УДК 634.18:641.624.6

А.Н. Потапов, В.Н. Иванец

ИНТЕНСИФИКАЦИЯ МАССООБМЕННОГО ПРОЦЕССА В ВИБРАЦИОННОМ ЭКСТРАКТОРЕ

В работе представлены результаты исследований массообмена в экстракторе вибрационного типа. Рассмотрены методики проведения исследований. Проанализированы полученные результаты определения численных значений критерия Био и коэффициента массоотдачи. Даны рекомендации по применению виброэкстракторов для получения экстрактов из растительного сырья.

Массообмен, вибрационный экстрактор, критерий Био, коэффициент массоотдачи.

Введение

Решение многих задач получения продуктов питания, обогащенных биологически активными веществами растительного происхождения, зависит от качества применяемых экстрактов. Вопросы процесса экстрагирования во многом связаны с аппаратурным оформлением процесса. В пищевой промышленности применение экстракторов во многом связано с типом перерабатываемого сырья [1]. При этом практически не учитываются условия осуществления процесса экстрагирования с позиций повышения его интенсивности и эффективности.

Одним из важнейших этапов при изучении процесса экстрагирования в системе твердое тело – жидкость следует считать стадию массоотдачи от поверхности частиц к экстрагирующей жидкости. Коэффициент массоотдачи является комплексной величиной, отражающей влияние ряда факторов на массоперенос в жидкой фазе. В их число входит режим движения, температура процесса, физико-механические характеристики обрабатываемого материала и конструктивные особенности экстракционной установки [2].

Целью исследования массообмена в экстракторе является получение численных значений коэффициента массоотдачи, которые позволяют выделить из общего диффузионного сопротивления массопереносу ту его часть, которая в наибольшей степени зависит от условий протекания процесса и конструктивных особенностей экстракционного оборудования. Исследование зависимости коэффициента массоотдачи от продолжительности процесса дает возможность проанализировать, насколько каждый отдельный элемент аппарата и весь экстрактор в целом обеспечивают условия для его оптимального протекания, оценить влияние конструктивных особенностей установки на интенсивность массоотдачи и определить степень ее совершенства.

Объекты и методы исследований

В качестве объекта исследования нами был выбран вибрационный экстрактор [3].

Экстракционный аппарат (рис. 1) состоит из вертикальной, цилиндрической, пустотелой колонны 1, фланцев для крепления аппарата к вибратору 2 и крышки 3, штуцера для подачи экстрагента 4, установленного с выходом на предпоследний виток рабочего органа 5, и штуцера для выхода экстракта 6, расположенного в нижней части аппарата, спирального рабочего органа 5 с радиально расположенными перегородками 7, имеющими козырек 7а (рис. 2), лотка для отвода отработанного сырья 8, разделителя потока 9. Техническая новизна разработанного нами непрерывнодействующего вертикального вибрационного экстрактора заключается в том, что спиральный рабочий орган выполнен с радиально расположенными перегородками по всей длине его поверхности (см. рис. 2).

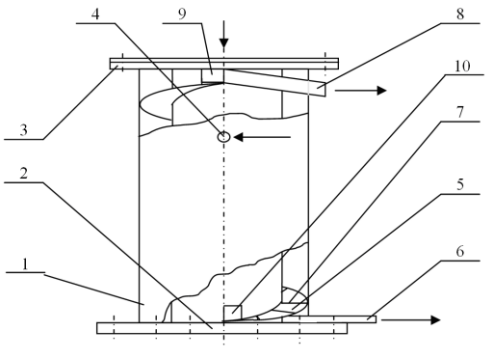

Рис. 1. Экстрактор вибрационный

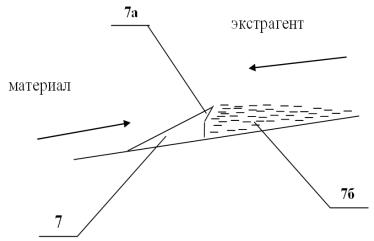

Рис. 2. Перегородка

Аппарат работает следующим образом. При включении вибратора (на рис. 1 не показан) он совершает сложное колебательное движение в двух плоскостях: поступательное в вертикальной и вращательное в горизонтальной. Посредством этих колебаний сырье, дозируемое в центральную колонну 1

сверху, поступает через окно 10 на рабочий орган 5 и движется по нему снизу вверх. Навстречу ему через штуцер 4 противотоком поступает экстрагент. При взаимодействии потоков исходного сырья и экстрагента происходит процесс экстрагирования, который протекает по всей высоте аппарата. При движении экстрагента вниз происходит его частичное задержание и накопление у перегородок 7 рабочего органа 5. Со стороны движения твердой фазы они имеют пологий наклон, что облегчает материалу дальнейшее движение. С противоположенной стороны на перегородках размещены козырьки 7а, способствующие накоплению определенного объема экстрагента. В результате такой конструкции перегородок образуется своего рода микрофонтан экстрагента, способствующий их преодолению твердыми частицами. При этом в каждом из образовавшихся замкнутом объеме 7б между двумя перегородками в течение небольшого промежутка времени наблюдается прямоточное движение взаимодействующих фаз. Это объясняется тем, что частицы материала, движущиеся противотоком, при попадании на один из таких участков первоначально смываются экстрагентом, т.е. происходит совместное движение материала и экстрагента сверху вниз. В дальнейшем в результате накопления частиц твердой фазы у перегородки и вытеснения ими экстрагента они вновь начинают движение вверх по рабочему органу 5, т.е. противотоком.

Противоточная схема движения твердых частиц и экстрагента представляет большие возможности для максимального перехода вещества из одной фазы в другую. В результате проведения таким образом процесса экстрагирования происходит глубокое извлечение целевого компонента при меньших энергозатратах, что объясняется высокими значениями коэффициента массоотдачи.

Оценка эффективности работы экстракционного аппарата новой конструкции осуществлялась путем сравнения значений концентрации растворимых сухих веществ и других компонентов в экстракте, полученном в аппарате, с исходным составом жома рябины. Эксперименты проводились в такой последовательности.

В нижнюю часть экспериментального вибрационного экстрактора подавали с производительностью 1,7 г/с измельченные до 3 мм частицы растительного сырья. При проведении исследований в качестве твердой фазы использовали жом плодов рябины обыкновенной. В качестве экстрагента применяли 30 % водно-спиртовой раствор. Экстрагирование сырья осуществлялось при рациональных параметрах ведения процесса: угол наклона рабочей поверхности α = 2 град, частота вибрации ω = 153,1 1/с, соотношение расхода твердой и жидкой фаз φ = 0,393, температура экстрагирования t = 60 ºС [4].

Сверху, навстречу движущемуся растительному материалу, одновременно поступал в количестве 5 г/с экстрагент (30 % водно-спиртовой раствор [5]) с заданной температурой. Для достижения необходимого времени пребывания материала в аппарате последний переводили в режим рециркуляции. Под ней понимался возврат всего объема твердой фазы с верхнего витка на нижний через канал подачи исходного материала, после чего подача твердой фазы прекращалась. После двукратной рециркуляции, что соответствует требуемому времени пребывания материала в аппарате, полученный экстракт отбирали для определения содержания в нем сухих веществ рефрактометрическим методом [6].

Для количественного определения веществ в рефрактометрии использовался метод градуировочного графика как более быстрый и простой. Суть метода заключается в следующем: измеряли показатели преломления ряда стандартных растворов с известным содержанием анализируемого компонента и вычерчивали график в координатах коэффициент преломления (n) – концентрация (с). Затем измеряли показатель преломления исследуемого раствора и по графику определяли его концентрацию.

Результаты и их обсуждение

Для исследования процесса массообмена в вибрационном экстракторе была применена методика, основанная на интервально-безытерационном методе расчета [1], позволяющая по экспериментальным экстракционным кривым, полученным по высоте аппарата, уравнениям материального баланса, данным об изменении коэффициента диффузии и размеров частиц сырья, соотношению расхода фаз найти значения диффузионного критерия Био на отдельных участках. По его значениям определяется величина коэффициента массоотдачи β из следующего выражения:

$$\beta = \frac{Bi \times D}{R},$$

где Bi – диффузионный критерий Био; D – коэффициент диффузии в порах материала, м^2/с; R – эквивалентный размер частиц, м.

Численные значения коэффициента диффузии и размеров частиц сырья на интервале были получены из предварительных исследований.

Количество чистого экстрагента к концу i-го интервала определяли из выражения:

$$M_i = M_0 + qG,$$

где M_0 – количество чистого экстрагента в целевом продукте, покидающего аппарат; q – значение коэффициента поглощения экстрагента к концу i-го интервала; G – масса навески сырья.

$$M_0 = \frac{100 - C_k^{'}}{100} \times \frac{\alpha}{100} \times G,$$

где $C_k^{'}$ – конечная концентрация веществ, извлекаемых из рябины в отбираемом целевом продукте; α – отбор целевого продукта, равный процентному отношению его массы к массе загружаемого сырья за единицу времени.

Количество экстрагента, содержащегося в порах частиц сырья к концу i-го интервала, рассчитывали по формуле

$$W_i = q_i \times G.$$

Концентрация веществ, извлекаемых из частиц твердой фазы, к условному начальному состоянию составит:

$$\overline{C}_0 = \frac{xG + q_0 G C_0^{'}}{W_0}.$$

Средняя концентрация веществ, извлекаемых из частиц твердой фазы, к концу 1-го интервала:

$$\overline{C}_1 = \frac{xG + (M_1 C_1^{'} - M_0 C_0^{'})}{W_1},$$

где x – массовая доля извлекаемых веществ, содержащихся в частицах твердой фазы.

На последующих интервалах:

$$\overline{C}_i = \frac{W_{i-1}\overline{C}_{i-1} + (M_i C_i^{'} - M_{i-1} C_{i-1}^{'})}{W_i}.$$

Далее определяли избыточную концентрацию извлекаемых веществ в начале и конце расчетного интервала:

$$\varphi_{i-1} = \overline{C}_{i-1} - C_{i-1}^{'};$$
$$\varphi_i = \overline{C}_i - C_i^{'}.$$

Симплекс концентраций на интервале:

$$z_i = \frac{\varphi_i}{\varphi_{i-1}}.$$

Соотношение расхода фаз на интервале составило:

$$\varphi_i = \frac{M_{i-1} - M_i}{W_{i-1} - W_i}.$$

При определении соотношения расхода фаз на первом интервале и количества чистого экстрагента в жидкой фазе в его начале необходимо учесть мгновенно поглощенный экстрагент. Принято, что его поглощение производится мгновенно в момент загрузки материала. Тогда для первого интервала:

$$\varphi_1 = \frac{M_0 + qG + M_1}{W_0 - W_1}.$$

Затем производили расчет значения критерия Фурье, предварительно определив средние значения коэффициента диффузии и эквивалентного размера частиц на интервале:

$$Fo_i = \frac{D_i \times \Delta\tau_i}{R_i}.$$

Диффузионный критерий Био на первом интервале определяли путем итерации уравнения нестационарной диффузии (для формы шара):

$$z = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{6Bi^2}{\mu_n^2(\mu_n^2 + Bi^2 - Bi)} e^{-(\frac{q+s}{q}\mu_n^2 Fo)}.$$

Применение данной зависимости обусловлено меньшими погрешностями по сравнению с расчетами для типовых форм цилиндра и неограниченной пластины.

В последнее выражение подставляли значения критерия F_{0i}, соотношения расхода фаз φ_i и произвольное значение Bi_1 с соответствующими корнями характеристического уравнения μ_n для частиц шарообразной формы [2]. Затем рассчитывали значение симплекса концентрации $z_{расч.}$ И сравнивали его с опытным $z = \varphi_i/\varphi_{i-1}$. Подбор значений критерия Био продолжали до совпадения расчетных и опытных значений. Величина симплекса концентраций находилась в пределах установленной допустимой ошибки (не более 1 %).

Начиная со второго участка, опытные значения симплекса концентраций сравнивали с расчетными, полученными из выражения:

$$z_{iрасч.} = \frac{z_{iрасч.}^{''}}{z_{iрасч.}^{'}},$$

где $z_{i\,расч}^{''}$ – значение симплекса концентраций, рассчитанное при подстановке значений $F_{0i} = \sum_{i=1}^{i-1} F_{0i}$;

$z_{i\,расч}^{'}$ – значение симплекса концентраций, рассчитанное при подстановке значений $F_{0i} = \sum_{i=1}^{i} F_{0i}$.

В обоих случаях использовали одни и те же значения φ_i и Bi_i. Подбор также производили до совпадения расчетного симплекса концентраций со значениями, полученными для интервала экспериментально.

Значения коэффициента массоотдачи на участках определяли из выражения:

$$\beta_i = \frac{Bi_i \times D_i}{R_i}.$$

В результате расчета значений диффузионного коэффициента Био и коэффициента массоотдачи представляется возможным оценить условия осуществления массообмена на отдельных участках экстракционной установки, а также выделить стадию, которая лимитирует экстракционный процесс.

Определение значения диффузионного критерия Био и расчет коэффициентов массоотдачи производили в такой последовательности. Экстракционный аппарат делили по высоте на ряд участков, каждому из которых соответствует расчетный временной интервал (время пребывания материала на участке).

Обычно это 10–20 участков [2], для которых значения кинетических коэффициентов D и β, соотношение расхода фаз, эквивалентный размер частиц сырья и свойства взаимодействующих фаз остаются постоянными величинами.

С учетом процессов поглощения экстрагента и набухания сырья необходимое время пребывания последнего в аппарате должно быть 50÷60 мин. Время пребывания материала в аппарате, который содержит 7 витков, 17–18 мин. Следовательно, аппарат должен состоять не менее чем из 21 витка. Тогда мы получаем 21 участок. Подачу сырья в количестве 1,7 г/с и экстрагента 5 г/с начинали сразу после включения привода вибрационного экстрактора. После вывода аппарата на стационарный режим подачу твердой фазы прекращали и выключали привод. Затем производили отбор проб (первые 7 участков) и переводили аппарат в условие режима рециркуляции. После включения аппарата вновь возобновляли подачу экстрагента. По истечении 17,5 мин (время прохождения твердой фазой 7 витков аппарата) аппарат вновь выключали и производили отбор проб с каждого из 7 витков (8–14 участков) аппарата. Затем после полного цикла рециркуляции материала отбор проб повторяли еще один раз. При этом если значения концентрации без рециркуляции, т.е. на каждом из 7 витков аппарата (первых 7 участках), составляют C_1, C_2, ... C_i, то при первой рециркуляции они будут равны:

$$C_{1\Sigma i} = C_i + C_{1pi},$$

где C_{1pi} – концентрация экстрагента на участке при первой рециркуляции; i = 1, 2, …, 7.

При второй рециркуляции:

$$C_{2\Sigma i} = C_{1\Sigma i} + C_{2pi},$$

где C_{2pi} – концентрация экстрагента на участке при второй рециркуляции.

По результатам экстрагирования жома растительного сырья в вибрационном экстракторе была построена кривая изменения концентрации экстракта от продолжительности процесса (рис. 3). Данная зависимость аппроксимируется прямой линией, которая показана на рисунке.

Рис. 3. Кривая экстрагирования в вибрационном экстракторе новой конструкции

Значения концентраций извлеченных веществ в жидкой фазе, полученные из аппроксимированных экстракционных кривых, использовали для определения коэффициента массоотдачи.

Как видно из рис. 3, процесс извлечения сухих веществ из жома рябины условно можно разделить на четыре части. В начальный период процесса экстрагирования наблюдается интенсивное извлечение легкодоступных компонентов с поверхности твердой фазы. В течение второго периода процесса (до 20 мин) происходит проникновение экстрагента внутрь частиц и растворение целевых компонентов. После этого наступает третий период извлечения сухих веществ из труднодоступных слоев жома рябины, который продолжается до 40–45 мин. В заключительной части процесса в основном осуществляется извлечение масла из семян рябины. В последующее время движущая сила процесса стремится к нулю и экстрагирование сухих веществ после 40–50 мин практически прекращается.

В результате обработки экстракционной кривой интервально-безытерационным методом были получены численные значения критерия Био Bi и массоотдачи β. На рис. 4 и 5 изображены зависимость значений Bi и изменения значений коэффициента аарсоотдачи β от продолжительности процесса соответственно.

Рис. 4. Зависимость значения критерия Био от продолжительности процесса

Анализ рис. 4 позволяет сделать вывод об особенностях массообмена в вертикальном вибрационном аппарате при экстрагировании жома рябины. Конечные значения диффузионного критерия Био характеризуют соотношение внешнего и внутреннего сопротивления массопереносу.

Характер изменений значений критерия Био свидетельствует о том, что в начальной стадии процесса преобладает смешанно-диффузионная кинетика извлечений биологически активных веществ из жома рябины. В течение остального времени экстрагирования механизм извлечения сухих веществ носит внешнедиффузионный характер. Согласно этому гидродинамические условия проведения процесса оказывают существенное влияние на ход экстрагирования. Таким образом, можно сделать вывод, что практически на всех участках экстракционного аппарата лимитирующей стадией является внешний массообмен. Это свидетельствует об эффективной гидродинамической обстановке в аппарате.

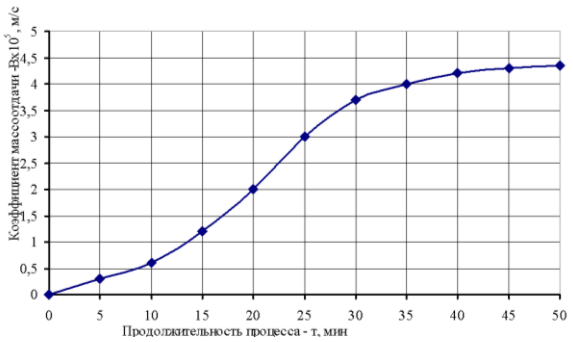

Рис. 5. Изменение значений коэффициента массоотдачи от продолжительности процесса

Характер изменения кривой на рис. 5 можно объяснить следующим образом. На первых участках взаимодействия сырья с экстрагентом происходит поглощение последнего, поэтому здесь коэффициент массоотдачи имеет наименьшее значение. Последующее интенсивное набухание материала также препятствует процессу извлечения сухих веществ. По мере насыщения сырья экстрагентом (водно-спиртовым раствором) величина коэффициента массоотдачи возрастает. Далее он сохраняет высокое значение, это является следствием того, что частицы жома хорошо омываются экстрагентом, имеющим меньшую концентрацию, а значит и вязкость.

В результате экспериментальных исследований был получен экстракт жома красной свежезамороженной рябины. Извлечение целевых компонентов из жома красной рябины в вибрационном экстракторе достигает 93–97 %. Сравнительная характеристика вибрационного экстрактора и ряда серийно выпускаемых аппаратов по некоторым параметрам позволяет сделать вывод, что рассматриваемый противоточный непрерывнодействующий вертикальный вибрационный экстрактор отличается сравнительно небольшой металлоемкостью Me_y = $4{,}6\times10^{-3}$ т×ч/кг и энергозатратами $Э_y$ = 9×10^{-3} кВт×ч/кг, при этом обеспечивая достаточно высокий коэффициент массоотдачи β_{max} = $43{,}5\times10^{-6}$ м/с. Значения коэффициентов массоотдачи в вибрационном экстракторе на порядок выше значений, полученных в известных двухшнековых и секционных массообменных аппаратах, что свидетельствует о его высокой эффективности.

Список литературы

1. Лысянский, В.М. Экстрагирование в пищевой промышленности / В.М. Лысянский, С.М. Гребенюк. – М.: Агропромиздат, 1987. – 188 с.

2. Аксельруд, Г.А. Экстрагирование. Система твердое тело – жидкость / Г.А. Аксельруд, В.М. Лысянский. – М.: Химия, 1974. – 256 с.

3. Патент № 2186606 РФ, МКИ B01D 11/02. Массообменный аппарат / Иванец В.Н., Потапов А.Н., Шушпаников А.Б., Судницын А.В. – Опубл. 10.02.2002, Бюл. № 22.

4. Потапов, А.Н. Применение метода нелинейного программирования для оптимизации экстракционных процессов / А.Н. Потапов, М.Д. Горлов, К.В. Еремеев // Хранение и переработка сельхозсырья. – 2005. – № 4. – С. 20–21.

5. Зологина, В.Г. Экстрагирование биологически активных веществ из рябины обыкновенной / В.Г. Зологина, Т.В. Борисова, Б.Д. Левин // Хранение и переработка сельхозсырья. – 2003. – № 7. – С. 35–37.

6. Сизова, Л.Д. Рефрактометрический метод анализа / Л.Д. Сизова // Методические указания к лабораторным работам. – Кемерово, 1993. – 32 с.

ФГБОУ ВПО «Кемеровский технологический институт пищевой промышленности»,
650056, Россия, г. Кемерово, б-р Строителей, 47.
Тел./факс: (3842) 73-40-40
e-mail: office@kemtipp.ru

SUMMARY

A.N. Potapov, V.N. Ivanets

INTENSIFICATION OF MASS EXCHANGE PROCESS IN VIBRATOR EXTRACTION APPARATUS

The results of mass exchange investigation in vibrator extraction apparatus are given in the article. The investigation techniques are presented. The results of numerical data determination for Bio criterion and mass output coefficient are analyzed. Recommendations for using the vibrator extraction apparatus for obtaining extracts from plant raw material are given.

Mass exchange, vibrator extraction apparatus, Bio criterion, mass output coefficient.

Kemerovo Institute of Food Science and Technology
47, Boulevard Stroiteley, Kemerovo, 650056, Russia
Phone/Fax: +7(3842) 73-40-40
e-mail: office@kemtipp.ru