Automatyczne sterowanie gotowaniem cukrzycy z zastosowaniem pomiaru masy kryształów metodą spektrometrii w bliskiej podczerwieni

Krajowa Spółka Cukrowa S.A.

POLIMEX-CEKOP-MODER Sp. z o.o.

AP SYSTEM

PROM-OPEKS

Dr inż. Maciej Wojtczak

Agenda

- Kontrola Procesu gotowania cukrzycy
- Spektrometria w bliskiej podczerwieni
- Badania w Cukrowni Kruszwica
- Podsumowanie

KONTROLA PROCESU GOTOWANIA CUKRZYCY

Parametry kontrolne

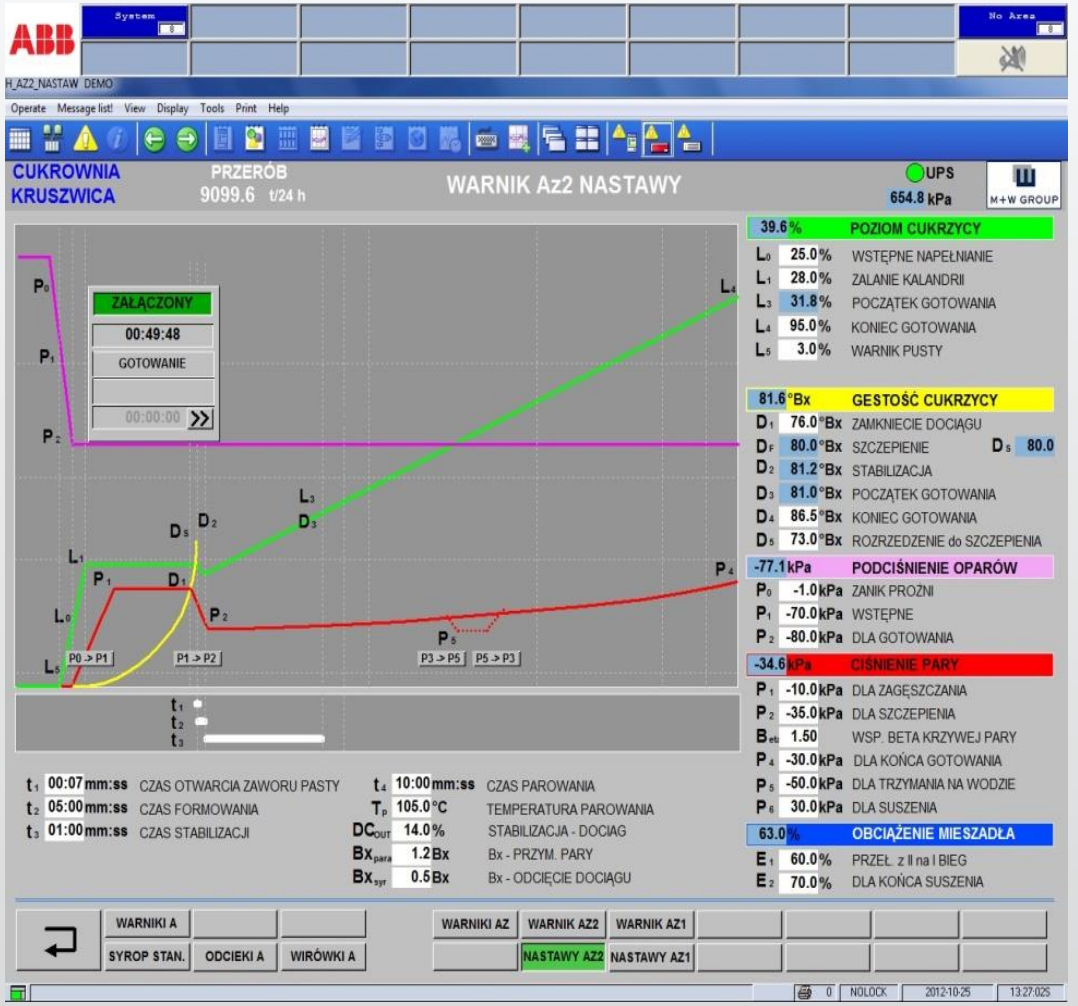
Poziom cukrzycy

Zawartość suchej substancji
w syropie
w cukrzycy

Ciśnienie w warniku (próżnia)

Obciążenie mieszadła

Ciśnienie pary



Pomiar stężenia suchej substancji

Refraktometryczny

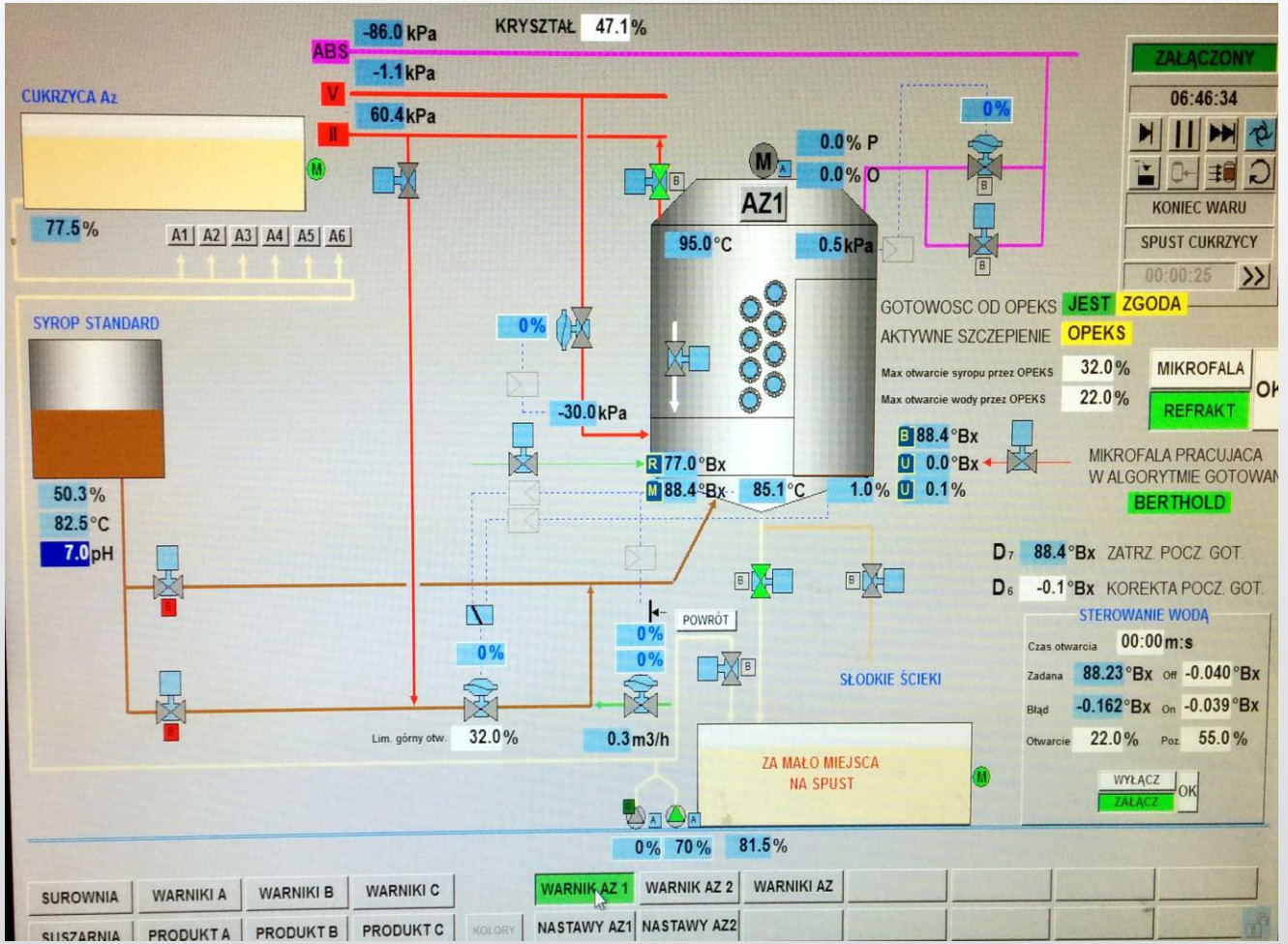
Mikrofalowy

Ultradźwiękowy

Pomiar przewodności

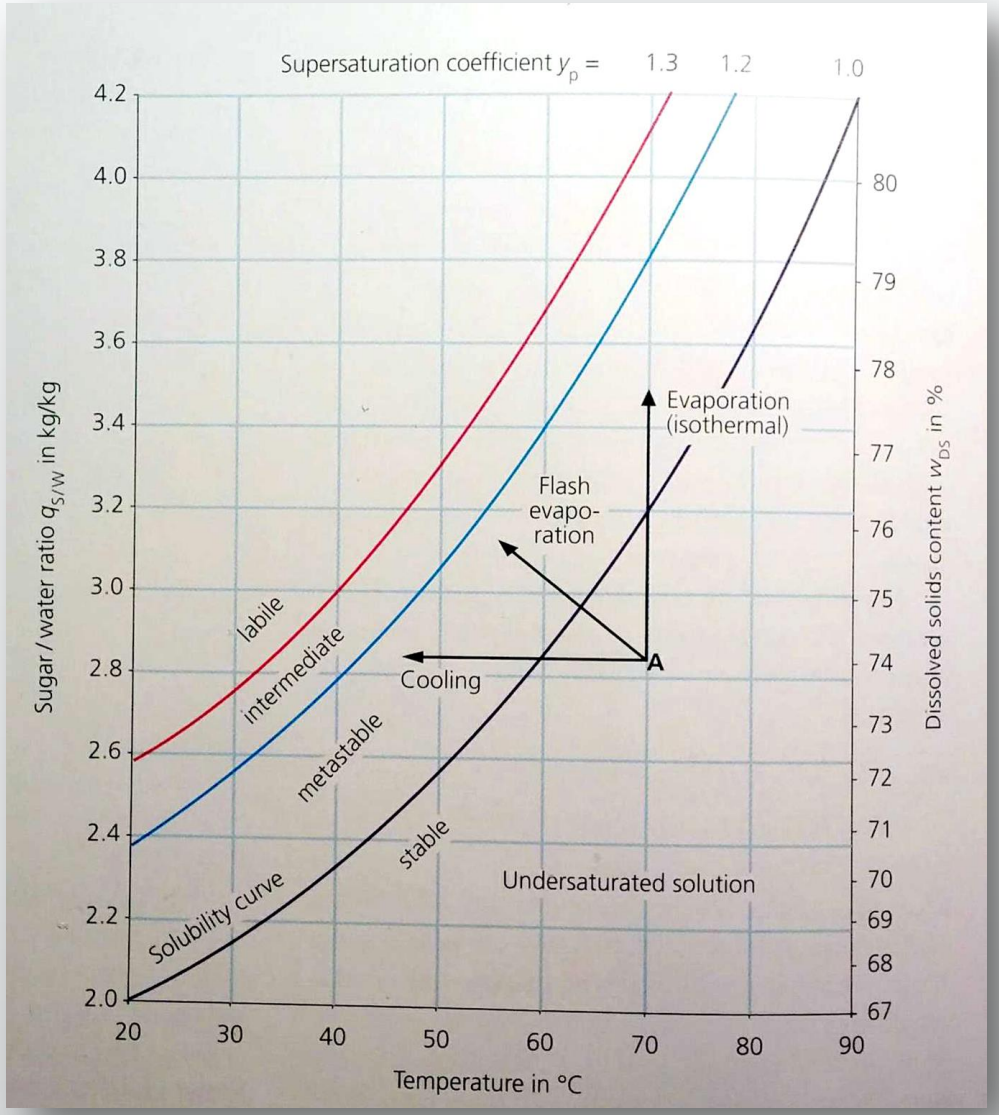
Radiowy

Spektrometryczny NIR



Współczynnik przesycenia

$$y = \frac{w_s / w_w}{(w_s / w_w)_{sat}} = \frac{w_s / w_w}{q_{sat,i}}$$



Verlag Dr. Albert Bartens KG

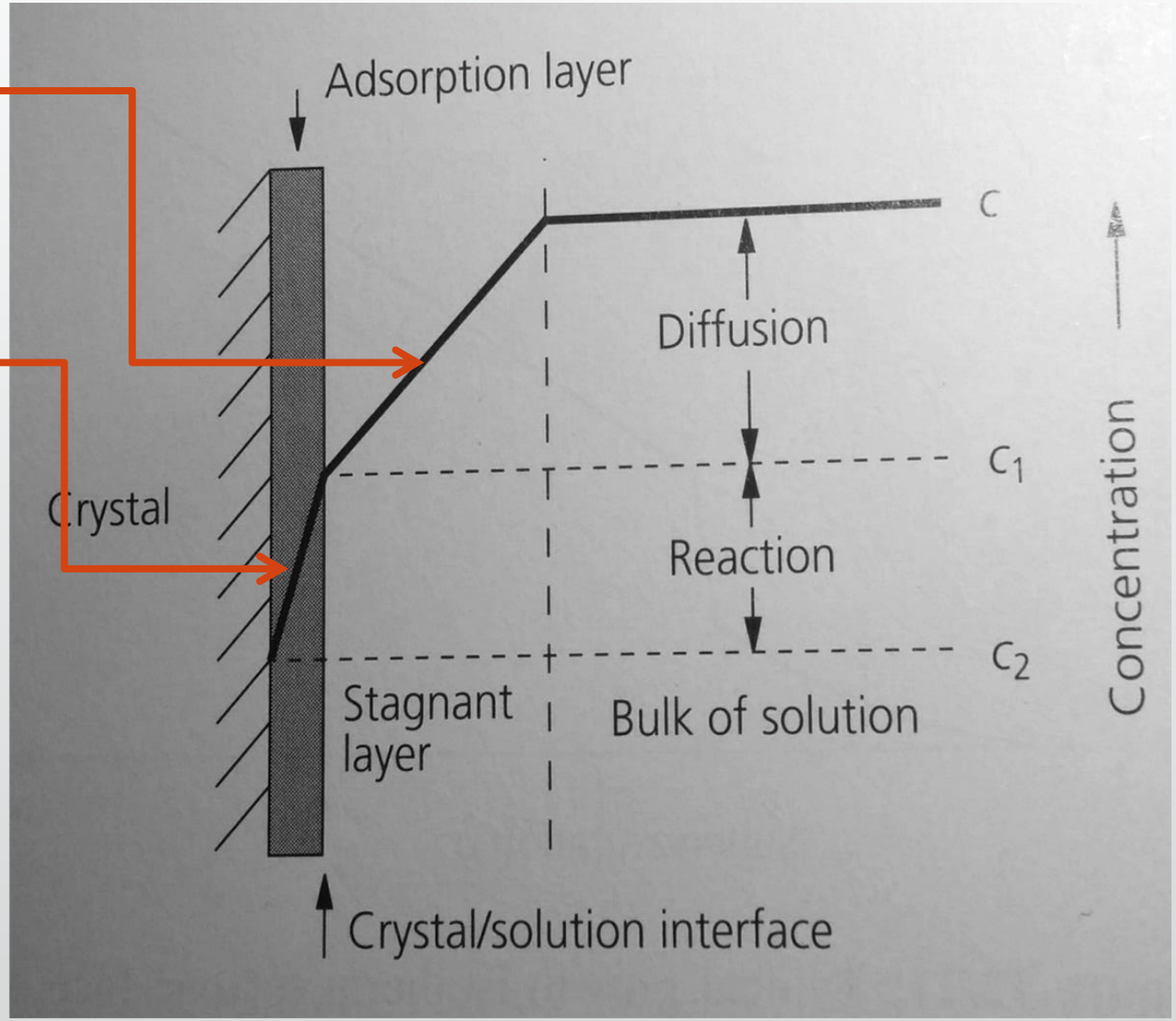
Tempo wzrostu kryształów

$$\frac{dm}{dt} = k_D \cdot A \cdot (c - c_1)$$

$$\frac{dm}{dt} = k_R \cdot A \cdot (c_1 - c_2)$$

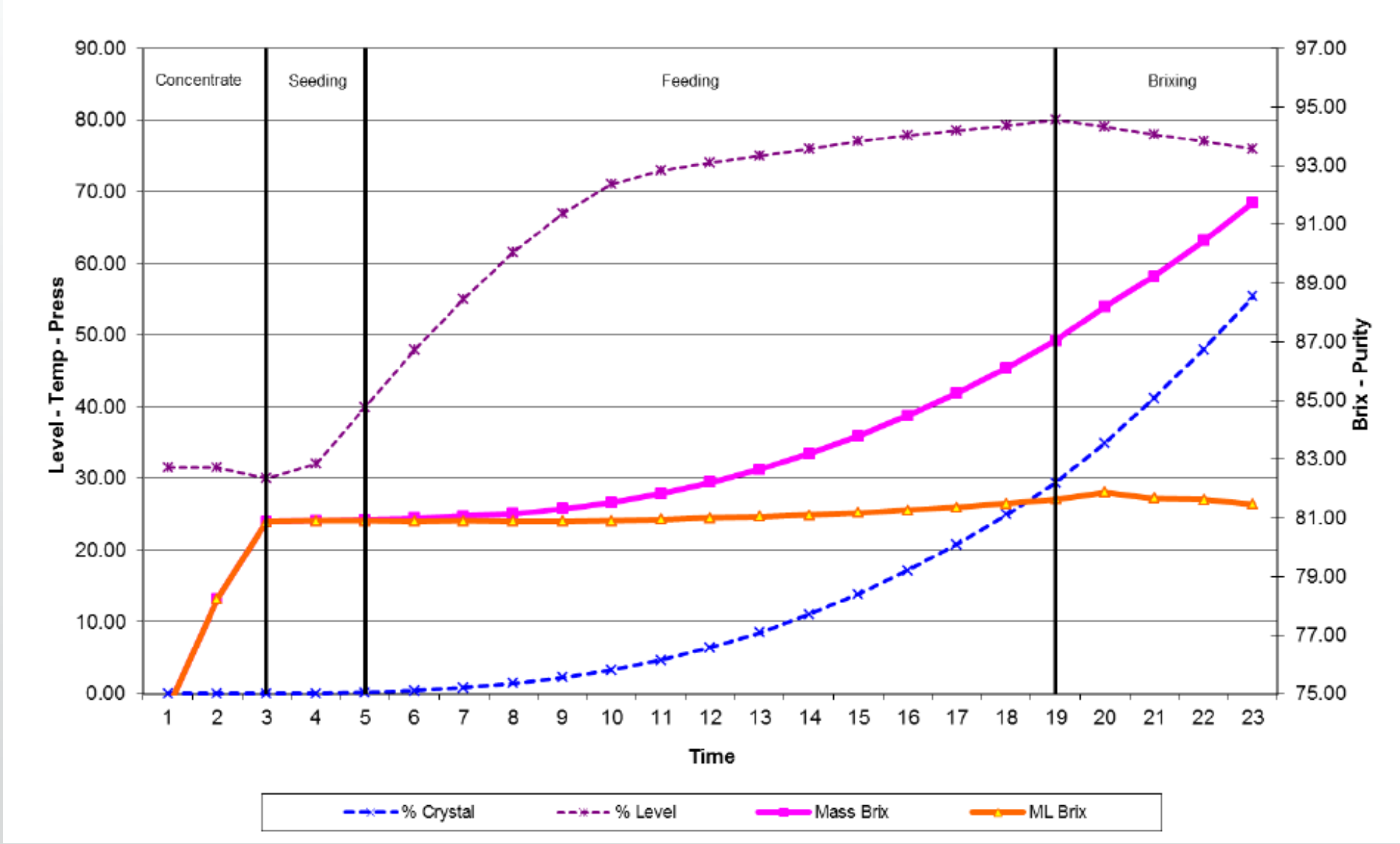
A – powierzchnia kryształów, *k* – stałe

$$Kr = 100 \frac{Ck_c - Ck_s}{100 - Ck_s}$$

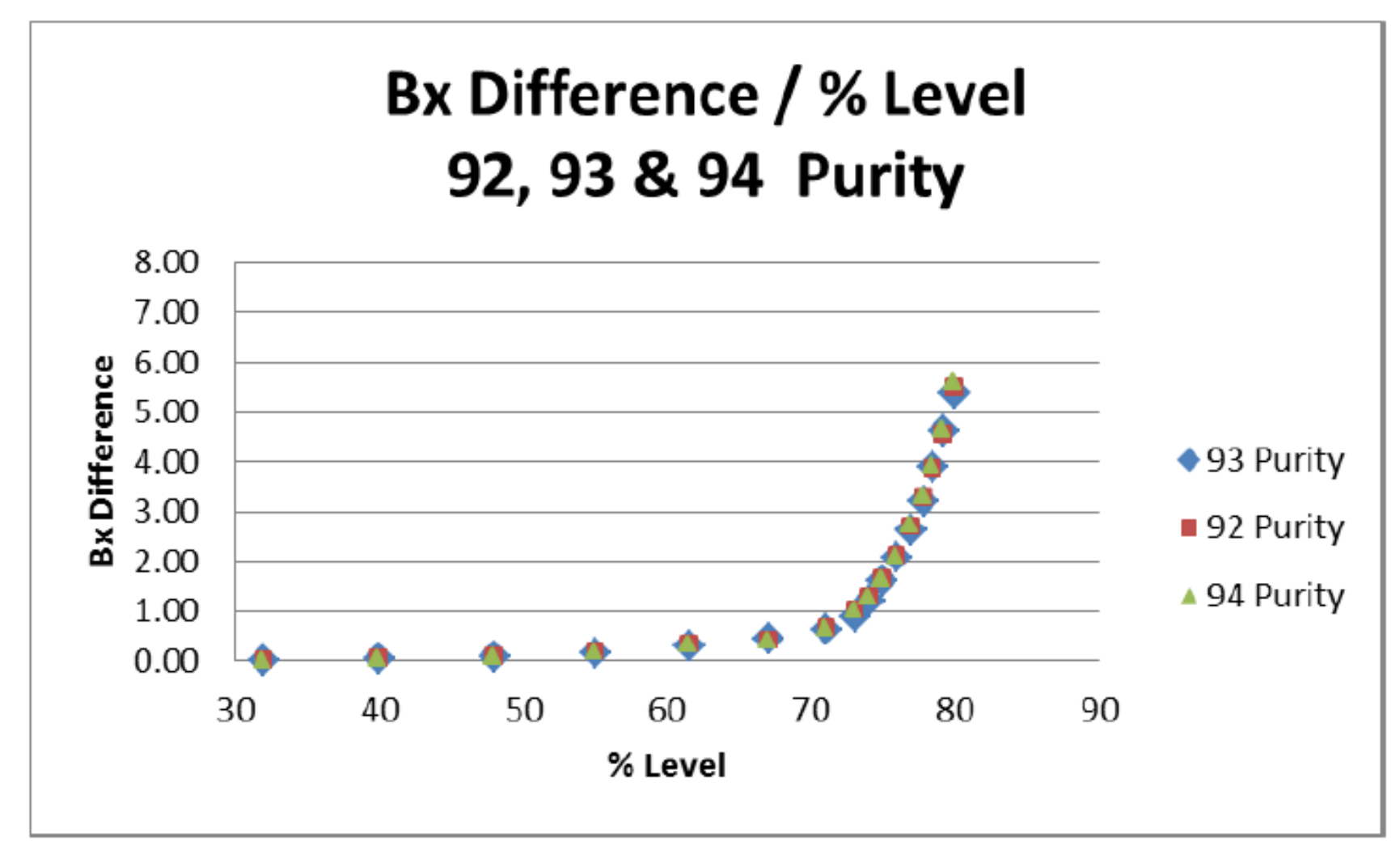


Verlag Dr. Albert Bartens KG

Przebieg procesu krystalizacji



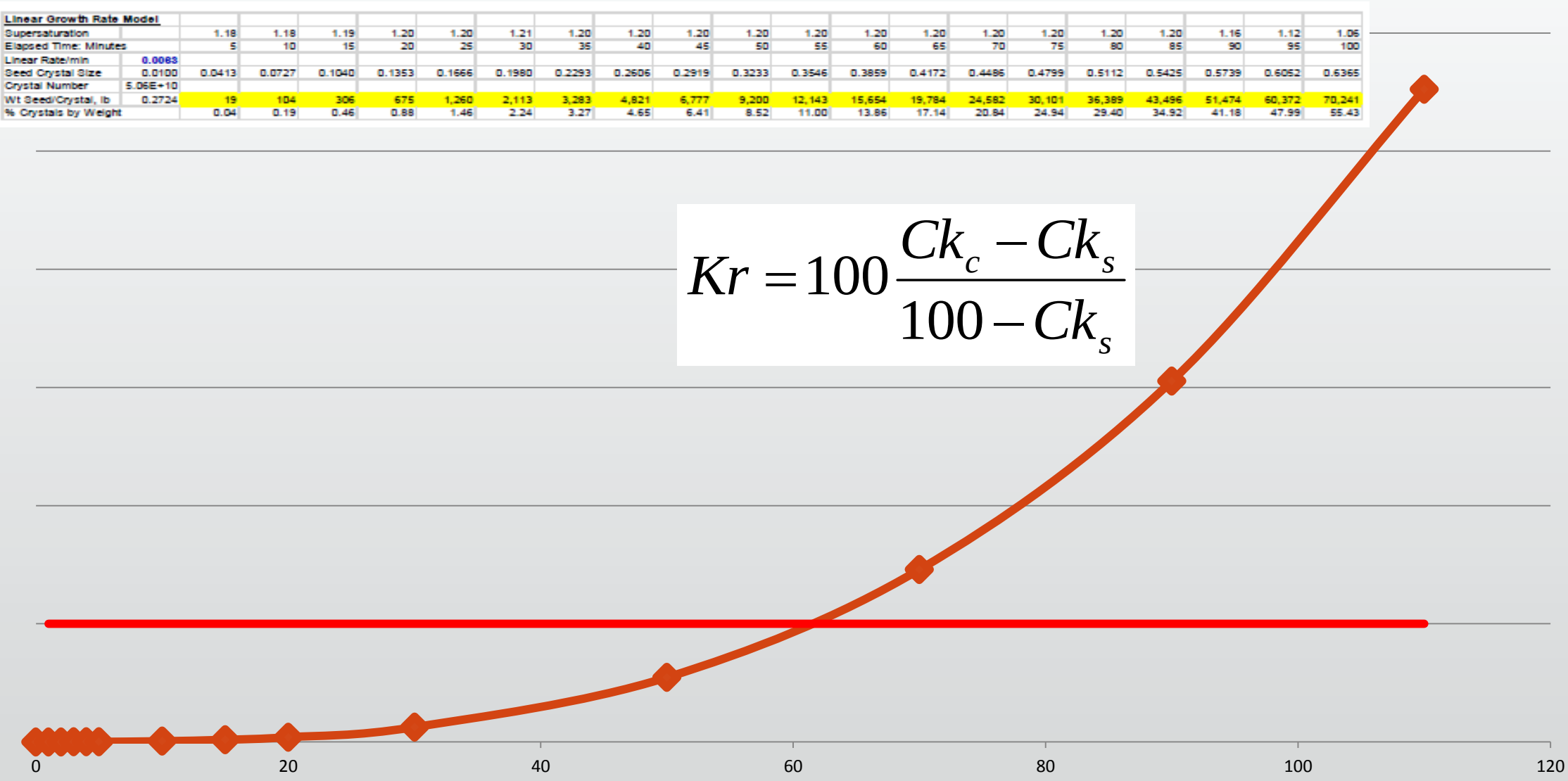
Różnica zawartości s.s. w syropie i cukrzycy



Wzrost masy kryształów i wzrost liniowy

Linear Growth Rate Model																				
Supersaturation		1.18	1.18	1.19	1.20	1.20	1.21	1.20	1.20	1.20	1.20	1.20	1.20	1.20	1.20	1.20	1.20	1.16	1.12	1.06
Elapsed Time: Minutes		5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70	75	80	85	90	95	100
Linear Rate/min	0.0063																				
Seed Crystal Size	0.0100	0.0413	0.0727	0.1040	0.1353	0.1666	0.1980	0.2293	0.2606	0.2919	0.3233	0.3546	0.3859	0.4172	0.4486	0.4799	0.5112	0.5425	0.5739	0.6052	0.6365
Crystal Number	5.06E+10																				
Wt Seed/Crystal, lb	0.2724	19	104	306	675	1,260	2,113	3,283	4,821	6,777	9,200	12,143	15,654	19,784	24,582	30,101	36,389	43,496	51,474	60,372	70,241
% Crystals by Weight		0.04	0.19	0.46	0.88	1.46	2.24	3.27	4.65	6.41	8.52	11.00	13.86	17.14	20.84	24.94	29.40	34.92	41.18	47.99	55.43

$$Kr = 100\frac{Ck_c - Ck_s}{100 - Ck_s}$$



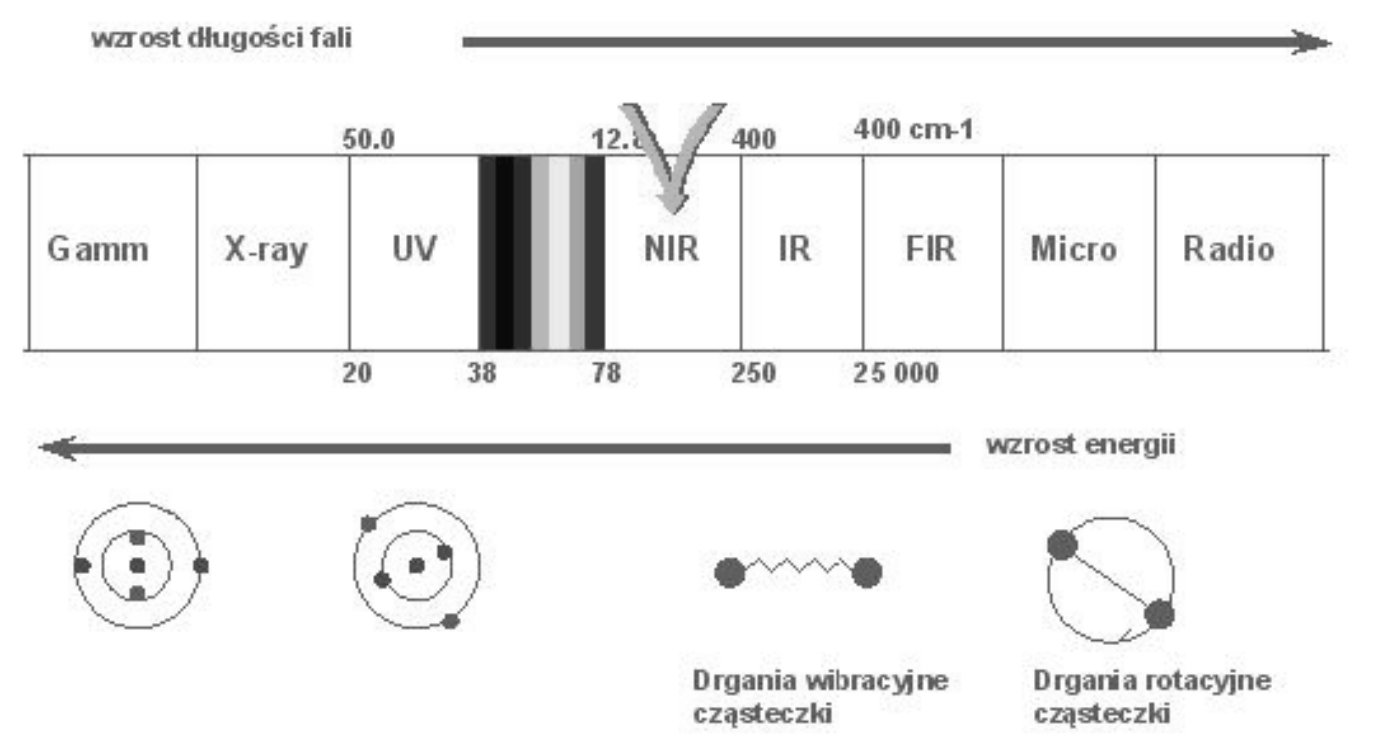
Prowadzenie procesu na podstawie wzrostu liniowego

- Kontrola procesu względnie prostsza, niż w przypadku współczynnika przesycenia
- Powtarzalne wary, samokompensacja zmienności warunków krystalizacji
- Wysoka jakość cukru, prawidłowa granulacja
- Wymaga podwójnego pomiaru stężenia (syropu i cukrzycy)

SPEKTROMETRIA W BLISKIEJ PODCZERWIENI

Spektromatria NIR

- Analiza NIR wykorzystuje promieniowanie w zakresie 10000-4000 cm^{-1} dostarczając informacji na temat właściwości fizykochemicznych i stanu fizycznego badanej próbki jak i jej składu chemicznego.



Spektromatria NIR

- Pasma absorpcji w spektroskopii podczerwieni można podzielić na: **pasma podstawowe, pasma nadtonów oraz pasma kombinacyjne**.
- **Pasma podstawowe** powstają, gdy układ oscylujący przechodzi ze stanu podstawowego na pierwszy poziom wzbudzony, takie pasma obserwuje się w klasycznej spektroskopii IR.
- **Nadtony** powstają na wskutek przejścia układu drgającego ze stanu podstawowego na 2, 3 lub wyższy wzbudzony poziom energetyczny.
- **Z drganiami kombinacyjnymi** natomiast mamy do czynienia wówczas, gdy dwa lub kilka układów drgających oddziałuje ze sobą dając równocześnie wspólny pik na widmie absorpcyjnym. Zatem częstotliwość tych oddziaływań jest sumą częstotliwości poszczególnych oddziaływań.
- **Pasma nadtonów** oraz pasma **kombinacyjne** widoczne są w spektroskopii NIR.

Spektromatria NIR

- W zakresie NIR widoczne są pierwsze i drugie nadtony oraz pasma kombinacyjne wiązań: C-H, N-H, O-H

- Ustalenie obecności tego typu wiązań umożliwia oznaczanie podstawowych składników żywności.
- Ponieważ spektroskopia jest wtórną techniką pomiarową, konieczne jest ustalenie korelacji pomiędzy widmem przy różnej długościach fali, a wynikami analizy prób uzyskanymi metodami referencyjnymi. Nie jest to prosta zależność, ponieważ linie absorpcji poszczególnych składników mogą zachodzić wzajemnie na siebie w mniejszym lub większym stopniu, co utrudnia znalezienie obszarów które odpowiadałyby za zmianę stężenia jednego tylko składnika

Analizator kryształów cukru firmy„PROM-OPEKS”

Krajowa Spółka Cukrowa S.A.

POLIMEX-CEKOP-MODER Sp. z o.o.

AP SYSTEM

PROM-OPEKS

BADANIA W CUKROWNI KRUSZWICA

Zakres badań

- **Etap I** – ocena prawidłowości wskazań przyrządów Prom-Opeks zainstalowanych na warniku cukrzycy zarodowej Az1 w Cukrowni Kruszwica

- **Etap II** – porównanie jakości cukrzycy zarodowej gotowanej z wykorzystaniem pomiarów z systemu Prom-Opeks z jakością cukrzycy zarodowej gotowanej z wykorzystaniem dotychczasowego systemu automatyki w Cukrowni Kruszwica

Zakres badań

- **Etap III** – ponowna ocena jakości cukrzycy zarodowej gotowanej z zastosowaniem automatyki Prom-Opeks oraz ocena prawidłowości i powtarzalności wskazań przyrządów firmy Prom-Opeks

- **Etap IV** – ocena jednostopniowego gotowania cukrzycy A w warnikach z mieszadłami z zastosowaniem automatyki Prom-Opeks w cukrowni Chorostków (Ukraina)

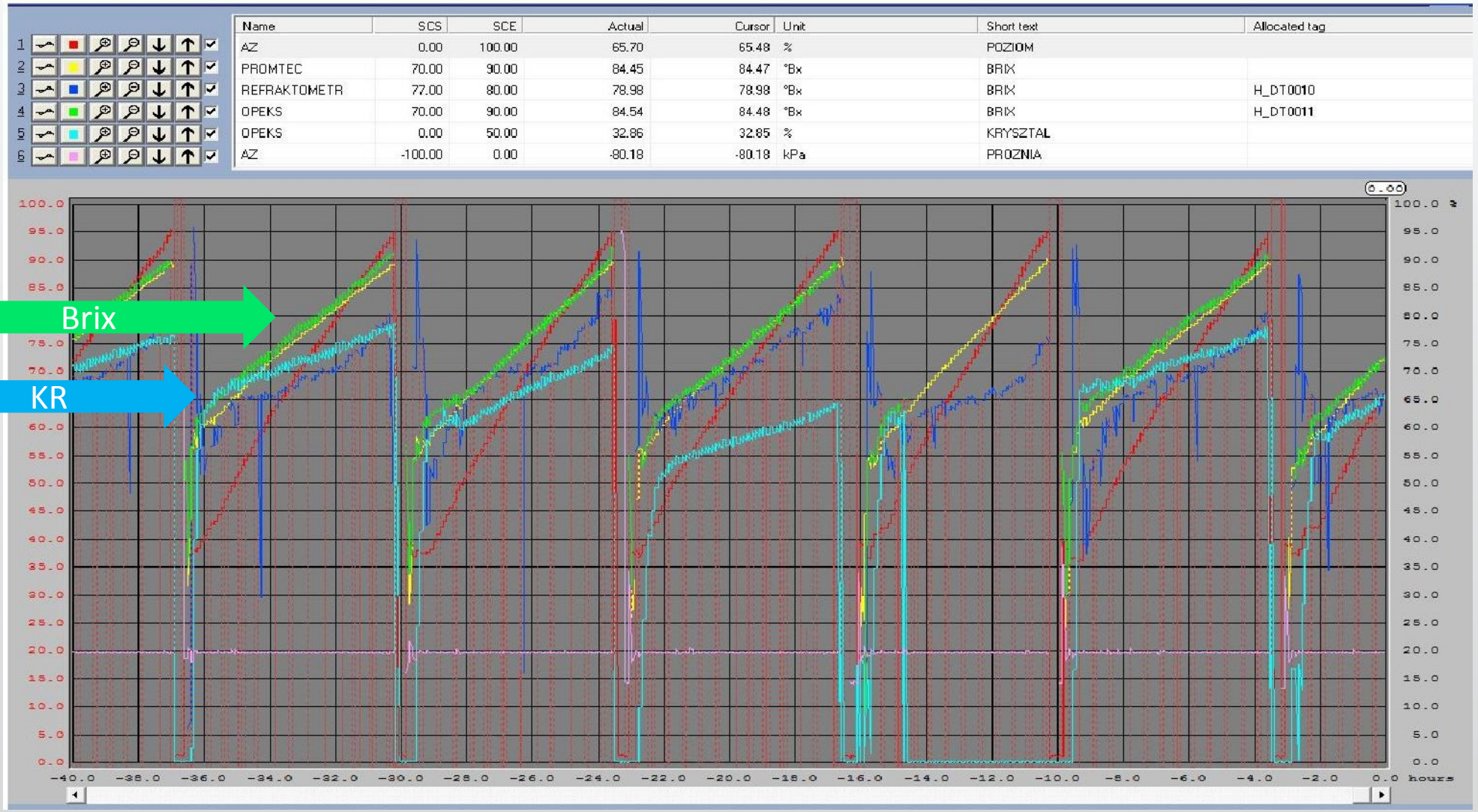
Analizator OPEKS

POMIARY

- **ilości kryształów w cukrzycy (udział masowy kryształów w cukrzycy),**

- **zawartość substancji suchej w cukrzycy (°Bx).**

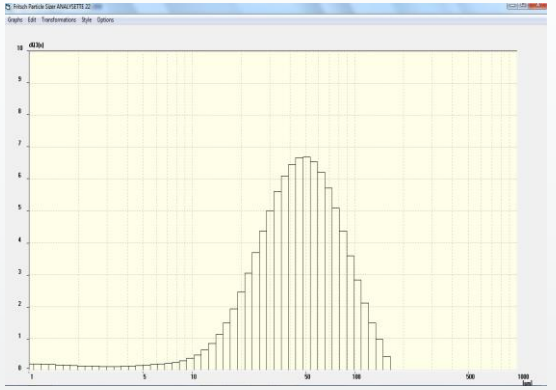
Przebieg gotowania cukrzycy zarodowej



Jakość cukrzycy zarodowej w różnych fazach gotowania

Próba	*Bx Cukrzycy , %*	*Bx Syropu, %*	*Ck Cukrzycy , %*	*Ck Syropu, %*	*Cz cukrzycy, %*	*Cz syropu, %*	*Zab. Cukrzycy , %*	*Zab. Syropu, %*
0	**87,30**	**79,0**	**83,56**	**71,80**	**95,72**	**90,89**	**1913**	**6318**
1	81,67	76,8	78,02	71,78	95,53	93,46	1740	5210
2	85,50	77,5	81,83	71,11	95,71	91,76	1779	5353
3	86,73	78,5	83,32	72,16	96,06	91,90	2089	5418
4	**88,20**	**78,5**	**84,77**	**71,57**	**96,11**	**91,17**	**1943**	**6291**
Syrop standard		72,8		69,3		95,19		2067

Zawartość kryształów



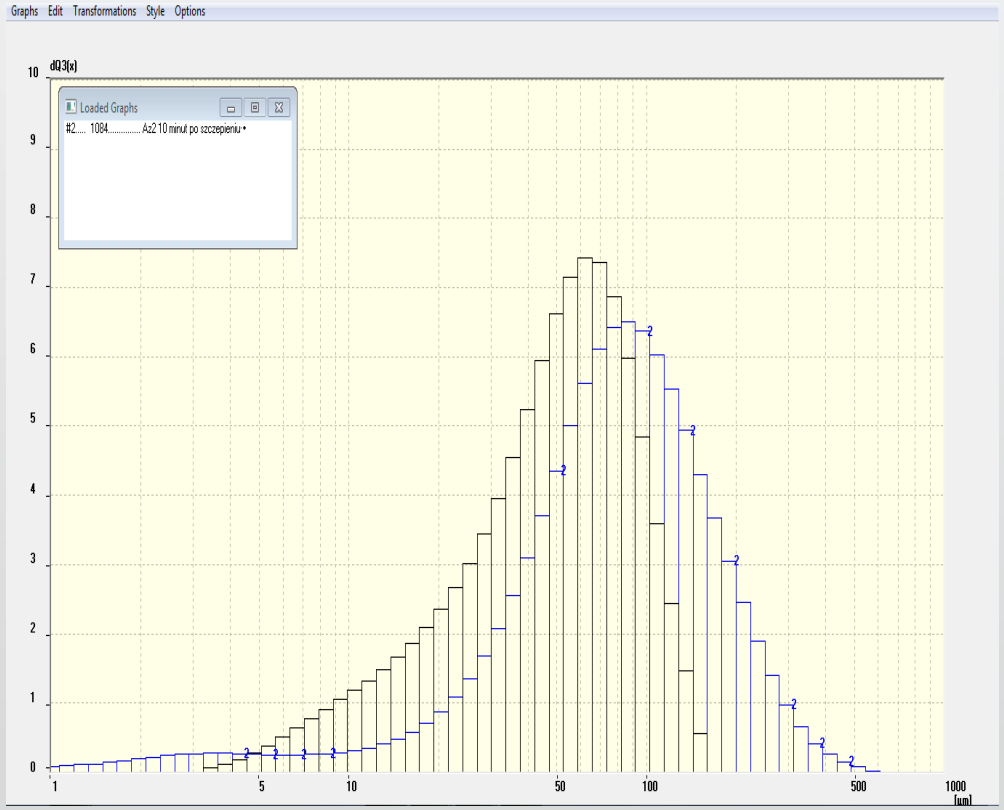
Próba	*Bx Cukrzycy, %*	*Cz Cukrzycy, %*	*Cz syropu, %*	*zawartość kryształu w cukrzycy, %*
0	87.30	95.72	90.89	**46.29**
1	81.67	95.53	93.30	25.85
2	85.50	95.71	91.76	40.99
3	86.73	96.06	91.90	44.54
4	88.20	96.11	91.17	**49.34**

Zawartość kryształów w cukrzycy zarodowej, procent masowy wyznaczony na podstawie wyników laboratoryjnych

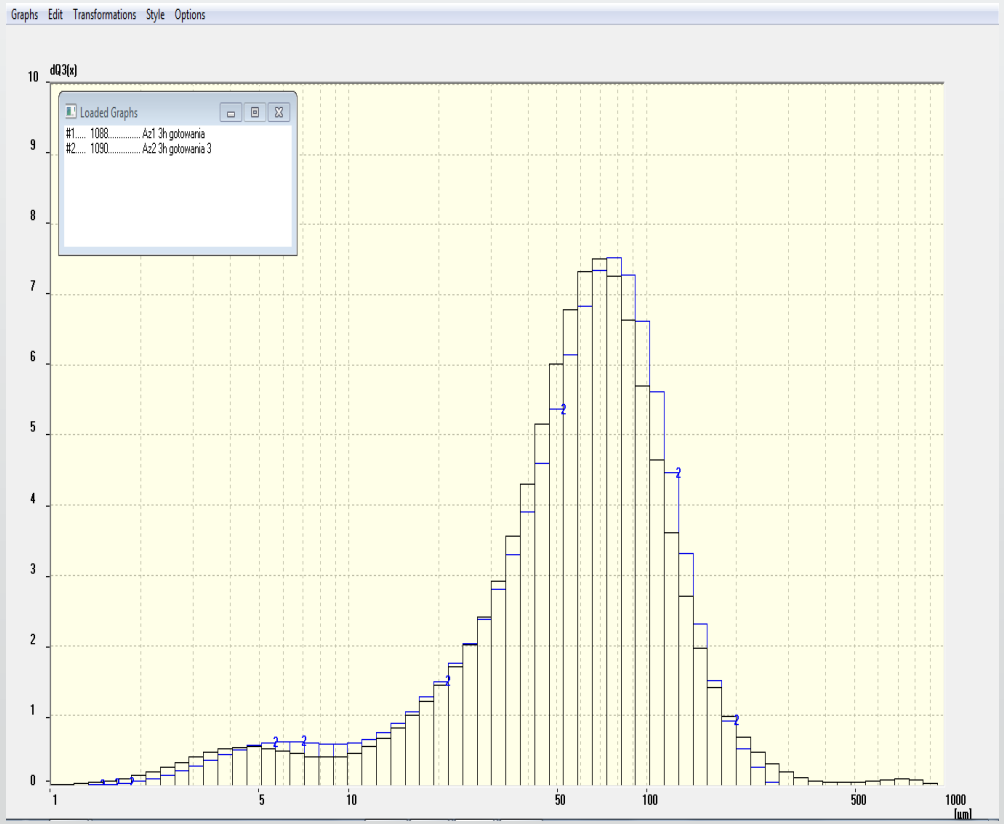
PRÓBA	CUKRZYCA			SYROP MIĘDZYKRYSZTAŁOWY			UDZIAŁ KRYSZTAŁÓW
	Bx, %	**Ck, %**	**Cz, %**	**Bx, %**	**Ck, %**	**Cz, %**	**%**
AZ 1 10 MIN PO SZCZ.	79,4	76,28	96,07	76,4	72,74	95,21	**14,26**
AZ 2 10 MIN PO SZCZ.	80,4	76,98	95,75	76,4	72,42	94,79	**14,81**
AZ 1 3 GODZ. GOTOWANIA	85,0	81,24	95,52	75,0	69,10	92,13	**36,61**
AZ 2 3 GODZ. GOTOWANIA	84,8	81,82	96,48	77,6	71,96	92,73	**43,74**
AZ 1 KONIEC GOTOWANIA	87,8	84,22	95,92	77,0	69,86	90,73	**49,16**
AZ 2 KONIEC GOTOWANIA	87,8	84,10	95,79	77,8	70,90	91,13	**46,13**

Az1(czarny) i Az2(niebieski)

10 min po szczepieniu



3 godziny gotowania



Ocena jakości cukrzycy zarodowej gotowanej z zastosowaniem automatyki Prom-Opeks

		CUKRZYCA			*SYROP*			
	Próba	Bx	Ck	Cz	Bx	Ck	Cz	**Kr %**
Az 1 10%	1	79,4	75,73	95,38	77,2	73,40	95,08	**4,84**
Az 1 16%	2	80,2	76,51	95,40	76,6	72,54	94,70	**10,58**
Az 1 23%	3	80,6	77,27	95,87	78,2	73,64	94,17	**23,49**
Az 1 28%	4	81,9	78,54	95,90	76,6	71,74	93,66	**28,94**
Az 1 32%	5	84,8	81,32	95,90	78,4	73,10	93,24	**33,32**

Ocena jednostopniowego gotowania cukrzycy A w warnikach z mieszadłami z zastosowaniem automatyki Prom-Opeks w cukrowni Chorostków (Ukraina)

	1	2	3	4	5	6	ŚREDNIA
MA, mm	0,77	0,80	0,80	0,80	0,79	0,80	**0,79**
CV, %	35,7	35,2	34,1	33,9	35,8	31,6	**34,4**

Podsumowanie

- Zainstalowany spektrofotometryczny system pomiarowy firmy prom-Opeks na warniku cukrzycy zarodowej Az1 w Cukrowni Kruszwica wskazywał w sposób powtarzalny i prawidłowy zawartość suchej substancji w cukrzycy zarodowej. Pomiary były zgodne z pomiarami miernika mikrofalowego firmy Berthold oraz zbliżone do wartości uzyskanych w laboratorium. Wskazywane przez system Prom-Opeks zawartości kryształów na podstawie pomiarów widma w bliskiej podczerwieni były powtarzalne i w zakresie 23-50% zgodne z wynikami laboratoryjnymi.

Podsumowanie

- Analiza granulometryczna gotowych cukrzyc zarodowych przygotowanych z zastosowaniem miernika Prom-Opeks wykazała ich prawidłowy rozkład granulometryczny, nie odbiegający od rozkładu cukrzycy przygotowanej z zastosowaniem obecnej automatyki.
- W trakcie badań i obserwacji gotowania cukrzycy zarodowej stwierdzono, iż zastosowanie pomiarów spektrometrycznych do kontroli procesu gotowania z wykorzystaniem pomiaru udziału masowego kryształów w cukrzycy stwarza nowe ciekawe możliwości kontroli procesu.

Dziękuję za uwagę