

ANALIZA WYBRANYCH CZYNNIKÓW TECHNOLOGICZNYCH  
WARUNKUJĄCYCH SKŁAD GRANULOMETRYCZNY GLUKOZY  
KRYSTALICZNEJ

*Sławomir Bakier, Krzysztof Miastkowski*

Zakład Techniki Rolno-Spożywczej, Wydział Mechaniczny, Politechnika Białostocka  
ul. Wiejska 45C, 15-532 Białystok  
e-mail: miodek@pb.edu.pl

**Streszczenie.** W pracy przeprowadzono analizę wpływu czynników technologicznych warunkujących uzyskiwany skład granulometryczny glukozy krystalicznej w procesie jej krystalizacji. Badania zrealizowano na zagęszczonym syropie glukozowym (uzyskanym na bazie enzymatycznego rozkładu skrobi pszennej) pobranym z linii produkcyjnej Przedsiębiorstwa Przemysłu Spożywczego PEPEES S.A. Łomża. Jako podstawowe parametry determinujące przebieg procesu krystalizacji wybrano: ilość szczepu krystalicznego i szybkość chłodzenia. Analizę składu granulometrycznego glukozy prowadzono w oparciu o obrazy kryształów uzyskiwane w warunkach interferometrii birefrakcyjnej. Pomiar dokonywano z zastosowaniem programu do komputerowej analizy obrazów analySIS. Następnie używając programu STATISTCA 8.0 charakteryzowano rozkłady populacji kryształów uzyskiwane w próbkach. Wszystkie badane partie glukozy krystalicznej charakteryzowały się populacjami wykazującymi charakter rozkładu wykładniczego. Wykazano, że w wyniku użycia szczepu krystalicznego na poziomie 6% masy krystalizującej mieszaniny uzyskuje się skład granulometryczny cechujący się najniższą wartością parametru rozkładu wykładniczego  $\lambda = 0,019 \mu\text{m}^{-1}$ , oraz najwyższą średnią wielkością kryształów  $d_{50} = 52,46 \mu\text{m}$ . Stwierdzono również, że populacje kryształów uzyskiwane przy wolnym chłodzeniu istotnie różnią się parametrem  $\lambda$  i medianą kryształów  $d_{50}$  w odniesieniu do próbek krystalizujących przy szybkim chłodzeniu. Uzyskane wyniki pozwalają jednoznacznie stwierdzić, że prowadząc krystalizację w kontrolowanych warunkach istnieje możliwość znaczącej korekty składu granulometrycznego glukozy krystalicznej.

**Słowa kluczowe:** krystalizacja glukozy, skład granulometryczny, glukoza krystaliczna

WYKAZ OZNACZEŃ

$A_p$  – szerokość przedziału w histogramie – zakres zmienności jednej frakcji ( $\mu\text{m}$ );

$C$  – stężenie krystalizującego roztworu, ( $\text{kg}\cdot\text{kg}^{-1}$ );

$C_n$  – stężenie roztworu nasyconego, ( $\text{kg}\cdot\text{kg}^{-1}$ );

$D$  – współczynnik dyfuzji substancji krystalizującej w roztworze, ( $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ );  
 $d_{50}$  – mediana rozkładu, ( $\mu\text{m}$ );  
 $d_{\text{max}}$  – średnica maksymalna (długość maksymalnego odcinka wpisanego w obiekt), ( $\mu\text{m}$ );  
 $k$  – współczynnik przenikania masy, ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ );  
 $N(d_{\text{max}})$  – gęstość rozkładu liczbowego w funkcji maksymalnej średnicy (szt) ;  
 $N_k$  – liczba obiektów (kryształów) analizowanej populacji, (szt);  
 $p$  – komputerowy poziom prawdopodobieństwa;  
 $S$  – przesycenie względne;  
 $SD$  – odchylenie standardowe;  
 $\alpha$  – poziom istotności testów statystycznych;  
 $\delta$  – błąd względny określany jako stosunek odchylenia standardowego  $SD$  do wartości średniej pomiarów (%);  
 $\Delta C = C - C_n$  – całkowita różnica stężeń (przesycenie), ( $\text{kg} \cdot \text{kg}^{-1}$ );  
 $\delta_d$  – grubość warstwy dyfuzyjnej, (mm);  
 $\lambda$  – współczynnik rozkładu wykładniczego, ( $\mu\text{m}^{-1}$ ).

## WSTĘP

Glukoza krystaliczna jest szeroko stosowana w wielu gałęziach przemysłu. Wykorzystywana jest jako produkt gotowy lub substrat do produkcji licznych związków organicznych. Znajduje zastosowanie w piekarnictwie, przetwórstwie mięsnym, owocowo-warzywnym, browarnictwie, winiarstwie. W przemyśle chemicznym glukoza stanowi substrat do produkcji alkoholi, kwasów i wielu innych związków chemicznych, dodawana jest też przy produkcji niektórych gatunków papieru (Bogoczek 1992). W przemyśle tworzyw sztucznych stanowi półprodukt do produkcji plastyfikatorów oraz żywic epoksydowych (Bogoczek 1992, Boruch 1993). Przemysł farmaceutyczny wykorzystuje glukozę do produkcji m.in. sorbitolu, kremów, olejków, żelów, past i wielu innych kosmetyków oraz odżywek i preparatów witaminowych (Boruch 1993).

W Polsce glukoza krystaliczna jest produkowana w procesie krystalizacji z zatężonych syropów glukozowych. Otrzymywane są one na bazie kwasowego lub enzymatycznego rozkładu skrobi pszennej i ziemniaczanej. Właściwości przetwórcze glukozy krystalicznej takie jak: sypkość, higroskopijność, podatność do pylenia i płynność są determinowane jej składem granulometrycznym (Domian 2005). Doniesienia na temat składu granulometrycznego glukozy krystalicznej są bardzo skromne. Glukoza należy do proszków polidispersyjnych, których wielkość cząstek zawiera się w przedziale od kilku do kilkuset  $\mu\text{m}$  (Bakier i in. 2009). W literaturze przedmiotu zwraca się uwagę, że im mniejsze są wymiary cząsteczek proszku polidispersyjnego tym są gorsze jego właściwości przetwórcze (Barsky i Barsky 2004, Hann i Strazisar 2007). Szczególnie kłopotliwe są proszki o wymiarach cząstek poniżej 100  $\mu\text{m}$ . W efekcie skład granulometryczny danego

proszku wpływa na przebieg takich procesów jak: dozowanie, mieszanie, transport (Bakier i Miastkowski. 2009, Domian 2005, Gaida 2006). Problemy związane z przetwarzaniem drobnokrystalicznej glukozy powodują iż szuka się sposobów zwiększenia wielkości kryształów glukozy poprzez wprowadzanie zmian w procesie jej krystalizacji.

Krystalizacja glukozy jest procesem dwustopniowym. Pierwszy stopień obejmuje powstawanie zarodków kryształów z roztworu przesyconego a drugi wzrost kryształów do wymaganych rozmiarów. Do głównych czynników warunkujących oba te etapy należą: stopień przesyconienia, lepkość roztworu, jego gęstość, ilość dodanego zaszczepu, charakter ruchu roztworu podczas krystalizacji (Rojkowski i Synowiec 1991). Analizując czynniki wpływające na proces krystalizacji w praktyce analizuje się czynniki wpływające na wartość współczynnika przenikania masy  $k$  przez warstwę graniczną na ścianie kryształu (Rojkowski i Synowiec 1991). W literaturze przedmiotu zwraca się uwagę iż głównymi czynnikami determinującymi wartość gęstości strumienia masy są: współczynnik dyfuzji substancji krystalizującej  $D$ , całkowita różnica stężeń  $\Delta C$  (przesycenie) oraz grubość warstwy dyfuzyjnej  $\delta_d$  (Lewicki 2005). Różnica stężeń  $\Delta C = C - C_n$  w głównej mierze jest uzależniona od temperatury roztworu. Wraz ze spadkiem temperatury zwiększa się wartość różnicy stężeń (Rojkowski i Synowiec 1991, Stabnikow i in. 1978). Yu i in. (2004) analizowali wpływ wartości przesyconienia na proces krystalizacji węglowodanów. Stwierdzili oni że chłodzenie wolne krystalizującego roztworu jest bardziej korzystne, ponieważ nie występuje przy nim tzw. wtórne zarodkowanie spowodowane zbyt wysoką wartością przesyconienia roztworu, prowadzące do niekontrolowanej krystalizacji i uzyskania produktu drobnokrystalicznego. Do podobnych wniosków doszli również Aider i in. (2007) przy krystalizacji cukru inwertowego z zagęszczonych syropów klonowych. Utrzymanie temperatury cukrzycy w środkowym zakresie strefy metastabilnej zabezpiecza przed wtórnym zarodkowaniem spowodowanym zbyt dużą wartością przesyconienia. Drugim ważnym parametrem wpływającym na proces krystalizacji glukozy (szczególnie w praktyce produkcyjnej) jest ilość zaszczepu. Przy szczepieniu syropu glukozowego cukrzycą z poprzedniej szarży ilość zaszczepu nie powinna być mniejsza niż 15% ciężaru syropu glukozowego. Jeśli szczepi się syrop glukozowy glukozą krystaliczną ilość zaszczepu może być mniejsza (Nowotny 1972). Badania prowadzone nad wpływem szczepienia na krystalizację glukozy w miodach pokazują że szczepienie pozwala na wyeliminowanie niekorzystnego zjawiska samoistnego powstawania zarodków kryształów pod wpływem wysokiej wartości przesyconienia. Dzięki szczepieniu uzyskuje się kontrolę nad inicjacją procesu oraz ilością powstających zarodków krystalicznych. Optymalna ilość zaszczepu w przypadku krystalizacji glukozy w miodzie wynosi 10-13% masy krystalizującego produktu (Bakier 2003b, Cavia i in. 2002).

Celem pracy było określenie wpływu wybranych czynników technologicznych: szybkości chłodzenia i ilości zaszczepek krystalicznego na otrzymywany skład granulometryczny glukozy krystalicznej.

#### MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Do badań wykorzystano zatężony syrop glukozowy uzyskany w wyniku rozkładu enzymatycznego skrobi pszennej pobrany bezpośrednio z linii produkcyjnej Przedsiębiorstwa Przemysłu Spożywczego PEPEES SA Łomża. Jako zaszczepek stosowano glukozę krystaliczną będącą produktem finalnym otrzymywanym w tej samej linii technologicznej.

Do charakterystyki składu granulometrycznego glukozy krystalicznej wykorzystano oryginalną metodykę badawczą (Bakier i Miastkowski 2010). Opiera się ona na obserwacji kryształów monohydratu glukozy w warunkach interferometrii birefrakcyjnej w świetle przejściowym spolaryzowanym (Bakier 2004, Pluta 1991). Kryształy glukozy charakteryzują się dwójłomnością optyczną co pozwala na uzyskanie kontrastowych obrazów tych kryształów w postaci świecących obiektów na ciemnym tle (Bakier 2003a, Bakier i Miastkowski 2010, Pluta 1991). Przygotowanie preparatu polegało na umieszczeniu kropli próbki pomiędzy szkiełkami mikroskopowymi. Próbkę otrzymywano poprzez rozproszanie niewielkiej ilości kryształów w cieczy immersyjnej. Jako ciecz immersyjną zastosowano miód. Tak otrzymany preparat umieszczano pomiędzy skrzyżowanymi: polaryzatorem i analizatorem interferometru birefrakcyjnego Biolar PI. Rejestracja obrazów próbek była prowadzona za pomocą cyfrowego rejestratora obrazu Casio QV-2900UX DC6V przy powiększeniu około 200x. Pomiary dokonywane były za pomocą programu do komputerowej analizy obrazu analySIS (SIS 2003). Proces binaryzacji prowadzono na podstawie histogramu jasności. Charakterystykę granulometryczną populacji kryształów w poszczególnych próbkach przedstawiono w postaci rozkładu liczbowego względem parametru maksymalna średnica  $d_{max}$  w programie Statistica 8.0 (STATISTICA 2008). Rozkład sporządzono na bazie populacji składającej się z tysiąca kryształów. W celu wyznaczenia kwantytatywnych parametrów rozkładu zastosowano test Kołmogorowa-Smirnowa, przy poziomie istotności  $\alpha = 0,05$ . Wcześniejsze badania wskazały, iż glukoza krystaliczna charakteryzuje się składem granulometrycznym o postaci wykładniczej (Bakier i Miastkowski 2010). W związku z czym funkcję gęstości rozkładu populacji aproksymowano do postaci (Bakier 2003a):

$$n(d_{max}) = \lambda \cdot N_k \cdot A_p \cdot \exp(-\lambda \cdot d_{max}) \quad (1)$$

W efekcie wyznaczano wartość parametru  $\lambda$ , który w dalszej części badań został użyty jako główny wyróżnik do wyznaczania różnic występujących pomiędzy poszczególnymi populacjami glukozy krystalicznej (Bakier 2004, Bakier i Miastkowski 2010).

Przeprowadzone analizy składały się z badań wstępnych i właściwych. Badania wstępne polegały na analizie przebiegu procesu krystalizacji bezpośrednio na linii technologicznej oraz pomiarów laboratoryjnych. W tym etapie wyznaczano główne czynniki warunkujące skład granulometryczny oraz ich wartość, a także zakres zmienności. Następnie na bazie planu randomizowanego kompletnego opracowano plan eksperymentu określający szczegółowy zakres badań (Kukielka 2000). Efekt tych prac zamieszczono w tabeli 1.

Badania właściwe obejmowały dwa doświadczenia. Pierwsze związane było z określeniem wpływu ilości zaszczepu na skład granulometryczny przy stałej szybkości chłodzenia wynoszącej  $0,7^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$  (próbki nr 1-5, tab. 1). Drugie polegało na wyznaczeniu wpływu szybkości chłodzenia przy optymalnej wartości użytego zaszczepu (próbki 6 i 7).

Syrop glukozowy przed procesem krystalizacji podgrzewano do temperatury powyżej  $60^{\circ}\text{C}$  w celu rozpuszczenia wszystkich

**Tabela 1.** Charakterystyka warunków przeprowadzonych eksperymentów

**Table 1.** Characterisation of conditions of conducted experiments

Próbka nr Sample No.	Zaszczep krystaliczny Crystalline strain (%)	Szybkość chłodzenia Speed of cooling ( $^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ )
1	1,5	0,7
2	3	0,7
3	6	0,7
4	9	0,7
5	12	0,7
6	6	0,5
7	6	1,1

pierwotnych zarodków krystalizacji, a następnie ochładzano go do temperatury ok.  $42^{\circ}\text{C}$ . Kolejnym zabiegiem było dokładne wymieszanie zaszczepu w postaci zawiesiny kryształów glukozy rozprowadzonej w niewielkiej ilości szczepionego syropu z cukrzycą. Użycie takiej postaci zaszczepu, zapobiegało zbrylaniu się krystalicznej glukozy i ułatwiało jego rozprowadzenie w całej objętości cukrzycy. Przygotowane próbki umieszczano w termostatowanej komorze cieplarki laboratoryjnej o temperaturze  $42^{\circ}\text{C}$ . Proces chłodzenia z różną prędkością odbywał się dzięki zastosowaniu spirali chłodniczej połączonej z kalorymetrem. Wewnątrz spirali przepływała woda o kontrolowanej temperaturze chłodząca komorę cieplarki. Średni spadek temperatury cieplarki a tym samym i krystalizujących próbek wynosił:  $0,5$ ,  $0,7$  i  $1,1^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ .

Analizę statystyczną wyników badań prowadzono przy użyciu programu Statistica 8. Do sprawdzenia istotności różnic pomiędzy rozkładami populacji kryształów

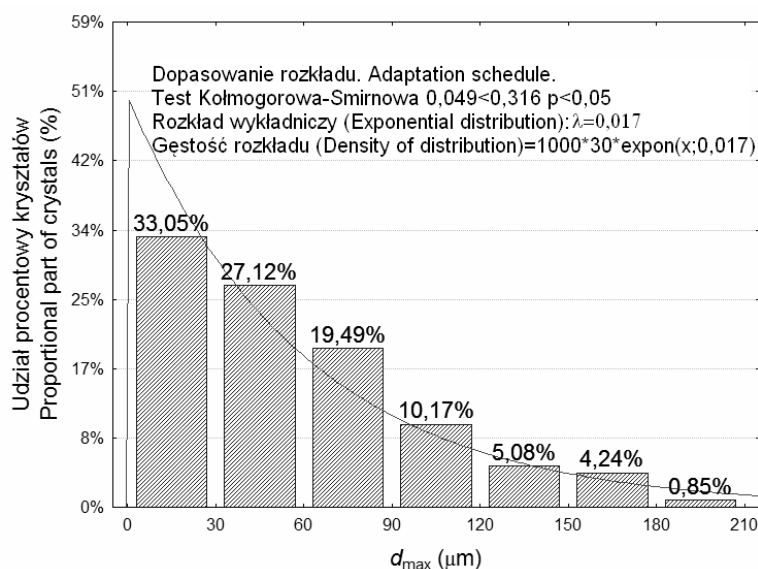
uzyskanych przy krystalizacji poszczególnych próbek zastosowano testy nieparametryczne przy przyjętym poziomie istotności  $\alpha = 0,05$  (Luszkiewicz 2008). Hipotezę zerową stwierdzającą, że próbki pochodzą z tej samej populacji (bądź z populacją z tą samą medianą) weryfikowano przy użyciu testu Kruskala-Wallisa (Kukielka 2000). Test serii Walda-Wolfowitza zastosowano do weryfikacji hipotez że dwie analizowane próbki pochodzą z różnych populacji (Luszkiewicz 2008).

### WYNIKI I DYSKUSJA

Analiza procesu produkcji glukozy krystalicznej przeprowadzona bezpośrednio na linii produkcyjnej PEPEES-u pozwoliła stwierdzić, że do głównych czynników determinujących przebieg procesu krystalizacji glukozy, a tym samym i uzyskiwany skład granulometryczny glukozy, należy szybkość chłodzenia i ilość szczepu krystalicznego. W analizowanym procesie technologicznym wykorzystuje się ilość szczepu wynoszącą około 1,5% masy krystalizującej cukrzycy, zaś szybkość chłodzenia jest warunkowana parametrami wody chłodzącej pobieranej bezpośrednio z ze zbiornika naturalnego. W efekcie granulacja poszczególnych partii produkowanej glukozy różni się między sobą (Bakier i Miastkowski 2010). We wstępnej fazie badań, na bazie dwóch różnych próbek glukozy krystalicznej pobranych z dwóch partii wyprodukowanych w różnych okresach roku, zweryfikowano negatywnie hipotezę zerową, że analizowane czynniki nie wpływają w sposób istotny na skład granulometryczny glukozy krystalicznej. W badaniach wstępnych przeprowadzonych w laboratorium określono również zakres zmienności szybkości chłodzenia i ilości szczepu krystalicznego, które wpływają na uzyskiwany skład granulometryczny. W dalszej części pracy prezentowane są wyniki badań charakteryzujące skład granulometryczny glukozy krystalicznej uzyskiwanej z tego samego surowca przy użyciu pięciu różnych ilości szczepu krystalicznego i trzech szybkości chłodzenia.

Poniżej przedstawiono przekładowe charakterystyki składu granulometrycznego uzyskanych w trakcie badań właściwych próbek glukozy krystalicznej nr 6 (wolne chłodzenie) i 7 (szybkie chłodzenie). Rozkład liczbowy populacji kryształów względem średnicy maksymalnej próbki nr 6 jest przedstawiony na rysunku 1. Frakcję dominującą stanowią kryształy o wymiarach od 0 do 30  $\mu\text{m}$  i stanowią one 33% całej analizowanej populacji. Frakcję o średnicy maksymalnej od 30 do 60  $\mu\text{m}$  tworzy 27% wszystkich analizowanych kryształów. Zaś frakcja kryształów o średnicy od 60 do 150  $\mu\text{m}$  składa się aż z 35% analizowanej populacji. Udział frakcji o wymiarach od 150 do 200  $\mu\text{m}$  wynosi około 5% populacji. Wartość pa-

parametru  $\lambda$  charakteryzującego skład granulometryczny analizowanej próbki wynosi  $\lambda = 0,017 \mu\text{m}^{-1}$ , zaś mediana rozkładu  $d_{50} = 50,14 \mu\text{m}$ .



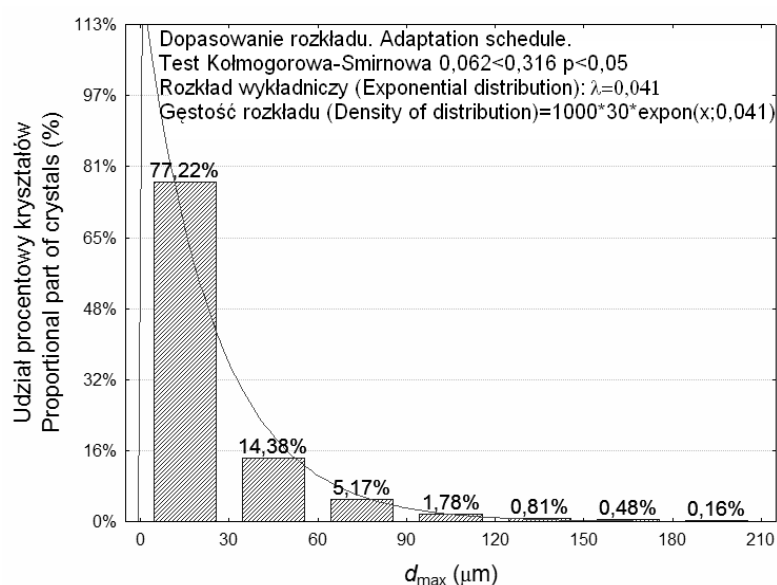
**Rys. 1.** Rozkład liczebności kryształów wg. średnicy maksymalnej glukozy krystalicznej. Próbka 6 (wolne chłodzenie)

**Fig. 1.** Crystal size distribution according to the maximum diameter of crystalline glucose. Sample 6. (slow cooling)

Rozkład liczbowy populacji kryształów względem średnicy maksymalnej próbki nr 7 (szybkie chłodzenie) jest przedstawiony na rysunku 2. Najliczniejszą frakcją stanowią kryształy o średnicy od 0 do 30  $\mu\text{m}$ , znajduje się w nim ponad 77% wszystkich zidentyfikowanych kryształów analizowanej populacji. Obiekty charakteryzujące się średnicą z przedziału 30-60  $\mu\text{m}$  stanowią tylko około 14,4% liczby wszystkich zidentyfikowanych kryształów. Łącznie w zakresie frakcji od 0 do 60  $\mu\text{m}$  znajduje się ponad 91% populacji kryształów analizowanych próbek zaś w przedziałach od 60 do 210  $\mu\text{m}$  około 9%. Wartość parametru  $\lambda$  charakteryzującego skład granulometryczny analizowanej próbki wynosi  $\lambda = 0,041 \mu\text{m}^{-1}$ , mediana rozkładu  $d_{50} = 24,26 \mu\text{m}$ . Partie glukozy, które posiadają wyższą wartość parametru  $\lambda$  charakteryzują się mniejszymi kryształami i bardziej „stromym” rozkładem w stosunku do glukozy posiadającej wyższe wartości tego parametru.

Powyższa analiza pozwala już poprzez bezpośrednie porównanie stwierdzić wyraźną różnicę w składzie granulometrycznym obu próbek. Niemniej poczynione obserwacje zweryfikowano statystycznie poprzez przeprowadzenie testu serii

Walda-Wolfowitza, którego wyniki zamieszczono w tabeli 2. Na podstawie wartości prawdopodobieństwa  $p = 0,001$  przyjęto, że istnieje istotna różnica pomiędzy składem granulometrycznym próbki 6 i próbki 7. Tym samym potwierdzono zależność pomiędzy sposobem chłodzenia a wielkością powstających kryształów podczas krystalizacji syropu glukozowego. Stosowanie wolnego chłodzenia z szybkością  $0,5^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$  powoduje powstawanie kryształów o większych wymiarach  $d_{50} = 50,14 \mu\text{m}$  i niższej wartości współczynnika  $\lambda = 0,017 \mu\text{m}^{-1}$  w porównaniu do próbki nr 7 (szybkie chłodzenie  $1,1^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ )  $d_{50} = 24,26 \mu\text{m}$  i  $\lambda = 0,041 \mu\text{m}^{-1}$ .



**Rys. 2.** Rozkład liczebności kryształów wg średnicy maksymalnej glukozy krystalicznej. Próbka 7 (szybkie chłodzenie)

**Fig. 2.** Crystal size distribution according to the maximum diameter of crystalline glucose. Sample 7. rapid cooling)

**Tabela 2.** Wyniki testu serii Walda-Wolfowitza dla próbek nr 6 i 7

**Table 2.** Results of Wald-Wolfowitz test for samples No. 6 and 7

Wyniki istotne z $p < 0,05$ – Significant results at $p < 0.05$					
Zmienna Variable	N ważnych 6 N Important 6	N ważnych 7 N Important 7	Średnia 6 Average 6	Średnia 7 Average 7	Parametr $p$ Parameter $p$
Próbki 6-7 Sample 6-7	1000	1000	50,14	24,26	0,001



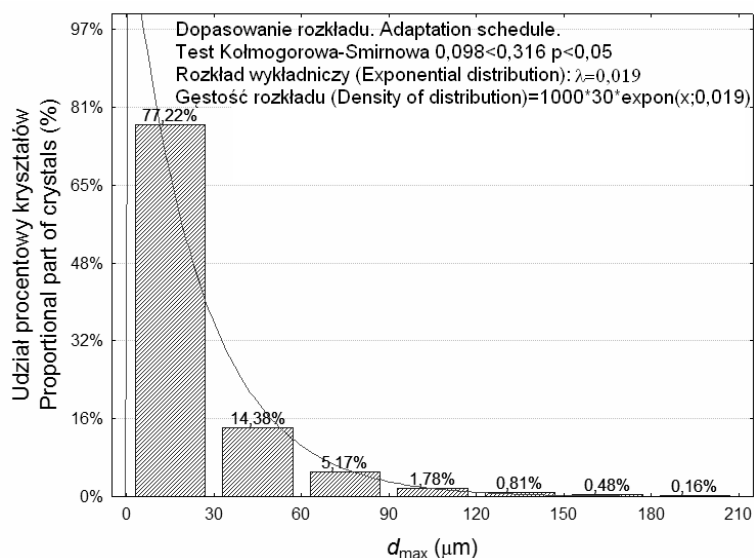
W tabeli 3 przedstawiono wyniki pomiarów zrealizowanych zgodnie z wcześniej przygotowanym planem eksperymentu. Przedstawiają one wartość parametru  $\lambda$  charakteryzującego skład granulometryczny uzyskanych w badaniach populacji kryształów glukozy krystalicznej. Należy podkreślić, że we wszystkich przypadkach wartość błędu względnego wyznaczonej wartości parametru  $\lambda$  nie przekraczała 3%. Uzyskane wyniki jednoznacznie wskazują na istnienie minimum parametru  $\lambda = 0,019 \mu\text{m}^{-1}$  przy masie użytego szczepu wynoszącej 6%. Tym samym można stwierdzić, że jest to wartość szczepu, która pozwala uzyskać skład granulometryczny charakteryzujący się największymi kryształami. Na rysunku 3 przedstawiono rozkład liczbowy populacji kryształów względem średnicy maksymalnej próbki nr 3, dla której uzyskano najniższą wartość parametru  $\lambda$ . Najliczniejsze frakcje kryształów o średnicy od 0 do  $30\mu\text{m}$  oraz od 30 do  $60\mu\text{m}$  stanowią 34,8% i 32% wszystkich analizowanych kryształów tej próbki. Podobnie w przypadku przedziałów od 60 do  $90\mu\text{m}$  oraz od 90 do  $120\mu\text{m}$  liczba obserwowanych kryształów jest zbliżona i wynosi ona odpowiednio 15,8% i 11,4%.

**Tabela 3.** Zestawienie wyników pomiarów parametru  $\lambda$  próbek glukozy krystalicznej.  
**Table 3.** Measurements results of  $\lambda$  parameter of crystalline glucose samples.

Nr. próbki Sample No.	$\lambda \cdot 10^2 (\mu\text{m}^{-1})$					Średnia Average	Odchylenie standardowe Standard deviation	Błąd względny Relative error	Mediana Median
	Nr pomiaru – No. of measurement								
	1	2	3	4	5				
1	2,38	2,37	2,33	2,31	2,34	2,35	0,028	1,22	39,43
2	2,21	2,26	2,25	2,24	2,28	2,25	0,025	1,15	44,39
3	1,9	1,89	1,91	1,87	1,88	1,89	0,016	0,83	52,46
4	2,65	2,59	2,69	2,67	2,66	2,65	0,038	1,42	37,69
5	2,79	2,7	2,73	2,71	2,72	2,73	0,035	1,29	33,25
6	1,71	1,62	1,68	1,65	1,68	1,67	0,034	2,05	50,14
7	4,19	4,12	4,09	4,08	4,13	4,12	0,043	1,09	24,26

Wyniki przeprowadzonego testu statystycznego zamieszczone w tabeli 4 jednoznacznie pokazują, że we wszystkich przypadkach wartość komputerowego

poziomu istotności  $p$  była niższa od wartości poziomu istotności  $\alpha = 0,05$ . Tym samym można przyjąć, że ilość szczepu wpływa w sposób istotny na skład granulometryczny uzyskiwanych populacji kryształów glukozy.



**Rys. 3.** Rozkład liczebności kryształów wg. średnicy maksymalnej glukozy krystalicznej. Próbka 3 (6% szczepu)

**Fig. 3.** Crystal size distribution according to the maximum diameter of crystalline glucose. Sample 3 (6% strain)

**Tabela 4.** Wyniki testu Kruskala-Wallisa dla próbek nr 1,2,3,4,5.

**Table 4.** Results of Kruskal-Wallis test for samples 1,2,3,4,5

Wartość $p \cdot 10^3$ dla porównań wielokrotnych (dwustronnych)					
$p \cdot 10^3$ value for multiple comparisons (bilateral)					
Test Kruskala-Wallisa: $H(4, (N = 5000) = 118,6 p = 0,00$					
Zależna Dependent variable	1 R:825	2 R:725	3 R:528	4 R:658	5 R:456
1		0,516	0,000	0,014	0,000
2	0,516		0,000	0,649	0,000
3	0,000	0,000		0,263	0,356
4	0,014	0,649	0,263		1,210
5	0,000	0,000	0,356	1,210	

## WNIOSKI

1. Na skład granulometryczny glukozy krystalicznej mają wpływ zarówno ilość dodawanego szczepu do krystalizującej cukrzycy, jak również szybkość chłodzenia krystalizującego roztworu.

2. Za optymalną ilość szczepu można uznać masę wynoszącą 6% krystalizującej mieszaniny. Przy takiej ilości szczepu uzyskuje się skład granulometryczny charakteryzujący się najniższą wartością parametru  $\lambda = 0,019 \mu\text{m}^{-1}$  oraz najwyższą medianą rozkładu  $d_{50} = 52,46 \mu\text{m}$ .

3. Stosowanie wolnego chłodzenia powoduje poprawę warunków krystalizacji i powstanie kryształów o większych wymiarach. Populacje kryształów próbek krystalizujących z wolnym chłodzeniem charakteryzują się składem granulometrycznym o znacząco niższej wartości parametru  $\lambda = 0,017 \mu\text{m}^{-1}$  oraz większą medianą rozkładu  $d_{50} = 50,14 \mu\text{m}$  w porównaniu do próbek krystalizujących z szybkim chłodzeniem  $\lambda = 0,041 \mu\text{m}^{-1}$  i  $d_{50} = 24,26 \mu\text{m}$ .

## PIŚMIENNICTWO

- Aider M., de Halleux D., Belkacemi K., 2007. Production of granulated sugar from maple syrup with high content of inverted sugar. *Journal of Food Engineering*, 80, 791-797.
- Bakier S., 2003a. Charakterystyka granulometryczna fazy krystalicznej w miodzie pszczelim. *Inżynieria Rolnicza*, 7, 5-9.
- Bakier S., 2003b. Charakterystyka procesu krystalizacji miodu pszczelego. *Inżynieria Rolnicza*, 8(50), 11-18.
- Bakier S., 2004. Metody stereologiczne w badaniach miodu pszczelego. *LAB 5*, 6-10.
- Bakier S., Miastkowski K., 2010. Analiza składu granulometrycznego glukozy krystalicznej. *Postępy Techniki Przetwórstwa Spożywczego*, 1, 36-40.
- Bakier S., Miastkowski K., 2009. Analiza surowca farmaceutycznego – glukozy krystalicznej dla przedsiębiorstwa Teva Kutno. Fundacja na rzecz rozwoju Politechniki Białostockiej.
- Barsky E., Barsky M., 2004. Master curve of separation processes. *Physical Separation in Science and Engineering* 1(13), 1-13.
- Bogoczek R., *Technologia chemiczna organiczna*. Wydawnictwo Akademii Ekonomicznej we Wrocławiu, Wrocław 1992.
- Boruch M., *Procesy technologii żywności* Politechnika Łódzka, Łódź 1993.
- Cavia M. M., Fernandez-Muino M.A., Gomez-Alonso E., Montez-Perez M.J., Huidobro J.F., Sancho M.T., 2002. Evolution of fructose and glucose in honey over one year, influence of induced granulation. *Food Chemistry*, 78, 157-161.
- Domian E., 2005. Sypkość aglomerowanej modelowej żywności w proszku. *Acta Agrophisica*, 6(3), 605-615;
- Gaida L.B., 2006. Variable hydration of small carbohydrates for predicting equilibrium properties in diluted and concentrated solutions. *Food Chemistry*, 96, 387-401.
- Hann D., Strazisar J., 2007. Influence of particle size distribution, moisture content, and particle shape on the flow properties of bulk solids. *Instrumentation Science and Technology*, 35, 571-584.
- Kukiełka L., 2000. *Podstawy badań inżynierskich*. Politechnika Koszalińska.

- Lewicki P.P., 2005. Inżynieria procesowa i aparatura przemysłu spożywczego. WNT Warszawa .
- Luszkiewicz A., 2008. Statystyka z pakietem komputerowym STATISTICA PL: teoria i zastosowania. Wydawnictwo C.H.Beck Warszawa.
- Nowotny F., 1972. Technologia przetwórstwa ziemniaczanego. WNT Warszawa.
- Pluta M., 1991. Mikrointerferometria w świetle spolaryzowanym. WNT Warszawa
- Rojkowski Z., Synowiec J.. 1991. Krystalizacja i krystalizatory WNT Warszawa
- SIS User's Guide analySIS. Version 3.2. Soft Inaging System GmbH. Germany Munster, 2003.
- Stabnikow W.N., Riedko F.A. , Popow W.D., Lysianskij W.M., 1978. Procesy i aparaty w przemyśle spożywczym. WNT Warszawa.
- STATISTICA System Reference. Version 8. Statsoft Polska Kraków 2008.
- Yu L.X., Lionberger R.A, Raw A.S., 2004. Applications of process analytical technology to crystallization processes. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 56, 349-349.

## ANALYSIS OF SELECTED TECHNOLOGICAL FACTORS DETERMINING PARTICLE SIZE DISTRIBUTION OF CRYSTALLINE GLUCOSE

*Sławomir Bakier, Krzysztof Miastkowski*

Division of Food Industry Engineering, Białystok University of Technology  
ul. Wiejska 45C, 15-351 Białystok  
e-mail: miodek@pb.edu.pl

**Abstract.** The paper focuses on the analysis of the influence of technological factors that determine the particle size composition of crystalline glucose during its crystallization process. The study was conducted on concentrated glucose syrup (derived on the basis of enzymatic degradation of potato starch) acquired from the production line for the Food Industry Enterprises PEPEES Ltd., Łomża. Two basic parameters determining the crystallisation process were chosen, namely: the amount of crystalline strain and cooling rate of crystallising mixture. The particle size distribution analysis of glucose was carried out using images of crystals obtained in conditions shearing interferometry. Measurements were made using a computer program for image analysis, called analySIS. Subsequently, STATISTICA 8.0 software was applied to examine the population distributions of the crystals obtained in the analysed samples. All the analysed batches of crystalline glucose were characterised by populations showing the nature of exponential distribution. It was shown that the use of crystalline strain at 6% of its crystallising mixture will produce particle size composition characterised by the lowest value of exponential distribution  $\lambda = 0.019$  and the highest average crystal size of  $d_{50} = 52.46 \mu\text{m}$ . It was also found that populations of crystals obtained by slow cooling are markedly different with respect to  $\lambda$  parameter as well as to the maximum crystal diameter  $d_{50}$  in the case of the samples crystallised by rapid cooling. The obtained results make it possible to clearly state that the crystallisation process conducted under controlled conditions offers a possibility of a significant improvement of particle size composition of crystalline glucose.

**Keywords:** glucose crystallisation, particle size composition, crystalline glucose