

Технічні науки

УДК 664.1.054

Мельник Вікторія Миколаївна

доктор технічних наук, професор,

завідувач кафедри біотехніки та інженерії

Національний технічний університет України

"Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського"

Мельник Виктория Николаевна

доктор технических наук, профессор,

заведующий кафедры биотехники и инженерии

Национальный технический университет Украины

"Киевский политехнический институт имени Игоря Сикорского"

Mel'nick Victoriia

Doctor of Technical Sciences, Professor,

Head of the Department of Bioengineering and Biotechnics

National Technical University of Ukraine

"Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute"

Ружинська Людмила Іванівна

кандидат технічних наук, доцент,

доцент кафедри біотехніки та інженерії

Національний технічний університет України

"Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського"

Ружинская Людмила Ивановна

кандидат технических наук, доцент,

доцент кафедры биотехники и инженерии

Национальный технический университет Украины

"Киевский политехнический институт имени Игоря Сикорского"

Ruzhinskaya Lyudmyla

*Candidate of Technical Sciences, Associate Professor,
Associate Professor of the Department of Bioengineering and Biotechnics
National Technical University of Ukraine
"Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute"*

Сорокін Едуард Геннадійович

*магістр
Національного технічного університету України
"Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського"*

Сорокин Эдуард Геннадиевич

*магистр
Национального технического университета Украины
"Киевский политехнический институт имени Игоря Сикорского"*

Sorokin Eduard

*Master of the
National Technical University of Ukraine
"Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute"*

**ВПЛИВ УЛЬТРАЗВУКУ НА ПРОЦЕС КРИСТАЛІЗАЦІЇ ЛИМОННОЇ
КИСЛОТИ**

**ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКА НА ПРОЦЕСС КРИСТАЛЛИЗАЦИИ
ЛИМОННОЙ КИСЛОТЫ**

**EFFECT OF ULTRASOUND ON THE PROCESS OF
CRYSTALLIZATION OF LEMONIC ACID**

***Анотація.** Наводяться результати лабораторних експериментів по виявленню дії звукового опромінення певної частоти на процес кристалізації лимонної кислоти*

***Ключові слова:** ультразвук, кристалізація, кавітація, лимонна кислота.*

Аннотация. *Представлены результаты лабораторных исследований влияния ультразвукового излучения определенной частоты на процесс кристаллизации лимонной кислоты*

Ключевые слова: *ультразвук, кристаллизация, кавитация, лимонная кислота.*

Summary. *The results of laboratory experiments on detecting the effect of sound irradiation of a certain frequency on the process of crystallization of citric acid are given.*

Key words: *ultrasound, crystallization, cavitation, citric acid.*

Кристалізація — це процес утворення твердої фази в вигляді кристалів з розчинів або розплавів. Охолоджений насичений розчин є нестійким і знаходиться в стані пересичення, що є рушійною силою. Концентрація речовини в розчині стає вище розчинності цієї речовини в даних умовах. При подальшому охолодженні, досягаємо температури, при якій почнеться утворення зародків кристалів, тобто ступінь перенасичення перевищить межу метастабільності [1].

Ультразвук в залежності від режиму ультразвукової обробки, ступеня перенасичення розчину, температурного чинника і т.д. може значно прискорити процес кристалізації неорганічних з'єднань. Прискорення кристалізації здійснюється за рахунок розчинення дрібних кристалів [2].

Для цих же цілей можливе використання диспергуючої дії ультразвуку, який дробить кристали. Останні в свою чергу стають новими центрами кристалізації, знову дробляться і т.д.

Використання ультразвуку пришвидшує процес утворення центрів кристалізації з 5-8 год до декількох секунд. Прискорення процесів кристалізації визначається на стадії кавітації, коли диспергирующий ефект найбільший.

Було проведено дослід по впливу ультразвуку на процес кристалізації.

Об'єктом дослідження була обрана лимонна кислота.

Технічне найменування продукту - лимонна кислота $\text{HOOC-CH}_2\text{C}(\text{OH})-\text{COOH}$ є монооксітрикарбоною кислотою, яка кристалізується з водних розчинів з однією молекулою води (моногідрат лимонної кислоти) у вигляді безбарвних прозорих ромбоподібних кристалів. Моногідратная лимонна кислота має молекулярну масу 210, щільність 1,540 г/см³ і температуру плавлення 70-75 °С. Кристалізаційна вода втрачається при зберіганні та інтенсивно виділяється при температурах, що перевищують 40-50 °С. При 100 °С вода втрачається повністю. Лимонна кислота за якістю має відповідати показниками, передбаченими ГОСТ 908: 2006. Це повинні бути безбарвні кристали або білий порошок, без грудок, для кислоти I сорту допускається жовтуватий відтінок, смак кислий, без стороннього присмаку, 2% -ний розчин кислоти в дистильованій воді повинен не мати запаху, бути прозорим і не містити механічних домішок, структура - сипка, суха, на дотик не липка, без сторонніх домішок. Лимонну кислоту отримують з культуральної рідини при глибинному культивуванні мікроскопічного гриба *Aspergillus niger* з наступним відділенням біомаси [3].

При температурі кристалізації 36,6°С і вище виділяється безводна лимонна кислота з молекулярною масою 192 і температурою плавлення 153°С. При нагріванні до 175°С лимонна кислота розкладається.

Технологія глибинного культивування продуцентів лимонної кислоти представляє собою явно виражений двоступінчастий процес. Перший ступінь включає вирощування посівного матеріалу з конідіоспор в посівному середовищі (на гойдалці і в посівному апараті) при 32-33°С в умовах інтенсивної аерації (0,8-1,0 об'єму повітря на 1 об'єм середовища в хвилину) і при безперервному перемешуванні середовища. Тривалість культивування на стадії вирощування посівного матеріалу - 2 доби (1 добу - на качалка, 1 - на посівному апараті) [4].

Кристалізація лимонної кислоти. Охолодження гарячого розчину проводять в кристалізаторі при безперервному перемішуванні. Пересичення, необхідне для утворення центрів кристалізації, досягається при зниженні температури концентрованого розчину. При температурі близько 37 ° С вносять затравку кристалів лимонної кислоти в кількості 0,05% до маси розчину. Утворення і зростання кристалів відбуваються при зниженні температури до 8 ° С. При цій температурі утфель, який являє собою суміш кристалів і маточного розчину, витримують протягом 30 хв.

Кавітація - утворення в рідині кавітаційних бульбашок, заповнених газом, паром або їх сумішшю.

Вплив ультразвукової кавітації сприяє кристалізацію і осадження, що забезпечує дуже однорідне змішування. Ультразвукове розчинення є перевіреним способом отримання перенасичених розчинів. Інтенсивне перемішування, і, таким чином, поліпшується перенесення маси. Ультразвукові ударні хвилі сприяють утворенню ядер. Чим більше ядер висівають, тим швидше буде відбуватися зростання кристалів. Як ультразвукова кавітація може точно регулювати процес кристалізації (рис. 1).

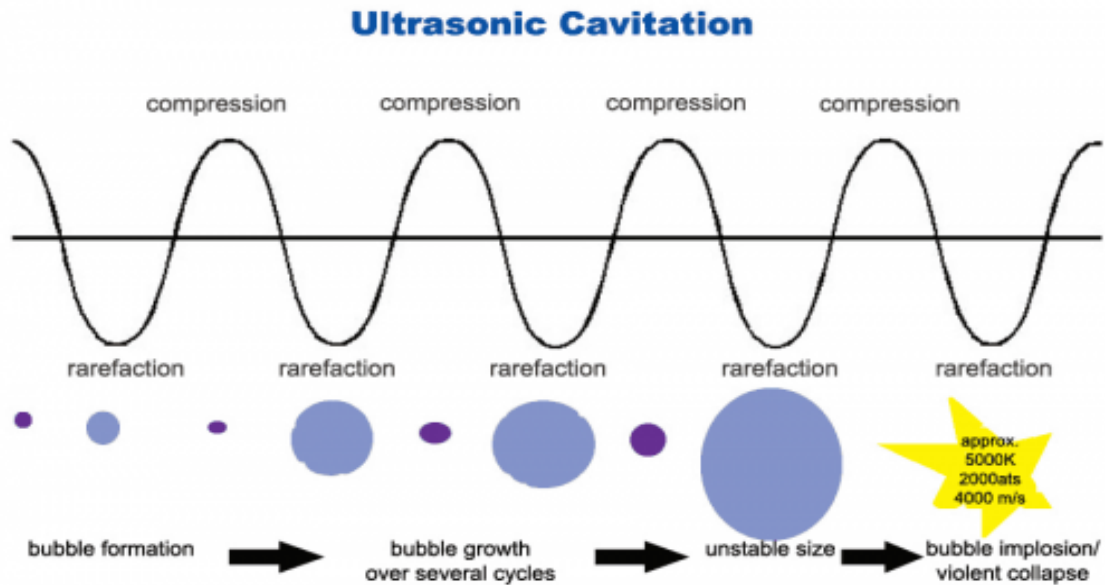


Рис. 1. Кавітація. Процес утворення і руйнування кавітаційних бульбашок

Переваги використання ультразвуку для кристалізації [5]:

- ультразвук ініціює і сприяє утворенню зародків і кристалізації органічних молекул. Контроль над кристалізацією і осадженням, що забезпечує високу якість продукції.
- значно швидший час індукції, з більш низьким рівнем перенасиченості, контроль за зростання кристалів.

Ультразвук дозволяє виготовляти кристали з урахуванням всіх вимог. Існує три основні варіанти впливу:

1. Первісний. Коротке застосування ультразвукових хвиль до пересичених розчинів може ініціювати посів та утворення зародків. Як обробка ультразвук застосовується тільки в початковій стадії, наступне зростання кристалів протікають безперешкодно, в результаті чого крупнозернисті кристали.

2. Безперервний. Безперервне опромінення перенасиченого розчину. призводить до зростання багатьох маленьки кристали.

3. Імпульсний. Імпульсний метод впливу означає застосування ультразвуку в певних інтервалах. Точно контрольований вхід

ультразвукової енергії дозволяє впливати на зростання кристалів, з урахуванням розмір кристала.

Перший дослід було проведено без впливу ультразвуку, для визначення основних критеріїв кристалізації (рис. 2).

Для приготування перенасиченого розчину було взято 100 мг дистильованої води, 220 г лимонної кислоти, термостат, термометр. Колбу з відміряними 100 мг дистильованої води помістили в термостат для нагрівання її до 75°C , поступово додаючи лимонну кислоту з постійним перемішуванням. Після повного розчинення у воді отримали перенасичений розчин лимонної кислоти, та почали охолоджувати колбу з розчином до температури 18°C . Для створення центрів кристалізації внесли 1 г лимонної кислоти.

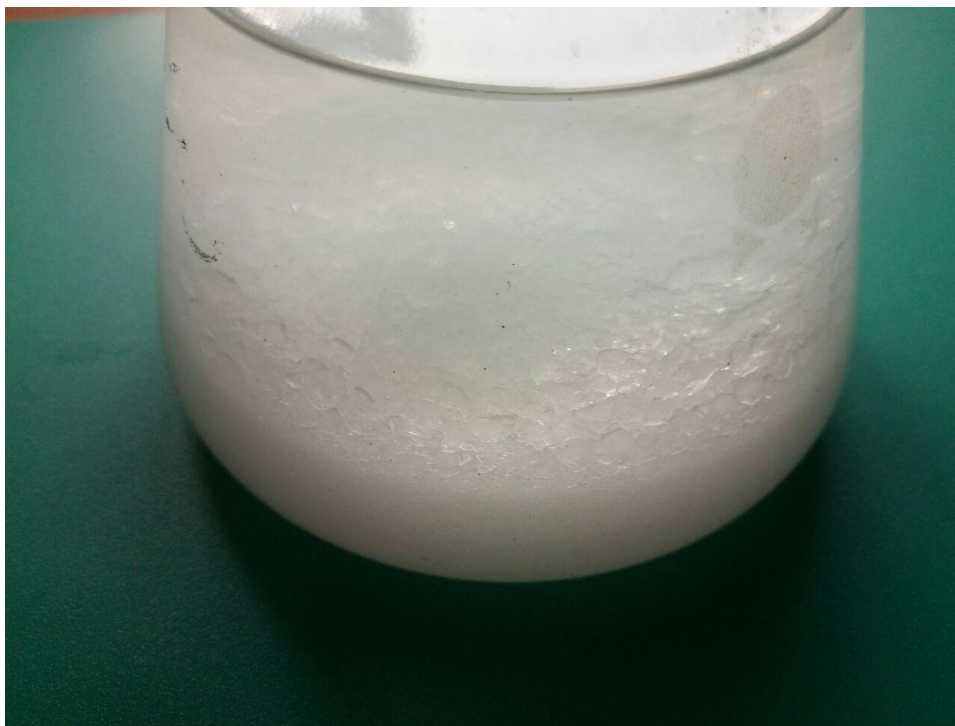


Рис. 2. Результат першого дослід

Осад почав випадати через 10 хв. Розчин помістили в холодильну камеру з температурою 8°C . Через одну годину чітко виділявся шар осаду у вигляді кристалів. В результаті отримали чітко виражені кристали білого кольору, більших розмірів над шаром осаду менших кристалів на дні пробірки.

В наступних зразках перенасичений розчин після охолодження та внесення 1г кристалів лимонної кислоти помістили під дію ультразвуку. Зразок № 1 на 5 хв. (рис. 3). Зразок № 2 на 10 хв. (рис. 4). Після дії ультразвуку розчини помістили в холодильну камеру.



Рис. 3. Зразок № 1



Рис. 4. Зразок № 2

В результаті дослідження в обох зразках спостерігались кристали більших та приблизно однакових розмірів. Також, необхідно відмітити, в зразку № 2 (рис. 4), що піддавався впливу ультразвуку на 10 хв, кристалізація почалася по всьому об'єму, про що свідчать кристали на стінках пробірки.

Застосування ультразвукового впливу з частотою коливань близько 20 кГц дозволяє різко інтенсифікувати процес, оскільки в кавітаційному режимі виникають сильні мікро- та макропотоки, що знімають дифузійні обмеження. Застосування ультразвукового впливу дозволяє поліпшити осьову однорідність розподілу домішок і компонентів сплаву за рахунок інтенсифікації тепло- і масообмінних процесів. Ультразвукова обробка в процесі кристалізації дозволяє отримати однорідний, безпористий матеріал з дрібнозернистою структурою.

Література

1. Деркач Ф. А. Хімія. — Львів : Львівський університет, 1968. — 312 с.

2. Алехин, О. С. Способ управления процессом кристаллизации / О. С. Алехин, А. П. Бобров, В. И. Герасимов, В. И. Зарембо, К. В. Некрасов, П. М. Саргаев, К. А. Суворов, Патент РФ No 2137572. (12.29. 1998).
3. Браже, Р. А. Концепции современного естествознания. Часть 2 [Учебн. пособ.] / Р. А. Браже, Р. М. Мефтахутдинов, Ульяновск: Ульяновский гос. техн. ун - т, 2003. - 130 с.
4. Гельперин, Н.И. Основы техники кристаллизации расплавов / Н. И. Гельперин, Г. А. Носов. — М.: Химия, 1975. - 352 с.
5. Гельперин, Н.И. Основы техники фракционной кристаллизации / Н.И. Гельперин, Г.А. Носов. - М.: Химия, 1986. - 304 с.