms of nanofiltration: superposition of Donnan and dielectric exclusion [Electronic resource]/ A.E. Yaroshchuk// Separation and Purification Technology. –2001.–22(1-3).–pp.143-158.
159. **Zadow, J.G.** Whey and Lactose Processing [Text]/ J.G. Zadow// Elsevier Applied Science. – New York. – 1992.
160. **Zeman, L.** Steric rejection of polymeric solutes by membrane with uniform pore size distribution [Text]/ L. Zeman, M. Wales// Separation Science and Technology.– 1981.–№ 16.– pp. 275-290.

СПИСОК ИЛЛЮСТРАТИВНОГО МАТЕРИАЛА

Таблица 1.1 – Состав деминерализованной сыворотки.....	18
Рисунок 1.1–Схема опытной барботажной установки для кристаллизации лактозы	31
Рисунок 1.2 – Структурная схема организации исследований.....	42
Рисунок 2.1 – Схема кристаллизатора с воздушным охлаждением и подогревом.....	44
Рисунок 2.2 – Изменение температуры кристаллизата для шести 4-х часовых циклов	54
Рисунок 2.3 – Изменение содержания сухих веществ для шести 4-х часовых циклов.....	54
Рисунок 2.4 – Изменение температуры кристаллизата для 3-х 8-и часовых циклов	55
Рисунок 2.5 – Изменение содержания сухих веществ для трех 8-и часовых циклов.....	56
Рисунок 2.6 – Схема кристаллизатора с воздушным и водяным охлаждением и подогревом	57
Таблица 2.1 – Начальные физические параметры теплоносителя	60
Таблица 2.2 – Начальные физические параметры кристаллизата при содержании сухих веществ 30.....	60
Таблица 2.3 –Характеристики теплоносителя и кристаллизата при температуре равной температуре стенки	61
Рисунок 2.7 – Схема системы водяного охлаждения кристаллизатора	62
Рисунок 2.8 – Изменение температуры в процессе нагревания и охлаждения для цикла продолжительностью 2 часа с различным расходом воздуха	64
Рисунок 2.9 – Изменение содержания сухих веществ в циклах продолжительностью от 2-х до 8-ми часов с различным расходом воздуха	66
Рисунок 2.10 –Изменение содержания сухих веществ в циклах продолжительностью от 2-х до 8-ми часов без подпитки.....	68
Рисунок 3.1 – Схема экспериментальной установки а) с подогревом б) с охлаждением	71
Рисунок 3.2 – Фотографии: а) экспериментальной установки;б) насадки для барботера	72
Рисунок 3.3 –Схема экспериментальной нанофильтрационной установки с диафильтрацией	74
Рисунок 3.4 – Фотография нанофильтрационной установки	74
Таблица 3.1 – Методы исследований сыворотки	75
Таблица 3.2 – Характеристики экспериментальной нанофильтрационной установки	77
Рисунок 3.5 – Изменение давления в мембранном модуле.....	79
Рисунок 3.6 – Зависимость массовой доли сухих веществ концентрата от продолжительности нанофильтрации, совмещенной с диафильтрацией	80
Рисунок 3.7 –Зависимостьудельной электропроводности концентрата и фильтрата концентрата от продолжительностинанофильтрации, совмещенной с диафильтрацией.....	81
Рисунок 3.8 – Изменение температуры в процессе нагревания и охлаждения для цикла продолжительностью 2 часа.....	83
Рисунок 3.9 – Изменение физико-химических свойств кристаллизата (содержание сухих веществ, степень кристаллизации лактозы, содержание влаги в кристаллизате) в процессе кристаллизации, совмещенной с выпариванием.....	84
Рисунок 3.10 – Изменение содержания сухих веществ и степени кристаллизации лактозы в процессе сгущения	85
Рисунок 3.11 – Микрофотографии кристаллов в процессе выпаривания при 20-ти кратном увеличении.....	86
Рисунок 3.12 – Микрофотографии кристаллов в процессе охлаждения при 10-ти кратном увеличении.....	86
Рисунок 3.13 – Схема экспериментальной установки: а) с охлаждением б) с подогревом	88
Таблица 3.3– Изменение температур экспериментального и контрольного образцов для первой серии опытов.....	90
Таблица 3.4 –Изменение содержания сухих веществ в экспериментальном и контрольном образцах.....	90
Таблица 3.5 – Изменение температур экспериментального и контрольного образцов для второй серии опытов.....	92
Рисунок 3.14–Микрофотографии кристаллов	93

Рисунок 4.1 – Схема кристаллизатора с циклическими температурными режимами работы	96
Рисунок 4.2 – Схематическое изображение цилиндрической части колонки кристаллизатора	103
Рисунок 4.3 – Фотография барботирующего устройства.....	108
Таблица 4.1 – Техническая характеристика компрессора FIAS 24-2	108
Рисунок 4.4. – Устройство и состав масляного компрессора	109
Рисунок 4.5 – Конструкция спиральной направляющей рубашки.....	115
Таблица 4.2 – Начальные физические параметры кристаллизата с содержанием сухих веществ 50%.....	116
Таблица 4.3 – Характеристики теплоносителя и кристаллизата с содержанием сухих веществ 50% при температуре равной температуре стенки	116
Рисунок 5.1 – Изменение температуры кристаллизата в экспериментальном и контрольном образцах.....	123
Рисунок 5.2 – Показатель скорости кристаллизации для экспериментального и контрольного образцов	125
Рисунок 5.3 – Изменение растворенных сухих веществ в процессе кристаллизации.....	126
Рисунок 5.4 – Гистограмма содержания растворенных сухих веществ в экспериментальном образце по опытным и расчетным данным на конец процесса охлаждения и нагревания в каждом цикле.....	127
Рисунок 5.5 Изменение массы растворенной лактозы и влаги в растворе для первого цикла охлаждения	128
Рисунок 5.6 – Сравнительная оценка концентраций пересыщенного и насыщенного растворов для первого цикла процесса охлаждения.....	128
Рисунок 5.7 – Изменение массы растворенной лактозы и влаги в растворе для первого цикла нагревания.....	129
Рисунок 5.8 – Сравнительная оценка концентраций пересыщенного и насыщенного растворов для первого цикла процесса нагревания	130
Рисунок 5.9 – Динамика изменения процента выкристаллизованной лактозы в процессе кристаллизации.....	131
Таблица 5.1 – Изменение состава сыворотки в процессе кристаллизации	131
Рисунок 5.10 – Микрофотографии кристаллов после охлаждения в каждом из 3-х циклов при 20-ти кратном увеличении	133
Рисунок 5.11 – Схема пилотной установки для выпаривания нанофильтрата молочной сыворотки и кристаллизации лактозы.....	135
Рисунок 5.12 – Пилотная установка	136
Рисунок 5.13 – Изменение содержания сухих веществ и степени кристаллизации лактозы в процессе сгущения	137
Рисунок 5.14 – Изменение температуры в процессе сгущения	138
Рисунок 5.15 – Температурные режимы процесса циклической кристаллизации	140
Рисунок 5.16 – Изменение растворенных сухих веществ, и процента выкристаллизованной лактозы по отношению к исходной лактозе и к исходным сухим веществам.....	141
Рисунок 5.17 – Температурные режимы процесса циклической кристаллизации при 2-х часовой продолжительности цикла охлаждения	142
Рисунок 5.18 – Изменение растворенных сухих веществ и процента выкристаллизованной лактозы по отношению к исходной лактозе при 2-х часовой продолжительности цикла охлаждения	143
Рисунок 6.1 – Известный способ производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки.....	146
Рисунок 6.2 – Аппаратурная схема производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки на основе кристаллизатора-выпаривателя.....	147
Таблица 6.1– Изменения компонентного состава в процессе производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки по известному способу	148

Таблица 6.2 – Изменения компонентного состава в процессе производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки по предлагаемому способу.....	149
Рисунок 6.3 – Процентное соотношение влаги удаляемой при а) известном и б) предлагаемом способом производства лактозы и частично делактозированной деминерализованной сыворотки.....	150
Таблица 6.3 – Состав сухой частично делактозированной деминерализованной сыворотки на 10 т исходного продукта.....	151
Таблица 6.4 – Аминокислотный состав и скор продуктов в граммах на 100 граммов белка.....	154
Таблица 6.5 – Пищевая ценность продукта из пшеничных отрубей и частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки.....	156
Таблица 6.6 – Сравнительная оценка энергозатрат на выработку частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки.....	158

**Приложение А
(обязательное)**

Термодинамические параметры кристаллизатора с воздушным охлаждением и подогревом

Таблица А.1

Параметр	формула	Нагреваемая колонка	Охлаждаемая колонка
Скорость истечения воздуха w , м/с	$w = \frac{V}{\left(n \cdot \frac{\pi}{4} \cdot d^2\right)}$ <p>где V – объемный расход воздуха, м³/с; n – количество отверстий в барботере; d – диаметр отверстия барботера, м</p>	$\frac{0,003}{\left(20 \cdot \frac{3,14}{4} \cdot 0,005^2\right)} = 7,64$	$\frac{0,001}{\left(20 \cdot \frac{3,14}{4} \cdot 0,005^2\right)} = 2,55$
Критерий Фруда	$Fr = \frac{w^2}{g \cdot d}$	$\frac{7,64^2}{9,8 \cdot 0,005} = 1191,2$	$\frac{2,55^2}{9,8 \cdot 0,005} = 132,7$
Критерий Вебера	$We = \frac{w^2 \cdot d \cdot \rho_{кр}}{\sigma}$ <p>где $\rho_{кр}$ – плотность кристаллизата, кг/м³; σ – коэффициент поверхностного натяжения, Н/м</p>	$\frac{7,64^2 \cdot 0,005 \cdot 1140,3}{42,5 \cdot 10^{-3}} = 7830,45$	$\frac{2,55^2 \cdot 0,005 \cdot 1138,8}{42,5 \cdot 10^{-3}} = 871,18$
Параметр режима истечения воздушного пузырька	$\Phi = 1 + \left(1 + \frac{We^2}{Fr}\right)^{\frac{1}{2}}$	$1 + \left(1 + \frac{7830,45^2}{1191,2}\right)^{\frac{1}{2}} = 227,9$	$1 + \left(1 + \frac{871,18^2}{132}\right)^{\frac{1}{2}} = 76,8$
Средние диаметры образующихся воздушных пузырьков при $\Phi < 27$	$\delta = 0,9 \cdot \left(\frac{3 \cdot \sigma \cdot d}{\rho_{кр} \cdot g}\right)^{\frac{1}{3}} \cdot \Phi^{\frac{1}{2}}$	-	-
Средние диаметры образующихся воздушных пузырьков при $\Phi > 27$	$\delta = 0,5 \cdot \left(\frac{3 \cdot \sigma \cdot d}{\rho_{кр} \cdot g}\right)^{\frac{1}{3}} \cdot \Phi^{\frac{1}{3}}$	$0,5 \cdot \left(\frac{3 \cdot 42,5 \cdot 10^{-3} \cdot 0,005}{1140,3 \cdot 9,8}\right)^{\frac{1}{3}} \cdot 227,9^{\frac{1}{3}} = 11,76 \cdot 10^{-3}$	$0,5 \cdot \left(\frac{3 \cdot 42,5 \cdot 10^{-3} \cdot 0,005}{1138,8 \cdot 9,8}\right)^{\frac{1}{3}} \cdot 76,8^{\frac{1}{3}} = 8,19 \cdot 10^{-3}$

Продолжение Таблицы А.1

Параметр	формула	Нагреваемая колонка	Охлаждаемая колонка
<p>Скорость подъема пузырька ω, м/с При $2 \leq Re \leq Re_1$, где</p> $Re_1 = 1,5 \cdot \left(\frac{g \cdot \rho_{кр} \cdot \sigma^3}{\mu_{кр}^4} \right)^{0,214}$	$\omega = \frac{0,77 \cdot \delta^{1,28}}{V_{кр}^{0,52}}$ <p>где g – ускорение свободного падения, равное 9,8 м/с²; $V_{кр}$ – кинематическая вязкость кристаллизата, м²/с (зависит от температуры кристаллизата и содержания в нем сухих веществ, формула зависимости получена эмпирическим путем) $\mu_{кр}$ – динамическая вязкость, Па·с</p>	$Re_1 = \frac{1,5 \cdot (9,8 \cdot 1140,3 \cdot (42,5 \cdot 10^{-3})^3)}{(6,242 \cdot 10^{-3})^4} = 112$ $\frac{0,77 \cdot (11,76 \cdot 10^{-3})^{1,28}}{(5,47 \cdot 10^{-6})^{0,52}} = 1,42$	$Re_1 = \frac{1,5 \cdot (9,8 \cdot 1138,8 \cdot (42,5 \cdot 10^{-3})^3)}{(2,65 \cdot 10^{-3})^4} = 201$ $\frac{0,77 \cdot (8,19 \cdot 10^{-3})^{1,28}}{(2,764 \cdot 10^{-6})^{0,52}} = 1,28$
<p>Скорость подъема пузырька ω, м/с при $Re_1 \leq Re \leq Re_2$, где</p> $Re_2 = \frac{[(\rho_{кр} \cdot g)^{0,25} \cdot \sigma^{0,75}]}{\mu_{кр}}$	$\omega = 1,91 \sqrt{\frac{\sigma}{(\rho_{кр} \cdot \delta)}}$	$Re_2 = \frac{[(1140,3 \cdot 9,8)^{0,25} \cdot (42,5 \cdot 10^{-3})^{0,75}]}{6,242 \cdot 10^{-3}} = 154$ $1,91 \sqrt{\frac{42,5 \cdot 10^{-3}}{(1140,3 \cdot 11,76 \cdot 10^{-3})}} = 0,11$	$Re_2 = \frac{[(1138,8 \cdot 9,8)^{0,25} \cdot (42,5 \cdot 10^{-3})^{0,75}]}{2,65 \cdot 10^{-3}} = 305$ $1,91 \sqrt{\frac{42,5 \cdot 10^{-3}}{(1138,8 \cdot 8,19 \cdot 10^{-3})}} = 0,13$
<p>Скорость подъема пузырька ω, м/с при $Re \geq Re_2$</p>	$\omega = 0,714 \cdot \sqrt{g \cdot \delta}$	$0,714 \cdot \sqrt{9,8 \cdot 11,76 \cdot 10^{-3}} = 0,24$	$0,714 \cdot \sqrt{9,8 \cdot 8,19 \cdot 10^{-3}} = 0,2$
<p>Критерий Рейнольдса для кристаллизата относительно воздушного пузырька</p>	$Re_{кр} = \frac{\omega \cdot \delta}{V_{кр}}$	$Re_{кр} = \frac{1,42 \cdot 11,76 \cdot 10^{-3}}{4,93 \cdot 10^{-6}} = 3387,3$ $Re_{кр} = \frac{0,11 \cdot 11,76 \cdot 10^{-3}}{4,93 \cdot 10^{-6}} = 262,4$ $Re_{кр} = \frac{0,24 \cdot 11,76 \cdot 10^{-3}}{4,93 \cdot 10^{-6}} = 572,5$	$Re_{кр} = \frac{1,28 \cdot 8,19 \cdot 10^{-3}}{2,33 \cdot 10^{-6}} = 4499,2$ $Re_{кр} = \frac{0,13 \cdot 8,19 \cdot 10^{-3}}{2,33 \cdot 10^{-6}} = 457$ $Re_{кр} = \frac{0,2 \cdot 8,19 \cdot 10^{-3}}{2,33 \cdot 10^{-6}} = 703$

Продолжение Таблицы А.1

Параметр	формула	Нагреваемая колонка	Охлаждаемая колонка
Критерий Прандтля для кристаллизата	$Pr_{кр} = \frac{c_{кр} \cdot \mu_{кр}}{\lambda_{кр}}$ <p>где $c_{кр}$ – удельная теплоемкость кристаллизата, Дж/(кг·К); $\lambda_{кр}$ – теплопроводность кристаллизата, Вт/(м·К)</p>	$\frac{3290 \cdot 5,62 \cdot 10^{-3}}{0,6} = 30,82$	$\frac{3290 \cdot 2,65 \cdot 10^{-3}}{0,6} = 14,54$
Критерий Нуссельта для кристаллизата относительно воздушного пузырька	$Nu_{кр} = 0,66 \cdot Re_{кр}^{0,5} \cdot Pr_{кр}^{0,33} \left(\frac{Pr_{кр}}{Pr_{г}} \right)^{0,25}$	$0,66 \cdot 572,5^{0,5} \cdot 30,82^{0,33} \times$ $\times \left(\frac{30,82}{0,7} \right)^{0,25} = 126$	$0,66 \cdot 703^{0,5} \cdot 14,54^{0,33} \times$ $\times \left(\frac{14,54}{0,7} \right)^{0,25} = 90,4$
Коэффициент теплоотдачи со стороны кристаллизата к воздушному пузырьку, Вт/(м ² ·К)	$\alpha_{кр} = \frac{Nu_{кр} \cdot \lambda_{кр}}{\delta}$	$\frac{126 \cdot 0,6}{11,76 \cdot 10^{-3}} = 6428,6$	$\frac{90,4 \cdot 0,6}{8,19 \cdot 10^{-3}} = 6622,7$
Критерий Рейнольдса для воздуха внутри пузырька	$Re_{г} = \frac{\omega \cdot \delta}{\nu_{г}}$	$\frac{0,24 \cdot 11,76 \cdot 10^{-3}}{14 \cdot 10^{-6}} = 201,6$	$\frac{0,2 \cdot 8,19 \cdot 10^{-3}}{14 \cdot 10^{-6}} = 117$
Критерий Нуссельта для воздуха внутри пузырька	$Nu_{г} = 1,4 \cdot Re_{г}^{0,4} \cdot Pr_{г}^{0,33} \left(\frac{Pr_{г}}{Pr_{кр}} \right)^{0,25}$	$1,4 \cdot 201,6^{0,4} \cdot 0,7^{0,33} \left(\frac{0,7}{30,82} \right)^{0,25} = 4,04$	$1,4 \cdot 117^{0,4} \cdot 0,7^{0,33} \left(\frac{0,7}{14,54} \right)^{0,25} = 6,3$
Коэффициент теплоотдачи со стороны воздушного пузырька к кристаллизату, Вт/(м ² ·К)	$\alpha_{г} = \frac{Nu_{г} \cdot \lambda_{г}}{\delta}$	$\frac{4,04 \cdot 0,026}{11,76 \cdot 10^{-3}} = 8,93$	$\frac{6,3 \cdot 0,026}{8,19 \cdot 10^{-3}} = 20$
Коэффициент теплопередачи, Вт/(м ² ·К)	$K = \frac{1}{\frac{1}{\alpha_{кр}} + \frac{1}{\alpha_{г}}}$	$\frac{1}{\frac{1}{6428,6} + \frac{1}{8,93}} = 8,92$	$\frac{1}{\frac{1}{6622,7} + \frac{1}{20}} = 19,9$

Приложение Б
(обязательное)

Расчет коэффициента теплопередачи между кристаллизатором и водяным теплоносителем

Таблица Б.1

Описание	Формула	Нагреваемая колонка	Охлаждаемая колонка
Критерий Рейнольдса для теплоносителя:	$Re_{жс} = \frac{v_6 \cdot d_3}{\nu_{жс}}$	$\frac{0,1 \cdot 0,02}{0,421 \cdot 10^{-6}} = 4751$	$\frac{0,1 \cdot 0,02}{1,7 \cdot 10^{-6}} = 1176,5$
Критерий Прандтля для теплоносителя	$Pr_{жс} = \frac{c_{жс} \cdot \mu_{жс}}{\lambda_{жс}}$	$\frac{4187 \cdot 0,406 \cdot 10^{-3}}{0,667} = 2,55$	$\frac{4230 \cdot 1,7 \cdot 10^{-3}}{0,551} = 13,1$
Критерий Прандтля для воды при температуре стенки Pr_c	$Pr_c = \frac{c_c \cdot \mu_c}{\lambda_c}$	$\frac{4174 \cdot 0,653 \cdot 10^{-3}}{0,635} = 4,3$	$\frac{4190 \cdot 0,804 \cdot 10^{-3}}{0,618} = 5,45$
Температура стенки	$t = \frac{t_6 + t_k}{2}$	$\frac{70 + 10}{2} = 40^{\circ}C$	$\frac{1 + 60}{2} = 30,5^{\circ}C$
Критерий Нуссельта для турбулентного режима течения жидкости:	$Nu_{жс} = 0,021 \cdot Re_{жс}^{0,8} \cdot Pr_{жс}^{0,43} \cdot \left(\frac{Pr_{жс}}{Pr_c}\right)^{0,25}$	$0,021 \cdot 4751^{0,8} \cdot 2,55^{0,43} \times$ $\times \left(\frac{2,55}{4,3}\right)^{0,25} = 24,2$	
Критерий Нуссельта для ламинарного режима течения жидкости:	$Nu_{жс} = 1,4 \cdot Re_{жс}^{0,4} \cdot Pr_{жс}^{0,33} \times$ $\times \left(\frac{Pr_{жс}}{Pr_c}\right)^{0,25} \cdot \left(\frac{d_3}{l}\right)^{0,4}$		$1,4 \cdot 1176,5^{0,4} \cdot 13,1^{0,33} \times$ $\times \left(\frac{13,1}{5,45}\right)^{0,25} \cdot \left(\frac{0,02}{1}\right)^{0,4} = 14,47$
Коэффициент теплоотдачи для внешней поверхности:	$\alpha_{жс} = \frac{Nu_{жс} \cdot \lambda_{жс}}{d_3}$	$\frac{24,2 \cdot 0,667}{0,02} = 807,1 \text{ Вт/(м}^2\cdot\text{К)}$	$\frac{14,47 \cdot 0,551}{0,02} = 398,6 \text{ Вт/(м}^2\cdot\text{К)}$
Критерий Рейнольдса для кристаллизата:	$Re_{кр} = \frac{\omega \cdot D_{вн}}{\nu_{кр}}$	$\frac{0,24 \cdot 0,1}{4,93 \cdot 10^{-6}} = 4868$	$\frac{0,2 \cdot 0,1}{2,33 \cdot 10^{-6}} = 8583,7$
Критерий Прандтля для кристаллизата	$Pr_{кр} = \frac{c_{кр} \cdot \mu_{кр}}{\lambda_{кр}}$	$\frac{3290 \cdot 5,62 \cdot 10^{-3}}{0,6} = 30,81$	$\frac{3290 \cdot 2,65 \cdot 10^{-3}}{0,6} = 14,53$

Продолжение Таблицы Б.1

Описание	Формула	Нагреваемая колонка	Охлаждаемая колонка
Критерий Прандтля для кристаллизата при температуре стенки:	$Pr_{кр.ст} = \frac{c_{кр} \cdot \mu_{кр}}{\lambda_{кр}}$	$\frac{3290 \cdot 3,08 \cdot 10^{-3}}{0,6} = 16,9$	$\frac{3290 \cdot 4,13 \cdot 10^{-3}}{0,6} = 22,64$
Критерий Нуссельта для кристаллизата при турбулентном течении:	$Nu_{кр} = 0,021 \cdot Re_{кр}^{0,8} \cdot Pr_{кр}^{0,43} \cdot \left(\frac{Pr_{кр}}{Pr_{кр.ст}} \right)^{0,25}$	$0,021 \cdot 4868^{0,8} \cdot 30,81^{0,43} \times$ $\times \left(\frac{30,81}{16,9} \right)^{0,25} = 94,89$	$0,021 \cdot 8583,7^{0,8} \cdot 14,53^{0,43} \times$ $\times \left(\frac{14,53}{22,64} \right)^{0,25} = 83,3$
Коэффициент теплоотдачи от стенки кристаллизату:	$\alpha_{жс} = \frac{Nu_{жс} \cdot \lambda_{жс}}{D_{вн}}$	$\frac{94,89 \cdot 0,6}{0,1} = 569,3 \text{ Вт/(м}^2\text{·К)}$	$\frac{83,3 \cdot 0,6}{0,1} = 499,8 \text{ Вт/(м}^2\text{·К)}$
Коэффициент теплопередачи	$K_1 = \frac{1}{\frac{1}{\alpha_{кр}} + \frac{\delta}{\lambda} + \frac{1}{\alpha_в}}$	$\frac{1}{\frac{1}{569,3} + \frac{0,002}{17,5} + \frac{1}{807,1}} = 321,56$ Вт/(м ² ·К)	$\frac{1}{\frac{1}{499,8} + \frac{0,002}{17,5} + \frac{1}{398,6}} = 215,7$ Вт/(м ² ·К)

**Приложение В
(рекомендуемое)**

Акт о внедрении результатов диссертационной работы

АКТ

о внедрении результатов диссертационной работы
Славоросовой Елены Викторовны
на тему: «Разработка кристаллизатора-выпаривателя для переработки НФ-
концентрата молочной сыворотки»

Научные и практические результаты научно-исследовательской работы на тему «Разработка кристаллизатора-выпаривателя для переработки НФ-концентрата молочной сыворотки» использованы на предприятии «Вологодский машиностроительный завод» ОП ООО «НПО Машиностроения «СВАРОГ» в ходе выполнения работ по договору 01.03.2020 г. о научно-техническом сотрудничестве.

Объектом внедрения является:

Конструкторская документация на изготовление устройства для кристаллизации лактозы с воздушным и водяным охлаждением и подогревом, подтвержденная патентом РФ: Пат. № 2590755 Российская Федерация, МПК С13В30/02. Кристаллизатор-выпариватель [Текст]/Куленко В.Г., Шевчук В.Б., Славоросова Е.В., Фиалкова Е.А.; заявитель и патентообладатель ФГОУ ВО "Вологодская государственная молочнохозяйственная академия имени Н.В.Вережцагина"; заявл.06.04.2015; опубл.10.07.2016.

Конструкция кристаллизатора КР.0005, изготовленного на «ВМЗ» ОП ООО «НПО Машиностроения «СВАРОГ», соответствует общим требованиям безопасности по ГОСТ 12.2.003-91.2.3.2.

При испытаниях опытного образца кристаллизатора-выпаривателя с воздушным и водяным охлаждением и подогревом вместимостью 5 л в экспериментальном цехе ОАО «ВМЗ» получены значения технико-эксплуатационных параметров (таблица 1).

Таблица 1- Технико-эксплуатационные параметры кристаллизатора КР.0005

Наименование показателей	Фактические значения
1. Габаритные размеры:	
Высота	973 мм
Ширина	425 мм
2. Диаметр колонки	140 мм
3. Диаметр отверстий барботера	3 мм
4. Количество отверстий в барботере	102
5. Диаметр патрубка для отвода кристаллизата	21 мм
6. Диаметр патрубков для подачи и отвода водяного теплоносителя	21 мм
7. Диаметр патрубков для подачи воздуха	21 мм

Настоящий акт составлен комиссией в следующем составе:

Руководитель

«Вологодский машиностроительный завод»
 ОП ООО «НПО Машиностроения «СВАРОГ» _____ /А.В. Карулин/
 (подпись)

Главный конструктор

«Вологодский машиностроительный завод»
 ОП ООО «НПО Машиностроения «СВАРОГ» _____ /Гурняк А.Н./
 (подпись)

Профессор кафедры технологического
 оборудования ВГМХА имени
 Н.В. Верещагина, д.т.н.

_____ /Фиалкова Е.А./
 (подпись)

Аспирант кафедры технологического
 оборудования ВГМХА имени
 Н.В. Верещагина

_____ /Славоросова Е.В./
 (подпись)

**Приложение Г
(обязательное)**

Пример расчета изменения физико-химических параметров в процессе циклической кристаллизации на основе разработанной математической модели

Таблица Г.1

Время, мин	0	0,01666667	0,0333333	0,05	0,0666667	0,0833333	0,1
Время, сек	1	1	1	1	1	1	1
Содержание сухих веществ, %	55	55,0008694	55,00261	55,00521	55,00867	55,01299	55,01816
Температура кристаллизата начальная, °С	68	67,9379284	67,87595	67,81406	67,75226	67,69055	67,62892
Объемный расход воздуха, м ³ /с	0,000016	0,000016	0,000016	0,000016	0,000016	0,000016	0,000016
Плотность кристаллизата, кг/м ³	1190,717	1190,81203	1190,909	1191,008	1191,108	1191,21	1191,314
Объем кристаллизата, м ³	0,00013	0,00013016	0,00013	0,00013	0,00013	0,00013	0,00013
Масса кристаллизата, кг	0,155	0,15499755	0,154993	0,154985	0,154976	0,154963	0,154949
Масса сухих веществ, кг	0,08525	0,08525	0,08525	0,08525	0,08525	0,08525	0,08525
Влажность воздуха на выходе из кристаллизата, кг/кг	0,171042	0,17054391	0,170048	0,169554	0,169062	0,168572	0,168085
Унос влаги воздухом, кг	2,45E-06	4,8919E-06	7,33E-06	9,75E-06	1,22E-05	1,46E-05	1,7E-05
Объем выпаренной влаги, м ³	2,45E-09	4,8919E-09	7,33E-09	9,75E-09	1,22E-08	1,46E-08	1,7E-08
Масса сухих веществ конечная, кг	0,08525	0,08525	0,08525	0,08525	0,08525	0,08525	0,08525
Масса воды начальная, кг	0,06975	0,06974755	0,069743	0,069735	0,069726	0,069713	0,069699
Масса воды конечная, кг	0,069748	0,06974266	0,069735	0,069726	0,069713	0,069699	0,069682
Общая масса кристаллизата, кг	0,154998	0,15499266	0,154985	0,154976	0,154963	0,154949	0,154932
Сухие вещества на выходе, %	55,00087	55,0026053	55,00521	55,00867	55,01299	55,01816	55,02419
Кинематическая вязкость кристаллизата, м ² /с	1,54E-05	1,5377E-05	1,54E-05	1,54E-05	1,55E-05	1,55E-05	1,55E-05
Динамическая вязкость кристаллизата, Па·с	0,018283	0,01831147	0,018342	0,018375	0,01841	0,018447	0,018486
Критерий Рейнольдса для теплоносителя	2164,706	2164,70588	2164,706	2164,706	2164,706	2164,706	2164,706
Критерий Прандтля для теплоносителя	13,05082	13,0508167	13,05082	13,05082	13,05082	13,05082	13,05082
Температура стенки, °С	36,5	36,4689642	36,43797	36,40703	36,37613	36,34527	36,31446
Плотность воды при температуре стенки, кг/м ³	993,2482	993,25842	993,2687	993,2789	993,2891	993,2993	993,3094
Кинематическая вязкость воды при температуре стенки, м ² /с	7,05E-07	7,0553E-07	7,06E-07	7,06E-07	7,07E-07	7,07E-07	7,08E-07
Динамическая вязкость воды при температуре стенки, Па·с	0,0007	0,00070077	0,000701	0,000702	0,000702	0,000703	0,000703
Теплопроводность воды при температуре стенки, Вт/(м·К)	0,628928	0,62887256	0,628818	0,628763	0,628708	0,628653	0,628599
Критерий Прандтля при температуре стенки	4,710273	4,71362071	4,716967	4,720312	4,723655	4,726997	4,730338

Продолжение таблицы Г1

Критерий Нуссельта для воды	38,46158	38,4547462	38,44792	38,44111	38,43431	38,42751	38,42073
Коэффициент теплоотдачи для воды, Вт/(м ² ·К)	575,8785	575,776227	575,6741	575,5721	575,4702	575,3685	575,2668
Критерий Рейнольдса для кристаллизата	2097,143	2093,99648	2090,64	2087,075	2083,304	2079,33	2075,152
Критерий Прандтля для кристаллизата	100,2492	100,407877	100,5773	100,7574	100,9483	101,1499	101,3624
Плотность кристаллизата при температуре стенки, кг/м ³	1238,175	1238,22479	1238,278	1238,335	1238,395	1238,459	1238,526
Кинематическая вязкость кристаллизата при температуре стенки, м ² /с	3,12E-05	3,1216E-05	3,12E-05	3,13E-05	3,13E-05	3,13E-05	3,14E-05
Критерий Прандтля для кристаллизата при температуре стенки	211,7681	211,942812	212,1362	212,3483	212,5789	212,8283	213,0962
Динамическая вязкость кристаллизата при температуре стенки, Па·с	0,03862	0,03865218	0,038687	0,038726	0,038768	0,038814	0,038863
Критерий Нуссельта для кристаллизата	67,29875	67,3061926	67,31346	67,32056	67,32749	67,33426	67,34085
Коэффициент теплоотдачи от стенки кристаллизату, Вт/(м ² ·К)	288,4232	288,455111	288,4863	288,5167	288,5464	288,5754	288,6036
Коэффициент теплопередачи, Вт/(м ² ·К)	30	30	30	30	30	30	30
Площадь поверхности теплообмена, м ²	0,01256	0,01256	0,01256	0,01256	0,01256	0,01256	0,01256
Температура кристаллизата конечная, °С	67,93793	67,8759487	67,81406	67,75226	67,69055	67,62892	67,56739
Растворимость лактозы, %	42,3281	42,2866466	42,24528	42,20399	42,16278	42,12164	42,08059
Пересыщение, %	12,6719	11,7827705	11,77809	11,77459	11,77226	11,77109	11,77107
Показатель скорости кристаллизации, 1/ч	36,74092	36,5053703	36,27168	36,03982	35,80978	35,58153	35,35506
Показатель скорости кристаллизации, 1/с	0,010206	0,01014038	0,010075	0,010011	0,009947	0,009884	0,009821
Лактозное число (лактоза/воду) в насыщенном растворе, %	75,28316	75,1541525	75,02556	74,89737	74,76958	74,6422	74,51521
Лактоза, кг	0,067859	0,06770235	0,067547	0,067394	0,067242	0,067092	0,066943
Вода, кг	0,06975	0,06974755	0,069743	0,069735	0,069726	0,069713	0,069699
Белок, кг	0,011253	0,011253	0,011253	0,011253	0,011253	0,011253	0,011253
Зола, кг	0,003154	0,00315425	0,003154	0,003154	0,003154	0,003154	0,003154
Масса сухих веществ, кг	0,08525	0,08525	0,08525	0,08525	0,08525	0,08525	0,08525
Лактозное число в нашем кристаллизате, %	97,28889	97,0677121	96,85229	96,64253	96,43832	96,23958	96,04621
Пересыщение в нашем кристаллизате, %	22,00573	21,9135596	21,82674	21,74516	21,66874	21,59738	21,531
Изменение концентрации за интервал, кг/100кг воды	0,224586	0,22221184	0,219915	0,217692	0,215542	0,213463	0,211453
Выкристаллизованная лактоза за интервал, кг/кг нашу воду	0,000157	0,00015499	0,000153	0,000152	0,00015	0,000149	0,000147
Осталось растворенной лактозы, кг	0,067702	0,06754736	0,067394	0,067242	0,067092	0,066943	0,066796
Сухие вещества по рефрактометру, %	54,06942	54,0233651	53,97858	53,93504	53,89274	53,85166	53,81179

Постоянные параметры при расчетах: температура воздуха 20 °С; влажность воздуха на входе в кристаллизат 0,01792 кг/кг; плотность воздуха 1,2 кг/м³; удельная теплота парообразования 2380000 Дж/кг; удельная теплоемкость воздуха 1010 Дж/(кг·К); теплопроводность кристаллизата 0,6 Вт/(м·К); удельная теплоемкость кристаллизата 3290 Дж/(кг·К); температура холодной воды 5 °С; плотность холодной воды 1000 кг/м³; динамическая вязкость воды 0,0017 Па·с; кинематическая вязкость воды 1,7E-06 м²/с; теплопроводность воды 0,551 Вт/(м·К); удельная теплоемкость воды 4230 Дж/(кг·К); скорость потока воды 0,1 м/с; эквивалентный диаметр канала рубашки 0,0368 м; длина канала для теплоносителя 6 м; внутренний диаметр аппарата 0,14 м; скорость кристаллизата 0,23 м/с; высота аппарата 0,514 м; состав сыворотки в 100 г: лактоза 79,6 г, белок 13,2 г, зола 3,7 г, вода 3,5 г; вода добавленная 78,3 г; всего воды 81,8 г; лактозное число 0,973105

**Приложение Д
(рекомендуемое)**

**Акт о внедрении предприятием АО «УОМЗ» ВГМХА им. Н.В. Верещагина
результатов диссертационной работы**

**Акционерное общество
«Учебно-опытный молочный завод»
Вологодской государственной
молочнохозяйственной академии
имени Н.В. Верещагина»
(АО «Учебно-опытный молочный завод»
ВГМХА им. Н.В. Верещагина)**

160555, г. Вологда, с. Молочное
Вологодского района, ул. Панкратова, д. 15
тел/факс – (8172)-76-41-30, 76-41-34,

E-mail: uomz@vologda.ru
http: www.moloko.vologda.ru

ОКПО 00482660, ОГРН 1123525008375,
ИНН / КПП 3525279862 / 352501001

№

На №от _____

УТВЕРЖДАЮ

Исполнительный директор
АО «УОМЗ» ВГМХА им. Н.В.
Верещагина

_____ Григорьев Ю.А.

« ____ » _____ 202г.

АКТ

О внедрении предприятием АО «УОМЗ» ВГМХА им. Н.В. Верещагина результатов
диссертационной работы
Славоросовой Елены Викторовны
на тему: «Разработка кристаллизатора-выпаривателя для переработки НФ - концентрата
молочной сыворотки»

Комиссия в составе: исполнительного директора АО «УОМЗ» ВГМХА Григорьева Ю.А., заместителя директора по качеству АО «УОМЗ» ВГМХА Ожигановой Е.В., главного механика АО «УОМЗ» ВГМХА Осетрова А.А., начальника производства ОАО «УОМЗ» ВГМХА Кузнецовой Ж.Ю., заведующего кафедрой технологического оборудования Вологодской ГМХА имени Н.В. Верещагина доцента Виноградовой Ю.В.; профессора кафедры технологического оборудования Вологодской ГМХА имени Н.В. Верещагина Фиалковой Е.А. составила настоящий акт о том, что результаты диссертационной работы Славоросовой Елены Викторовны на тему: «Разработка кристаллизатора-выпаривателя для переработки НФ – концентрата молочной сыворотки», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук, были использованы при пробной выработке частично делактозированной деминерализованной сыворотки и молочного сахара.

14-15-го января 2020 года в экспериментальном цехе АО «УОМЗ» ВГМХА им. Н.В. Верещагина проведена производственная проверка опытного образца кристаллизатора-выпаривателя с воздушным и водяным охлаждением и подогревом КР.0005.

По результатам производственной проверки опытного образца кристаллизатора-выпаривателя с воздушным и водяным охлаждением и подогревом КР.0005 комиссия отметила следующее: включение кристаллизатора-выпаривателя с воздушным и водяным охлаждением и подогревом в линию производства лактозы из творожной сыворотки позволяет одновременно производить частично делактозированную деминерализованную творожную сыворотку, которая является ценным пищевым продуктом приближающимся

по своему составу к молоку; такая линия позволяет исключить из производства дорогостоящий энергоемкий вакуум-выпарной аппарат большой производительности, а, следовательно, открывает возможность переработки творожной сыворотки на малых молочных предприятиях и решает вопрос её утилизации; расчет энергетической эффективности показал, что использование кристаллизатора-выпаривателя позволяет сократить энергозатраты на выработку частично делактозированной деминерализованной сыворотки в 2,8 раза по сравнению с известным способом её производства. Замена молока на частично делактозированную деминерализованную сыворотку сокращает затраты в 20 раз и экономит для предприятия 84,3 тыс. руб., исключая при этом необходимость утилизации сыворотки.

На основании результатов производственных испытаний комиссия считает предложенный опытный образец кристаллизатора-выпаривателя с воздушным и водяным охлаждением и подогревом КР.0005 принятым и рекомендует для применения в производстве.

Председатель комиссии:

Исполнительный директор
АО «Учебно-опытный молочный завод»
ВГМХА им. Н.В. Верещагина



Григорьев Ю.А.
(подпись)

Члены комиссии:

Заместитель генерального директора
по качеству АО «Учебно-опытный молочный завод»
ВГМХА им. Н.В. Верещагина



Ожиганова Е.В.
(подпись)

Начальник производства
АО «Учебно-опытный молочный завод»
ВГМХА им. Н.В. Верещагина



Кузнецова Ж.Ю.
(подпись)

Главный инженер
АО «Учебно-опытный молочный завод»
ВГМХА им. Н.В. Верещагина



Осетров А.А.
(подпись)

Заведующий кафедрой технологического оборудования
Вологодской ГМХА имени Н.В. Верещагина



Виноградова Ю.В.
(подпись)

Профессор кафедры технологического оборудования
Вологодской ГМХА имени Н.В. Верещагина



Фиалкова Е.А.
(подпись)

Аспирант кафедры технологического оборудования
Вологодской ГМХА имени Н.В. Верещагина



Славоросова Е.В.
(подпись)

**Приложение Е
(рекомендуемое)**

Протокол производственной проверки опытного образца кристаллизатора-выпаривателя с воздушным и водяным охлаждением и подогревом

Акционерное общество
«Учебно-опытный молочный завод»
Вологодской государственной
молочнохозяйственной академии
имени Н.В. Верещагина»
(АО «Учебно-опытный молочный завод»
ВГМХА им. Н.В. Верещагина)
160555, г. Вологда, с. Молочное
Вологодского района, ул. Панкратова, д. 15
тел/факс – (8172)-76-41-30, 76-41-34,
E-mail: uomz@vologda.ru
http: www.moloko.vologda.ru
ОКПО 00482660, ОГРН 1123525008375,
ИНН / КПП 3525279862 / 352501001

№

На №от _____

УТВЕРЖДАЮ

Исполнительный директор
АО «Учебно-опытный молочный
завод» ВГМХА им. Н.В. Верещагина
Григорьев Ю.А.



2020г.

ПРОТОКОЛ

производственной проверки

**опытного образца кристаллизатора-выпаривателя с воздушным и
водяным охлаждением и подогревом**

Комиссия в составе: исполнительного директора АО «Учебно-опытный молочный завод» ВГМХА им. Н.В. Верещагина Григорьева Ю.А., заместителя генерального директора по качеству АО «Учебно-опытный молочный завод» ВГМХА им. Н.В. Верещагина Ожигановой Е.В., главного инженера АО «Учебно-опытный молочный завод» ВГМХА им. Н.В. Верещагина Осетрова А.А., начальника производства АО «Учебно-опытный молочный завод» ВГМХА им. Н.В. Верещагина Кузнецовой Ж.Ю., заведующего кафедрой технологического оборудования Вологодской ГМХА имени Н.В. Верещагина доцента Виноградовой Ю.В.; профессора кафедры технологического оборудования Вологодской ГМХА имени Н.В. Верещагина Фиалковой Е.А. в период с 14 по 15-е января 2020 г. провела производственную проверку опытного образца кристаллизатора-выпаривателя с воздушным и водяным охлаждением и подогревом КР.002.

В результате испытаний комиссия установила следующее:

В состав установки КР.0005 входят:

1. Кристаллизатор КР.0005
2. Компрессор FIAC 24-2.

Технологический процесс осуществляли следующим образом:

Творожную сыворотку с массовой долей сухих веществ 6 % в количестве 100 кг очищали от жира и белка на сепараторе, производили пастеризацию при 75°C в течение 20с, после чего охлаждали до температуры 40°C и концентрировали при данной температуре на нанофильтрационной установке фирмы ТИА до массовой доли сухих веществ 15%, проводили непрерывную диафильтрацию на нанофильтрационной установке, при которой удельная скорость фильтрации составляла 20л·м²/ч, а количество затраченной деионизированной воды составило 20л. После диафильтрации продолжили концентрирование на нанофильтрационной установке до массовой доли сухих веществ 27,2 %, при этом было получено 22 кг деминерализованного на 48 % концентрата. Молекулярная масса отсечки использованной нанофильтрационной мембраны составляла 200 Да, давление в мембранном модуле поддерживалось постоянным и составляло 2,5 МПа. Полученный концентрат в количестве 5 кг подавался в кристаллизатор-выпариватель. В рубашку колонки кристаллизатора подавалась горячая вода с температурой 70°C, одновременно в продукт барботировался воздух с температурой 20°C с помощью компрессора FIAC 24-2. При этом происходило выпаривание влаги. Через 6 ч концентрация сыворотки в колонках кристаллизатора-выпаривателя достигла 50 % сухих веществ. Далее сконцентрированная сыворотка подвергалась циклической температурной обработке. Для этого в рубашку колонки подавалась ледяная вода с температурой 1°C, одновременно в продукт барботировался воздух с температурой 20°C в течение часа. Затем, в течение 15 минут, в рубашку колонки снова подавалась горячая вода, а в продукт барботировался воздух. Весь процесс кристаллизации лактозы включал 3-х кратное охлаждение и 2-х кратное нагревание. В результате концентрация сухих веществ составила 45,5%. В течение последующих 4-х часов осуществлялась естественная кристаллизация. По окончании естественной кристаллизации концентрация сухих веществ в кристаллизате снизилась до 41%. Полученный кристаллизат центрифугировался с разделением на кристаллическую лактозу и концентрированную частично делактозированную деминерализованную молочную сыворотку. После высушивания было получено около 0,4 кг молочного сахара и 0,84 кг частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки.

Полученный продукт был проанализирован в лабораториях АО «Учебно-опытный молочный завод» ВГМХА им. Н.В. Верещагина и кафедры технологического оборудования Вологодской ГМХА имени Н.В. Верещагина. Сравнительный состав сухого остатка частично

делактозированной деминерализованной творожной сыворотки представлены в таблице 1

Таблица 1. Сравнительный состав сухого остатка делактозированной деминерализованной творожной сыворотки, %

Наименование показателя	Молоко коровье	Женское молоко	Частично делактозированная деминерализованная сыворотка
Массовая доля белковых веществ, %	26,6	18,2	27,3
Массовая доля казеина, %	21,3	3,6	0,4
Массовая доля сывороточных белков, %	5,3	14,6	26,9
Массовая доля лактозы, %	38,6	49,3	61,3
Массовая доля жира, %	29,2	30	0
Массовая доля золы, %	5,6	2,5	11,4

Полученная сухая частично делактозированная деминерализованная творожная сыворотка по своему составу приближается и к коровьему и к женскому молоку. Поэтому полученный продукт может быть использован на предприятии в производстве традиционных, например, кисломолочных продуктов.

Результаты расчета энергетической эффективности производства деминерализованной делактозированной сыворотки представлены в таблице 2.

Полагая, что сухие вещества в молоке составляют 12,5%, при замене молока частично делактозированной деминерализованной сывороткой, её сухие вещества должны соответствовать молоку. Учитывая, что из 5 кг сгущенной сыворотки получили 0,84 кг сухой частично делактозированной деминерализованной молочной сыворотки с содержанием влаги 4 %, то из неё можно получить 6,72 кг продукта, по составу аналогичного молоку. Тогда из 100 кг сыворотки получим $6,72 \cdot 22 / 5 = 29,6$ кг. Тогда из 10 т сыворотки получится 2,96 т продукта аналогичного молоку. Закупочная стоимость молока для предприятия в среднем 30 тыс. руб. за тонну. Тогда затраты на закупку 2,96 т молока составили бы 88,8 тыс. руб. Энергетические затраты на производство частично делактозированной деминерализованной

сыворотки составляют 4,5 тыс. руб. следовательно, замена молока на частично делактозированную деминерализованную сыворотку сокращает затраты в 20 раз и экономит для предприятия 84,3 тыс. руб., исключая необходимость утилизации сыворотки. Прочие затраты значительно меньше энергетических затрат и их можно не учитывать.

Таблица 2. Сравнительная оценка энергетической эффективности переработки творожной сыворотки

Параметр		Известный способ				Предлагаемый способ	
		Электродиализ Молога-1М	Выпаривание Виганд 2000	Кристаллизация КМСП-72	Нанофильтрация + дианофильтрация ТСВНФ5	Кристаллизация + выпаривание	
Затраты энергии на обработку 1 т сыворотки	Пар, Гкал	-	0,26	-	-	-	
	Вода, м3	-	9	21,6	0,1	-	
	Эл. энергия, кВт·ч	5	1,35	26,4	5,1	54,1	
Стоимость энергозатрат	Пар, руб/Гкал	2000	-	580	-	-	
	Водоснабжение, руб/м3	35	-	346,5	42,35	3,5	
	Водоотведение, руб/ м3	24	-	237,6	29	2,4	
	Эл. энергия, руб/кВт·ч	7,5	1,77	11,1	26,4	38,25	405,75
Всего на 1 т сыворотки, руб			1,77	1175,2	97,75	44,15	405,75
			1274,72			449,9	
Всего на 10 т сыворотки, руб			12745			4499	

По результатам производственной проверки опытного образца кристаллизатора-выпаривателя с воздушным и водяным охлаждением и подогревом КР.0005 комиссия отметила следующее: включение кристаллизатора-выпаривателя с воздушным и водяным охлаждением и подогревом в линию производства лактозы из творожной сыворотки позволяет одновременно производить частично делактозированную деминерализованную творожную сыворотку, которая является ценным пищевым продуктом приближающемуся по своему составу к молоку; такая линия позволяет исключить из производства дорогостоящий энергоемкий вакуум-выпарной аппарат большой производительности, а, следовательно,

открывает возможность переработки творожной сыворотки на молочных предприятиях с малыми объемами сыворотки и решает вопрос её утилизации; расчет энергетической эффективности показал, что использование кристаллизатора-выпаривателя позволяет сократить энергозатраты на выработку частично делактозированной деминерализованной сыворотки в 2,8 раза по сравнению с известным способом её производства.

По результатам производственной проверки комиссия считает предложенный опытный образец кристаллизатора-выпаривателя с воздушным и водяным охлаждением и подогревом КР.0005 принятым и рекомендует к промышленному внедрению.

Председатель комиссии:

Исполнительный директор
АО «Учебно-опытный молочный завод»
ВГМХА им. Н.В. Верещагина



Григорьев Ю.А.

(подпись)

Члены комиссии:

Заместитель генерального директора
по качеству АО «Учебно-опытный молочный завод»
ВГМХА им. Н.В. Верещагина



Ожиганова Е.В.

(подпись)

Начальник производства
АО «Учебно-опытный молочный завод»
ВГМХА им. Н.В. Верещагина



Кузнецова Ж.Ю.

(подпись)

Главный инженер
АО «Учебно-опытный молочный завод»
ВГМХА им. Н.В. Верещагина



Осетров А.А.

(подпись)

Заведующий кафедрой технологического оборудования
Вологодской ГМХА имени Н.В. Верещагина



Виноградова Ю.В.

(подпись)

Профессор кафедры технологического оборудования
Вологодской ГМХА имени Н.В. Верещагина



Фиалкова Е.А.

(подпись)

Аспирант кафедры технологического оборудования
Вологодской ГМХА имени Н.В. Верещагина



Славоросова Е.В.

(подпись)

**Приложение Ж
(рекомендуемое)**

**Справка о внедрении в учебный процесс ФГБОУ ВО Вологодская ГМХА
результатов диссертационной работы**

Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации
(Минсельхоз России)
федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования «Вологодская государственная
молочнохозяйственная академия
имени Н.В. Верещагина»
ФГБОУ ВО Вологодская ГМХА
160555, г. Вологда, с. Молочное, ул. Шмидта, 2
Тел. (817-2) 525-730, Факс. (817-2) 525-730
E-mail academy@molochnoe.ru, www.molochnoe.ru

04.04.2021 № 01-31/642

На № _____ от _____

УТВЕРЖДАЮ

Ректор ФГБОУ ВО
Вологодская ГМХА
К.Т.Н. Доц. Малков Н.Г.



202__ г.

Справка

Дана Славоросовой Елене Викторовне в том, что результаты диссертационной работы «Разработка кристаллизатора-выпаривателя для переработки НФ-концентрата молочной сыворотки» внедрены в практику деятельности Вологодской государственной молочнохозяйственной академии имени Н.В. Верещагина.

Славоросовой Е.В. разработана математическая модель процесса циклической кристаллизации, зависящая от физико-химических свойств кристаллизата (температура, вязкость, плотность, содержание сухих веществ, растворимость лактозы, пересыщение), расхода воздуха и его термодинамических свойств (температура, теплота парообразования, влагосодержание), от термодинамических свойств теплоносителя; предложена новая установка для переработки НФ-концентрата молочной сыворотки, совмещающая в себе процессы выпаривания и кристаллизации лактозы; разработана методика инженерного расчета новой конструкции установки для кристаллизации лактозы; разработан энергоэффективный способ производства частично делактозированной деминерализованной сыворотки и предложено его аппаратное оформление; разработана методика оптимизации аминокислотного состава комбинированных продуктов на основе метода наименьших квадратов.

Эти разработки в виде методических указаний к лабораторным и практическим работам используются в образовательной и научной деятельности при подготовке специалистов для молочной промышленности направлений подготовки бакалавриата 15.03.02 Технологические машины и оборудование, профиль «Машины и аппараты пищевых производств», 19.03.03 Продукты питания животного происхождения, профиль «Технология молока и молочных продуктов». В частности:

1. При проведении расчетно-практических и лабораторных работ по процессу кристаллизации на специально созданной лабораторной установке.
2. При выполнении курсовых и дипломных проектов по направлению подготовки 15.03.02 Технологические машины и оборудование, профиль «Машины и аппараты пищевых производств».

Проректор по учебной работе Вологодской ГМХА

им. Н.В. Верещагина, д.э.н., доцент



/Медведева Н.А.