

BADANIA MODELOWE NAD KRYSTALIZACJĄ SACHAROZY W OBIEGU

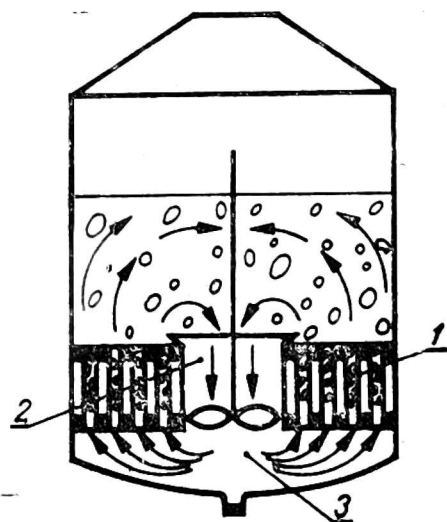
Dietrich Schliephake, Ferdinand Schneider, Harald Petersen

Instytut Technologii Rolnej i Cukrownictwa
Brunszwik, NRF

Ocena zdolności przerobowej warników, zwłaszcza wykorzystania ich pojemności i czasu, natrafia jeszcze dziś na znaczne trudności. Układy, których szybkość krystalizacji zależy w dużej mierze od dyfuzji, są szczególnie uzależnione od naturalnej cyrkulacji spowodowanej pęcherzami pary. Dlatego też interesujące jest pytanie, czy mieszające działanie pęcherzy pary jest dostatecznie wykorzystane i czy nie można go usprawnić drogą zmian konstrukcji warnika.

Drogę ruchu cukrzycy w warnikach z pionowo ustawionymi komorami grzejnymi można podzielić na strefę sedimentacji, strefę cyrkulacji wywołanej przez pęcherze pary wewnątrz i zewnątrz komory grzejnej i ewentualnie strefę cyrkulacji wymuszonej (rys. 1).

W tych strefach ustala się proces przenikania masy, zależny od intensywności mieszania. Schneider, Schliephake i Orłowski [1] wykazali to na przykładzie krystalizacji sacharozy, prowadząc osobne badania w kry-



Rys. 1. Charakterystyczne strefy cyrkulacji w warku

1 — strefa parowania, 2 — strefa sedimentacji,
3 — strefa mieszania mechanicznego

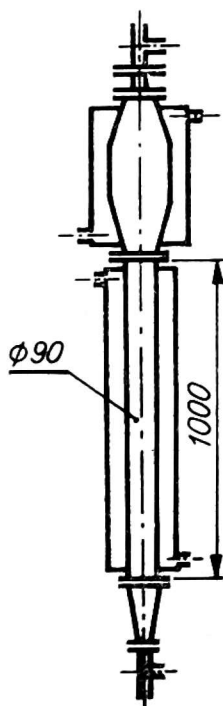
stalizatorze z naturalną sedymentacją i w aparaturze z obiegiem, obejmującej strefę cyrkulacji powodowanej przez pęcherze i strefę sedymentacji. Interpretując otrzymane wyniki zastosowano pojęcie intensywności mieszania. Intensywność mieszania jest to zmodyfikowana liczba Reynoldsa, w której występuje oprócz rozmiarów kryształów lepkość kinematyczna roztworu i prędkość charakteryzująca strefę mieszania. W strefie sedymentacji prędkość ta wynika z prawa Stokesa stosowanego do pojedynczych kryształów, z uwzględnieniem czynnika zespołowego ruchu opadających cząstek. Sformułowanie charakterystycznej prędkości w strefie mieszania przez pęcherze jest możliwe tylko jako opis zewnętrznych parametrów pomiarowych (np. natężenia przepływu gazu) i obserwacji procesu (np. częstość przepływu pęcherzy). Przyczyną tego jest komplikacja wzajemnego ruchu pęcherzy i zawiesiny z jednej strony, a kryształów względem roztworu z drugiej strony. Dochodzi do tego fakt, że warunki ograniczające, np. rozmiary aparatu, mają wpływ na charakterystykę ruchu pęcherzy.

Z tych powodów zdecydowano dane uzyskane w aparaturze obiegowej o stałych rozmiarach rozszerzyć na doświadczenia z aparatem, w którym droga pęcherzy może być zmieniana.

APARATURA DOŚWIADCZALNA

Kryształizator sedymentacyjny

Rys. 2 przedstawia schemat budowy kryształizatora sedymentacyjnego. Kryształy w środkowej części są utrzymywane w zawieszeniu przez ciecz płynącą ku górze. Doświadczenia prowadzono w stałej temperaturze i sta-

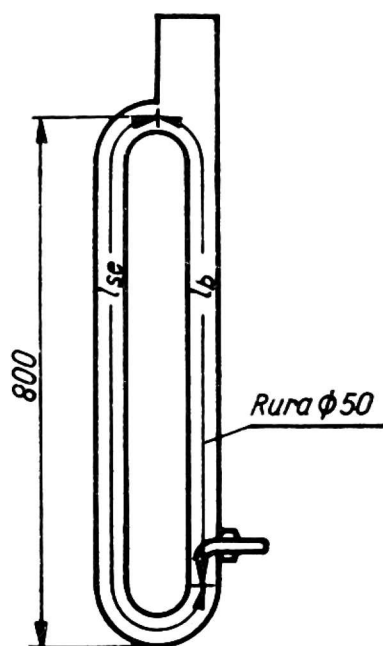


Rys. 2. Kryształizator sedymentacyjny

łym przesyleniu. W nasycalniku, nie przedstawionym na rysunku, roztwór cukru krążący przez aparat jest stale regenerowany i ponownie doprowadzany do krystalizatora.

Krystalizator obiegowy

Na rys. 3 przedstawiono krystalizator obiegowy, który miał pierwotnie wymiary stałe. Ruch pęcherzy pary podtrzymujący cyrkulację symulowano strumieniem powietrza wprowadzanym przez dyszę. Zawartość pary wodnej we wprowadzanym powietrzu utrzymywano na takiej wysokości, aby przedmuchiwanie nie powodowało zmiany stężenia roztworu.



Rys. 3. Krystalizator obiegowy

l_{se} — droga sedimentacji, l_b — droga ruchu pęcherzy

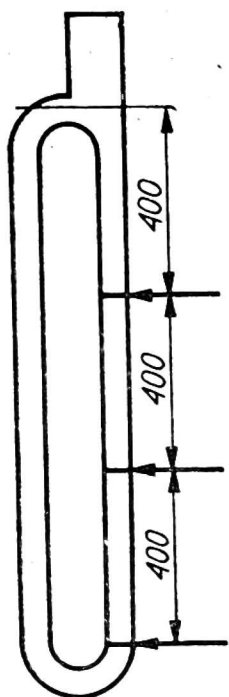
Na rys. 3 przedstawiono również podział drogi obiegu cukrzycy na strefę pęcherzy i na strefę sedimentacji.

Na podstawie oznaczonych w tym aparacie współczynników przeniesienia masy można, wykorzystując analogiczne dane z krystalizatora sedimentacyjnego (które odpowiadają warunkom w strefie sedimentacji), obliczyć współczynniki przenikania masy w strefie pęcherzy.

Analogia między krystalizatorem sedimentacyjnym a strefą sedimentacji

Aby wykazać, że w strefie sedimentacji krystalizatora obiegowego ustalają się te same współczynniki przenikania masy co w krystalizatorze sedimentacyjnym, wykonaliśmy najpierw doświadczenia w aparaturze o stałych rozmiarach.

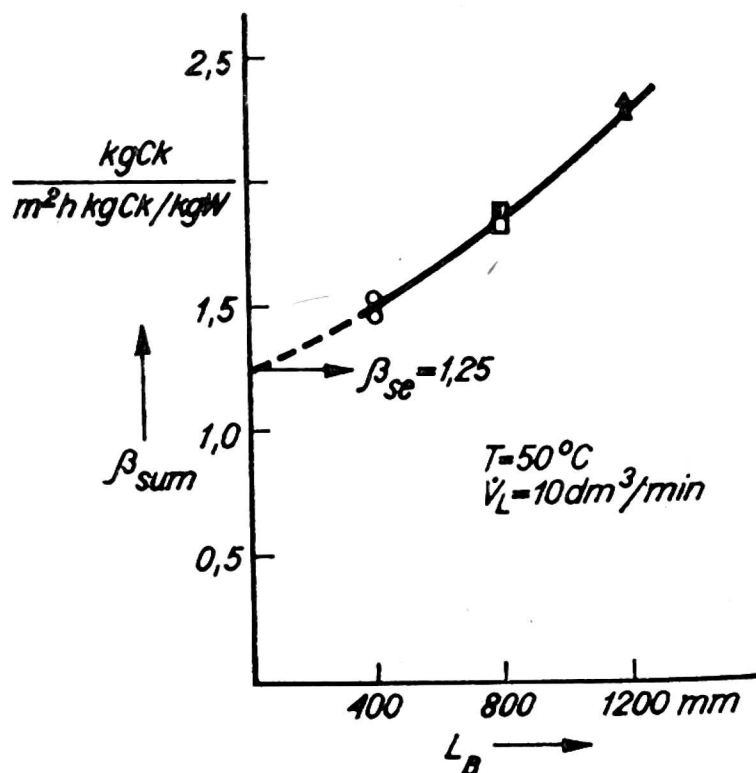
Aparatura przedstawiona na rys. 4 jest tak zbudowana, że powietrze mieszające można wprowadzać w różnych miejscach. Z obniżaniem punktu wprowadzania powietrza zwiększa się długość strefy cyrkulacyjnej



Rys. 4. Krystalizator obiegowy o stałych rozmiarach i zmiennej drodze ruchu pęcherzy

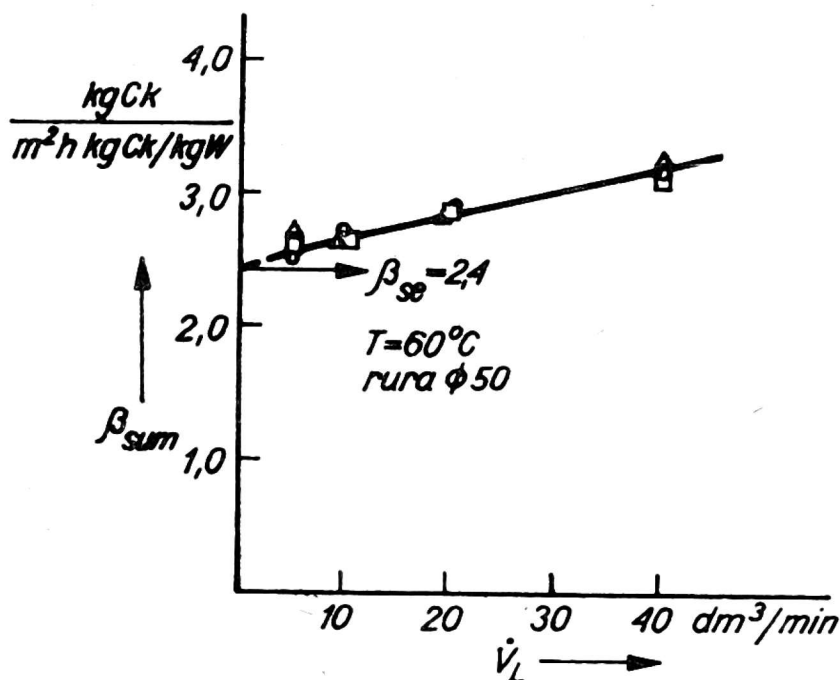
powodowanej przez pęcherze. Równocześnie zmniejsza się stosunek strefy niemieszanej do strefy ruchu pęcherzy.

Sumaryczne współczynniki przenikania masy uzyskane w tej aparaturze przedstawiono na rys. 5 jako funkcję długości drogi pęcherzy. Widoczny jest wzrost ruchu masy ze wzrostem długości strefy pęcherzy. Ekstrapolacja do wartości zerowej długości strefy pęcherzy, tzn. do teoretycznego stanu obiegu bez pęcherzy, daje współczynniki przenikania masy, które są dostatecznie zgodne z wartościami otrzymanymi w krystalizatorze sedimentacyjnym.



Rys. 5. Sumaryczny współczynnik przenikania masy β jako funkcja drogi ruchu pęcherzy

Badano również krystalizację przy niezmięnionej długości drogi pęcherzy, ale przy różnym natężeniu dopływu powietrza; również w tym przypadku ekstrapolacja do natężenia przepływu powietrza równego zero daje współczynnik przenikania masy odpowiadający krystalizatorowi sedymentacyjnemu (rys. 6). Różne wartości bezwzględne ekstrapolowanych współczynników przenikania masy na obu wykresach tłumaczą się różną temperaturą krystalizacji, która w jednym przypadku wynosiła 50°C a w drugim 60°C.



Rys. 6. Sumaryczny współczynnik przenikania masy β jako funkcja natężenia przepływu powietrza

Podane wartości współczynnika przenikania masy β obliczono zakładając stałe wartości współczynników masy i powierzchni $f_M = f_0 = 1$.

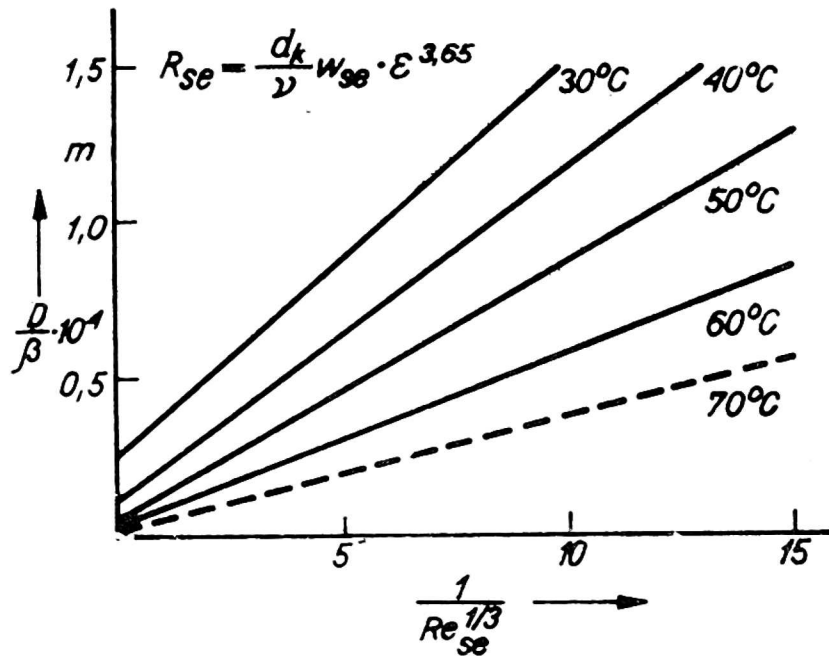
Można więc na tej podstawie twierdzić, że rozdział sumarycznego współczynnika przenikania masy na współczynniki częściowe odpowiadające dwu strefom zgodnie z równaniem (1) jest dopuszczalny, jeżeli w aparaturze obiegowej nie zachodzi zjawisko rozdzielania się faz.

$$\beta_{\text{sum}} = \beta_{\text{se}} \cdot V_{\text{se}}/V_{\text{sum}} + \beta_p \cdot V_p/V_{\text{sum}} \quad (1)$$

ZESTAWIENIE WYNIKÓW

Wyniki interpretowano posługując się modelem opracowanym przez Berthouda, w którym opór przenoszenia masy przedstawia się jako grubość warstwy dyfuzyjnej zależnej od odwrotności kryterium przepływu.

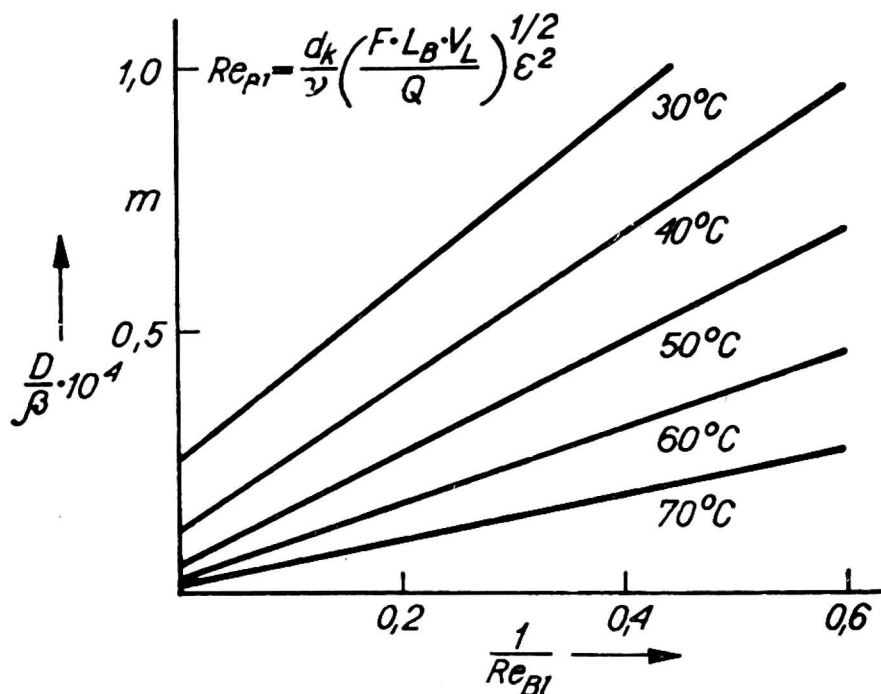
Rysunek 7 przedstawia dotychczasowe wyniki doświadczeń w krystalizatorze sedymentacyjnym. Parametrem jest temperatura. Przez ekstrapolację liczb Reynoldsa do wartości równej nieskończoności otrzy-



Rys. 7. Zmodyfikowana wartość oporu ruchu masy w krystalizatorze sedimentacyjnym w zależności od odwrotności liczby Reynoldsa w różnych temperaturach (dla 70°C ekstrapolacja)

muje się wartość oporu reakcji pomnożoną przez współczynnik dyfuzji D/k . Opór reakcji jest zależny od temperatury zgodnie z równaniem Arrheniusa.

Rysunek 8 przedstawia wyniki dotyczące strefy ruchu pęcherzy. Do wartości zmodyfikowanej liczby Reynoldsa wchodzi, jak poprzednio wspomniano, obok wymiaru kryształów i lepkości kinematycznej również zawartość kryształu i prędkość zastępcza obliczona z częstości uka-



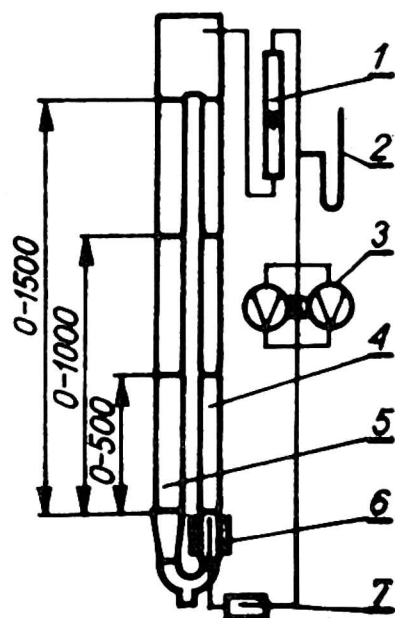
Rys. 8. Opór ruchu masy w strefie ruchu pęcherzy w zależności od odwrotności liczby Reynoldsa w różnych temperaturach

zywiania się pęcherzy, długości drogi pęcherzy i prędkości powietrza na całym przekroju rury. Rozmiary aparatury nie były zmieniane, dlatego też na podstawie otrzymanego równania nie można wysnuć dostatecznych wniosków na temat wpływu długości i średnicy strefy ruchu pęcherzy na przenikanie masy podczas krystalizacji wewnątrz tej strefy.

Krystalizator obiegowy o zmiennych rozmiarach

Opracowano nową aparaturę doświadczalną, która pozwala zmieniać długość strefy ruchu pęcherzy w granicach 0—500, 0—1000, 0—1500 mm dla dwóch średnic rury: 50 i 100 mm.

Rysunek 9 przedstawia schematycznie budowę tej aparatury, której zasadniczymi częściami są dwa ramiona o średnicy rur 50 i 100 mm. Powietrze mieszające może być wprowadzane do jednej lub do drugiej rury. Przez wstawianie lub wyjmowanie poszczególnych odcinków rur można zmieniać długość drogi pęcherzy. Powietrze mieszające o stałej zawartości pary wodnej krąży w zamkniętym obiegu, w którym znajduje się sprężarka membranowa. Górną granicę dopuszczalnego stosunku sprężania przy izotermicznym sprężaniu wilgotnego powietrza stanowi



Rys. 9. Schemat budowy krystalizatora obiegowego
1 — rotametr, 2 — manometr rurkowy, 3 — sprężarka membranowa, 4 — rura o średnicy 50 mm, 5 — rura o średnicy 100 mm, 6 — wstawka na manometr lub przepływomierz indukcyjny, 7 — powietrznik

stosunek prężności pary wodnej i roztworu sacharozy ($p_2/p_1 = p_w/p_{sac}$). Przekraczanie tych wartości mogłoby prowadzić do częściowej kondensacji wody zawartej w powietrzu mieszającym, co zniekształciłoby wynik doświadczenia.

Powietrze wprowadza się do aparatu przez dyszę o średnicy $d = 3$ mm. Zmiany stężenia roztworu w czasie izotermicznie prowadzonej krystalizacji są kontrolowane za pomocą wbudowanego refraktometru. Do po-

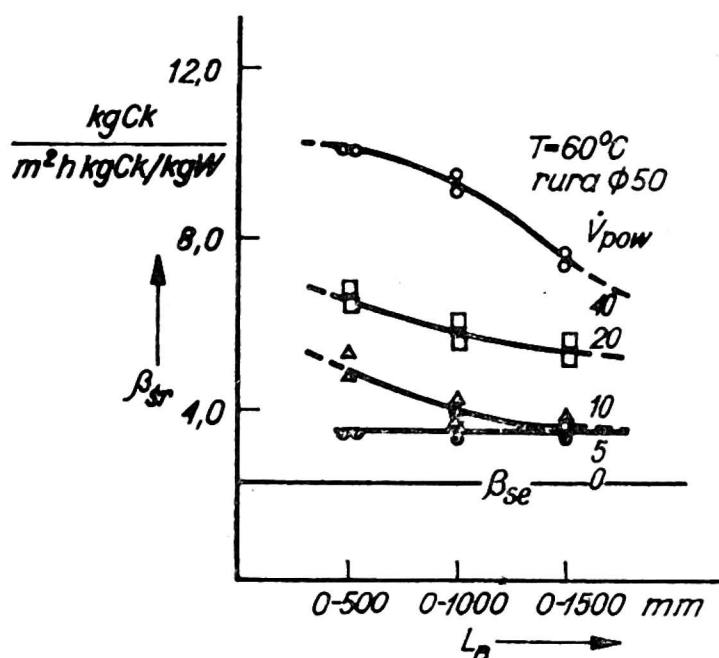
miarów natężenia przepływu możliwe jest wbudowanie w tym samym miejscu przepływomierza indukcyjnego.

W czasie doświadczeń nie zmieniano temperatury $T = 60^{\circ}\text{C}$, początkowej średnicy kryształów $d_k = 0,8\text{--}1,0\text{ mm}$, początkowej zawartości kryształów ($1-\varepsilon = 0,05$) i początkowego przesylenia $y/y_{\text{nas}} = 1,08$.

WYNIKI DOŚWIADCZEŃ

Wyniki doświadczeń uzyskane w strefach ruchu pęcherzy aparatu o zmiennych rozmiarach przedstawiono na rys. 10 i 11.

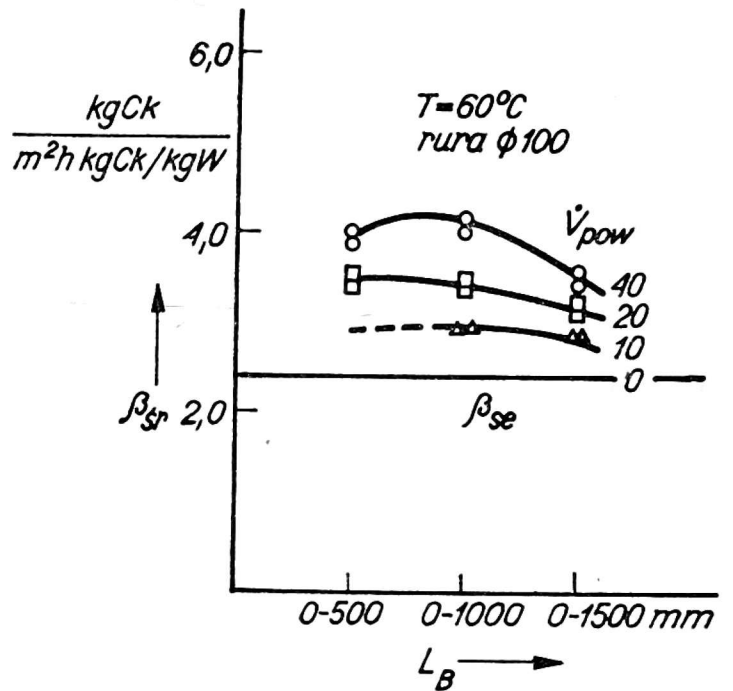
Na rys. 10 przedstawiono, w zależności od długości strefy pęcherzy w rurze 50 mm, przeciętne wartości współczynników przenikania masy wewnątrz strefy ruchu pęcherzy przy różnych natężeniach dopływu powietrza od 5 do 40 l/min. Oprócz tego podano wartości β_{se} współczynnika przenikania masy w strefie sedimentacji. Współczynniki przenikania masy w strefach ruchu pęcherzy rosną znacznie ze wzrostem dopływu powietrza, ale ze wzrostem długości drogi pęcherzy wykazują tendencję malejącą. Jest to szczególnie wyraźne w przypadku silniejszego dopływu powietrza. Wartości współczynników przenikania masy leżą w zakresie $\beta = 3\div 10$.



Rys. 10. Średnie wartości współczynnika przenikania masy β w strefie ruchu pęcherzy rury 50 mm

Gdy rozpatrywać wyniki doświadczenia z rurą 100 mm (rys. 11), uderzają stosunkowo małe współczynniki przenikania masy $\beta = 3\div 4$. Wpływ natężenia dopływu powietrza i długości drogi pęcherzy jest mniej wyraźny.

Przed oceną wyników konieczne są pewne ogólne uwagi. Ze względu na dużą liczbę wpływających czynników i ich znaczne wzajemne sprzężenie, nie jest możliwe zbudowanie precyzyjnego modelu matematycz-

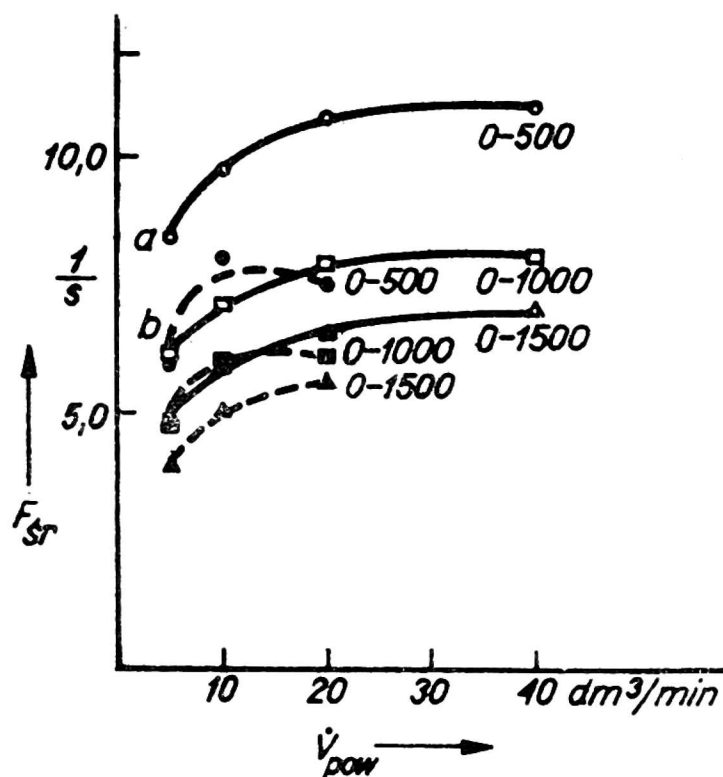


Rys. 11. Średnie wartości współczynnika przenikania masy β w strefie ruchu pęcherzy rury 100 mm

nego opisującego zjawiska w strefie ruchu pęcherzy w zależności od własności substancji biorących udział w procesie i od zmiennych procesu. Niektóre procesy składowe, jak np. powstawanie pęcherzy u wylotu z dyszy lub płyty dziurkowanej, są zbadane i znane są równania empiryczne do obliczenia średnicy pęcherzy i ich częstości. Kryteriami bezwymiarowymi są w takich przypadkach połączenia liczb Webera i Froude'a, które opisują wpływ bezwładności, siły wyporu i siły zależnej od napięcia powierzchniowego i średnicy dyszy. Oprócz tego istnieją równania do wyznaczania prędkości wypływania pojedynczych pęcherzy w cieczy o nieograniczonych rozmiarach i w pionowych rurach. Oprócz tych kryteriów stosuje się tzw. kryterium cieczowe K_F . Wiadomości te są jednak niedostateczne, aby móc przewidywać rozdział faz w strefie ruchu pęcherzy a zwłaszcza ruchu zbioru pęcherzy. Można założyć, że strefa ruchu pęcherzy ze względu na częściowo współzawodniczące czynniki zakłócające nie jest systemem ściśle zdeterminowanym. Wielkość pęcherzy, ich kształt, ich częstość oraz względna zawartość gazu itp. nie są wartościami stałymi, lecz zależą od czasu i współrzędnych przestrzeni.

W czasie krystalizacji proces przenoszenia masy odbywa się w strefie ruchu pęcherzy i w przeciwieństwie do reakcji gaz—ciecz nie przebiega na granicy faz pęcherzy ale na granicy faz kryształu i roztworu. Pęcherze stanowią tylko czynnik mieszający.

Działanie mieszające pęcherza gazu na otaczającą ciecz, w tym przypadku na zawieszinę kryształów, można wyjaśnić wypieraniem i ponownym łączeniem się strumieni cieczy. Gdy pęcherze poruszają się jak tłok, tzn. gdy ich średnica odpowiada prawie średnicy rury, ciecz porusza się w dół względem pęcherzy płynących w górę i przepływa do punktów znajdujących się pod zmniejszonym ciśnieniem poniżej pęcherza. Między



Rys. 12. Średnia częstość pojawiania się pęcherzy (F) w strefie ruchu pęcherzy jako funkcja natężenia przepływu powietrza przy różnych rozmiarach aparatu
 a — rura średnicy 50 mm, b — rura średnicy 100 mm

pęcherzem a ścianą rury występują w cieczy duże prędkości ścinające. Przepływ z warstwy przyściennej do przestrzeni pod pęcherzem prowadzi do powstania bardzo zakłóconego pola prędkości.

Opierając się na tych ogólnych założeniach przyjęto, że przemieszanie określonej objętości cieczy wskutek ruchu wstępującego łańcucha pęcherzy zależy od liczby impulsów mieszających w jednostce czasu, tzn. od częstości powstawania pęcherzy, oraz od wielkości tych impulsów. Częstość pęcherzy wyznaczono za pomocą filmowania (64 klatki na sekundę) dla różnych rozmiarów strefy ruchu pęcherzy. Na rys. 12 przedstawiono wartości znalezione w rurach o średnicy 50 i 100 mm i w zależności od natężenia dopływu powietrza mieszającego. Parametrem jest długość strefy ruchu pęcherzy. Średnia częstość pęcherzy wzrasta z natężeniem dopływu powietrza, ale zmniejsza się, jeżeli rośnie długość drogi pęcherzy, ponieważ zaczynają się one zlewać.

Zjawisko to jest wyraźniejsze w rurze 50 mm niż w rurze 100 mm, w której wyznaczenie częstości pęcherzy jest problematyczne wskutek ich nieregularnego kształtu przy większych przepływach powietrza. W rurze 50 mm pęcherze wypełniają cały przekrój, natomiast w rurze 100 mm przybierają różne kształty. Zaskakująca jest jakościowa zgodność wpływu długości ruchu pęcherzy na średni współczynnik przenikania masy i na średnią częstość występowania pęcherzy w tej strefie.

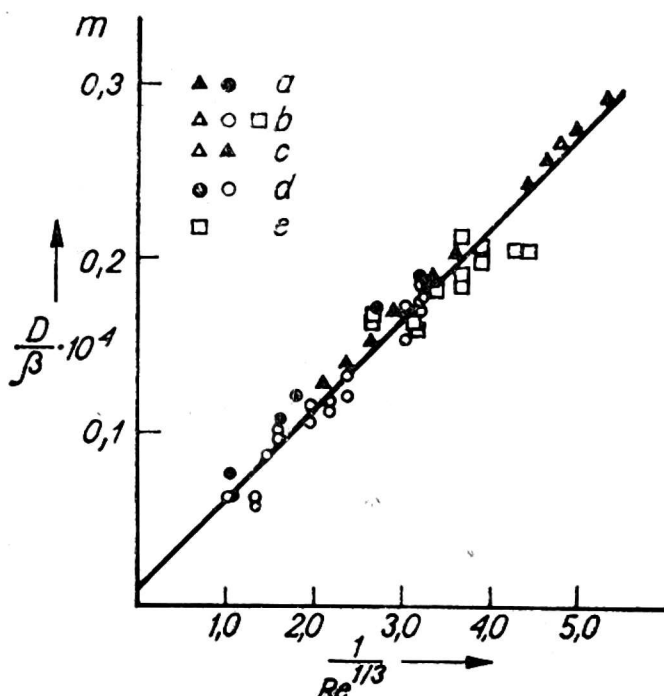
Oprócz tego w strefie ruchu pęcherzy wyznaczono zawartość powietrza i natężenie przepływu cieczy. Nie potwierdziło się przypuszczenie, że będzie można na podstawie prędkości względnej pęcherzy wobec otaczającej cieczy interpretować różnicę w intensywności mieszania między

obu rurami. Jak wykazały pomiary natężenia przepływu, prędkość względna pęcherzy wobec roztworu jest mało zależna od średnicy rury. Wydaje się, że większa intensywność mieszania i dzięki temu lepsze współczynniki przenikania masy w wąskiej rurze należy przypisać przede wszystkim większej bezwzględnej szybkości roztworu, na którą nakłada się wstępujący ruch pęcherzy. Przy różnych natężeniach dopływu powietrza w rurze 50 mm prędkości roztworu są 8—10 razy większe niż w rurze 100 mm.

Dokonano próby sumarycznego przedstawienia wyników doświadczeń w opisany poprzednio sposób, polegający na przyjęciu łącznego oporu krystalizacji jako sumy częściowych oporów samej reakcji oraz dyfuzji i na przedstawieniu tych wartości w zależności od odwrotności liczby Reynoldsa (rys. 13).

Sumaryczny opór i współczynnik dyfuzji występują tu w iloczynie, można więc opór dyfuzji przedstawić poglądowo jako grubość granicznej warstewki dyfuzji. Opór samej reakcji otrzymuje się przez ekstrapolację liczby Reynoldsa do nieskończoności. Jak wynika z rysunku, podanie absolutnej wartości oporu reakcji jest problematyczne, ponieważ wyniki pomiarów mają zbyt duży rozrzut. Oprócz tego, zależnie od sposobu interpretacji matematycznej, ekstrapolacja prowadziłyby do rozmaitych wartości.

Liczbę Reynoldsa zmodyfikowano w taki sposób, aby uzyskać liniową zależność między oporem przenikania masy a odwrotnością liczby Reynoldsa. Na wykresie, dla porównania z poprzednimi doświadczeniami, wprowadzono niektóre wartości współczynników przenikania masy otrzymywane z doświadczeń w aparacie o stałych rozmiarach. Wartości te są dostatecznie zgodne z obecnie referowanymi wynikami.



Rys. 13. Zmodyfikowana wartość oporu ruchu masy w strefie ruchu pęcherzy w zależności od odwrotności liczby Reynoldsa

a — dane według Orłowskiego, b — dane własne, c — strefa sedimentacji, d — strefa pęcherzy, rura 50 mm, e — strefa pęcherzy, rura 100 mm

Przy definiowaniu liczby Reynoldsa przyjęto założenie, że za prędkość kryształów względem roztworu może być zasadniczo przyjęta prędkość sedimentacji. Prędkość sedimentacji, która jest określona fizycznie, została więc przyjęta jako prędkość odniesienia. Dodatkowy wpływ mieszania nakłada się na tę prędkość i powoduje wzrost przenikania masy. Ten wpływ wyrażono współczynnikiem ξ charakteryzującym strefę procesu (równanie 2). W strefie sedimentacji współczynnik $\xi = 1$, w strefie ruchu pęcherzy wartość współczynnika wynika z parametrów doświadczenia (średnica rury D , natężenie dopływu powietrza V_{pow}), częstości pęcherzy F , względnej zawartości powietrza φ i współczynnika dopasowania C_1 (wielkość wymiarowa). Długość strefy ruchu pęcherzy jako parametr doświadczenia wyraża się tu średnią częścią pęcherzy.

$$Re = (w_{se} \cdot \varepsilon^{3,65} \cdot d_k/V)\xi \quad (2)$$

W strefie ruchu pęcherzy

$$\xi = C_1 \left(\frac{F \cdot \dot{V}_{pow}}{D^2 \cdot \varphi} \right)^3$$

$$C_1 = 4,2 \cdot 10^{-3} \frac{s^2}{cm}$$

Podsumowując można stwierdzić, że działanie mieszające strumienia gazu na proces krystalizacji zależy od warunków przestrzennych tj. ograniczeń przez rozmiary aparatury. Wykazano to na przykładzie krystalizacji sacharozy, posługując się aparaturą obiegową o różnych rozmiarach rur. Ze wzrostem średnicy rury, przy jednakowym dopływie gazu, bardzo słabnie wpływ mieszania. Zjawisko to występuje również w rurach o mniejszej średnicy i o zwiększonej długości rur. Jeżeli pominąć różnice w powstawaniu pęcherzy pary i pęcherzy gazu wychodzącego z dyszy, to można wnosić, że naturalne działanie mieszające pęcherzy powinno być wykorzystane w obrębie określonych granic przestrzennych. Duże prędkości ścinające w strefie między pęcherzem a ścianką oraz występujące przy tym zawirowania pod pęcherzami powodują wzrost intensywności przenoszenia masy między kryształem a roztworem. Oprócz tego przez odpowiednie poprowadzenie strumienia gazu można uzyskać duże prędkości cyrkulacji cieczy.

LITERATURA

1. Schneider F., Schliephake D., Orłowski F. A.: *Chemie-Ing. Techn.* 1971, t. 43, s. 676

Д. Шлифаке, Ф. Шнейдер, Г. Петерсен

МОДЕЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ЦИРКУЛЯЦИОННОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ САХАРОЗЫ

Резюме

Циркуляция в техническом вакуум-аппарате в общем может быть разделена на две характерные зоны течения:

- 1) зона движения пузырьков пара, вызывающих циркуляцию (внутри и над греющей камерой),
- 2) зона седиментации.

Исходя из того факта, что массообмен во время кристаллизации сахара зависит от интенсивности перемешивания, были проведены модельные опыты для определения скорости кристаллизации в вышеуказанных зонах циркуляции. Исследования показали, что коэффициента массообмена β в зоне движения пузырьков в трубке подвержены различным влияниям. Наиболее значительными влияющими на это факторами являются: объемная струя пара и геометрия трубки (диаметр, длина).

Проводится обсуждение результатов опытов.

D. Schliephake, F. Schneider, H. Petersen

MODEL STUDIES ON CRYSTALLIZATION OF SUCROSE FROM CIRCULATING SOLUTIONS

Summary

It is generally possible to subdivide the flow processes in technical boiling pans into two characteristic zones of flow:

- 1) the zone, in which stirring by vapour bubbles produces circulation (within the heating chamber and above),
- 2) the zone of sedimentation.

On account of the fact that mass transfer during sucrose crystallization depends on the stirring intensity, model tests have been carried out for determining crystallization velocity in the above flow zones. These experiments prove that the mass transfer coefficients (β) can be influenced considerably in the tube section, in which stirring is affected by vapour bubbles. The main influencing parameters are steam flow as well as diameter and length of the tube.

Experiment results are presented and discussed.