

УДК 66.061

Профессор Ю.И. Шишацкий, инженер С.Ю. Плюха,
доцент А.А. Журавлёв, аспирант С.С. Иванов
(Воронеж. гос. ун. инж. техн.) кафедра промышленной энергетики. тел. (473) 279-98-22
E-mail: d.pluxa@yandex.ru

Professor Iu.I. Shishatskii, engineer S.Iu. Pliukha,
assistant Professor A.A. Zhuravlev, graduate S.S. Ivanov
(Voronezh state university of engineering technologies) Department of industrial energetic.
phone. (473) 279-98-22
E-mail: d.pluxa@yandex.ru

Оптимизация процесса экстрагирования из люпина подсырной сывороткой

Optimization of process extraction of lupine cheese whey

Реферат. Показана актуальность работы. Приведено высказывание академика А.Г. Храмцова о том, что прорывной технологией в молочной промышленности является использование молочной сыворотки в качестве экстрагента с целью извлечения целевых компонентов из растительного сырья и получения ценного молочно-растительного экстракта. Решена задача оптимизации для определения входных факторов, обеспечивающих эффективное ведение процесса экстрагирования. Оптимизация параметров процесса проводилась экспериментально-статистическими методами в несколько этапов. На первом этапе построена регрессионная модель, адекватно описывающая зависимость выбранного выходного параметра от изучаемых факторов. Проведён полный факторный эксперимент (ПФЭ) типа 2^3 , составлена матрица планирования, оформленная в таблицу. Опыты проводились в двухкратной повторности. Число опытов в центре плана выбрано с учётом возможного перехода к планированию второго порядка. План ПФЭ типа 2^3 даёт возможность рассчитать 8 регрессионных коэффициентов и построить уравнение первого порядка. Результаты расчёта доверительной ошибки представлены в таблице. Статистическая обработка экспериментальных данных позволила определить регрессионные коэффициенты, проверить их значимость, оценить воспроизводимость опытов и установить адекватность полученного регрессионного уравнения второго порядка по трём критериям. Второй этап заключался в оптимизации параметров экстрагирования. Постановка задачи оптимизации записана аналитически. Для решения поставленной задачи использован метод неопределённых множителей Лагранжа. В соответствии с вычисленным алгоритмом составлена система уравнений, содержащая частные производные целевой функции по всем независимым переменным и неопределённому множителю Лагранжа. Оптимальными признаны результаты, полученные на 10 шаге оптимизации, обеспечивающие достижение максимального выхода экстрактивных веществ. Получены оптимальные условия экстрагирования. Третьим этапом явилась оценка степени точности и надёжности полученного значения критерия оптимизации (выход экстрактивных веществ).

Summary. The urgency of the job is showed. These words of the academician A.G. Khramtsov that breakthrough technology in the dairy industry is the use of whey as a solvent for the extraction of target components of plant raw materials and obtaining valuable milk-plant extract. The problem of optimization to determine the input factors for the effective management of process of extraction. Optimization of parameters of the process was carried out experimental-statistical methods in several stages. At the first stage built regression model that adequately describes the dependence of the selected output parameter from the studied factors. A full factorial experiment (PFA) type 2^3 , composed planning matrix, decorated in a table. The experiments were conducted in a double-repetition. The number of experiments in the centre of the plan selected taking into account a possible transition to the planning of the second order. The plan PFA type 2^3 gives the possibility to calculate 8 regression coefficients and construct the equation of the first order. The results of calculation of confidence errors presented in the table. Statistical processing of experimental data allowed determining the regression coefficients, check their significance, to assess the reproducibility of experiments and to establish the adequacy of the obtained regression equations of the second order on three criteria. The second stage was to optimize the parameters of extraction. Statement of a problem of optimization recorded analytically. To solve this problem we use the method of the Lagrange multipliers. According to calculated by the algorithm is composed of a system of equations containing partial derivatives of the objective function for all independent variables and undetermined Lagrange multiplier. Optimal recognized the results obtained on the 10-step optimization, providing the maximum output of extractive substances. The obtained optimal conditions of extraction. The third stage was to evaluate the precision and reliability of the obtained values of the optimization criterion (output of extractive substances).

Ключевые слова: задача оптимизации, регрессионная модель, оптимальные условия экстрагирования.

Keywords: optimization task, regression model, optimum conditions of extraction.

© Шишацкий Ю.И., Плюха С.Ю.,
Журавлёв А.А., Иванов С.С., 2014

Проблема утилизации вторичного молочного сырья, а также разработка рациональных технологических решений является весьма актуальной задачей. А.Г. Храмцов отмечает, что направленное изменение состава и свойств молочной сыворотки достигается путём её использования в качестве экстрагента при экстрагировании из сырья растительного происхождения.

Извлечение целевых компонентов, в том числе белковых веществ, из люпина подсырной сывороткой даёт возможность получить пищевую композицию с целью её ис-

пользования в производстве продуктов функционального назначения.

Решение задачи оптимизации позволяет определить параметры, обеспечивающие эффективное ведение процесса экстрагирования.

В качестве основных факторов выбраны: x_1 – температура экстрагирования, °С; x_2 – величина pH экстрагента, ед. pH; x_3 – продолжительность экстрагирования, с (таблица 1). Размер частиц шарообразной формы в ходе эксперимента составлял $d_{cp} = 1,0$ мм.

Т а б л и ц а 1

Характеристики планирования

Условия планирования	Натуральные значения факторов		
	x_1 , °С	x_2 , ед. pH	x_3 , с
Основной уровень (0)	50,0	6,5	2100,0
Интервал варьирования	5,95	0,59	892,86
Верхний уровень (+1)	55,95	7,09	2992,86
Нижний уровень (-1)	44,05	5,91	1207,14
Верхняя «звездная» точка (+1,682)	60,0	7,5	3600
Нижняя «звездная» точка (-1,682)	40,0	5,5	600

Выходным параметром у служил выход экстрактивных веществ, %.

Оптимизация параметров процесса экстрагирования проводилась экспериментальными статистическими методами в несколько этапов.

Первый этап заключался в построении регрессионной модели, адекватно описывающей зависимость выбранного выходного параметра от изучаемых факторов.

С целью сокращения продолжительности экспериментальных исследований и снижения затрат на их реализацию, проведён полный факторный эксперимент (ПФЭ) типа 2^3 в соответствии с матрицей планирования (таблица 2, опыты 1-8).

Опыты проводились в двухкратной повторности, для оценки воспроизводимости опытов в центре плана были реализованы 6 параллельных опытов (таблица 2, опыты 15-20). Число опытов в центре плана выбрано с учетом возможного в дальнейшем перехода к планированию второго порядка. Для исключения влияния неконтролируемых параметров на результаты эксперимента порядок опытов рандомизировали посредством таблицы случайных чисел. В таблице 2 представлены средние арифметические значения функций отклика в двух параллельных опытах.

Т а б л и ц а 2

Матрица планирования и результаты эксперимента

№ опыта	Кодированные значения факторов			Натуральные значения факторов			Функция отклика у, %
	X_1	X_2	X_3	x_1 , °С	x_2 , ед. pH	x_3 , с	
1	2	3	4	5	6	7	8
1	-1	-1	-1	44,05	5,91	1207,14	12,205
2	+1	-1	-1	55,95	5,91	1207,14	14,648
3	-1	+1	-1	44,05	7,09	1207,14	11,289
4	+1	+1	-1	55,95	7,09	1207,14	13,699
5	-1	-1	+1	44,05	5,91	2992,86	16,251
6	+1	-1	+1	55,95	5,91	2992,86	18,819
7	-1	+1	+1	44,05	7,09	2992,86	15,519
8	+1	+1	+1	55,95	7,09	2992,86	17,758
9	-1,682	0	0	40	6,5	2100	12,255
10	+1,680	0	0	60	6,5	2100	16,186
11	0	-1,68	0	50	5,5	2100	16,344
12	0	+1,68	0	50	7,5	2100	14,935

1	2	3	4	5	6	7	8
13	0	0	-1,68	50	6,5	600	11,975
14	0	0	+1,68	50	6,5	3600	18,783
15	0	0	0	50	6,5	2100	15,38
16	0	0	0	50	6,5	2100	15,37
17	0	0	0	50	6,5	2100	15,88
18	0	0	0	50	6,5	2100	14,99
19	0	0	0	50	6,5	2100	15,20
20	0	0	0	50	6,5	2100	15,39

План ПФЭ типа 2^3 дает возможность рассчитать 8 регрессионных коэффициентов и построить уравнение первого порядка. Как известно [1], свободный член b_0 уравнения регрессии является оценкой выхода процесса в центральной точке эксперимента, которая смешана с суммарной оценкой квадратичных эффектов всех факторов. Если квадратичные эффекты будут значимы, то и прогнозируемые результаты опытов в центре плана эксперимента будут значимо отличаться от их экспериментальных значений. Параллельные опыты в центре плана эксперимента позволяют, не приступая даже к расчету всех (кроме b_0) оценок коэффициентов уравнения, судить о возможности описания изучаемых зависимостей уравнением первого порядка без включения в него квадратичных членов.

Для этого были рассчитаны значения свободного члена b_0 , среднее арифметическое значение функции отклика $\bar{y}_0$ в центре эксперимента, оценка дисперсии разности $S^2(\bar{y}_0 - b_0)$ и доверительная ошибка разности ε (таблица 3).

Т а б л и ц а 3

Результаты расчета доверительной ошибки

Показатель	Значение
Свободный член b_0	15,0235
Среднее арифметическое значение функции отклика в центре эксперимента $\bar{y}_0$	15,368
Оценка дисперсии разности $S^2(\bar{y}_0 - b_0)$	0,00991
Разность $ \bar{y}_0 - b_0 $	0,3415
Доверительная ошибка разности ε	0,215

Доверительная ошибка разности ε рассчитана по формуле:

$$\varepsilon = t_m \cdot \sqrt{S^2(\bar{y}_0 - b_0)}, \quad (1)$$

где t_m – табличное значение критерия Стьюдента при заданной доверительной вероятности 95 % и числе степеней свободы 13 ($t_m = 2,16$).

Анализ результатов в таблице 3 показал, что для выходного параметра y выполняется условие $\varepsilon < |\bar{y}_0 - b_0|$. Это указывает на то, что с заданной доверительной вероятностью 95 % различие между $\bar{y}_0$ и b_0 следует признать существенным, уравнение регрессии, полученное по результатам ПФЭ, дает неудовлетворительное математическое описание и необходимо перейти к планированию второго порядка, позволяющему учесть в регрессионном уравнении оценки квадратичных эффектов факторов.

Для этого в исходную матрицу планирования были включены опыты в «звездных» точках (таблица 2, опыты 9-14). Выбор величины «звездного» плеча $\pm 1,682$ обусловлен необходимостью получения униформ-ротатабельного плана, обеспечивающего получение одинаковой величины дисперсии предсказания для любой точки в пределах изучаемой области.

Опыты в «звездных» точках реализовали в двукратной повторности. В таблице 2 представлены средние арифметические значения функции отклика в двух параллельных опытах.

Статистическая обработка экспериментальных данных заключалась в вычислении оценок регрессионных коэффициентов, проверке их значимости, оценке воспроизводимости опытов и установлении адекватности полученного регрессионного уравнения. При этом были использованы статистические критерии Стьюдента, Кохрена и Фишера (при доверительной вероятности 95 %).

Установлено, что оценки коэффициентов b_{123} и b_{33} являются статистически незначимыми и их можно исключить из рассмотрения. Уравнение регрессии, адекватно описывающее зависимость выхода экстрактивных веществ от изучаемых факторов, имеет вид уравнения второго порядка:

$$y_1 = 15,379 + 1,169X_1 - 0,419X_2 + 2,026X_3 - 0,0824X_1X_2 + 0,03187X_1X_3 - 0,02897X_2X_3 - 0,4103X_1^2 + 0,0922X_2^2 \quad (2)$$

где X_i – кодированные значения факторов, связанные с натуральными значениями x_i соотношениями:

$$X_1 = \frac{x_1 - 50}{5,95}; X_2 = \frac{x_2 - 6,5}{0,59}; X_3 = \frac{x_3 - 2100}{892,86} \quad (3)$$

Второй этап заключался в оптимизации параметров экстрагирования.

Для поиска оптимальных параметров X_1 , X_2 и X_3 задачу оптимизации сформулируем следующим образом. Необходимо найти такие значения независимых переменных X_1 , X_2 и X_3 , которые обеспечивают условный экстремум (максимум) выхода экстрактивных веществ $y_1 = f(X_1, X_2, X_3)$. Значения независимых переменных X_1 , X_2 и X_3 при этом не должны выходить за область эксперимента, границы которой определяются значениями факторов в звездных точках. Указанное ограничение аналитически может быть записано в виде выражения:

$$\varphi(X_1, X_2, X_3) = X_1^2 + X_2^2 + X_3^2 = R^2, \quad (4)$$

что в факторном пространстве представляет собой сферу радиусом R , центр которой совпадает с центром эксперимента.

Таким образом, постановка задачи оптимизации аналитически записывается как:

$$\begin{cases} y = 15,379 + 1,169X_1 - 0,419X_2 \\ + 2,026X_3 - 0,0824X_1X_2 + 0,03187X_1X_3 - \\ - 0,02897X_2X_3 - 0,4103X_1^2 \\ + 0,0922X_2^2 \rightarrow \max; \\ X_1^2 + X_2^2 + X_3^2 = R^2 \end{cases} \quad (5)$$

Для решения поставленной задачи воспользуемся методом неопределенных множителей Лагранжа [2]. Для этого составим целевую функцию F , представляющую собой сумму

уравнения $f(X_1, X_2, X_3)$, подлежащего оптимизации и ограничения $\varphi(X_1, X_2, X_3)$, умноженного на неопределенный множитель Лагранжа λ :

$$\begin{aligned} F = & 15,379 + 1,169X_1 - 0,419X_2 \\ & + 2,026X_3 - 0,0824X_1X_2 + 0,03187X_1X_3 - \\ & - 0,02897X_2X_3 - 0,4103X_1^2 + 0,0922X_2^2 \\ & + \lambda(X_1^2 + X_2^2 + X_3^2 - R^2) \end{aligned} \quad (6)$$

В соответствии с вычислительным алгоритмом метода неопределенных множителей Лагранжа составим систему уравнений, содержащую частные производные целевой функции F по всем независимым переменным X_1 , X_2 , X_3 и неопределенному множителю Лагранжа λ :

$$\begin{cases} \frac{\partial F}{\partial X_1} = 1,169 - 0,0824X_2 + 0,03187X_3 \\ - 2 \cdot 0,4103X_1 + 2\lambda X_1 = 0; \\ \frac{\partial F}{\partial X_2} = -0,419 - 0,0824X_1 - 0,02897X_3 \\ + 2 \cdot 0,0922X_2 + 2\lambda X_2 = 0; \\ \frac{\partial F}{\partial X_3} = 2,026 + 0,03187X_1 - 0,02897X_2 \\ + 2\lambda X_3 = 0; \\ \frac{\partial F}{\partial \lambda} = X_1^2 + X_2^2 + X_3^2 - R^2 = 0. \end{cases} \quad (7)$$

Для решения системы уравнений (7) с последующим вычислением значений функции отклика (2) воспользуемся интегрированным пакетом MAPLEW 12. Вычисления проводим при изменении радиуса сферы R в диапазоне от 1,682 до 0 (таблица 4).

Т а б л и ц а 4

Результаты оптимизации

№ шага	R	X_1	X_2	X_3	λ	y , %
1	0	0	0	0	-10,81	15,38
2	0,2	0,094	-0,037	0,17	-5,87	15,85
3	0,6	0,178	-0,079	0,349	-2,91	16,32
4	0,6	0,256	-0,12	0,53	-1,93	16,78
5	0,8	0,326	-0,17	0,709	-1,438	17,24
6	1,0	0,39	-0,22	-0,89	-1,14	17,7
7	1,2	0,45	-0,283	1,076	-0,952	18,16
8	1,4	0,505	-0,344	-1,26	-0,814	18,62
9	1,5	0,53	-0,376	1,35	-0,76	18,85
10	1,68	0,576	-0,436	1,516	-0,678	19,26

При дальнейшем движении по поверхности отклика (увеличение радиуса сферы R) выход экстрактивных веществ y увеличивается, однако ограничения $-1,68 \leq X_i \leq +1,68$ не выполняются. Таким образом, оптимальными следует признать результаты, полученные на 10 шаге оптимизации, обеспечивающие достижение максимального выхода экстрактивных веществ.

Переходя от кодированных значений факторов к натуральным с учетом характеристик планирования (таблица 1), получим оптимальные условия экстрагирования: температура экстрагирования $x_1 = 53,43$ °C; величина pH экстрагента $x_2 = 6,24$ ед. pH; продолжительность экстрагирования $x_3 = 3453,57$ с.

Третьим этапом явилась оценка степени точности и надежности полученного значения критерия оптимизации (выход экстрактивных веществ).

Дисперсия предсказанного значения критерия оптимизации [2]:

$$S^2(\hat{y}) = S_{b_0}^2 + S_{b_i}^2 R^2 + S_{b_{ii}}^2 R^4 + 2 \text{cov}_{b_0 b_{ii}} R^2, \quad (8)$$

где $S_{b_0}^2, S_{b_i}^2, S_{b_{ii}}^2$ – дисперсии при определении коэффициентов регрессии b_0, b_i, b_{ii} соответствен-

но; $\text{cov}_{b_0 b_{ii}}$ – ковариация; R – радиус сферы, на которой расположена точка с оптимальными значениями факторов $X_1 = 0,576$, $X_2 = -0,436$ и $X_3 = 1,516$ ($R^2 = X_1^2 + X_2^2 + X_3^2$).

Дисперсии при определении регрессионных коэффициентов связаны с остаточной дисперсией $S_{\text{ост}}^2$ и константами ковариационной матрицы известными соотношениями [2]. Значение остаточной дисперсии, полученное при обработке экспериментальных данных, представлено в таблице 5.

Ошибка предсказания значения критерия оптимизации:

$$\delta = t_m \sqrt{S^2(\hat{y})}, \quad (9)$$

где t_m – табличное значение критерия Стьюдента ($t_m = 2,37$ при уровне значимости $p = 5\%$).

Результаты вычислений представлены в таблице 5 в виде доверительного интервала $y \pm \delta$ при выбранной доверительной вероятности $\gamma = 1 - p = 95\%$.

Т а б л и ц а 5

Статистические характеристики критерия оптимизации

Критерий оптимизации	Оптимальное значение критерия оптимизации	Дисперсия $S^2(\hat{y})$	Ошибка δ	Доверительный интервал $y \pm \delta$
Выход экстрактивных веществ, %	19,26	2,41	3,68	$19,26 \pm 3,68$

Вычисления проводились при гидромодуле 1:5, установленном экспериментально.

Таким образом, экспериментально-

статистический подход позволил решить задачу оптимизации процесса экстрагирования из люпина подсырной сывороткой.

ЛИТЕРАТУРА

1 Дерканосова Н.М., Журавлев А.А., Сорокина И.А. Моделирование и оптимизация технологических процессов пищевых производств. Практикум: учеб. пособие. Воронеж: ВГТА, 2011. 196 с.

2 Грачев Ю. П., Плаксин Ю.М. Математические методы планирования эксперимента. М.: ДеЛи Принт, 2005. 296 с.

REFERENCES

1 Derkanosova N.M., Zhuravlev A.A., Sorokina I.A. Modelirovanie i optimizatsiia tekhnologicheskikh protsessov pishchevykh proizvodstv [Modeling and optimization of technological processes of food production. The workshop]. Voronezh, VGTA, 2011. 196 p. (In Russ.).

2 Grachev Yu.P., Plaksin Yu.M. Matematicheskie metody planirovaniia eksperimenta [Mathematical methods of planning of experiment]. Moscow, DeLi Print, 2005. 296 p. (In Russ.).