

DOKTORSKA DISERTACIJA

***MODELOVANJE "CROSS-FLOW" MIKROFILTRACIJE
SUSPENZIJA KVASCA PRIMENOM KONCEPTA NEURONSKIH
MREŽA I POSTUPKA ODZIVNE POVRŠINE***

Mr Aleksandar Jokić, dipl. ing.

Novi Sad, 2010.

KLJUČNA DOKUMENTACIJSKA INFORMACIJA

Redni broj:
RBR

Identifikaciono broj:
IBR

Tip dokumentacije: Monografska publikacija
TD

Tip zapisa: Tekstualni štampani materijal
TZ

Vrsta rada: Doktorska teza
VR

Autor: **Mr Aleksandar Jokić, dipl. ing.**
AU

Mentor: **Dr Zoltan Zavargo**, redovni profesor
MN Tehnološkog fakulteta u Novom Sadu

Naslov rada: *Modelovanje "cross-flow" mikrofiltracije
suspenzija kvasca primenom koncepta neuronskih
mreža i postupka odzivne površine*
NS

Jezik publikacije: srpski (latinica)
JZ

Jezik izvoda: srpski / engleski
JI

Zemlja publikovanja: Srbija
ZP

Uže geografsko područje: Novi Sad, Vojvodina
UGP

Godina: 2010
GO

Izdavač: autorski reprint
IZ

Mesto i adresa: 21000 Novi Sad, Srbija, Bul. cara Lazara 1
MS

Fizički opis:	VII, 116 str., 24 tab., 43 sl.
FO	
Naučna oblast:	Hemijsko inženjerstvo
NO	
Naučna disciplina:	Mehanika fluida
ND	
Predmetna odrednica:	Mikrofiltracija, statički mešač, kvasac, neuronske mreže, odzivna površina
PD	
UDK:	664.1.056:541.18.045
Čuva se:	U biblioteci Tehnološkog fakulteta
ČU	
Važna napomena:	nema
VN	
Izvod:	Cilj ovog rada je ispitivanje mogućnosti primene koncepta neuronskih mreža i postupka odzivne površine za modelovanje cross-flow mikrofiltracije suspenzija kvasca. drugi cilj je bio ispitivanje poboljšanja procesa primenom Kenics statičkog mešača kao promotora turbulencije. Primena statičkog mešača ispitana je i sa energetskog stanovišta, a ne samo sa aspekta povećanja fluksa permeata. Svi eksperimenti izvedeni su u uslovima recirkulacije i koncentrisanja napojne suspenzije.
IZ	

Dobijeni rezultati ukazuju da se poboljšanje mikrofiltracije može se ostvariti primenom statičkog mešača bez primene dodatne opreme. Tokom eksperimentalnog rada porast fluksa iznosio je između 89,32% i 258,86% u uslovima recirkulacije napojne suspenzije u zavisnosti od odabranih eksperimentalnih uslova, dok je u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije porast fluksa imao vrednosti od 100% do 540% u istom eksperimentalnom opsegu.

Koncept neuronskih mreža daje veoma dobre rezultate fitovanja posmatranih odziva. Pored primene ovog koncepta ispitana je i mogućnost procene uticaja pojedinih eksperimentalnih promenljivih na odzive primenom jednačine Garsona i metode jačine

sinapsi koje povezuju neurone. Rezultati ovog ispitanja u saglasnosti su sa regresionom analizom.

Za detaljniju analizu uticaja eksperimentalnih promenljivih na posmatrane odzive primjenjen je postupak odzivne površine funkcije. Prvi korak u ovom segmentu istraživanja bio je određivanje uticaja srednjeg prečnika pora membrane na proces mikrofiltracije. Najbolji rezultati dobijeni su za membranu srednjeg prečnika 200 nm, pošto kod većih prečnika pora dolazi do izraženijeg unutrašnjeg prljanjaka koje rezultuje manjim vrednostima fluksa permeata tokom proces mikrofiltracije.

Dalja istraživanja usmerena su na ispitanje uticaja pojedinih eksperimentalnih promenljivih ali i njihovih interakcija za odabranu membranu (srednji prečnik pora 200 nm). Rezultati fitovanja eksperimentalnih podataka dobijeni za jednu membranu bolji su u poređenju sa rezultatima kada su fitovani eksperimentalni rezultati za sve tri korištene membrane. Sa energetske tačke gledišta primećeno je da je najbolje raditi u umerenom opsegu protoka napojne suspenzije.

Kao krajnji cilj primene postupka odzivne površine urađena je optimizacija vrednosti eksperimentalnih promenljivih, primenom postupka željene funkcije. Optimalni uslovi rada dobijeni u uslovima recirkulacije napojene suspenzije su transmembranski pritisak 0,2 bara, koncentracija napojne suspenzije 7,54 g/l i protok 108,52 l/h za maksimalne vrednosti specifične redukcije potrošnje energije. Sa sruge strane u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije eksperimentalne promenljive imale su vrednosti transmembranski pritisak 1 bar, koncentracija napojne suspenzije 7,50 g/l i protok 176 l/h za maksimalne vrednosti specifične redukcije potrošnje energije.

Datum prihvatanja teme: 11.06.2009.
DP

Datum odbrane:
DO

Članovi komisije:
KO

Predsednik:

Dr Mirjana Đurić, red. prof. Tehnološkog
fakulteta, Univerzitet u Novom Sadu, Novi Sad

Mentor:

Dr Zoltan Zavargo, red. prof. Tehnološkog
fakulteta, Univerzitet u Novom Sadu, Novi Sad

Član:

Dr Gyula Vatai, red. prof. Fakultet za prehrambenu
industriju, Corvinus univerzitet, Budimpešta

KEY WORDS DOCUMENTATION

Accession number:
ANO

Identification number:
INO

Document type: Monographic publication
DT

Type of record: Textual material, printed
TR

Contents code: Ph.D. thesis
CC

Author: **Aleksandar Jokić, M.Sc.**
AU

Menthor: **Zoltan Zavargo, Ph.D.**
MN Faculty of Technology, University of Novi Sad

Title: *Cross-flow microfiltration modelling of yeast suspension by neural networks and response surface methodology*
TI

Language of text: Serbian (Roman)
LT

Language of abstract: Serbian (Roman) / English
LS

Country of publication: Serbia
CP

Locality of publication: Novi Sad, Vojvodina
LP

Publication year: 2010
PY

Publisher: author reprint
PB

Publ. Place: 21000 Novi Sad, Serbia, Bul. cara Lazara 1
PL

Physical description: VII, 116str., 24 tab., 43 sl.
PD

Scientific field:	Chemical engineering
SF	
Scientific discipline:	Fluid mechanics
SD	
Key Words	Microfiltration, static mixer, yeast, neural networks, response surface methodology
CW	
UC:	664.1.056:541.18.045
Holding data:	Library of Faculty of Technology Novi Sad, 21000 Novi Sad, Serbia, Bul. cara Lazara 1
HD	
Note:	Ph.D. thesis = Doktorska teza
N	
Absract:	The aim of this work was to investigate possibilities of applying neural network and response surface methodology for modeling cross-flow microfiltration of yeast suspensions. Another aim was to investigate the improvement of process using Kenics static mixer as turbulence promoter. Experimental work was performed on 200, 450 and 800 nm tubular ceramic membranes. The use of static mixer was also examined from an energetic point of view not only its influence on permeate flux. All experiments were done in recirculation and concentration mode.
AB	
	The results clearly show that the improvement of cross-flow microfiltration of yeast suspensions performances can be done with static mixer without any additional equipment. In experimental work, flux increase had values between 89.32% and 258.86% for recirculation of feed suspension depending on experimental values of selected variables while in concentration mode this improvement was in range between 100% and 540% for the same range of experimental variables.
	Neural networks had excellent predictive capabilities for this kind of process. Besides examination of predictive capabilities of neural networks influence of each variable was examined by applying Garson equation and connection weights method. Results of this analysis were in fairly good agreement with regression analysis. For more detailed analysis of variables influence on the selected responses response surface methodology was implemented. First step was to

investigate the influence of membrane pore size on the process of microfiltration. The results suggested that the best way to conduct microfiltration of yeast suspensions is by using the membrane with mean pore size of 200 nm, because bigger mean pore size can lead to more prominent internal fouling that causes smaller flux values.

Further investigations of microfiltration process were done in order to investigate influences of variables as well as their interactions and it was done for the membrane with pore size of 200 nm. Results for this membrane considering regression analysis were considerably better compared with results obtained for modeling all three membranes. From the energetic point of view it was concluded that it is optimal to use moderate feed flows to achieve best results with implementation of static mixer.

As the final goal of response surface methodology optimization of process variables was done by applying desirability function approach. Optimal values of process variables for recirculation of feed suspension were transmembrane pressure 0.2 bar, concentration 7.54 g/l and feed flow 108.52 l/h for maximal values of specific energy reduction. On the other side for concentration of feed suspension these variables had values of 1 bar, 7.50 g/l and 176 l/h.

Accepted by the Scientific Board on:
ASB

Defended on:

DE

Thesis defended board:
DB

President:

Dr Mirjana Đurić, professor, Faculty of Technology, University in Novi Sad, Novi Sad

Menthor:

Dr Zoltan Zavargo, professor, Faculty of Technology, University in Novi Sad, Novi Sad

Member:

Dr Gyula Vatai, professor, Faculty of Food Engineering, Corvinus University, Budapest

SADRŽAJ

SPISAK TABELA	3
SPISAK SLIKA	4
Uvod	7
1. Cilj rada	9
Pregled literature	10
2. Membranski separacioni procesi	11
2.1. Podela membranskih separacionih procesa	12
2.2. Karakterizacija membranskih separacionih procesa	13
2.3. Koncentraciona polarizacija i zaprljanost membrane	17
3. Mikrofiltracija	19
3.1. Karakteristike mikrofiltracije	19
3.2. Postupci za poboljšanje fluksa permeata	22
3.3. Modelovanje mikrofiltracije	25
3.3.1. Koncept neuronskih mreža	26
3.3.2. Postupak odzivne površine	31
4. Materijal i metod	33
4.1. Materijal	33
4.2. Aparatura i eksperimentalni postupak	34

4.3.	Eksperimentalni plan i obrada podataka.....	37
5.	Rezultati i diskusija	42
5.1.	Ispitivanja u uslovima recirkulacije napojne suspenzije	42
5.1.1.	Model nuronskih mreža u uslovima recikulacije napojne suspenzije	43
5.1.2.	Model odzivne površine u uslovima recikulacije napojne suspenzije.....	47
5.1.2.1.	Uticaj veličine pora u uslovima recikulacije napojne suspenzije.....	48
5.1.2.2.	Uticaj procesnih parametara u uslovima recikulacije napojne suspenzije.....	56
5.1.2.3.	Optimizacija u uslovima recikulacije napojne suspenzije	68
5.2.	Ispitivanja u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije	71
5.2.1.	Model nuronskih mreža u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije.....	72
5.1.2.	Model odzivne površine u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije	75
5.1.2.1.	Uticaj veličine pora u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije	76
5.1.2.2.	Uticaj procesnih parametara u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije	85
5.1.2.3.	Optimizacija u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije.....	94
6.	Zaključak.....	97
7.	Literatura.....	101
	Prilog 1.	111
	Prilog 2.	113
	Prilog 3.	114
	Prilog 4.	116

SPISAK TABELA

Tabela 5.1

Uticaj promenljivih na izlaze neuronske mreže u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Tabela 5.2

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Tabela 5.3

Analiza varianse (ANOVA) modelovanih odziva u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Tabela 5.4

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (200 nm)

Tabela 5.5

Analiza varianse (ANOVA) modelovanih u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (200 nm)

Tabela 5.6

Rezultati optimizacije za vrednosti koncentracije suspenzije zadate eksperimentalnim planom (recirkulacija)

Tabela 5.7

Uticaj promenljivih na izlaze neuronske mreže u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Tabela 5.8

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Tabela 5.9

Analiza varianse (ANOVA) modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Tabela 5.10

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (200 nm)

Tabela 5.11

Analiza varianse (ANOVA) modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (200 nm)

Tabela 5.12

Rezultati optimizacije za vrednosti koncentracije suspenzije zadate eksperimentalnim planom (koncentrisanje)

Tabela P1.1

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (450 nm)

Tabela P1.2

Analiza varianse (ANOVA) modelovanih u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (450 nm)

Tabela P1.3

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (800 nm)

Tabela P1.4

Analiza varianse (ANOVA) modelovanih odziva u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (800 nm)

Tabela P2.1

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (19kanala)

Tabela P2.2

Analiza varianse (ANOVA) modelovanih odziva u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (19kanala)

Tabela P3.1

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (450 nm)

Tabela P3.2

Analiza varijanse (ANOVA) modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (450 nm)

Tabela P3.3

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (800 nm)

Tabela P3.4

Analiza varijanse (ANOVA) modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (800 nm)

Tabela P4.1

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (19kanala)

Tabela P4.2

Analiza varijanse (ANOVA) modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (19kanala)

SPISAK SLIKA

Slika 2.1. Šematski prikaz membranskog procesa

Slika 2.2. Tipovi membranske separacije kod kojih je pogonska sila razlika pritiska

Slika 2.3. Korelacije radnih parametara filtracionog procesa i fluksa

Slika 3.1. Prikaz mikrofiltracionog sistema sa povratkom retentata

Slika 3.2. Šematski prikaz statičke mikrofiltracije (a) i mikrofiltracije sa unakrsnim tokom (b)

Slika 3.3. Promena fluksa i formiranje filtracione pogače tokom procesa mikrofiltracije

Slika 3.4. Šematski prikaz veštačkog neurona

Slika 3.5. Uticaj izbora stepena učenja na traženje minimuma greške neuronske mreže

Slika 4.1. Presek multikanalne membrane i njene karakteristike

Slika 4.2. Šema laboratorijskog postrojenja za mikrofiltraciju

Slika 4.3. Geometrija pojedinačnog helikoidnog elementa (a) i povezanih elemenata Kenics statičkog mešača (b)

Slika 4.4. Šematski prikaz aparature za mikrofiltraciju sa multikanalnom membranom

Slika 4.5. Raspored tačaka Box-Behnkenovg eksperimentalnog plana

Slika 5.1 Promena fluksa tokom vremena u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Slika 5.2. Uticaj promene broja skrivemih neurona na promenu

a) srednje kvadratne greške i

b) koeficijenta determinacije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Slika 5.3. Značajnost regresionih koeficijenata za sistem

a) bez statičkog mešača i

b) sa statičkim mešačem u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Slika 5.4. Uticaj transmembranskog pritiska i veličine pora na stacionarni fluks za sistem

a) sa statičkim mešačem i

b) bez statičkog mešača u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

-
-
- Slika 5.5.** Uticaj protoka i veličine pora na stacionarni fluks za sistem
a) sa statičkim mešačem i
b) bez statičkog mešača u uslovima recirkulacije napojne suspenzije
- Slika 5.6.** Uticaj koncentracije i veličine pora na stacionarni fluks za sistem
a) sa statičkim mešačem i
b) bez statičkog mešača u uslovima recirkulacije napojne suspenzije
- Slika 5.7.** Značajnost regresionih koeficijenata za
a) porast fluksa i
b) relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije
- Slika 5.8.** Uticaj transmembranskog pritiska i veličine pora na
a) porast fluksa i
b) relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije
- Slika 5.9.** Uticaj protoka i veličine pora na a) porast fluksa i b) relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije
- Slika 5.10.** Uticaj koncentracije i veličine pora na
a) porast fluksa i
b) relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije
- Slika 5.11.** Značajnost regresionih koeficijenata i uticaj eksperimentalnih promenljivih na stacionarni fluks za sistem bez statičkog mešača (recirkulacija, 200 nm)
- Slika 5.12.** Značajnost regresionih koeficijenata i uticaj eksperimentalnih promenljivih na stacionarni fluks za sistem sa statičkim mešačem (recirkulacija, 200 nm)
- Slika 5.13.** Značajnost regresionih koeficijenata i uticaj eksperimentalnih promenljivih na porast fluksa (recirkulacija, 200 nm)
- Slika 5.14.** Značajnost regresionih koeficijenata i uticaj eksperimentalnih promenljivih na relativnu promenu specifične potrošnje energije (recirkulacija, 200 nm)
- Slika 5.15.** Zavisnost ukupne željene funkcije od transmembranskog pritiska i protoka suspenzije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (membrana 200 nm)
- Slika 5.16.** a) Promena fluksa sa promenom koeficijenta koncentrisanja i
b) vreme potrebno za sakupljanje određenog procenta permeata
- Slika 5.17.** Uticaj promene broja skrivemih neurona na promenu
a) srednje kvadratne greške i
b) koeficijenta determinacije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije
- Slika 5.18.** Značajnost regresionih koeficijenata za sistem
a) sa statičkim mešačem i
b) bez statičkog mešača u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije
- Slika 5.19.** Uticaj transmembranskog pritiska i veličine pora na srednji fluks za sistem
a) sa statičkim mešačem i
b) bez statičkog mešača u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije
- Slika 5.20.** Uticaj protoka i veličine pora na srednji fluks za sistem
a) sa statičkim mešačem i
b) bez statičkog mešača u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije
- Slika 5.21.** Uticaj koncentracije i veličine pora na srednji fluks za sistem
a) sa statičkim mešačem i
b) bez statičkog mešača u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

-
-
- Slika 5.22.** Značajnost regresionih koeficijenata za
a) porast fluksa i
b) relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije
- Slika 5.23.** Uticaj transmembranskog pritiska i veličine pora na
a) porast fluksa i
b) relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije
- Slika 5.24.** Uticaj protoka i veličine pora na
a) porast fluksa i
b) relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije
- Slika 5.25.** Uticaj koncentracije i veličine pora na
a) porast fluksa i
b) relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije
- Slika 5.26.** Značajnost regresionih koeficijenata i uticaj eksperimentalnih promenljivih na srednji fluks za sistem bez statičkog mešača (koncentrisanje, 200 nm)
- Slika 5.27.** Značajnost regresionih koeficijenata i uticaj eksperimentalnih promenljivih na srednji fluks za sistem sa statičkim mešačem (koncentrisanje, 200 nm)
- Slika 5.28.** Značajnost regresionih koeficijenata i uticaj eksperimentalnih promenljivih na porast fluksa (koncentrisanje, 200 nm)
- Slika 5.29.** Značajnost regresionih koeficijenata i uticaj eksperimentalnih promenljivih na relativnu promenu specifične potrošnje energije (koncentrisanje, 200 nm)
- Slika 5.30.** Zavisnost ukupne željene funkcije od transmembranskog pritiska i protoka suspenzije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (membrana 200 nm)

UVOD

Mikrofiltracija spada u najrasprostranjenije membranske separacione procese. Po veličini pora membrana mikrofiltracija se nalazi između klasične filtracije i ultrafiltracije. Savremena primena mikrofiltracije počinje tokom dvadesetih i tridesetih godina 20 veka sa početkom proizvodnje nitroceluloznih membrana. Prva velika primena mikrofiltracije razvijena je u Nemačkoj tokom Drugog svetskog rata za potrebe brzog praćenja kvaliteta pijaće vode. Do sredine 20 veka primena mikrofiltracije ipak je ostala ograničena na laboratorijske potrebe. Tada dolazi do razvoja membranskih modula jednostavne konstrukcije i niske cene što je uslovilo veću primenu mikrofiltracije u industriji.

Mikrofiltracija primenom keramičkih membrana u prehrambenoj, farmaceutskoj i hemijskoj industriji koristi se za izdvajanje širokog spektra proizvoda iz smeša nakon procesa fermentacije. Razlog za njihovu primenu je zadržavanje ćelija profermentisanog medijuma dok željeni proizvod prolazi kroz membranu sa tokom permeata. Biotehnološka i farmaceutska industrijia imaju značajan potencijal u primeni membranskih tehnologija. Tipična industrijska primena ovih tehnologija javlja se kod odvajanja ćelija, odvajanja i prečišćavanja enzima, vakcina i antibiotika, te u obradi albumina i plazme.

Naročit interes se u ovoj oblasti poklanja mikroporoznim membranama, odnosno mikrofiltraciji. Ona se koristi u separacionim procesima koji treba da zadovolje posebne zahteve, kao što su: apsolutna separacija klica, kontinualna filtracija bez lokalne kontaminacije i odvajanje bez dovođenja toplotne energije. Mikroporozne membrane su sastavni deo nove generacije bioreaktora gde one služe kao nosioci enzima i mikroorganizama. Koriste se za aeraciju fermentacione smeše bez stvaranja mehura (bubble-free gassing) i za filtraciju malih količina uzoraka za merne i regulacione uređaje.

Danas se mikroporozne membrane komercijalno koriste za sterilnu filtraciju tečnosti i gasova i za zadržavanje ćelija kod kontinualne i diskontinualne fermentacije. Bioprosesi imaju nekoliko bitnih razlika u odnosu na čisto hemijske procese. Kao što je poznato, bioprosesi se

odigravaju pod blažim uslovima (umerene vrednosti temperature, pritiska i pH) i u veoma razblaženim, najčešće vodenim rastvorima.

Proizvodi biohemijskih reakcija često inhibiraju produktivnost biokatalizatora, već pri veoma niskim koncentracijama. Usled toga, kontinualna proizvodnja i separacija proizvoda predstavljaju osnovni preduslov za ekonomičnu proizvodnju u industrijskim razmerama. Obrada izlaznog toka (downstream processing), koja iznosi i do 60 - 90% cene proizvoda, zahteva izuzetnu pažnju. Bioprocesi su veoma pogodni za proizvodnju supstanci niske molekulske mase (kao što su na primer: propionska kiselina, glukonska kiselina, sorbitol, manitol, vitamin C i dr.) ili razblaženih rastvora (etanol, aceton, butanol) iz dostupnih i jeftinih supstanci. Veoma često kao sirovina može da se koristi i otpadna voda. Optimizacija obrade izlaznog toka je od najvećeg značaja kod ove vrste procesa, jer može značajno uticati na ekonomsku isplativost procesa ali i kvalitet dobijenog proizvoda.

Ipak komercijalna upotrebe ograničena je usled nedovoljno velikih vrednosti fluksa permeata kroz membranu. U cilju povećanja fluksa permeata moguće je primeniti različite metode koje se mogu svrstati u tri osnovne grupe: fizičke, hemijske i hidrodinamičke. Fizičke metode podrzumevaju primenu električnih ili magnetnih polja, dok se hemijskim metodama modifikuje površina membrane kako bi se smanjile privlačne sile između membrane i rastvorka. Hidrodinamičke metode su najrasprostranjenija metoda povećanja fluksa permeata, a obuhvataju brojne postupke izazivanja i povećanja turbulencije ili nestabilnosti i nestacionarnog proticanja fluida kroz membranski modul.

Unakrsna mikrofiltracija zavisi od velikog broja procesnih parametara (brzina proticanja, transmembranski pritisak, koncentracija, distribucija veličine čestica itd.). Danas je razvijen velik broj matematičkih modela koji opisuju zavisnost proces unakrsne mikrofiltracije od različitih parametara i oni se mogu podeliti u dve osnovne grupe fizičke i empirijske. Fizički modeli uzimaju u obzir stvarne procese koji se odigravaju tokom procesa. U slučaju mikrofiltracije oni se mogu podeliti na makroskopske i mikroskopske. Makroskopski modeli posmatraju sistem čestica kao celinu dok mikroskopski modeli razmatraju ponašanje jedne čestice tokom procesa unakrsne mikrofiltracije. Iako su empirijski modeli precizni i korisni u praksi oni ne mogu na adekvatan način objasniti mehanizme prljanja i promene fluksa koji se javljaju tokom procesa mikrofiltracije. U novije vreme razvojem novih računarskih programa empirijski modeli zasnovani na konceptu neuronskih mreža i postupku odzivne površine dobijaju na značaju u opisivanju ne samo mikrofiltracije nego i drugih membranskih separacionih procesa.

1. CILJ RADA

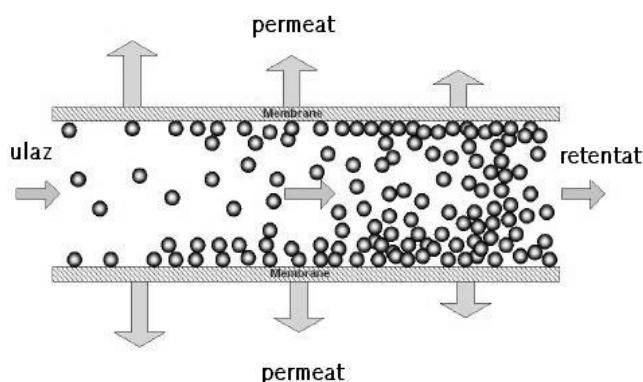
Istraživanja u ovom radu posvećena su ispitivanju uticaja statičkog mešača na proces cross-flow mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca. Mikrofiltracija je izvođena u uslovima recirkulacije i koncentrisanja napojne suspenzije.

Za modelovanje zavisnosti procesa mikrofiltracije suspenzija kvasca od procesnih parametara (veličina pora membrane, transmembranski pritisak, protok i koncentracija suspenzije) применjen je koncept neuronskih mreža i postupak odzivne površine. Izbor membrane odgovarajućeg srednjeg prečnika pora zasnovana je na praćenju uticaja eksperimentalnih uslova na promene veličina bitnih za proces mikrofiltracije: fluksa permeata u sistemima sa i bez statičkog mešača, porasta fluksa i relativne promene specifične potrošnje energije. Odabirom membrane koja daje najbolje rezultate primenom postupka odzivne površine praćen je uticaj pojedinih promenljivih kao i njihovih međusobnih interakcija. Optimizacija eksperimentalnih uslova urađena je postupkom istovremene maksimizacije fluksa permeata u sistemima sa statičkim mešačem i relativne promene specifične potrošnje energije.

PREGLED LITERATURE

2. Membranski separacioni procesi

Polupropustljiva membrana može se definisati kao tanak sloj koji razdvaja dva fluida i omogućuje selektivni transport hemijskih vrsta iz jednog fluida u drugi (*Cheryan, 1986*). Materijal od koga je izrađena ovakva polupropustljiva membrana može biti od: polimera, metala ili metalnih oksida, stakla, keramike, a može je činiti i tečnost ili gas. Koncept membranskih separacionih procesa prikazan je na slici 2.1.



Slika 2.1. Šematski prikaz membranskog procesa

Pod dejstvom pogonske sile (gradijent pritiska, gradijent koncentracije, gradijent hemijskog ili električnog potencijala) ili kombinacije više njih, pojedine hemijske vrste lakše, dok druge teže prolaze kroz membranu iz jednog fluida u drugi. Struja koja prolazi kroz membranu čini tok permeata, dok se struja, sastavljena od svih hemijskih vrsta zadržanih na membrani, naziva koncentrat ili retentat. Mehanizam transporta mase, pod dejstvom određene pogonske sile, kroz membranu naziva se permeacija.

2.1. Podela membranskih separacionih procesa

Membranski separacioni procesi mogu se klasifikovati prema vrsti pogonske sile, prema veličini čestica koje se zadržavaju na membrani, prema mehanizmu separacije i prema tome, da li su željeni proizvodi jedinjenja koja se zadržavaju na membrani ili pak ona, koja prolaze. Najopštiji kriterijum podele je prema separacionim karakteristikama (*Van den Berg i sar., 1992*):

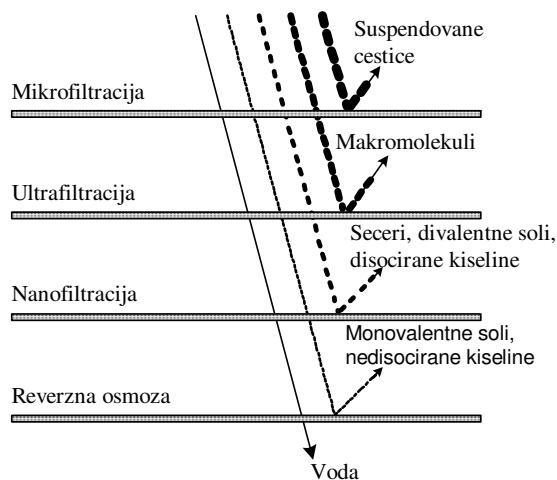
- separacija zasnovana na propuštanju (efekat sita),
- separacija zasnovana na različitoj difuzivnosti kroz membranu i na različitom afinitetu komponenata prema membrani i
- separacija zasnovana na razlici u nanelektrisanju molekula.

U procese separacije zasnovana na principu propuštanja spadaju mikrofiltracija, ultrafiltracija i nanofiltracija. Pogonska sila kod ovakvih procesa je razlika pritisaka. Kod separacije zasnovanih na različitoj difuzivnosti kroz membranu i na različitom afinitetu komponenata prema membrani spadaju reversna osmoza, separacija gasova, dijaliza i perisparavanje. Pogonska sila za reversnu osmozu i separaciju gasova je razlika pritisaka, dok je za dijalizu i perisparavanje pogonska sila razlika koncentracija. Kod procesa separacije usled razlike u nanelektrisanju treba pomenuti elektrodijalizu, gde se transport odvija difuzionim mehanizmom, a pogonska sila je razlika električnih potencijala.

Mikrofiltracija, ultrafiltracija, nanofiltracija i reversna osmoza su slični procesi i razlikuju se samo po veličini separisanih čestica kao i po vrsti upotrebljenih membrana. Na slici 2.2. je prikazana podela membranskih separacionih postupaka u kod kojih je pogonska sila razlika pritisaka (*Singh i sar., 1997*).

Membrane za mikrofiltraciju imaju pore veličine prečnika od 50 do 10^3 nm, odnosno zadržavaju čestice iz rastvarača ili drugih komponenata sa molekulskom masom od 100-1000 kDa. Pogonska sila je razlika pritisaka i ona ima vrednosti od 10 – 500 kPa (0,1 – 5 bara) (*Koseoglu i sar., 1991*).

Membrane za ultrafiltraciju su propustljive za vodu i za jedinjenja manjih molekulskih masa, dok su nepropustljive za većinu makromolekula. One razdvajaju ćelije mikroorganizama, koloidno rastvorene komponente, makromolekule sa molekulskom masom većom od 500 Da. Veličine pora ultrafiltara se kreću između 10 i 100 nm (*Singh i sar., 1997; Van den Berg i sar., 1992*). Pogonska sila za ovaj proces je razlika pritisaka između 100 – 10000 kPa.



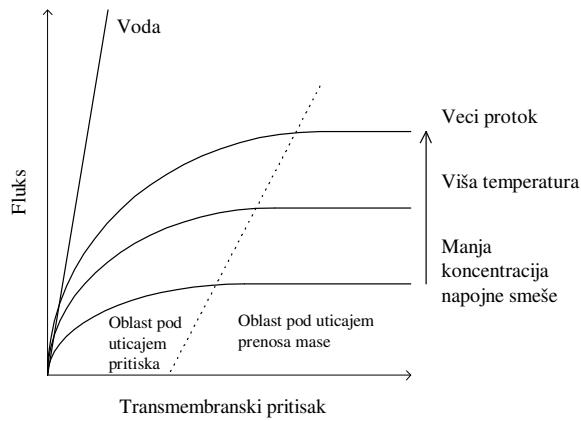
Slika 2.2. Tipovi membranske separacije kod kojih je pogonska sila razlika pritiska

Nanofiltracija ima karakteristike ultrafiltracije i reversne osmoze. Nanofiltracija zadržava divalentne soli, a propušta monoivalentne soli i nedisocirane kiseline. Pore nanofiltara su prečnika od 1–10 nm, a opseg razdvajanja im se nalazi između 150 i 1000 Da. Opseg razdvajanja (*cut-off – molecular weight cut off – MWCO*) je karakteristična veličina za određenu membranu i definiše se kao molekulska masa onih jedinjenja, koja se na datoj membrani zadržavaju u količini većoj od 90% (Cheryan, 1986). Osim opsega razdvajanja, čime se karakterišu sve vrste membrana, nanofiltri i reversno-osmotske membrane se definišu i preko zadržavanja natrijum-hlorida na membrani. Zadržavanje natrijum-hlorida se izražava u masenim procentima ove soli, koja zaostaje na membrani, pri čemu se kod nanofiltara ta vrednost kreće između 30 – 70% (Koseoglu i sar., 1991). Reversna osmoza se naziva i hiperfiltracija. Ovom vrstom separacije se čestice, makromolekuli, i jedinjenja male molekulske mase (soli, joni) odvajaju od rastvarača, najčešće vode. Opseg razdvajanja ovih membrana je do 200 Da. Veličina pora kod reversno-osmotskih membrana se kreće između 0,1–1 nm, a zadržavanje natrijum-hlorida je 99–99,9% (Clarke, 1994).

2.2. Karakterizacija membranskih separacionih procesa

Za karakterizaciju membranskih separacionih procesa neophodno je pratiti fluks permeata za čije predviđanje je razvijeno više teorijskih modela (Belfort, 1984; Bird i sar., 1960). Glavni problem prilikom modelovanja fluksa tokom mikrofiltracije je nemogućnost

preciznog modelovanja fenomena koji se dešavaju blizu površine membrane. Uobičajena pretpostavka je da u idealnim uslovima Hagen–Poiseuille–ev zakon proticanja kroz kanale daje najbolji opis proticanja fluida kroz mikroporozne membrane (Cheryan, 1986). Pod idealnim uslovima podrazumeva se uniformna raspodela pora istih veličina, zanemarljiva koncentraciona polarizacija, odsustvo zaprljanosti membrane, laminaran protok kroz pore, konstantna gustina fluida, proticanje njutnovskih fluida i nezavisnost protoka od vremena. Prema pomenutom modelu, fluks je direktno proporcionalan primjenjenom transmembranskom pritisku, a obrnuto je srazmeran viskozitetu. Viskozitet se prvenstveno održava na željenoj vrednosti pomoću dva faktora: sastavom napojne smeše i temperaturom. Prema tome, povišenje temperature ili povećanje transmembranskog pritiska trba da poveća fluks permeata.



Slika 2.3. Korelacijske relacije radnih parametara filtracionog procesa i fluksa

Uticaj transmembranskog pritiska na fluks pri niskim pritiscima, malim koncentracijama te visokim brzinama proticanja napojne smeše (kada je uticaj koncentracione polarizacije minimalan) je takav da je veličina fluksa uslovljena razlikom pritisaka. Fluks prestaje da bude linearno zavisan od pritiska pri većim vrednostima pritisaka zbog stvaranja gel-polarizacije. Nezavisnost filtracije od transmembranskog pritiska javlja se pri nižim pritiscima odnosno pri manjim protocima ili koncentrovanim napojnim. Oblast nezavisna od transmembranskog pritiska pod uticajem je prenosa mase i opisuje se teorijom filma (Cheryan, 1986). Na slici 2.3. prikazana je korelacija radnih parametara filtracije i fluksa, uz razdvajanje oblasti koje su pod dominantnim uticajem pritiska odnosno, prenosa mase.

Pri karakterizaciji membranskih separacionih procesa koriste se sledeće veličine: fluks permeata, stepen ugušćivanja, permeabilnost, selektivnost i koeficijent zadržavanja. Fluks permeata se izražava formulom:

$$J = \frac{V}{A \cdot t}$$

Gde su:

J - fluks permeata [$\text{L m}^{-2}\text{h}^{-1}$];

V - zapremina permeata [L]; A - površina membrane [m^2] i

T - vreme separacije [h].

Tokom šaržnih membranskih separacionih procesa važno je pratiti i stepen ugušćivanja (*volume concentration ratio*). Stepen ugušćivanja bezdimenzionalna je veličina i njegova vrednost ukazuje u kojoj se meri smanjuje zapremina retentata u odnosu na zapreminu napojne smeše a, izražava se formulom (*Cheryan, 1986*):

$$VCF = \frac{V_0}{V_R}$$

Gde su:

F – stepen ugušćivanja [L/L],

V_0 – zapremina napojne smeše [L] i

V_R – zapremina retentata [L].

Sledeća karakteristična veličina je permeabilnost određene komponente, pod kojom se podrazumeva brzina kojom određena hemijska vrsta prolazi kroz membranu. Permeabilnost predstavlja količinu komponente koja u jedinici vremena prođe kroz površinu membrane pod uticajem jedinične pogonske sile:

$$P = \frac{V}{t \cdot A \cdot \Delta P}$$

Gde su:

P – permeabilnost određene komponente [$\text{L h}^{-1}\text{m}^{-2}\text{Pa}^{-1}$],

V – zapremina permeirajuće komponente [L],

t – proteklo vreme [h],

A – površina membrane [m^2] i

ΔP – transmembranski pritisak [Pa].

Selektivnost membrane je sposobnost membrane za separaciju različitih komponenti. Definiše se kao odnos permeabilnosti komponenata (*Spriggs i Li, 1976*). U praksi se meri hidraulička permeabilnost i koeficijent zadržavanja membrane. Hidraulička permeabilnost membrane može se eksperimentalno odrediti u odsustvu razlike osmotskih pritisaka, i predstavljena je jednačinom:

$$L_p = \frac{J_v}{\Delta P}$$

Gde su:

L_p – hidraulička permeabilnost membrane [$\text{L m}^{-2}\text{h}^{-1}\text{Pa}^{-1}$],

J_v – fluks vode [$\text{L m}^{-2}\text{h}^{-1}$] i

ΔP – transmembranski pritisak [Pa].

Važno je da se hidraulička permeabilnost membrane meri na membrani sa ujednačenim porama pri relativno niskom transmembranskom pritisku. To pomaže da se izbegne vremenska zavisnost merene hidrauličke permeabilnosti membrane i da se minimizira mogućnost promena izazvane transmembranskim pritiskom, kao što su sabijanje (učvršćivanje, spajanje) testirane membrane.

Koeficijent zadržavanja merilo je sposobnosti membrane da spreči prolaz komponenata kroz membranu. Za eksperimentalno određivanje koeficijenta zadržavanja važno je da se mikrofiltracija izvodi pod uslovima zanemarljive koncentracione polarizacije. Naime, permeabilnost rastvarača veća je od permeabilnosti komponenata (hemijskih vrsta), tako da su koncentracije komponenata u graničnom sloju i na površini membrane sa strane napojne smeše veće od koncentracija u masi napojne smeše. Koeficijent zadržavanja definiše se u odnosu na jednu od komponenti smeše:

$$R_i = \frac{C_i^n - C_i^p}{C_i^n} \cdot 100$$

Gde su:

R_i – koeficijent zadržavanja [%],

i – oznaka komponente,

C_i^n – koncentracija komponente i u napojnoj smeši [g L^{-1}] i

C_i^p – koncentracije komponente i u permeatu [g L^{-1}].

Usled pojave koncentracione polarizacije koeficijent zadržavanja definisan prethodnom formulom predstavlja prividni koeficijent zadržavanja (*Kimura, 1992*). Stvarni koeficijent zadržavanja se definiše kao:

$$R_i^{\text{stv}} = \frac{C_i^m - C_i^p}{C_i^m} \cdot 100$$

Gde su:

R_i^{stv} – stvarni koeficijent zadržavanja [%],

C_i^m – koncentracija komponente i na površini membrane [g L⁻¹].

2.3. Koncentraciona polarizacija i zaprljanost membrane

Na prenos mase osim osobina same membrane utiču i fenomeni koji se javljaju u strukturi, na površini i u blizini membrane. Najvažniji od njih su fenomeni koncentracione polarizacije i zaprljanost membrane, koji dovode do opadanja fluksa permeata i selektivnosti membrane usled smanjenja pogonske sile i/ili povećanja otpora prenosu mase.

Koncentraciona polarizacija (*concentration polarization*) (*Akhnazarova i Kafarov, 1982*) se dešava u slučaju različite permeabilnosti rastvorka i rastvarača u membrani i to u graničnom sloju u blizini membrane. Kod ultrafiltracije rastvarač brže prolazi kroz membranu od rastvorka, tako da je koncentracija rastvoraka na površini membrane i u graničnom sloju veća od koncentracije u masi rastvora (napojne smeše), a to dovodi do otpora pri prenosu mase kroz membranu (*Kimura, 1992*). Kod ultrafiltracije uticaj koncentracione polarizacije je veliki, a razlog tome je mali koeficijent prenosa mase. Akumulacija rastvoraka u blizini površine membrane prilikom unakrsnog toka napojne smeše se opisuje pomoću teorije filma. Na koncentracionu polarizaciju utiču radni parametri, kao što su transmembranski pritisak, protok, temperatura i koncentracija napojne smeše. Zavisno od fenomena koji se javlja u blizini ili na površini membrane razvijeno je nekoliko modela, kojima se opisuje koncentraciona polarizacija:

- model gel-polarizacije. Prepostavka ovog modela je, koncentracija u sloju gela je konstantna i da se povećanjem razlike pritisaka povećava debljina sloja gela, a ne fluks kroz membranu. Ovaj model se najviše koristi kod ultrafiltracije rastvora makromolekula, obzirom da je za njih zadržavanje na membrani veoma veliko i oni obično stvaraju sloj gela na membrani.

- model osmotskog pritiska. Usled zadržavanja rastvorka na membrani dolazi do velikog koncentrovanja rastvora u blizini membrane. Osmotski pritisak koncentrovanog rastvora može biti veoma veliki i dovodi do smanjivanja pogonske sile za prenos mase. Ovaj model se primenjuje u slučaju kada je izražen osmotski pritisak.

- model otpora graničnog sloja. Model je postavljen za slučaj odsustva sloja gela na površini membrane i fenomena zaprljanosti membrane. Po ovom modelu se može lako odrediti otpor membrane. Wijmans i sar. (1985), postavljanjem bilansa sila za granični sloj, su pokazali da u graničnom sloju ne dolazi do pada transmembranskog pritiska napojnog rastvora i da su za većinu ultrafiltracionih procesa model osmotskog pritiska i model graničnog sloja ekvivalentni.

Zaprljanost membrane (*fouling*) predstavlja taloženje ili akumulaciju suspendovanih, odnosno koloidnih čestica na površini membrane, ali i kristalizaciju, taloženje ili adsorpciju rastvoraka na površini i/ili u porama membrane (*Ilias i Govind 1993*). To je ireverzibilan proces koji, za razliku od koncentracione polarizacije, zavisi samo od vremena (*Cheryan, 1986*).

Pojava zaprljanosti dovodi do smanjenja fluksa permeata i/ili do povećanja zadržavanja rastvorka na membrani. Kod membranskih separacionih procesa teško je odrediti relativni uticaj koncentracione polarizacije i zaprljanosti, obzirom da oba fenomena uslovljavaju smanjenje fluksa. Kod ultrafiltracionih i mikrofiltracionih sistema početno opadanje fluksa je obično posledica brzog adsorbovanja i taloženja rastvorka i čestica (zaprljanost membrane), a zatim fluks dostiže određenu konstantnu vrednost. Ovakvo opadanje fluksa može trajati od nekoliko minuta do nekoliko časova zavisno od materijala membrane, sastava napojne smeše i radnih parametara. Fenomen zaprljanosti membrane izaziva dodatni otpor prenosu mase. Kod mikrofiltracije dolazi i do blokiranja pora usled većih čestica koje se nalaze u napojnim smešama, a dolazi i do formiranja filtracione pogače suspendovanih čestica što predstavlja dodatni otpor proticanju permeata, odnosno dolazi do pada fluksa. Uticaj adsorpcije rastvoraka na ukupan prenos mase se ispituje potapanjem membrane u napojnu smešu, nakon čega se određuje zapreminski fluks čiste vode. Na opadanje fluksa permeata, osim koncentracione polarizacije i zaprljanosti membrane, utiču i interakcije između rastvoraka.

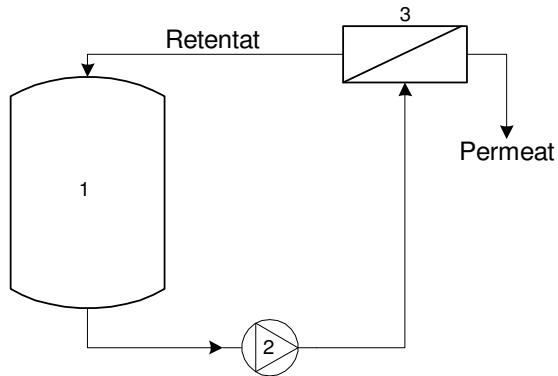
3. Mikrofiltracija

Mikrofiltracija spada u najrasprostranjenije membranske separacione procese. Po veličini pora membrana mikrofiltracija se nalazi između klasične filtracije i ultrafiltracije. Savremena primena mikrofiltracije počinje tokom dvadesetih i tridesetih godina 20 veka sa početkom proizvodnje nitroceluloznih membrana. Prva velika primena mikrofiltracije razvijena je u Nemačkoj tokom Drugog svetskog rata za potrebe brzog praćenja kvaliteta pijaće vode. Do sredine 20 veka primena mikrofiltracije ipak je ostala ograničena na laboratorijske potrebe. Tada dolazi do razvoja membranskih modula jednostavne konstrukcije i niske cene što je uslovilo veću primenu mikrofiltracije u industriji.

3.1. Karakteristike mikrofiltracije

Glavni delovi mikrofiltracionog sistema su: napojni sud, pumpa i modul sa membranom. Na slici 3.1. je prikazan mikrofiltracioni sistem sa povratkom retentata u napojni sud. Moduli predstavljaju centralni element mikrofiltracionog sistema u kome je smeštena membrana. Membranski moduli zavise od tipa membrana koji se koriste, a moraju da zadovoljavaju stroge zahteve u pogledu hidrodinamičkih karakteristika. Moduli koji se danas najčešće koriste za mikrofiltraciju mogu se svrstati u četiri grupe: spiralno namotani moduli, moduli sa šupljim vlaknima, moduli sa ravnom membranom u okviru i cevni moduli.

Uspešno funkcionisanje sistema zavisi od načina pakovanja membrana u module. Osnovni tehnološki faktori koji se moraju uzeti u obzir pri izboru modula za određenu membransku separaciju su: površina membrane po jedinici zapremine modula, potrošnja energije, složenost postupka zamene membrana u modulu, mogućnost ponovne upotrebe delova modula posle zamene membrana i stepen prljanja.



Slika 3.1. Prikaz mikrofiltracionog sistema sa povratkom retentata
(1 – napojni sud, 2 – pumpa, 3 – modul sa membranom)

Spiralno namotani moduli se sastoje od ravnih listova membrana, namotanih na šuplju cev. Napojna smeša se uvodi u prostor između namotaja membrana sa jedne strane modula. Između namotanih membrana se nalazi porozni razdvajač, koji reguliše tok napojne smeše, dok se između membrane i šuplje cevi nalazi porozni razdvajač za permeat, obzirom da se permeat kroz otvore na cevi sliva u šupljinu i izvodi se iz modula. Retentat izlazi sa druge strane modula, između namotanih membrana. Odnos površine membrane po zapremini modula je veći nego kod modela sa ravnim membranama i iznosi od 800 do 1000 m²/m³. Glavni nedostatak im je nemogućnost pojedinačne zamene membrana. Prednosti su, sem velike membranske površine po zapremini modula relativno niska cena proizvodnje i mala tržišna cena. Problemi u procesu mogu nastati usled otežanog praćenja protoka i teškoće čišćenja kod membrana sa visokim stepenom zaprljanosti.

Moduli sa šupljim vlaknima imaju vrlo veliki odnos površine membrane i zapremine modula, i to između 600 – 1200 m²/m³. Veliki broj šupljih vlakana je u snopu smešten u modul. Napojna smeša protiče u omotaču modula, između vlakana. Snop šupljih vlakana je savijen i smešten tako da oba kraja vlakana se nalaze na istoj strani modula. Krajevi šupljih vlakana su fiksirani epoksi smolom. Permeat prolazi kroz zidove vlakana i teče u unutrašnjosti vlakana ka izlazu, koji se nalazi na jednom kraju modula, dok se koncentrat skuplja u omotaču i teče ka izlazu na drugom kraju modula. Prednosti i mane su analogna spiralno namotanim modulima. Ograničenja uključuju postizanje razlike pritisaka u manjoj meri i rizik od raspadanja i začepljenja vlakana.

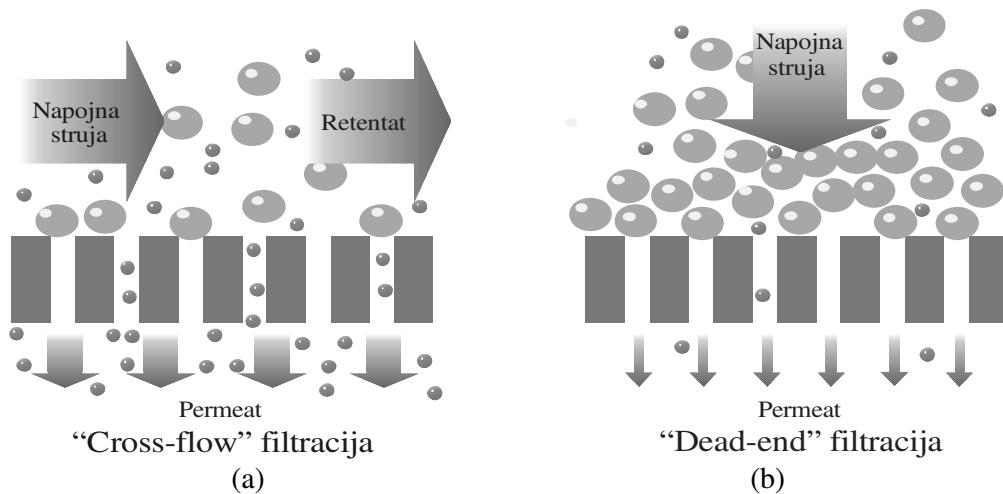
Konfiguracija modula sa ravnom membranom u okviru se može posmatrati kao razmotan spiralni modul. Membrane su slojevito složene, a međusobno su razdvojene poroznim razdvajačem za napojnu smešu. Sloj membrana i razdvajača su pričvršćeni na oba kraja zavrtnjima koji su vezani za čeone ploče. To je klasičan koncept filter prese. Analogno spiralnom modulu i u ovom slučaju retentat i permeat imaju unakrsni tok. Prednosti ovakvog modula uključuju izvanrednu kontrolu tokova. Površina membrane po zapremini modula je 400 – 600 m²/m³. Cena proizvodnje je slična kao kod spiralnih modula.

Cevni membranski moduli se sastoje od cevastih membrana smeštenih u porozne nosače napravljene od nerđajućeg čelika ili plastike ojačane staklenim vlaknima. Prečnici cevastih membrana se kreću od 1 do 2,5 cm. Moduli dolaze na tržište sa već smeštenim membranama u cevne nosače ili odvojeno, te se membrane naknadno smeštaju u nosače. Površina membrane po zapremini modula je jako mala, oko 20-100 m²/m³, ali ipak nudi izvanrednu mogućnost za kontrolu protoka i za čišćenje. Kao takva može se koristiti za nestabilne ili jako nečiste rastvore. Neki od ovih modula imaju velike troškove proizvodnje.

Prilikom mikrofiltracije napojne smeše, koriste se dva načina proticanja kroz modul. Kada se napojna smeša uvodi vertikalno u odnosu na membranu, obično sa jednim izlazom iz modula, proces je označen kao "dead-end" mikrofiltracija. Slučaj kada se napojna smeša uvodi tangencijalno (unakrsni tok) u odnosu na membranu je označena kao ("cross-flow") mikrofiltracija sa unakrsnim tokom. Slika 3.2. daje šematski prikaz statičke i mikrofiltracije sa unakrsnim tokom. Prednost statičke mikrofiltracije je njena jednostavnost izvođenja. Ovakvim načinom proticanja proces je ograničen na male zapremine napojne smeše, a brzo formiranje filtracione pogače dovodi do pada fluksa i utiče na selektivnost membrane.

Kod mikrofiltracije sa unakrsnim tokom, usled proticanja napojne smeše duž membrane, sprečava se ili se bar smanjuje formiranje filtracione pogače. Za razliku od statičke, kod mikrofiltracije sa unakrsnim tokom recirkulacijom retentata je moguća mikrofiltracija većih zapremina.

Statička mikrofiltracija se koristi kada su koncentracije u napojnoj smeši male jer se troškovi zamene membrane pri filtraciji smeša velikih koncentracija povećavaju, te je u tim slučajevima pogodnije koristiti mikrofiltraciju sa unakrsnim tokom. Statička mikrofiltracija najširu primenu je pronašla u sterilizaciji i bistrenje piva i vina, dok se mikrofiltracija sa unakrsnim tokom primenjuje u koncentrisanju ćelija i njihovoј recirkulaciji, kao i u prečišćavanju zauljenih voda.



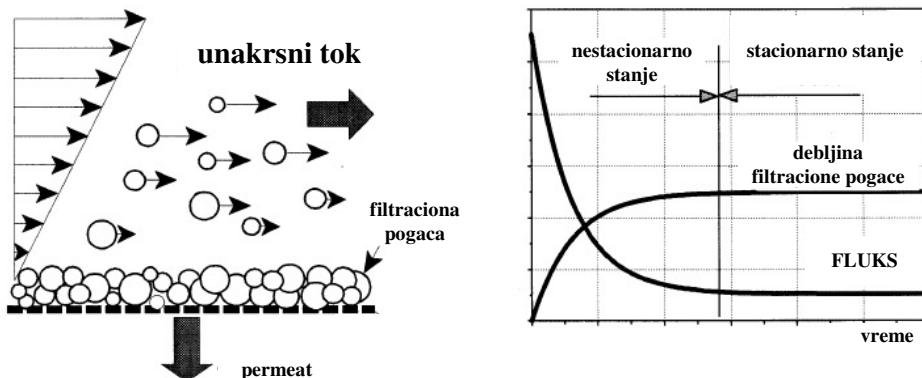
Slika 3.2. Šematski prikaz statičke mikrofiltracije (a) i mikrofiltracije sa unakrsnim tokom (b)

Mikrofiltracija se može izvoditi u tri operativna oblika: šaržnom, kontinualnom i diafiltracionom. Šaržni proces se koristi za koncentrisanje čvrste faze. Tokom šaržne mikrofiltracije dolazi do porasta koncentracije, dok se zapremina šarže smanjuje. Diafiltracioni postupak se koristi u cilju izdvajanja proizvoda iz napojne smeše dok se koncentracija napojne smeše održava konstantnom, tako što se količina vode koja se dovodi izjednači sa fluksom permeata. Kontinualan proces mikrofiltracije koristi se u kontinualnim fermentatorima gde se struja retentata reciklira u fermentator u cilju smanjenja potrošnje kulture mikroorganizama koji se koriste u procesu.

3.2. Postupci za poboljšanje fluksa permeata

Tokom izvođenja procesa mikrofiltracije fluks permeata opada sa vremenom usled taloženja zadržanih čestica na i unutar membrane. Akumulacija ćelija, ćelijskog sadržaja i drugih komponenti filtriranog medijuma na površini membrane označava se kao površinsko prljanje, odnosno formiranje filtracione pogače, i obično je povratno. Za razliku od njega unutrašnje prljanje, adsorpcija manjih čestica i makromolekula na zidove pora, odigrava se u unutrašnjoj poroznoj strukturi membran i često je nepovratno. Pad fluksa permeata tokom izvođenja procesa upravo je posledica povećanog otpora proticanju permeata usled prljanja površine i porozne strukture membrane. Bez obzira na razloge opadanja fluksa permeata nakon određenog perioda

dolazi do uspostavljanja stacionarnog stanja, odnosno vrednost fluksa se ustali, kao i debljina filtracione pogače (slika 3.3.).



Slika 3.3. Promena fluksa i formiranje filtracione pogače tokom procesa mikrofiltracije

Uspešan rad postrojenja membranske separacije zahteva kontrolisanje prljanja membrane, s obzirom da njegovo eliminisanje nije moguće ali je moguće ograničiti njegov uticaj primenom različitih tehnika (Wakeman i Williams, 2002). Ove metode moguće je primeniti bez obzira da li se radi o filtraciji organskih ili neorganskih smeša budući da su fenomeni prljanja membrane slični.

Opadanje fluksa kroz membranu može se delimično izbeći: unakrsnim proticanjem napojne smeše kroz modul, promenom radnih parametara za postojeću opremu, promenom uslova u rastvoru (npr. promena vrednosti pH), tretmanom ili zamenom membrane ili uvođenjem dodatnih postupaka (predfiltracija). Zaprljanost membrane se otklanja zaustavljanjem procesa i čišćenjem membrane hemijskim sredstvima. Zaprljanost membrane je veoma kompleksan fenomen u vezi kojeg ne postoji jedinstveni naučni stavovi. Zaprljanost površine membrane i interakcije membrane-rastvorak zahtevaju još niz dugotrajnih istraživanja.

Predtretman suspenzije ili druge napojne smeše izvodi se uklanjanjem čestica iz napojne smeše koje mogu izazvati veće prljanje membrane ili sprečavanjem taloženja čestica i makromolekula na površini membrane. Predtretman uključuje fizičke i/ili hemijske postupke (Wakeman i Williams, 2002). Prljanje membrane moguće je kontrolisati i izborom materijala membrane, ali se ova tehnika najpre odnosi na ultra- i nanofiltraciju. Izbor materijala od koga je napravljena membrana utiče na adsorpciju rastvoraka na njenu površinu. Kod mikrofiltracije uticaj adsorbovanih vrsta nije tako izrađen, ali u nekim slučajevima ova pojava može uticati na značajno smanjenje fluksa permeata kada ove adsorbowane komponente doprinose redukciji

efektivne veličine pora unutar membrane. (*Cui i Wright, 1996; Bellara i sar., 1996*). Takođe, u literaturi je moguće pronaći navode o primeni elktro, magnetnih i soničnih polja ili njihovih kombinacija sa ciljem povećanja fluksa permeata (*Wakeman i Williams, 2002*).

Velik broj istraživanja postupaka povećanja fluksa permeata usmeren je na razvoj hidrodinamičkih metoda kojima se poboljšava prenos mase na površini membrane, kao i povratni transport zadržanih rastvoraka i čestica od površine membrane ka masi rastvora (suspenzije). U ove metode spadaju metode u kojima se izaziva turbulentno proticanje i nestabilnosti u proticanju napojne smeše kroz modul.

Turbulentno proticanje se može postići povećanjem „cross-flow“ brzine proticanja kroz modul ili korišćenjem promotora turbulencije. Za izazivanje nestabilnosti u proticanju ispitivane su mnoge druge tehnike: periodična povratna filtracija kroz membranu,, pulzacija napojne smeše, uduvavanje gasa (*Cui i Wright, 1996; Bellara i sar., 1996*) i dvofazno proticanje kroz membranski modul, naboravanje površine membrane, upotreba rotacionih modula i izazivanje nestabilnosti ili vrtloga usled proticanja kroz zakriviljene kanale (*Wakeman i Williams, 2002*).

Od svih hidrodinamičkih metoda daleko najveću primenu za povećanje fluksa imaju povećanje „cross-flow“ brzine proticanja i upotreba promotora turbulencije. Ostale hidrodinamičke metode imaju niz nedostataka od kojih su najznačajniji veliki utrošak energije, složenost i mogući problemi sa vibracijama. Najjednostavniji način za izazivanje turbulencije je povećanje „cross-flow“ brzine proticanja ali je njen uticaj ograničen. Povećanje brzine može dovesti do velikog pada pritiska duž modula, što izaziva bitan gubitak energije i promenu transmembranskog pritiska.. Kao posledica toga može doći do značajnog pada fluksa permeata kao i do promene selektivnih karakteristika membrane.

Svi promotori turbulencije koji su ispitivani u cilju povećanja fluksa permeata mogu se podeliti u dve osnovne grupe: dinamičke (slobodne) i statičke (fiksirane) promotore turbulencije. Dinamički promotori turbulencije se mogu kretati unutar membrane. Statički promotori turbulencije su fiksirani u odnosu na površinu membrane. Statički promotori turbulencije su mnogo više ispitivani od dinamičkih promotori turbulencije jer imaju niz prednosti u odnosu na njih: mogu se koristiti u širokom opsegu protoka i viskoziteta, jednostavno se instaliraju, habanje je zanemarljivo, manja su investiciona ulaganja a manji su i troškovi održavanja i izvođenja procesa (*Krstić, 2004*).

Statički promotori turbulencije mogu biti raznih oblika: namotane žice, metalne rešetke, fiksirane šipke sa i bez pregrada, umeci u obliku diska i prstena, Kenics statički mešaći, umeci konusnog oblika i dr. Uvek kada se pregrade i umeci postavljaju unutar zone proticanja,

povećavaju srednju brzinu fluida i brzinu smicanja na površini membrane. Ispitivanja su pokazala da efikasnost statičkog promotora turbulencije zavisi od oblika strujanja koja nastaje usled njegovog oblika i položaja unutar membrane. Pregrada ili umetak mora da zadovolji osnovne zahteve da bi se mogao koristiti kao statički promotor turbulencije: da ne izaziva nikakva oštećenja membrane, da ne izaziva zone stagnacije fluida, da se lako izrađuje, da se lako instalira čak i u membranama manjeg prečnika kao i da mu je cena opravdana u poređenju sa povećanom potrošnjom energije zbog povećanog pada pritiska duž membrane. Energija koja je neophodna za mešanje fluida obezbeđuje se povećanim padom pritiska do kog dolazi usled proticanja fluida kroz elemente statičkog mešača.

3.3. Modelovanje mikrofiltracije

Unakrsna mikrofiltracija zavisi od velikog broja procesnih parametara (brzina proticanja, transmembranski pritisak, koncentracija, distribucija veličine čestica itd.). Danas je razvijen velik broj matematičkih modela koji opisuju zavisnost proces unakrsne mikrofiltracije od različitih parametara i oni se mogu podeliti u dve osnovne grupe fizičke i empirijske (*Ripperger i Altman, 2002*). Fizički modeli uzimaju u obzir stvarne procese koji se odigravaju tokom procesa. U slučaju mikrofiltracije oni se mogu podeliti na makroskopske i mikroskopske. Makroskopski modeli posmatraju sistem čestica kao celinu dok mikroskopski modeli razmatraju ponašanje jedne čestice tokom procesa unakrsne mikrofiltracije. Oba pristupa smanjuju velik broj faktora koji utiču na proces na tri osnovna fizička mehanizma: hidrodinamiku čestica, njihovu difuziju te interakciju između čestica kao i površinske efekte (*Ripperger i Altman, 2002*). U makroskopske modele spadaju modeli koji se baziraju na molekularnoj difuziji (*Blatt i sar., 1970*), difuziji usled smicanja (*Zydney i Colton, 1986; Ripperger, 1995*), disperzivnom transportu čestica (*Ripperger i Altman, 2002*). Mikroskopski modeli obuhvataju model tangencijalnog transporta čestica (*Jiao i Sharma, 1994*), model lateralnog transporta čestica (*Lee i Clark, 1998; Chang i Hwang, 1995*) i model superpozicije različitih efekata (*Altamn i Ripperger, 1997; Bowen i sar., 1997*).

Brojne studije posvećene su empirijskom modelovanju pada fluksa tokom vremena (*Bhattacharya i sar., 2001; 2003*). Iako su empirijski modeli precizni i korisni u praksi oni ne mogu na adekvatan način objasniti mehanizme prljanja i promene fluksa koji se javljaju tokom procesa mikrofiltracije (*Ripperger i Altman, 2002*). Sa druge strane teorijski modeli koji doprinose boljem razumevanju ovih mehanizama nisu tako precizni u predviđanju ovih

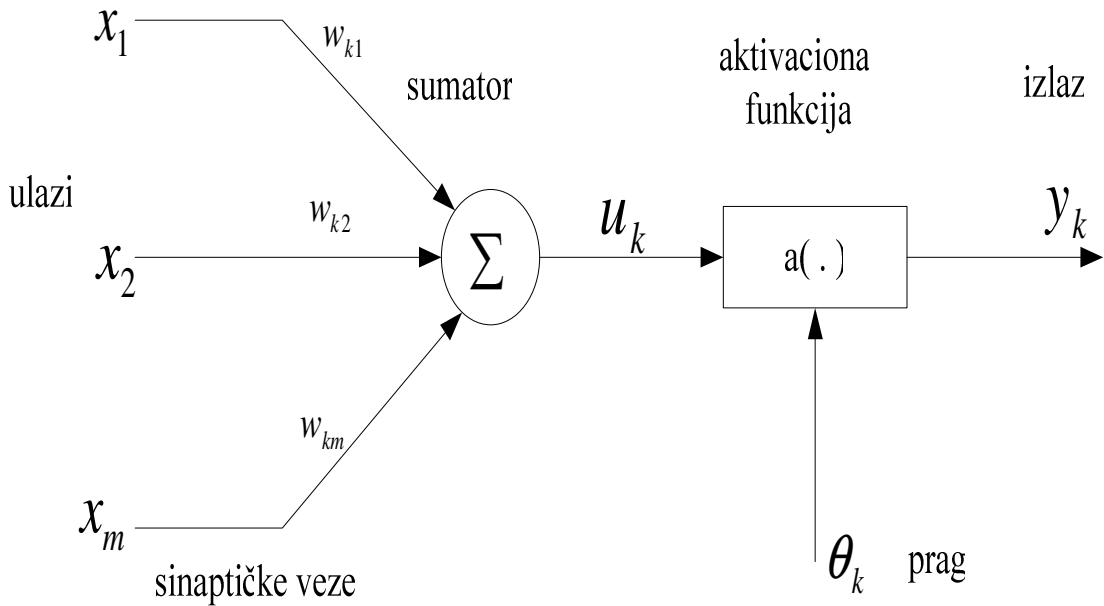
zavisnosti. U novije vreme razvojem novih računarskih programa empirijski modeli zasnovani na konceptu neuronskih mreža i postupku odzivne površine dobijaju na značaju u opisivanju ne samo mikrofiltracije nego i drugih membranskih separacionih procesa.

3.3.1. Koncept neuronskih mreža

Uobičajeni postupci pronalaženja odnosa između merenih i procesnih parametara tokom njihove obrade zasnovani su na primeni statističkih procedura (*Ni i Gunasekaran, 1998*). Statistički modeli regresionih jednačina podležu brojnim pretpostavkama koje uslovjavaju njihovu primenu. Osnovna pretpostavka statističkih modela je da eksperimentalni podaci predstavljaju realno ponašanje koje se može opisati algebarskom jednačinom.

Koncept neuronskih mreža nije nov, ali se interesovanje za njega povećalo tokom zadnjih dvadesetak godina (*Chenisar, 2001*). Osnovni razlog ovog povećanog interesovanja leži u sposobnosti predviđanja, ali i prilagodljivosti modela baziranih na neuronskim mrežama (*Cybenko, 1989*). Ovi razlozi doveli su do sve veće primene neuronskih mreža u različitim inženjerskim disciplinama. Takođe, brojne studije posvećene su primeni neuronskih mreža u prehrambenom inženjerstvu (*Sablani i sar., 1995, 1997; Chen i sar., 1998*). Oblast koju danas pozajmimo kao neuronske mreže nastala je kao rezultat spoja nekoliko veoma različitih pravaca istraživanja: obrade signala, neurobiologije i fizike. Neuronske mreže predstavljaju tipičan primer interdisciplinarnе oblasti. S jedne strane, to je pokušaj da se razume rad ljudskog mozga, a sa druge da se to stečeno znanje primeni u obradi složenih informacija. Postoje i mnogi drugi napredni, nealgoritmatski sistemi, kao što su algoritmi koji uče, genetski algoritmi, adaptivne memorije, asocijativne memorije, fazi logika.

Osnovna jedinica neuronske mreže je neuron, koji izgleda kao na slici 3.4. Dendriti su ulazi u neuron. Prirodni neuroni imaju i po nekoliko stotina ulaza. Spoj dendrita i neurona se naziva sinapsa. Sinapsa se karakteriše efikasnošću, koja se naziva sinaptička težina. Izlaz neurona se formira na sledeći način: signali na dendritima se pomnože odgovarajućim sinaptičkim težinama, proizvodi se saberi i ako prelaze veličinu praga, na dobijenu vrednost se primeni prenosna (aktivaciona) funkcija neurona, koja je na slici označena sa a . Jedino ograničenje koje se nameće na prenosnu funkciju je da bude ograničena i neopadajuća. Izlaz iz neurona se vodi na akson, koji preko svojih aksonskih ogrankaka prenosi rezultat na dendrite. Na taj način se izlaz jednog sloja mreže prenosi u sledeći.



Slika 3.4. Šematski prikaz veštačkog neurona

Model neuronske mreže čine:

- prenosna funkcija neurona,
- topologija mreže, tj. način na koji se neuroni međusobno vezuju i
- zakoni učenja.

Prema topologiji, mreže se razlikuju po broju slojeva neurona. Obično svaki sloj prima ulaze iz prethodnog sloja, a svoje izlaze šalje sledećem sloju. Prvi sloj neurona se naziva ulazni, poslednji sloj je izlazni, dok se ostali slojevi nazivaju skriveni slojevi. Prema načinu vezivanja neurona, mreže se mogu podeliti na rekurzivne i nerekurzivne. Kod rekurzivnih (povratnih) neuronskih mreža viši slojevi vraćaju informacije nižim slojevima, dok kod nerekurzivnih (nepovratnih) postoji tok signala samo od nižih ka višim nivoima.

Neuronske mreže uče na primerima. Naravno, prvera mora biti mnogo, i do nekoliko desetina hiljada u zavisnosti od tipa problema koji se posmatra. Suština procesa učenja je da on dovodi do korigovanja sinaptičkih težina pojedinih neurona u mreži do pronalaženja jedinstvenog seta značajnosti veza neurona da bi se izračunao izlaz mreže koji je najbliži stvarnim eksperimentalnim vrednostima. Kada ulazni podaci koji se dovode mreži više ne dovode do promene ovih koeficijenata, smatra se da je mreža obučena za rešavanje nekog problema.

Obučavanje se može vršiti na nekoliko načina: nadgledano obučavanje, obučavanje ocenjivanjem i samo-organizacija. Bez obzira na korišćeni algoritam učenja (matematička funkcija koje definišu inkrement povećanja, odnosno smanjenja značajnosti sinaptičkih veza među pojedinim neuronima), procesi su u suštini vrlo slični i sastoje se od sledećih koraka:

- Mreži se prezentira jedan skup ulaznih podataka.
- Mreža vrši obradu i rezultat se pamti (ovo je prolaz unapred).
- Izračunava se vrednost greške, tako što se dobijeni rezultat oduzima od očekivanog.
- Za svaki čvor se računa nova sinaptička težina (ovo je prolaz unazad).
- Menjaju se sinaptičke težine, ili se ostavljaju stare vrednosti, a nove se pamte.
- Na ulaze mreže se dovodi novi skup ulaznih podataka i ponavljaju se koraci od 1 do 5. Kada se izvrše svi primeri, ažuriraju se vrednosti sinaptičkih težina, i ako je greška ispod neke zahtevane vrednosti, smatra se da je mreža obučena.

Nadgledano obučavanje: Najpopularniji algoritam za nadgledano obučavanje je back-propagation algoritam, povratno prostiranje. Osnovna ideja algoritma je sledeća: bira se slučajan par ulaznih i izlaznih rezultata. Mreži se prosleđuje ulazni skup signala, tako što se na svaki ulazni neuron dovodi po jedan signal. Zatim ovi signali propagiraju dalje kroz mrežu, u skrivene slojeve, da bi se posle izvesnog vremena na izlazu pojavio rezultat. Za svaki neuron se računa ulazna vrednost, na već objašnjen način: signali se množe sinaptičkim težinama pridruženim dendritima, sabiraju se i zatim se na dobijenu vrednost primenjuje prenosna funkcija neurona. Signal na isti način propagira dalje kroz mrežu, sve dok ne dođe do izlaznih dendrita. Tada se još jednom vrši transformacija i dobijaju se izlazne vrednosti. Sledeći korak je poređenje dobijenih signala na izlaznim aksonskim ograncima sa očekivanim vrednostima za zadati test primer. Za svaki izlazni ogrank se računa vrednost greške. Ako su sve greške jednakе nuli, dalja obuka nije potrebna – mreža je u stanju da obavlja traženi zadatak. Međutim, u najvećem broju slučajeva greška će biti različita od nule. Tada se mora obaviti modifikacija sinaptičkih težina pojedinih čvorova. Stepen učenja se bira tako da bude između 0 i 0,9. On određuje veličinu koraka kojom se neuronska mreža približava optimalnom stanju. Ideja celog back-propagation algoritma je da se mreža kreće niz krivu greške u potrazi za globalnim minimumom funkcije. Izbor vrednosti za stepen učenja je veoma kritičan. Ako se uzme prevelika vrednost, vrlo lako se izbegavaju lokalni minimumi, ali sistem tada može upasti u režim oscilacija tako što će skakati preko globalnog minimuma, ali ga nikad neće otkriti. Sa druge strane, ako izaberemo suviše malu vrednost za

stepen učenja, mreža može pogrešno identifikovati lokalni minimum i ostati u stanju koje nije optimalno. Situacija je prikazana na slici 3.5.

Modifikacija sinaptičkih težina pojedinih čvorova može se uraditi primenom delta pravila, na sledeći način:

$$D_p W_{ij} = h d_{Lpi} O_{Lpi}$$

Gde su:

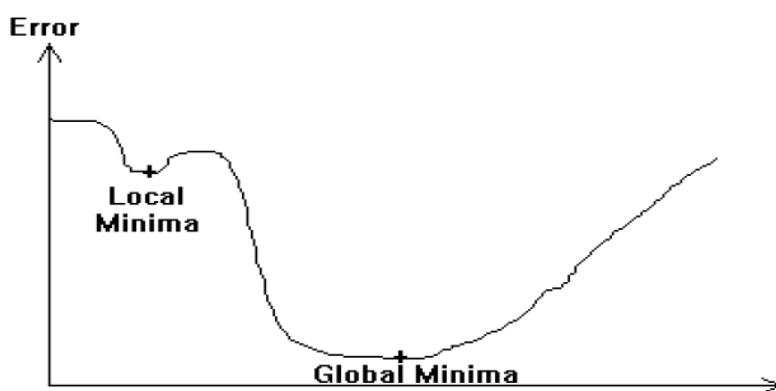
$D_p W_{ij}$ - vrednost za koju treba promeniti sinaptičku težinu W_{ij} u odnosu na zadati ulazno-izlazni par p,

h - stepen učenja,

d_{Lpi} – greška na i-tom neuronu u sloju L za ulazno-izlazni par p,

O_{Lpi} – vrednost dobijena primenom prenosne funkcije u L-tom sloju neurona.

Kada se izvrši skup svih test primera, određuje se da li je mreža obučena. To se radi procenom vrednosti greške poređenjem sa dozvoljenim pragom odstupanja. Ako jeste, potrebno je izvršiti i validaciju. Mreži se dostavljaju drugaćiji ulazni podaci za isti problem i posmatraju se izlazi, ali i performanse. Ako mreža zadovoljava i te kriterijume, proglašava se za obučenu i dalje se u sistemima može koristiti kao crna kutija ("black-box"), za određene ulaze se garantuje da će mreža dati korektne izlaze. Na pitanje šta se konkretno dešava u skrivenim slojevima mreže veoma je teško odgovoriti.



Slika 3.5. Uticaj izbora stepena učenja na traženje minimuma greške neuronske mreže

Samo-organizovano obučavanje: Samo-organizovano obučavanje je proces u kome mreža otkriva statističke pravilnosti u skupu ulaznih podataka i automatski razvija različite režime ponašanja u zavisnosti od ulaza. Za ovaj tip učenja se najčešće koristi Kohonenov algoritam. Mreža ima samo dva sloja neurona: ulazni i izlazni. Izlazni sloj se još zove i kompetitivni sloj. Svaki ulazni neuron je povezan sa svakim neuronom u izlaznom sloju. Neuroni u izlaznom sloju su organizovani u dvodimenzionalnu matricu. Ulazni sloj u ovakvoj mreži ima istu funkciju kao i u do sada opisanim mrežama. Međutim, neuroni u izlaznom sloju imaju potpuno drugačiju ulogu. Oni su u stanju da klasifikuju ulazne podatke, tj. da ih izdvoje u klase u zavisnosti od toga koji od neurona su aktivni. Takve mreže se nazivaju samo-organizujuće. One polaze od slučajno izabrane topološke mape i na kraju daju mapu koja odražava prirodne veze između ulaznih podataka. Topološko mapiranje senzornih i motornih fenomena postoji i u kori ljudskog mozga. Međutim, ne treba zaboraviti da se mehanizam funkcionisanja mozga razlikuje od samo-organizujućih neuronskih mreža. Struktura mozga je drugačija, kao i ulazni podaci koje on obrađuje. Biološki nervni sistem je mnogo kompleksniji u odnosu na neuronske mreže što se tiče topologije i broja neurona. Prirodni neuroni su znatno komplikovаниji od veštačkih. Visok stepen povezanosti prirodnih neurona, njihov ogroman broj i još veći broj sinapsi, čine prirodne nervne sisteme nedostiznim za današnju nauku. Pored toga, mala je verovatnoća da će u skorije vreme biti mapirano svih 150 milijardi sinapsi u ljudskom mozgu. Još je teže uraditi analizu tako složene mreže, jer danas još uvek znamo malo čak i o mrežama koje sadrže limitiran broj veštačkih neurona.

I pored toga, neuronske mreže, iako možda ne shvatamo u potpunosti njihov rad, nalaze sve veći broj primena. Na primer, upotrebljavaju se u obradi signala, analizi podataka, raznim kontrolama, kompresiji slike, konverziji jezika, postavljanju dijagnoza, prepoznavanju govora, psihijatrijskim procenama, analizi električnih kola, kompresiji zvuka, predviđanju kretanja na tržištu, izboru osumnjičenih u kriminološkim istraživanjima, analizi medicinskih testova, spektralnoj analizi itd. Zbog svega navedenog, mnogi istraživači nazivaju neuronske mreže poslednjom ljudskom tehnologijom.

Koncept neuralnih mreža uspešno je primenjen u modelovanju različitih membranskih separacionih procesa (*Sarkar i sar., 2008*). U ultrafiltraciji neuronske mreže su primenjene na separaciju proteina (*Bowen i sar., 1998a; Curcio i sar., 2005*), mleka (*Razavi i sar., 2004, 2003a; 2003b*), koloida (*Bowen i sar., 1998b*), sokova (*Rai i sar., 2005*) i proizvodnju piјaće vode (*Delgrange i sar., 1998; Delgrange-Vincent i sar., 2000*). Takođe, one se mogu primeniti i u nanofiltraciji za opisivanje procesa separacije soli, prljanja membrane i uklanjanja

kontaminanata (*Bowen i sar., 2000; Shetty i Chellam 2003; Shetty i sar., 2003*). U mikrofiltracionim procesima uspešno se primenjuju na modelovanje pada fluksa za različite tipove suspenzija kao što su fosfatne (*Aydiner i sar., 2005*), bentonit (*Hamachi i sar., 1999*) i kvasac (*Piron i sar., 1997*). *Chellam (2005)* primenio je neuronske mreže za predviđanje promene fluksa tokom mikrofiltracije polidisperznih suspenzija. Iako se neuronske mreže tradicionalno koriste kao black-box modeli, odnosno modeli koji ne daju informacije o uticaju pojedinih parametara procesa, na osnovu vrednosti koje se tokom treninga mreže dodeljuju pojedinim vezama između neurona moguće je proceniti uticaj pojedinih parametara procesa pomoću Garsonove jednačine (*Olden i Jackson, 2002; Chellam, 2005; Ní Mhurchú i Foley, 2006*).

3.3.2. Postupak odzivne površine

Klasičan pristup eksperimentalnom radu istraživanja uticaj pojedinačnih faktora na neku pojavu ili proces (*one at a time design*) uključuje dosta napora i vremena, a u slučajevima kada su interakcije faktora važne nije ni u potpunost tačan (*Romagnoli i Gualtieri, 2009; Ozdemir i sar., 2008*). Najefikasniji put povećanju vrednosti istraživanja i skraćivanju vremena njegovog trajanja je planiranje eksperimenata (*DOE, Design of Experiments*). Kao ilustracija efektnosti planiranja eksperimenata može poslužiti ispitivanja uticaja pet faktora sa pet nivoa njihovih vrednosti na neku odabranu veličinu. Naime, za klasičan pristup eksperimentalnom radu potrebno je izvesti više hiljada eksperimenata ($5^5=3125$), koje je teško analizirati ali i izvesti pa se praksi broj eksperimenata redukuje bilo smanjenjem broja ispitivanih faktora ili brojem njihovih nivoa, što za posledicu ima smanjenje pouzdanosti zaključaka izvedenih iz eksperimentalnih istraživanja (*Lazić, 2004*). Sa druge strane isti problem može se rešiti primenom planiranja eksperimenata koji zahtevaju 32 eksperimenta u skladu sa rotabilnim planom drugog reda.

Postupak odzivne površine (*RSM-response surface methodology*) spada u najčešće korištene postupke statistički planiranih eksperimenata (*Myers i Montgomery, 2002*). Ovaj postupak su uveli Box i Wilson (1951), a kasnije ga je popularizovao Montgomery, a može se definisati kao empirijska statistička tehnika primenjena za regresionu analizu podataka dobijenih iz adekvatno planiranih eksperimenata simultanim rešavanjem sistema jednačina (*Allen, 2006; Myers i Montgomery, 2002*). Svaka od jednačina naziva se funkcija odziva, a njen geometrijski

prikaz se naziva odzivna površina, koje se mogu prikazati u tri dimenzije ili kao konturne površine, u dve dimenzije (*Brereton, 2007; Montgomery i Rungar, 2003; Cox i Reid, 2000*). Odzivne funkcije su polinomskog oblika s obzirom da se kvalitet fitovanja eksperimentalnih podataka može poboljšati povećanjem stepena polinoma. Ovakvi modeli su posebno pogodni za rešavanje optimizacionih problema s obzirom da je njima moguće opisati interakcije velikog broja faktora, a i procena kvaliteta fitovanja polinomskega modela se može lako odrediti (*Lazić, 2004*). Suština statističkog planiranja eksperimenta je u pronalaženju optimalnog rešenja odnosno modela čak i kad nije moguće utvrditi deterministički matematički model. Definisanje značajnost pojedinih faktora moguće je uraditi pomoću Studentovog t-testa, odnosno t-vrednosti povezanih sa svakim od koeficijenata polinoma, koje ukazuju koji faktori su značajni odnosno koje od interakcija su bitne za posmatrani odziv.

Najjednostavniji polinom koji se može primeniti je polinom prvog reda koji u ubzir uzima samo linearne uticaje pojedinačnih faktora. Ako se kao krajnji cilj postupka uzme pronalaženje optimalnog rešenja onda je neophodno koristiti polinome drugog reda za opisivanje odabranih odziva. Tada svaki od posmatranih faktora mora da ima tri ili pet nivoa vrednosti u zavisnosti od primjenjenog eksperimentalnog plana. Najčešće se u istraživanjima koriste sledeći planovi: Box-Behnken dizajn (BBD), centralni kompozitni plan (CCD), potpuni eksperimentalni plan i dr.

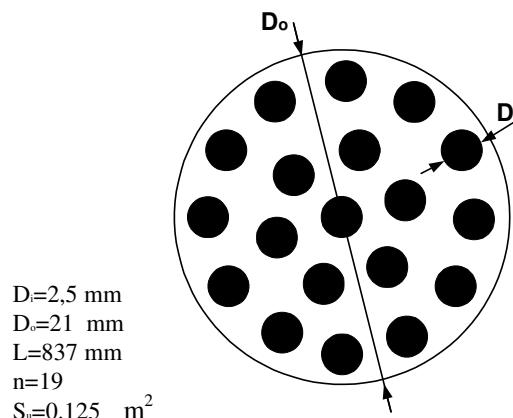
Metoda odzivne površine koristi se za opisivanje brojnih processa (*Jokić i sar., 2008*). Modelovanje mikrofiltracije uglavnom se zasniva na primeni klasičnog eksperimentalnog postupka odnosno variranja pojedinačnih faktora koji utiču na proces. Ovaj postupak korišten je za modelovanje uklanjanja bojenih materija iz sirupa šećerne repe pomoću ultra i nanofiltracije (*Gyura i sar., 2005; 2004; 2002; Šereš sar., 2010, 2004*). Uspešna primena ove metode demonstriранa je i u radu *Cojocaru i Zakarewska (2007)*, za modelovanje i optimizovanje procesa uklanjanja bakara iz vodenih rastvora primenom ultrafiltracije te za optimizaciju prčićavanja sojinog ulja primenom keramičkih membrana (*Ribeiro i sar., 2008*). Proces pervaporacije uspešno je modelovan i optimizovan primenom postupka odzivne površine (*Khayet i sar., 2008*), kao i izolovanju aroma piva tokom pervaporacije (*Catarinoa i sar., 2009*).

4. Materijal i metod

4.1 Materijal

Suspenzije pekarskog kvasca (*Saccharomyces cerevisiae*) koncentracija definisanih eksperimentalnim planom pripremane su dodavanjem odgovarajuće mase suvog kvasca u fiziološki rastvor (0,9 g/l NaCl u destilovanoj vodi). Pekarski kvasac proizvodi Alltech-Fermin Senta, Srbija. Ćelije kvasca su skoro sferičnog oblika srednjeg prečnika oko 5 μm . Ovi mikroorganizmi su izabrani zbog definisane granulometrijske strukture i mogućnosti njihovog uklanjanja sa površine membrane hemijskim čišćenjem.

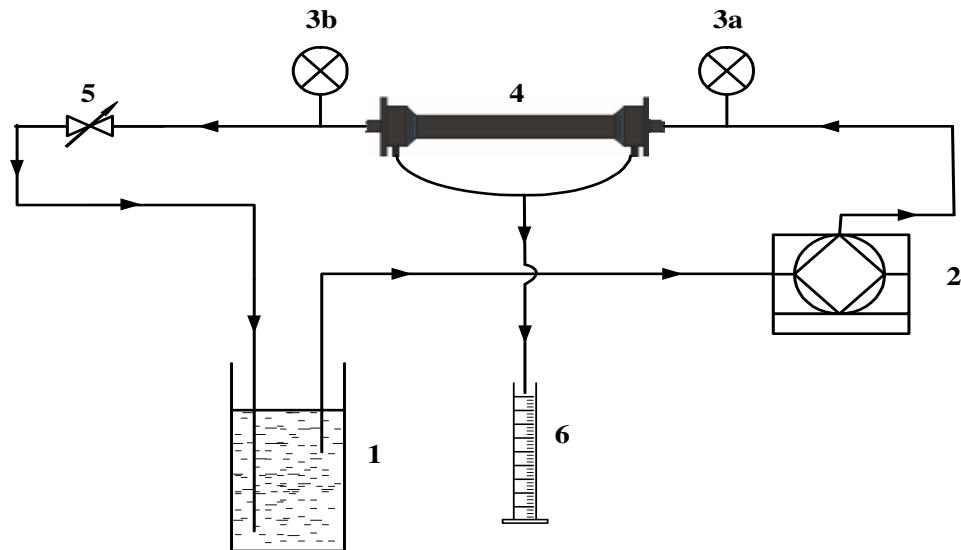
Tokom eksperimentalnog postupka korištene su keramičke membrane srednjeg prečnika pora 200, 450 i 800 nm, sa jednim kanalom, dužine 25 cm, i aktivne površine $0,0043 \text{ m}^2$. U drugom setu eksperimenata korištena je multikanalna membrana (19 kanala, Pall, USA), a njene karakteristike prikazane su na slici 4.1.



Slika 4.1. Presek multikanalne membrane i njene karakteristike

4.2. Aparatura i eksperimentalni postupak

Eksperimentalno ispitivanje mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca izvedena su na laboratorijskoj aparaturi prikazanoj na slici 4.2. Eksperimenti su izvođeni u uslovima potpune recirkulacije fluida u posudu sa napojnom smešom i uslovima koncentrisanja napojne smeše, odnosno suspenzije. Suspenzija je iz rezervoara (1) transportovana peristaltičkom pumpom (2) kroz membranski modul (4). Proticanje napojne smeše kroz modul je bilo unakrsno, a permeat se kontinualno izvodi iz modula i meri pomoću menzure (6), u određenom vremenskom intervalu, nakon čega je permeat vraćan u rezervoar kako bi se ostvario konstantan dotok napojne smeše istih karakteristika. Retentat je takođe recirkulisan u rezervoar sa rastvorom. Protok napojne suspenzije regulisan je pomoću prekidača na peristaltičkoj pumpi. U toku koncentrisanja napojne suspenzije pekarskog kvasca permeat nije vraćan u sud sa suspenzijom nego je konstantno izvođen iz sistema kako bi se dostigao željeni stepen koncentrisanja, odnosno ugušćivanja.



Slika 4.2. Šema laboratorijskog postrojenja za mikrofiltraciju

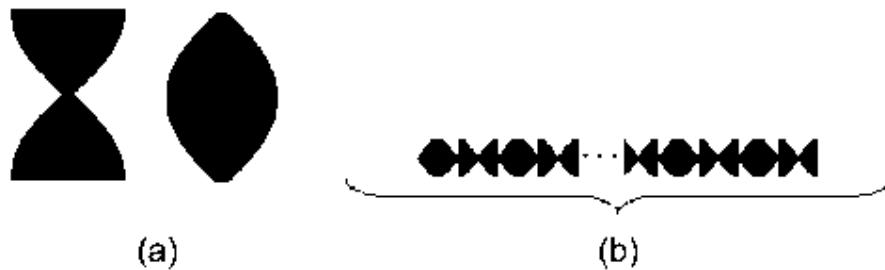
Pre primene pumpa je baždarena, odnosno određena je vrednost protoka za svaki od podeoka peristaltičke pumpe. Transmembranski pritisak je regulisan ventilom (5), a njegova vrednost merena je manometrima (3a i 3b). Temperatura je tokom eksperimentalnog postupka bila konstantna i iznosila je 25°C.

Nakon svakog eksperimenta membrana je čišćena u cilju dovodjenja fluksa destilovane vode na moguću najpribližniju vrednost za čistu membranu. Obzirom da korištena suspenzija

pekarskog kvasca sadrži organske i neorganske materije, vrlo je važno čišćenje celog sistema odgovarajućim sredstvima, prema sledećem programu:

- 10 minuta ispiranja topлом destilovanom vodom ($45\text{-}50^{\circ}\text{C}$);
- 10 minuta pranja 0,2%-nim rastvorom natrijum-hidroksida (sa recirkulacijom);
- 5 minuta ispiranja topлом destilovanom vodom ($45\text{-}50^{\circ}\text{C}$);
- 10 minuta pranja 0,2%-nim rastvorom azotne kiseline (sa recirkulacijom);
- 5 minuta ispiranja destilovanom vodom;
- 10 minuta pranja destilovanom vodom (sa recirkulacijom) i
- provera fluksa vode.

Statički mešač tipa Kenics korišten u eksperimentima je izrađen od nerđajućeg čelika i ima dužinu 23 cm, što odgovara aktivnoj dužini membrane dok mu je prečnik 6 mm. Na slici 4.3 prikazan je izgled Kenics statičkog mešača.

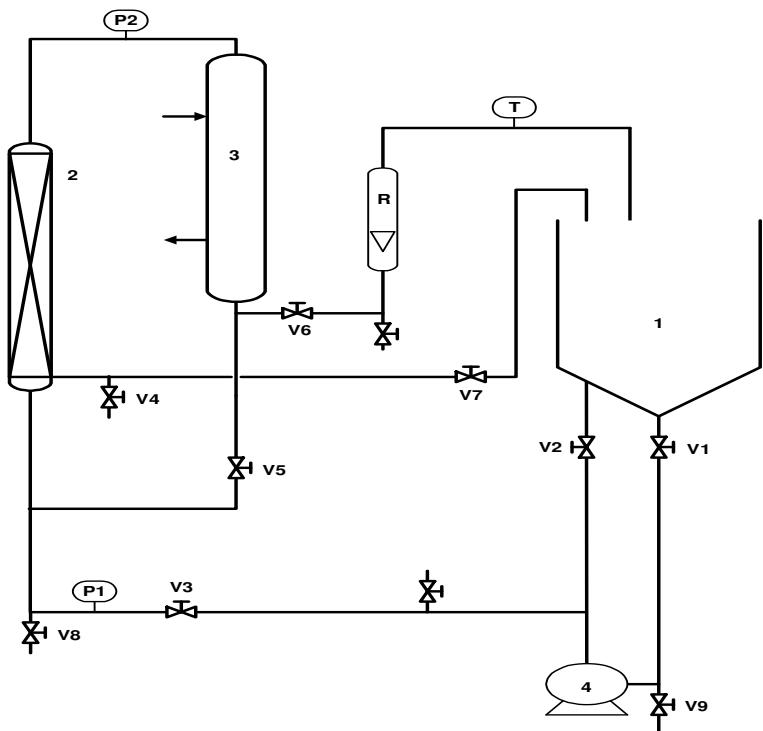


Slika 4.3. Geometrija pojedinačnog helikoidnog elementa (a) i povezanih elemenata Kenics statičkog mešača (b)

Helikoidni element se pravi od pravougaonog elementa uvijanjem po dužini za 180° . Svaki od elemenata je rotiran za 90° oko svoje glavne ose u odnosu na susedne elemente. Ovakav raspored helikoidnih elemenata dovodi do jedinstvene raspodele toka fluida sa uspostavljanjem istovremenog radijalnog mešanja. Pri laminarnom proticanju prvi element deli tok fluida na dva toka, a svaki sledeći element u nizu deli tok na još dva toka tako da se za n elemenata tok deli na $2n$ tokova. Ovaj tip statičkog mešača, odnosno promotora turbulencije ima mali poprečni presek tako da daje i manji pad pritiska u poređenju sa mešaćima tipa Sulzer SMX (Krstić, 2003). Druga bitna odlika Kenics statičkog mešača je njegov karakterističan oblik prati linije strujanja čime sprečava formiranje regije stagnacije koji dovode do povećanja akumulacije materijala što dovodi do povećanog prljanja membrane. Ove osobine ga favorizuju

u odnosu na druge komercijalno dostupne mešače kada se radi u primeni tokom membranskih separacionih procesa gde se primenjuju tubularne membrane.

Na slici 4.4. prikazan je izgled laboratorijske aparature za mikrofiltraciju kada je u eksperimentalnom radu korištena multi kanalna membrana. Nakon pripreme, suspenzija (22 l) je sipana u rezervoar (1) i mešana (10 minuta). Prilikom mešanja ventili $V1$ i $V2$ su bili otvoreni, a ventil $V3$ je bio zatvoren, kako bi se sprečio kontakt sa membranom. Posle otvaranja ventila $V3$ suspenzija se kreće kroz membranu postavljenu u modul (2).



Slika 4.4. Šematski prikaz aparature za mikrofiltraciju sa multikanalnom membranom, 1-rezervoar, 2-membranski modul, 3-razmenjivač topline, 4-centrifugalna pumpa, P1 i P2-manometri, T-termometar, R-rotametar i V1...V9-ventili

Tokom prve minute uspostavljene su vrednosti transmembranskog pritiska i protoka podešavanjem ventila $V2$, $V3$ i $V6$. Kontinualan postupak mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca rađen je uz recirkulaciju permeata u rezervoar sa napojnom smešom. U određenim vremenskim intervalima sakupljen je uzorak permeata, otvaranjem ventila $V4$. Nakon merenja permeat je vraćen u rezervoar kako ne bi došlo do promena u koncentraciji napojne smeše. Tokom koncentrisanja suspenzije permeat je konstantno odvođen (otvoren ventil $V4$) iz sistema kako bi se dostigao željeni stepen koncentrisanja, odnosno ugušćivanja.

Suspenzija kvasca je po završetku eksperimenta ispušтана из система при чему су вентили $V1$, $V2$, $V3$ и $V8$ били отворени, а систем је испиран дестилованом водом са затвореним током

permeata (uz zatvorene ventile V4 i V7). Posle ispiranja destilovanom vodom, membrana je primenom postupka kao i za membranu sa jednim kanalom. Tokom eksperimentalnog postupka temperatura je bila konstantna i iznosila je 25°C.

4.3. Eksperimentalni plan i obrada podataka

Izbor odgovarajućeg eksperimentalnog plana ključan je korak u primeni postupka odzivne površine. Na raspolaganju su nam brojni eksperimentalni planovi koji se razlikuju pre svega po broju eksperimenata koji nam omogućavaju adekvatno predstavljanje eksperimentalnog prostora, kao što su centralni kompozitni plan, Box-Behnkenov plan, Doehlertov plan i dr (*Ferreira i sar., 2007*). Box-Behnkenov plan ima prednost nad ostalim u pogledu efikasnosti, odnosno odnosa između broja koeficijenata koji se javljaju u odabranom modelu i broja eksperimenata koje potrebno izvesti. Ako se opredelimo za kvadratni model odzivne površine, onda je neophodno odrediti deset koeficijenata u modelu:

$$Y = b_0 + \sum b_i X_i + \sum b_{ii} X_{ii}^2 + \sum b_{ij} X_{ij}$$

gde su:

Y – odzivna funkcija,

X_i - procesni parametri,

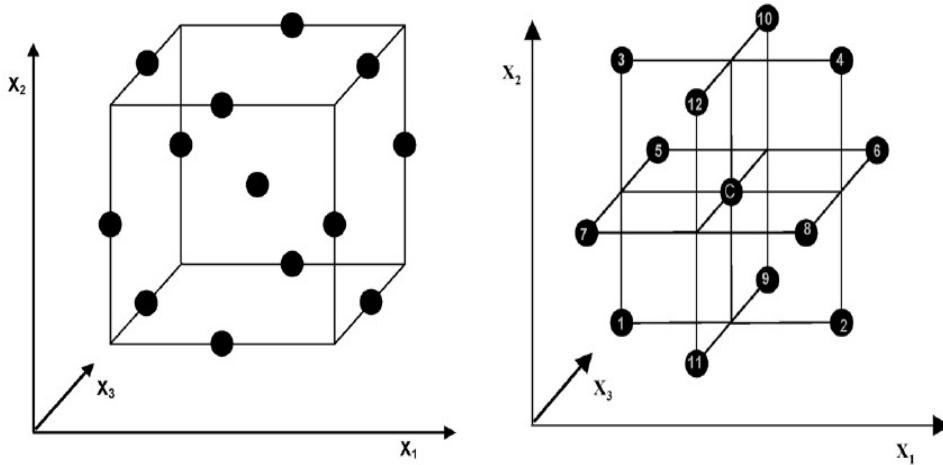
b_0 – odsečak,

b_i - linearni koeficijenti,

b_{ii} - kvadratni koeficijenti i

b_{ij} - koeficijenti interakcije.

Sa druge strane broj eksperimenata (n) za dobijanje kvadratnog modela dat je izrazom $n = 2 \cdot k \cdot (k - 1) + C$, gde su k broj eksperimentalnih faktora (promenljivih), a C je broj ponavljanja u centralnoj tački.



Slika 4.5. Raspored tačaka Box-Behnkenovg eksperimentalnog plana

Eksperimentalni dizajn sa tri faktora na tri nivoa i tri ponavljanja u centralnoj tački ima 15 eksperimenata, slika 4.5. Efikasnost ovog eksperimentalnog plana (0,67) veća je u poređenju sa efikasnošću centralnog kompozitnog plana (0,58). Ova prednost Box-Behnkenovog eksperimentalnog plana gubi se kada se posmatra sistem sa četiri i više promenljivih, odnosno faktora. Pri ispitivanju uticaja statičkog mešača na mikrofiltraciju suspenzija pekarskog kvasca korišten je eksperimentalni dizajn sa tri faktora na tri nivoa i tri ponavljanja u centralnoj tački a, faktori i njihovi nivoi su:

- transmembranski pritisak, (TMP), 0.2; 0.6 i 1 bar;
- protok napojne suspenzije, (Q), 80, 130 i 180 l/h i
- koncentracija kvasca, (C), 2; 6 i 10 g/l.

Ovakav eksperimentalni dizajn primjenjen je na sve tri membrane sa jednim kanalom (200, 450 i 800 nm) u cilju primene postupka odzivnih površina za definisanje uticaja veličine srednjeg prečnika pora membrane na promenu posmatranih odziva.

Prilikom rada sa višekanalnom membranom mogućnost ispitivanja uticaja statičkog mešača na mikrofiltraciju nije bila moguća usled malih dimenzija kanala membrane, tako da je ova aparatura iskorištena za ispitivanje primene postupka odzivne površine i koncepta neuronskih mera na širi opseg posmatranih faktora tako da su u ovom slučaju nivoi faktora imali sledeće vrednosti:

-
-
- transmembranski pritisak, (TMP), 0,5; 1 i 1,5 bar,
 - protok napojne suspenzije, (Q), 240, 600 i 960 l/h
 - koncentracija kvasca, (C), 0,1; 5 i 10 g/l.

Podaci o promeni fluksa permeata praćeni su tokom vremena za svaki od eksperimentalnih uslova definisanih eksperimentalnim planovima, a svaki od eksperimenata je urađen dva puta, a za proračune je korištena srednja vrednost.

Uticaj statičkog mešača na fluks permeata tokom mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca praćen je preko vrednosti povećanja fluksa, odnosno porasta fluksa (FI) koji je definisan kao relativno povećanje fluksa permeata prilikom upotrebe statičkog mešača:

$$FI = \frac{J_{P,SM} - J_{P,NSM}}{J_{P,NSM}} \times 100$$

Gde su:

FI - relativno povećanje fluksa permeata (%),

$J_{P,SM}$ i $J_{P,NSM}$ - fluks permeata sa i bez statičkog mešača (l/m²h).

Drugi parametar koji je bitan pri primeni statičkog mešača je gubitak hidrauličke snage usled otpora proticanju :

$$P = Q \cdot \Delta P$$

Gde su:

P - gubitak hidrauličke snage (W)

Q - protok napojne suspenzije (m³/s) i

ΔP - pad pritiska (Pa)

Pri upotrebi statičkog mešača kao promotora turbulencije dolazi do povećanja pada pritiska, tako da se ekonomska opravdanost upotrebe mešača može kvantifikovati preko specifične potrošnje energije koja je definisana kao gubitak hidrauličke snage po jedinici zapremine permeata:

$$E = \frac{P}{J_p A}$$

Gde su:

E - specifična potrošnja energije (kWh/m^3)

P - gubitak hidrauličke snage (W),

J_p - fluks permeata ($\text{l/m}^2\text{h}$) i

A - površina membrane (m^2).

Uticaj primene statičkog mešača na potrošnju energije tokom "cross-flow" mikrofiltracije može se posmatrati preko relativne promene specifične potrošnje energije :

$$ER = \frac{E_{NSM} - E_{SM}}{E_{NSM}} \times 100$$

Gde su:

ER - relativna promena specifične potrošnje energije (%),

E_{NSM} i E_{SM} - specifična potrošnja energije bez i sa statičkim mešačem.

Upoređivanje karakteristika procesa sa i bez upotrebe statičkog mešača najčešće se izvodi pri istom gubitku hidrauličke snage (Krstić, 2003; Gupta i sar., 1995). U ovom radu radi primene postupka odzivne površine praćena je promena specifične potrošnje energije sa promenom postavljenih eksperimentalnih uslova. Prilikom recirkulacije napojne suspenzije korištene su vrednosti stacionarnog fluksa dok je pri koncentrisanju napojne suspenzije korišten podatak o srednjem fluksu koji je ostvaren ako se suspenzija koncentriše do vrednosti faktora koncentrisanja 2,6 dok je za aparatuру sa višekanalnom membranom faktor koncentrisanja imao vrednost 3.

Statistička obrada eksperimentalnih podataka urađena je u programu STATISTICA 9.0. Značajnost uticaja svakog od faktora kao i njihovih interakcija određivana je poređenjem t-vrednosti za svaki od koeficijenata u regresionoj jednačini. Površine odziva crtane su tako što je jedan od parametara imao konstantnu vrednost iz centra plana, dok su preostala dva parametra varirana. Za optimizaciju parametara, odnosno faktora korišćena je metoda željene (tražene) funkcije, a rađena je u softverskom paketu DESIGN-EXPERT 8.1.

Modeli dobijeni primenom koncepta neuronskih mreža tipično imaju veliku prediktivnu tačnost na skupu primera za učenje, a značajno nižu na novim, nepoznatim primerima podataka, ili testnom skupu podataka. Da bi se izbegla prekomerna specijalizacija modela (overfitting), primenjuje se postupak ranog zaustavljanja obučavanja mreže, koji je inkorporiran u postupak učenja. Tokom obučavanja neuronske mreže odabrane konfiguracije sinaptičke težine pojedinih neurona se menjaju sa ciljem minimizacije srednje kvadratne greške podataka namenjenih za učenje, istovremeno se računa srednja kvadratna greška podataka za proveru i kada ona počne da raste obučavanje mreže se zaustavlja (*Maier and Dandy 2000*). Kao merilo adekvatnosti reprodukovanja eksperimentalnih rezultata u ovom radu korištena je srednja kvadratna greška:

$$MSE = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n (P_{ij} - P_j)^2$$

Gde su:

P_{ij} – vrednost dobijena proračunom neuronskih mreža,

P_j – eksperimentalna vrednost i n – broj eksperimenata.

Za najbolje poklapanje MSE teži 0, kada su proračunate vrednosti u potpunosti poklapaju sa eksperimentalnim vrednostima. Pre početka obučavanja neuronske mreže eksperimentalne podatke je neophodno normalizovati kako bi se izbegle velike razlike u specifičnim jačinama sinapsi pojedinih nezavisno promenljivih odnosno eksperimentalnih faktora (*Sarkar i sar., 2008*). Pri normalizaciji podataka korištena je sledeća jednačina:

$$y_{norm} = (1 - \Delta^U - \Delta^L) \frac{y - y^{min}}{y^{max} - y^{min}} + \Delta^L$$

Gde su:

y_{norm} , y^{max} , y^{min} – normalizovana, maksimalna i minimalna vrednost zavisno promenljive,

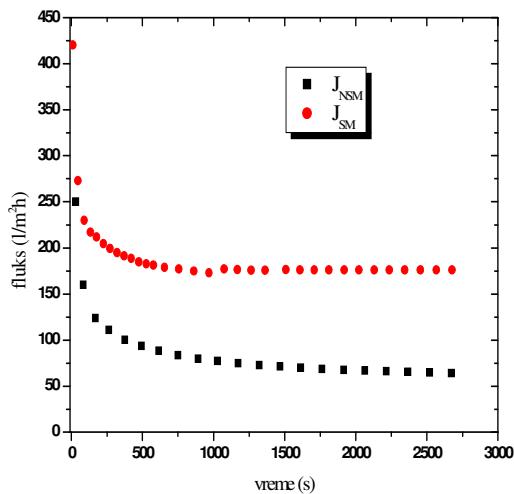
Δ^U i Δ^L – male vrednosti margina koje daju ograničenu ekstrapolacionu sposobnost mreže.

U ovom radu vrednosti za Δ^U i Δ^L su 0,01 tako da se normalizovane vrednosti eksperimentalnih podataka kreću između 0,01 i 0,99.

5. Rezultati i diskusija

5.1. Ispitivanja u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Tokom eksperimentalnog postupka utvrđeno je da se tokom mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca fluks naglo smanjuje tokom prvih 10 do 15 minuta. Nakon tog vremena fluks postepeno opada i dostiže stacionarnu vrednost čija je veličina definisana eksperimentalnim uslovima. Postavljanjem statičkog mešača dolazi do porasta stacionarnog fluksa permeata pri svim posmatranim eksperimentalnim uslovima.



Slika 5.1 Promena fluksa tokom vremena u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Cilj ispitivanja u uslovima recirkulacije napojne suspenzije je mogućnost primene koncepta neuronskih mreža, ali i postupka odzivnih površina, pri modelovanju promene stacionarnog fluksa u zavisnosti od eksperimentalnih uslova u sistemima sa i bez statičkog mešača. Takođe, primenom ovih metoda modelovani su porast fluksa i relativna promena

specifične potrošnje energije usled prisustva statičkog mešača u kanalu membrane. Pored toga urađena je i analiza uticaja pojedinačnih eksperimentalnih promenljivih na odabране veličine.

5.1.1. Model neuronskih mreža u uslovima recikulacije napojne suspenzije

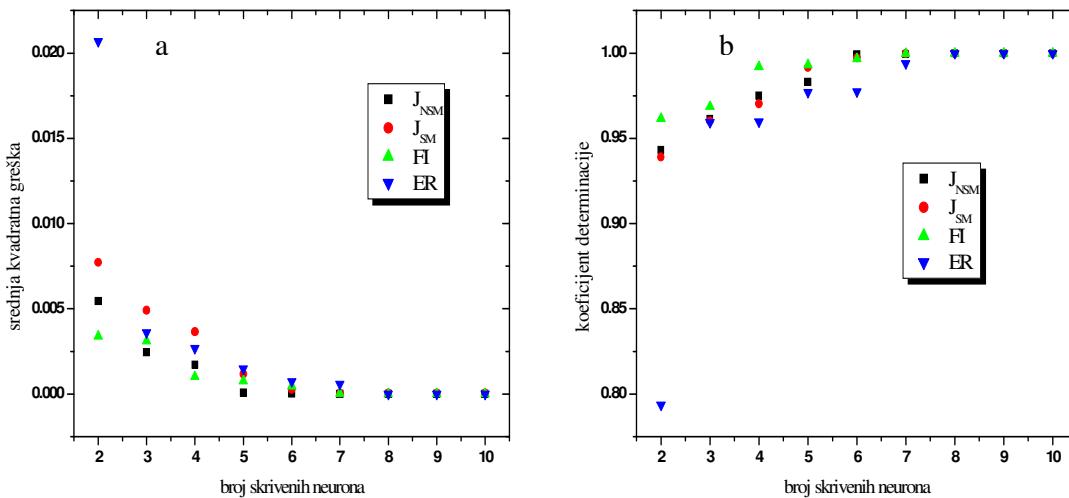
Tokom ispitivanja mogućnosti primene neuronskih mreža za modelovanje procesa mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca prvi korak je odabir njene arhitekture, odnosno topologije. Za obradu podataka izabrana je potpuno povezana troslojna nepovratna mreža sa primenom algoritma povratnog prostiranja. Proračun je urađen u programskom paketu Matlab, primenom Neural Network Toolbox-a. Primjenjen je Levenberg-Marquardt algoritam obučavanja nueronske mreže, sa pravilom gradijentnog spusta za minimizaciju greške, dok je za aktivacionu funkciju svakog od neurona u mreži izabran sigmoid (bipolarni).

Ulagani sloj čine promenljive, odnosno parametri eksperimentalnog istraživanja, dakle ulagani neuroni predstavljaju: veličinu pora membrane, transmembranski pritisak, protok suspenzije i njenu koncentraciju. Svaki od neurona u ulagnom sloju povezan je sa svakim od neurona u skrivenom sloju (odabran je jedan sloj) koji su opet povezani sa svakim od izlaznih neurona (potpuno povezana mreža). U izlaznom sloju nalazio se jedan neuron koji je odgovarao veličini koja se fituje (stacionarni fluks u sistemima sa i bez statičkog mešača, porast fluksa i relativna promena specifične potrošnje energije). Sa druge strane optimalan broj neurona u skrivenom sloju određivan je probom i greškom. Naime, cilj ispitivanja je izbor neuronske mreže sa minimalnim brojem skrivenih neurona koji obezbeđuje najmanje odstupanje eksperimentalnih i izračunatih vrednosti posmatranih odziva.

Pre obučavanja, eksperimentalni podaci su normalizovani primenom odgovarajuće jednačine, tako da se ulagni set promenljivih kretao u opseg 0,1 do 0,99. Na isti način normalizovani su i ciljevi primene neuronskih mreža, odnosno eksperimentalne vrednosti posmatranih odziva praćenih tokom mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca. Eksperimentalni podaci podeljeni su u tri seta podataka: za obučavanje (70%), za validaciju modela (15%) i sa testiranje modela (15%). Na ovaj način sprečeno je specijalizovanje obučene neuronske mreže (*overfitting*), odnosno postavljen je jedan od kriterijuma za prekidanje obučavanja. Naime, ako bi se u određenom broju iteracija dogodilo da srednja kvadratna greška modela počne da raste obučavanje se prekida. Maksimalan broj iteracija iznosio je 1500, dok je

poslednji kriterijum za prekidanje obučavanja mreže bila vrednost srednje kvadratne greške, koja je postavljena na vrednost 10^{-9} .

Na slici 5.2. prikazana je promena srednje kvadratne grške i koeficijenta detriminacije tokom variranja broja skrivenih neurona. Broj neurona variran je od dva do deset. Najmanju preciznost imale su mreže sa manjim brojem skrivenih neurona, dodavanjem dodatnih neurona u skriveni sloj dolazi do poboljšanja predviđanja odziva praćenih tokom mikrofiltracije. Povećan broj neurona dovodi do boljih mogućnosti predviđanja nelinearnih promena u posmatranom sistemu. Slični rezultati objavljeni su za mikro filtraciju polidisperznih suspenzija, gde je optimalan broj neurona u skrivenom sloju iznosio pet za monodisperzne i osam za polidisperzne suspenzije (*Chellam, 2005*).



Slika 5.2. Uticaj promene broja skrivemih neurona na promenu a) srednje kvadratne greške i b) koeficijenta determinacije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

U slučaju mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca utvrđeno je da je za sve posmatrane odzive optimalan broj skrivenih neurona osam. Može se primetiti da i "lošije" modelovanje daje izuzetno visoke vrednosti koeficijenta determinacije. Sa manjim brojem neurona u skrivenom sloju pokazalo se da se najlošije modeluju podaci za relativnu promenu specifične potrošnje energije, što može ukazati na kompleksnost zavisnosti ovog odziva od procesnih parametara (*Chellam, 2005*).

Najbolje fitovanje primenom koncepta neuronskih mreža za mikrofiltraciju u uslovima recirkulacije napojne suspenzije uočeno je kod porasta fluksa, dok su se vrednosti za fluks permeata u sistemima sa i bez statičkog mešača modelovali sa sličnom tačnošću. Variranje

ostalih parametara u procesu obučavanja kao što su stepen učenja i momentuma gradijentnog spusta nisu doprineli poboljšanju predviđanja neuronske mreže.

U literaturi se neuronske mreže najčešće tretiraju kao matematički modeli crne kutije ("black box models"), odnosno modeli koji ne pružaju nikakve informacije o sistemu koji se modeluje (*Piron i sar., 1997*). Posledica ovog je da se nezavisno promenljive unose u mrežu da bi se dobio izlaz bez poznavanja i razumevanja uticaja faktora i njihovih međusobnih interakcija odnosno ne poznajemo mehanizme koji se odvijaju u procesu koji je modelovan primenom neuronske mreže, što je glavni nedostatak ovog načina modelovanja u poređenju sa klasičnim statističkim pristupu modelovanja procesa (*Olden i Jackson, 2002*).

Ipak tokom primene koncepta neuronskih mreža razvijeni su i algoritmi za kvantifikovanje uticaja pojedinih ulaza u mrežu, odnosno da se i iz sinaptičkih težina dobijenih obučavanjem neuronske mreže odrede relativni uticaji ulaza u mrežu na izlazne vrednosti tj. modelovane odzive (*Olden i Jackson, 2002; Chellam, 2005; Ní Mhurchú i Foley, 2006*). Oni se mogu primeniti samo na mreže sa jednim skrivenim slojem. Garson-ova jednačina je jedan od tih pristupa (*Garson, 1991*), a ona je korištena za određivanje uticaja parametara tokom "crossflow" mikrofiltraciji polidisperznih čestica (*Chellam, 2005*), za predviđanje rast mikroorganizama (*Hajmeer i sar., 1997*), rasprostranjenosti ribljih vrsta u jezerskim staništima (*Mastrorillo i sar., 1997; Brosse i sar., 1999; Gozlan i sar., 1999*) i emisija amonijaka (*Lim i sar., 2007*). Garson-ova jednačina ima oblik:

$$v = \frac{\sum_{j=1}^{n_H} \left[\left(i_{vj} / \sum_{k=1}^{n_v} i_{kj} \right) O_j \right]}{\sum_{i=j}^{n_v} \left[\sum_{j=1}^{n_H} \left(\left(i_{vj} / \sum_{k=1}^{n_v} i_{kj} \right) O_j \right) \right]}$$

Gde su:

v – relativni uticaj ulazne promenljive

n_v – broj ulaznih neurona,

n_H – broj skrivenih neurona,

i_{ij} – apsolutne vrednosti jačine sinapsi između ulaznih i skrivenih neurona i

O_j - apsolutne vrednosti jačine sinapsi između skrivenih i neurona u izlaznom sloju.

Glavni nedostatak Garson-ove jednačine je što za proračun uticaja pojedinih ulaznih promenljivih koristi apsolutne vrednosti ječine sinapsi između neurona (*Olden i sar., 2004*). Pozitivni efekti pojedinih ulaza su uslovljeni pozitivnim sinapsama između ulaznih i skrivenih neurona i u isto vreme pozitivnim vrednostima jačine sinapse skrivenih i izlaznih neurona, odnosno negativnim vrednostima istih sinapsi. Sa druge strane suprotni predznaci između odgovarajućih jačina sinapsi dovode do negativnog proizvoda, što znači da posmatrani ulaz ima negativan uticaj na izlaz iz neuronske mreže. Garson-ova jednačina uzima apsolutne vrednosti i na taj način se zanemaruju pozitivni, odnosno negativni uticaji pojedinih ulaza, što kao posledicu može imati i pogrešno tumačenje nivoa uticaja nekih od promenljivih (*Olden i sar., 2004*). Metoda koja izbegava primenu apsolutnih vrednosti naziva se postupak jačine veza sinapsi i po obliku je veoma slična Garson-ovoj jednačini, odnosno ima vrednost kao sumu u brojiocu ove jednačine, ali računata sa stvarnim, a ne apsolutnim vrednostima (*Olden i sar., 2004*).

U tabeli 5.1 prikazani su rezultati ispitivanja uticaja pojedinih promenljivih, odnosno ulaza u neuronsku mrežu na njene izlaze. Primenjene su metode Garsona i jačina sinaptičkih veza. Rezultati pokazuju određene razlike u rangu uticaj promenljivih između primenjenih metoda. Ako se ova međusobna odstupanja uporede sa rezulatima regresione analize urađene u sklopu primene postupka odzivne površine, može se zaključiti da je u uslovima recirkulacije napojne suspenzije, određivanje uticaja pojedinih promenljivih tačnije, ako se radi metodom jačine sinaptičkih veza neurona nego Garson-ovom jednačinom. Veličina pora ima negativan uticaj na sve posmatrane odzive. Sa porastom veličine pora primenjenih membrana dolazi do smanjenja fluksa permeata ali porasta fluksa i relativne promene specifične potrošnje energije. Razlog ovakvom ponašanju može se pronaći u činjenici da su membrane sa većim prečnikom pora podložnije unutrašnjem prljanju, koje je najizraženiji kod membrane srednjeg prečnika pora 800 nm. Transmembranski pritisak ima pozitivan uticaj na fluks permeata sa i bez mešača kao i na promenu specifične potrošnje energije, dok je uticaj na porast fluksa negativan. Dakle, porast vrednosti transmembranskog pritiska u posmatranom opsegu dovodi do porasta vrednost fluksa permeata, usled porasta pogonske sile za proces mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca. Sa druge strane dolazi i do porasta otpora formirane filtracione pogače te je rast fluksa manji kada se u sistem postavi statički mešač u poređenju sa sistemima bez mešača, tako da je vrednost porasta fluksa opada. Pozitivan uticaj koncentracije suspenzije uočen je kod fluksa sa i bez statičkog mešača i porasta fluksa, dok je kod odziva promenu specifične potrošnje energije njen uticaj negativan. Protok suspenzije ima pozitivan uticaj na fluks permeata u oba posmatrana sistema, dok je njegov uticaj na preostala dva odziva negativan, jer na višim protocima i u kanalu

membrane bez mešača postoji određeni nivo turbulencije koji limitira njegovu primenu (Krstić, 2003).

Tabela 5.1
Uticaj promenljivih na izlaze neuronske mreže u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Odziv	Promenljiva	Garson-ova jednačina (%)	Rang	Jačina sinaptičkih veza	Rang	Uticaj
J _{NSM}	Veličina pora	29,98	1	19,83	1	negativan
	Transmembranski pritisak	23,10	3	2,78	4	pozitivan
	Protok	26,45	2	15,48	2	pozitivan
	Koncentracija	20,47	4	14,26	3	negativan
J _{SM}	Veličina pora	19,32	4	38,22	4	negativan
	Transmembranski pritisak	28,48	2	80,33	1	pozitivan
	Protok	32,41	1	54,95	2	pozitivan
	Koncentracija	19,80	3	35,48	3	pozitivan
FI	Veličina pora	27,24	3	4,69	1	negativan
	Transmembranski pritisak	31,71	1	0,91	3	negativan
	Protok	12,59	4	0,27	4	negativan
	Koncentracija	28,45	2	3,90	2	pozitivan
ER	Veličina pora	25,55	3	4,27	3	negativan
	Transmembranski pritisak	27,01	2	1,27	4	pozitivan
	Protok	15,34	4	5,85	2	negativan
	Koncentracija	32,09	1	8,47	1	negativan

5.1.2. Model odzivne površine u uslovima recikulacije napojne suspenzije

Primena koncepta neuronskih mreža za modelovanje uticaja eksperimentalnih promenljivih, daje dobre rezultate u pogledu predviđanja vrednosti posmatranih odziva. Međutim, koncept neuronskih mreža je pre svega "black-box" model, uprkos postojanju metoda procene uticaja parametara na merene veličine. Ovaj nedostatak moguće je prevazići primenom postuka odzivnih površina koji pored mogućnosti procene uticaja individualnih eksperimentalnih parametara omogućava i procenu njihovih međusobnih interakcija.

5.1.2.1. Uticaj veličine pora u uslovima recikulacije napojne suspenzije

Ispitivanje uticaja veličine pora membrana urađeno je na membranama srednjih prečnika pora 200, 450 i 800 nm. Ispitivanje je urađeno je primenom postupka odzivne površine funkcije. Za svaku od membrana korišten je Box-Behnken dizajn sa tri faktora na tri nivoa i tri ponavljanja u centralnoj tački. Na taj način ukupan broj eksperimentalnih podataka korištenih u regresionej analizi je iznosio 45, dok je u promenljive veličine uvrštena i veličina pora svake od membrana. Rezultati fitovanja polinomom drugog reda izabralih odziva (stacionarni fluks u sistemima sa i bez statičkog mešača, porast fluksa i relativna promena specifične potrošnje energije) prikazani su u Tabelama 5.2 i 5.3.

Tabela 5.2

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Odzivi	J_{NSM} (L/m ² h)		J_{SM} (L/m ² h)		FI (%)		ER (%)	
	Efekti	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent
<i>Odsečak</i>								
b_0	100,994	5,71	-10,208	-0,24	-3,934	-0,04	-318,039	-4,06
<i>Linearni</i>								
b_1	-0,053	-2,05	-0,052	-0,84	-0,794	-6,20	0,110	0,97
b_2	9,326	0,51	216,186	4,92	244,236	2,67	87,757	1,08
b_3	-0,178	-0,92	1,453	3,16	2,190	2,29	3,501	4,11
b_3	-12,414	-6,76	-5,661	-1,29	29,981	3,28	39,025	4,79
<i>Kvadratni</i>								
b_{11}	0,001	0,98	0,001	-0,63	0,001	6,70	0,000	-1,38
b_{22}	4,192	0,40	-84,484	-3,40	-84,030	-1,63	-49,649	-1,08
b_{33}	0,001	1,20	-0,004	-2,34	-0,007	-2,11	-0,011	-3,80
b_{44}	0,282	2,72	0,278	1,12	-0,787	-1,52	-0,459	-1,00
<i>Interakcije</i>								
b_{12}	-0,026	-2,25	-0,046	-1,68	0,009	0,16	0,059	1,15
b_{13}	0,001	0,07	0,001	-0,48	0,001	-0,08	-0,001	-1,34
b_{14}	0,004	3,30	0,003	1,05	-0,014	-2,44	-0,002	-0,35
b_{23}	-0,031	-0,38	-0,116	-0,61	-0,452	-1,14	0,496	1,40
b_{24}	1,682	1,69	-5,289	-2,22	-10,812	-2,18	-18,509	-4,19
b_{34}	0,026	3,22	0,003	0,16	-0,019	-0,49	-0,178	-5,02

U tabeli 5.3 prikazani su rezultati analize varijanse modelovanih odziva. Relativno visoke vrednosti koeficijenta determinacije (R^2) ukazuju na adekvatno fitovanje eksperimentalnih rezultata polinomom drugog reda. Najlošiji rezultati dobijeni su za fitovanje rezultata dobijenih za relativnu promenu specifične potrošnje energije ($R^2=0,776$). Međutim, p-vrednosti dobijene za sve modele ukazuju na značajnost modela polinoma drugog reda pri nivou značajnosti 95% (p-vrednost 0,05; Tabela 5.3) svih posmatranih odziva.

Tabela 5.3

Analiza varijanse (ANOVA) modelovanih odziva u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

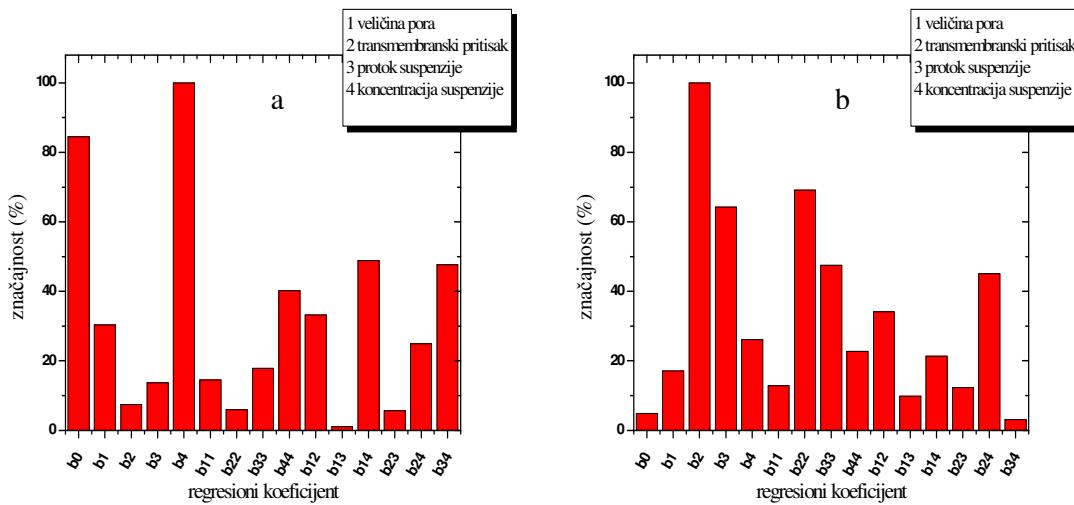
Odziv	Poreklo								
	Rezidual			Model			<i>F</i>	p-vrednost	R^2
	DF	SS	MS	DF	SS	MS			
J _{NSM}	30	917,4	30,58	14	7949,7	567,83	18,57	<0,00001	0,897
J _{SM}	30	5245,9	174,86	14	58347,2	4167,65	23,83	<0,00001	0,918
FI	30	22669,0	755,63	14	166889,9	11920,71	15,77581	<0,00001	0,880
ER	30	18021,2	600,71	14	62398,4	4457,03	7,41965	0,000002	0,776

DF – stepen slobode; SS – suma kvadrata, MS – mean squares,

U cilju lakšeg poređenja značajnosti pojedinih koeficijenata oni su izraženi kao frakcija najveće *t-vrednosti* koeficijenta u posmatranoj korelaciiji (Đurić i sar., 2004). Na slici 5.3. prikazane su značajnosti pojedinih koeficijenata u korelaciji stacionarnog fluksa sistema sa i bez statičkog mešača. Najveći uticaj na vrednosti dostignutog stacionarnog fluksa ima koncentracija suspenzije kod sistema bez statičkog mešača, dok kod sistema sa primenjenim statičkim mešačem najveći uticaj ima transmembranski pritisak. Uticaj protoka suspenzije mnogo je izraženiji kod sistema sa statičkim mešačem. Koncentracija suspenzije ima manji uticaj na fluks permeata kada se posmatraju sistemi sa statičkim mešačem u poređenju sa sistemima bez statičkog mešača. Linearni uticaj veličine pora izraženiji je u sistemima bez umetnutog promotora turbulencije.

Među kvadratnim efektima najznačajniji je efekat koncentracije za sisteme bez statičkog mešača, dok je za sisteme sa postavljenim statičkim mešačem najznačajniji kvadratni efekat transmembranskog pritiska. Kvadratni uticaj protoka suspenzije izraženiji je u sistemima sa

statičkim mešačem, dok je kod sistema bez statičkog mešača on bitno manje izražen.

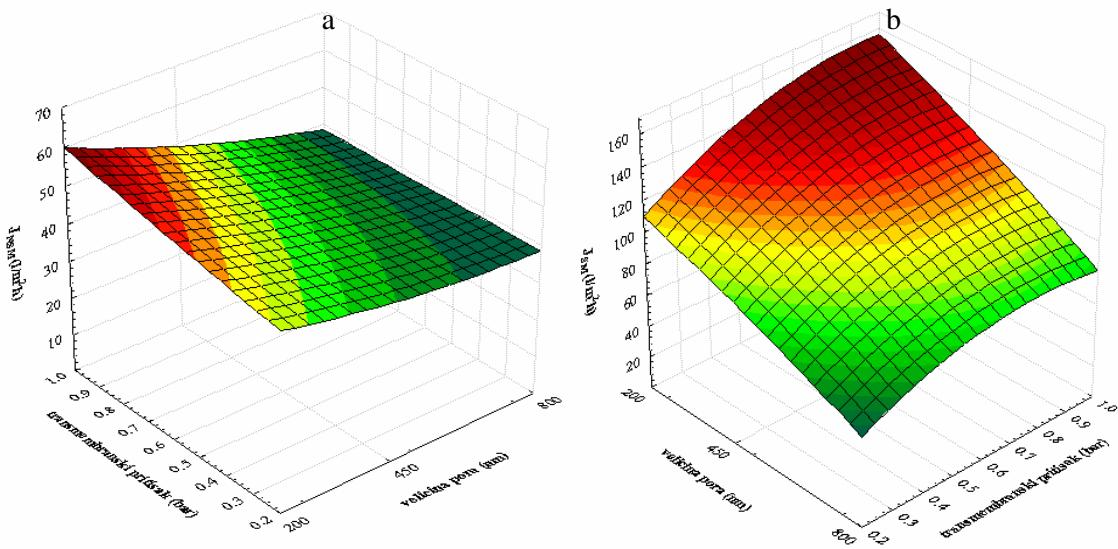


Slika 5.3. Značajnost regresionih koeficijenata za sistem a) bez statičkog mešača i b) sa statičkim mešačem u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Najaznacnije interakcije koje imaju uticaj na proces mikrofiltracije suspenzija kvasca u sistemima bez promotora turbulencije su interakcije koncentracije i veličine pora membrane kao i interakcija koncentracije sa protokom suspenzije. Najslabije je izražena interakcija između veličine pora i protoka suspenzije, kao i interakcija protoka i transmembranskog pritiska. Sa druge strane postavljenjem statičkog mešača u kanal membrane najizraženije postaju interakcije transmembranskog pritiska sa koncentracijom suspenzije i veličinom pora membrane. Najmanji uticaj na fluks permeata u sistemu sa statičkim mešačem ima interakcija protoka i koncentracije suspenzije.

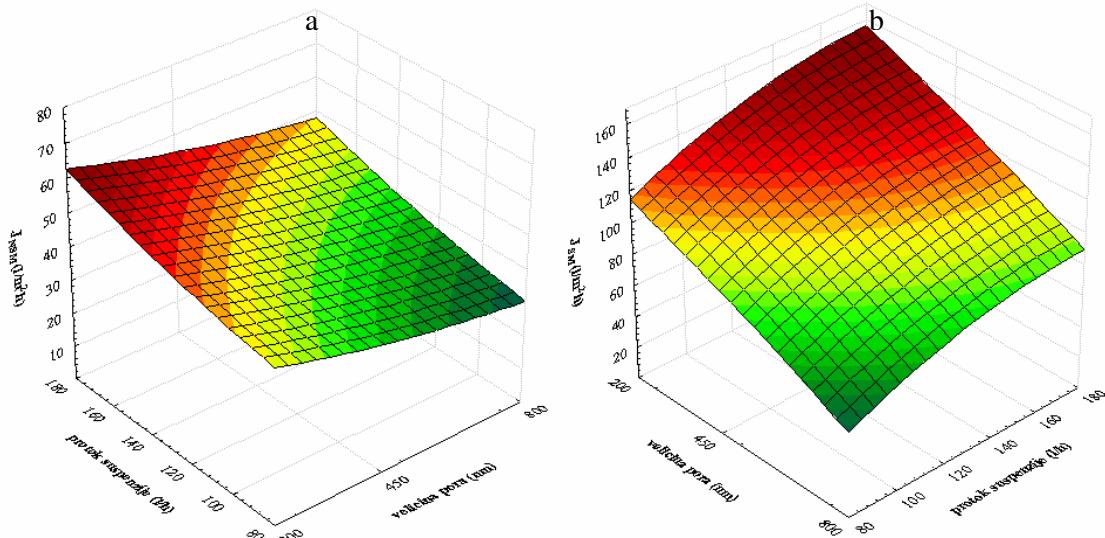
Uticaj transmembranskog pritiska i veličine pora korištenih membrana na stacionarni fluks permeata u sistemima bez statičkog mešača prikazan je na slici 5.4.a. dok je na slici 5.4.b prikazan njihov uticaj na stacionarni fluks permeata u sistemima sa statičkim mešačem. Prisustvo statičkog mešača doprinosi povećanju fluksa permeata tokom mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca.

Porast transmembranskog pritiska u posmatranom eksperimentalnom opsegu doprinosi porastu fluksa permeata. Sa druge strane sa izborom membrana koje imaju veći srednji prečnik pora stacionarni fluks permeata opada. Objasnjenje ove pojave može se naći u mehanizmu prljanja membrane tokom mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca.



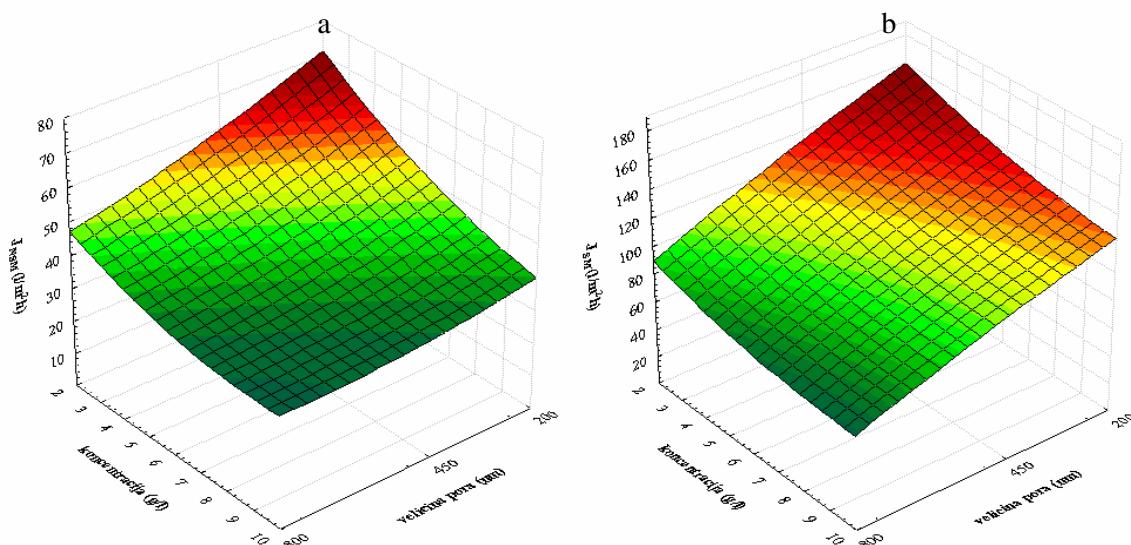
Slika 5.4. Uticaj transmembranskog pritiska i veličine pora na stacionarni fluks za sistem a) sa statičkim mešačem i b) bez statičkog mešača u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Na proces mikrofiltracije bitan uticaj ima sastav filtriranog medijuma, a uticaj prisutnih komponenti filtriranog medijuma može biti direktni ili indirektni. Rastvorene komponente u medijumu (proteini, polisaharidi, antipenušavci i dr.) doprinose prljanju membrane i smanjuju fluks permeata tokom mikrofiltracije (*Kroner i sar., 1984; Russotti i sar. 1995*). Indirektni uticaj ispoljava se modifikovanjem osobina ćelijске površine što može usloviti promene u adsorbovanju ćelija na površinu membrane (*Fletcher i Pringle, 1985*).



Slika 5.5. Uticaj protoka i veličine pora na stacionarni fluks za sistem a) sa statičkim mešačem i b) bez statičkog mešača u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

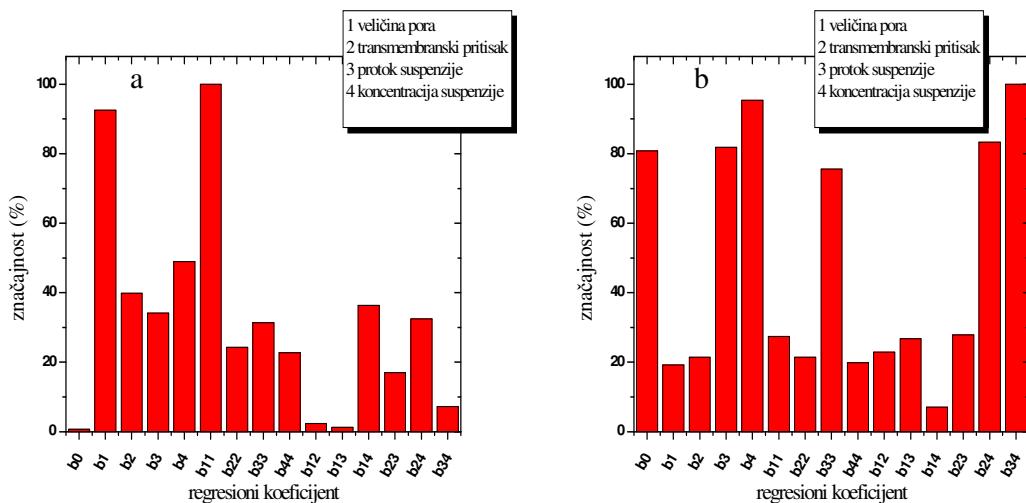
Tokom eksperimentalnog postupka suspenzija pekarskog kvasca pravljena je suspendovanjem odgovarajuće količine suvog pekarskog kvasca u fiziološkom rastvoru. Suspenzije pripremljene na ovaj način pored ćelija kvasca sadrže i komponente koje izlaze iz oštećenih ćelija kvasca i na taj način menjaju sastav suspenzije. Iz tog razloga unutar pora membrana dolazi do prljanja rastvorenim ćelijskim komponentama. Ova pojava je posebno izražena kod membrana sa većim srednjim prečnikom pora pa na taj način dolazi i do uspostavljanja manjih vrednosti stacionarnog fluksa permeata za membrane sa većim srednjim prečnikom pora (Slika 5.5. i 5.6). Stopka i sar (2000) navode slične rezultate dobijene pri mikrofiltraciji model suspenzija pivskog kvasca i piva, a fluks permeata dobijen pri radu sa membranama srednjeg prečnika pora 500 nm bio je manji u poređenju sa membranama prečnika pora 200 nm.



Slika 5.6. Uticaj koncentracije i veličine pora na stacionarni fluks za sistem a) sa statičkim mešačem i b) bez statičkog mešača u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Ako se posmatra uticaj protoka suspenzije može se primetiti da sa porastom protoka dolazi do rasta fluksa permeata za sve posmatrane membrane. Kada se u kanal membrane postavi statički mešač dolazi do porasta stacionarnog fluksa permeata, a uticaj protoka postaje izraženiji posebno u nižem opsegu posmatranih vrednosti. Uticaj koncentracije suprotan je uticaju transmembranskog pritiska i protoka suspenzije. Sa porastom koncentracije stacionarni fluks permeata opada kod svih korištenih membrana. Uticaj koncentracije manje je izražen kod sistema sa statičkim mešačem.

Na slici 5.7.a prikazane su značajnosti pojedinih koeficijenata u korelaciji za porast fluksa permeata nakon primene promotora turbulencije odnosno statičkog mešača. Najveći linearni uticaj ima veličina pora membrana dok su preostali linearni uticaj bliski po značajnosti. Iсти zaključak se može izvesti i za kvadratne uticaje. Među interakcijama najznačajnija je interakcija između veličine pora membrana i koncentracije, dok su preostale interakcije koje uključuju veličinu pora membrana gotovo zanemarive. Interakcije transmembranskog pritiska sa protokom i koncentracijom suspenzije značajnije su u poređenju sa interakcijom protoka i koncentracije suspenzije pekarskog kvasca.

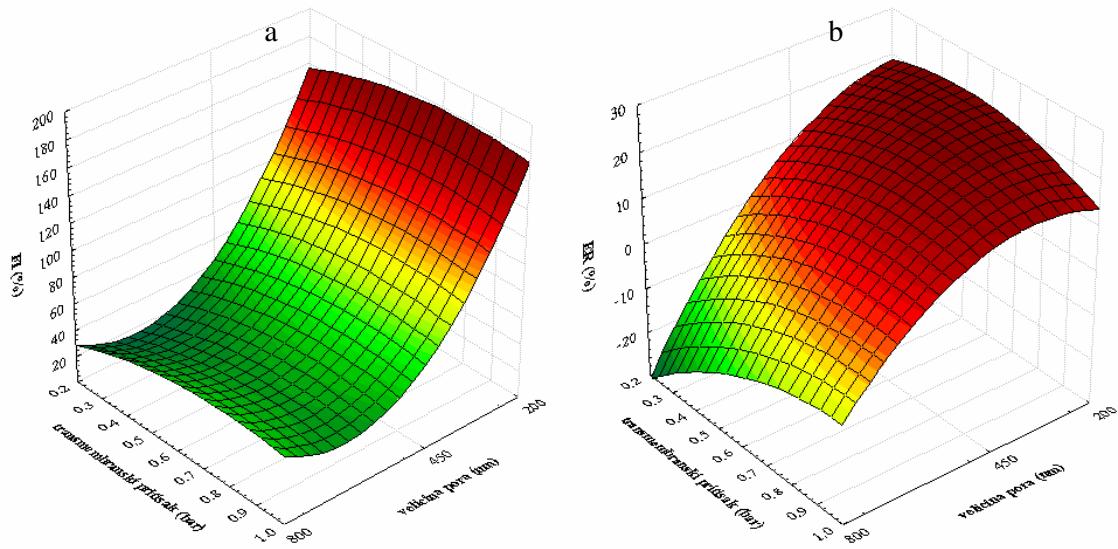


Slika 5.7. Značajnost regresionih koeficijenata za a) porast fluksa i b) relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Na slici 5.7.b prikazane su značajnosti pojedinih koeficijenata u korelaciji za relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije. Najznačajniji linearni efekti su koncentracija i protok suspenzije, dok veličina pora membrane i transmembranski pritisak imaju sličan nivo značajnosti. Kvadratni efekat protoka suspenzije je najznačajniji, dok ostali kvadratni članovi imaju približno isti nivo značajnosti. Među interakcijama najznačajnija je ona između protoka i koncentracije suspenzije, a za njom sledi interakcija transmembranskog pritiska i koncentracije suspenzije. Najmanji uticaj ima interakcija veličine pora membrane i koncentracije suspenzije.

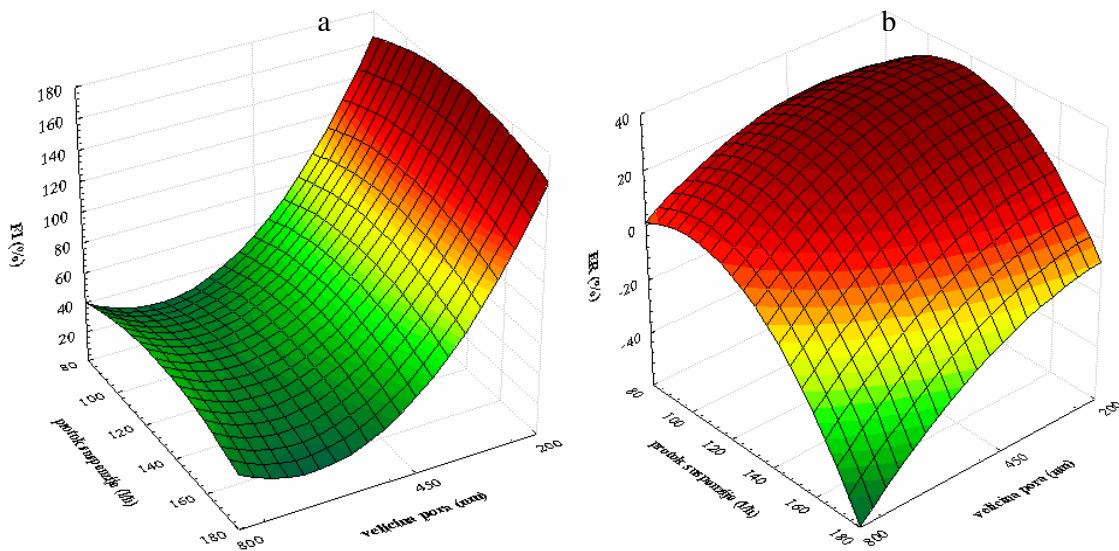
Na slici 5.8. prikazan je uticaj veličine pora membrane i transmembranskog pritiska na porast fluksa i relativnu promenu specifične potrošnje energije. Sa porastom srednjeg prečnika pora dolazi do pada vrednosti kako porasta fluksa tako relativne promene specifične potrošnje energije. Premda u posmatranom eksperimentalnom opsegu uvek dolazi do porasta fluksa

permeata, potpuna slika o mogućnosti primene statičkog mešača u cilju povećanja efikasnosti dobija se tek analizom promena relativne specifične potrošnje energije.



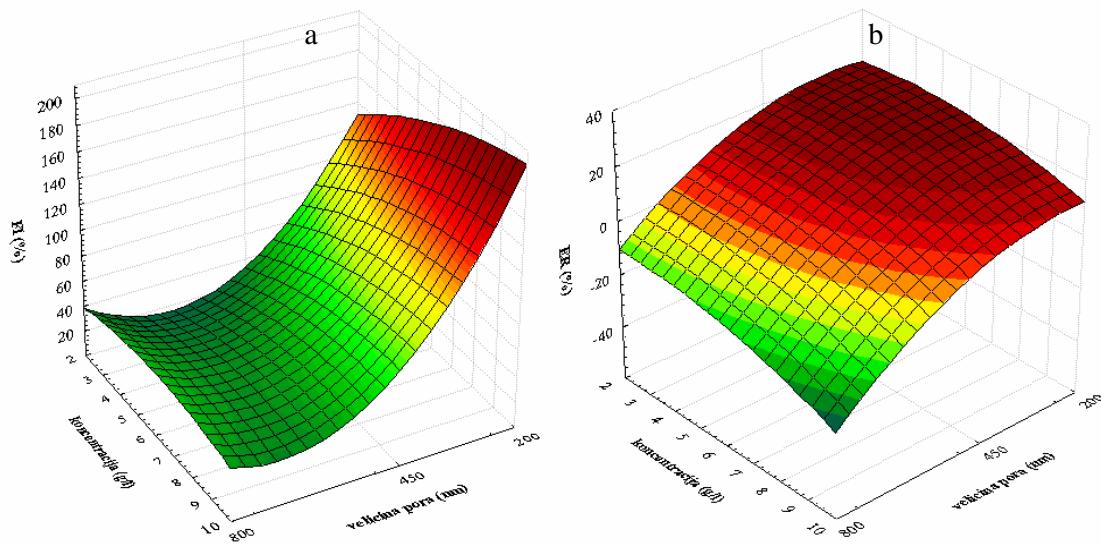
Slika 5.8. Uticaj transmembranskog pritiska i veličine pora na a) porast fluksa i b) relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Sa porastom veličine pora membrane dolazi do pada vrednosti specifične potrošnje energije tokom procesa mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca. Negativne vrednosti specifične potrošnje energije ukazuju na zaključak da je potrošnja energije do čijeg rasta dolazi usled porasta pada pritiska duž membranskog modula usled umetanja statičkog mešača u kanal membrane dominantnija u odnosu na povećanje fluksa koje se tim postupkom ostvaruje.



Slika 5.9. Uticaj protoka i veličine pora na a) porast fluksa i b) relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Na slikama 5.9. i 5.10. prikazan je uticaj veličine pora membrane i protoka suspenzije (slika 5.9.) kao i veličine pore membrana i koncentracije suspenzije (slika 5.10.) na porast fluksa i promenu relativne specifične potrošnje energije tokom mikrofiltracije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije. Primenom membrana sa većim srednjim prečnikom pora dolazi do pada vrednosti kako porasta fluksa tako i relativne promene specifične potrošnje energije pri svim posmatranim protocima i koncentracijama. Slični rezultati dobijeni su za mikrofiltraciju mleka uz primenu statičkog mešača (Krstić, 2003).



Slika 5.10. Uticaj koncentracije i veličine pora na a) porast fluksa i b) relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije

Rezultati ispitivanja uticaja veličine srednjeg prečnika pora membrane ukazuju na važnost pravilnog odabira membrane za uspešno izvođenje procesa filtracije, odnosno u ovom slučaju mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca. U literaturi se mogu naći navodi da je primenom membrana sa manjim srednjim prečnikom pora mogu ublažiti ili čak i eliminisati efekti unutrašnjeg prljanja pora membrane ili njihovog potpunog zagušenja (Russotti i sar, 1995).

Najbolji rezultati mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca za sve posmatrane odzive dobijeni su za membranu sa srednjim prečnikom pora 200 nm. Iz tog razloga eksperimentalni podaci dobijeni za ovu membranu iskorišteni su za ponovnu primenu postupka odzivne površine ali sada na jednu membranu. Na taj način eliminisanjem uticaja veličine pora može se očekivati poboljšano reprezentovanje podataka za svaku od membrana u poređenju sa modelovanjem svih membrana simultano.

Drugi razlog primene postupka odzivne površine na jednu membranu je mogućnost boljeg praćenja uticaje eksperimentalnih promenljivih (transmembranski pritisak, protok i koncentracija suspenzije) kao i njihovih međusobnih interakcija. Grafičko reprezentovanje podataka dobijenih primenom ove metode ograničeno je činjenicom da se grafici prikazuju za dve promenljive, dok preostale promenljive imaju vrednosti zadate centralnom tačkom eksperimentalnog plana. Praktičan rezultat primene ovog postupka bi značio da se uticaj procesnih parametara osmatra za membranu sa srednjim prečnikom pora 450 nm, koja daje lošije rezultate u poređenju sa membranom od 200 nm.

5.1.2.2. Uticaj procesnih parametara u uslovima recikulacije napojne suspenzije

Rezultati fitovanja polinomom drugog reda stacionarnog fluksa prikazani su u Tabelama 5.4. i 5.5. Visoke vrednosti koeficijenta detrimenacije ukazuju da polinom drugog reda dobro aproksimira eksperimentalne rezultate za posmatrane odzive.

Tabela 5.4

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (200 nm)

Odzivi	J_{NSM} (L/m ² h)		J_{SM} (L/m ² h)		FI (%)		ER (%)	
Efekti	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost
<i>Odsečak</i>								
b_0	65.386	5.33	-69.405	-1.57	-413.182	-3.13	-210.135	-3.86
<i>Linearni</i>								
b_1	28.504	2.05	244.696	4.90	422.582	2.82	27.870	0.45
b_2	-0.026	-0.17	1.833	3.44	5.155	3.23	2.806	4.27
b_3	-9.773	-7.04	-1.303	-0.26	44.061	2.95	27.433	4.45
<i>Kvadratni</i>								
b_{11}	-4.625	-0.56	-38.141	-1.29	-67.825	-0.76	46.477	1.27
b_{22}	0.001	2.22	-0.004	-2.14	-0.017	-3.03	-0.010	-4.23
b_{33}	0.587	7.13	-0.225	-0.76	-2.466	-2.78	-1.044	-2.86
<i>Interakcije</i>								
b_{12}	-0.042	-0.66	-0.833	-3.66	-1.693	-2.48	-0.228	-0.81
b_{13}	0.173	0.22	-4.278	-1.50	-15.562	-1.83	-9.775	-2.79
b_{23}	-0.012	-1.95	0.016	0.72	0.048	0.70	-0.075	-2.66

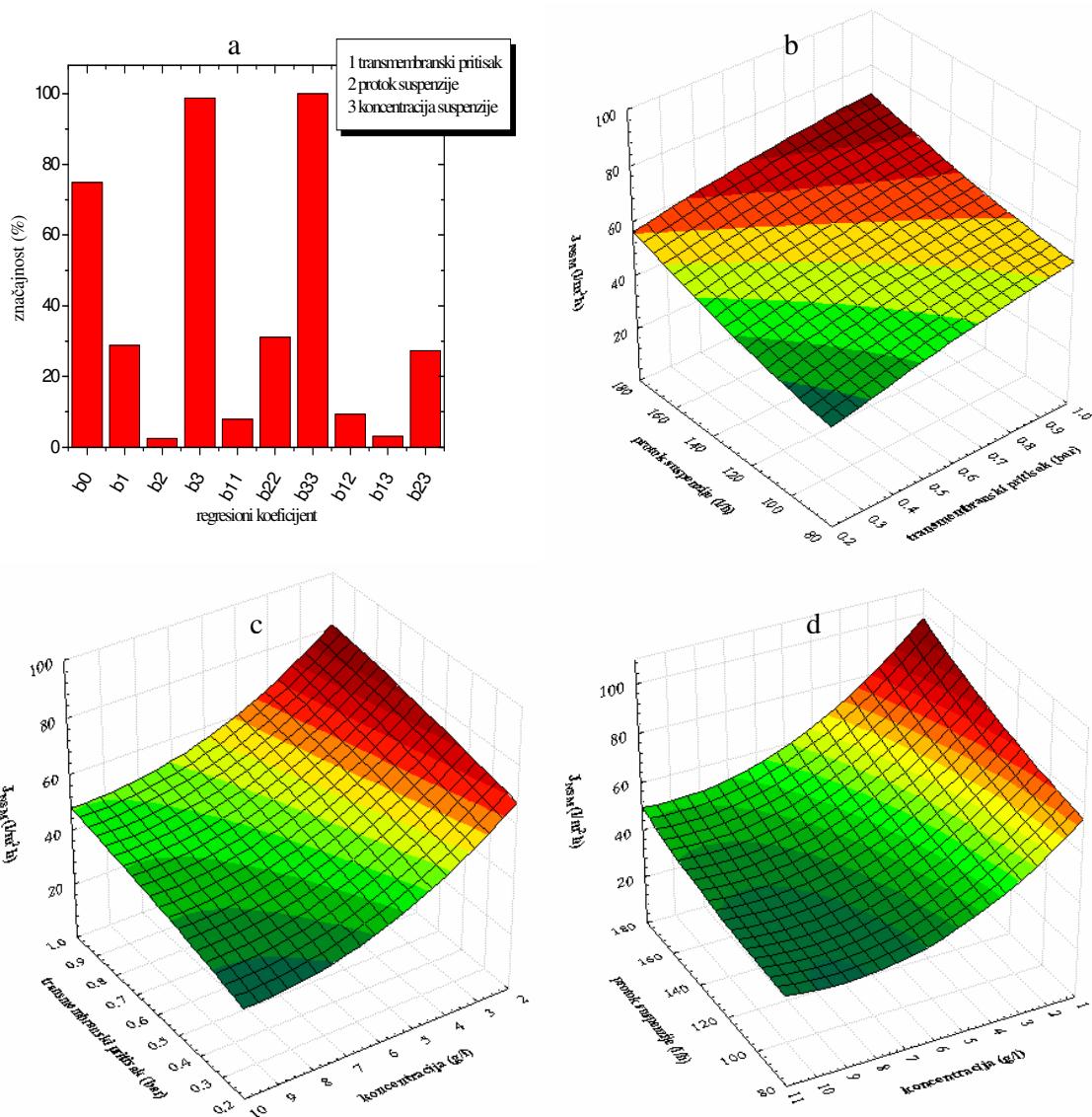
Statistička značajnost, p-vrednosti, dobijene za sve modele ukazuju na značajnost modela polinoma drugog reda pri nivou značajnosti 95% (p-vrednost 0,05; Tabela 5.4) svih posmatranih odziva.

Tabela 5.5
Analiza varijanse (ANOVA) modelovanih u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (200 nm)

Odziv	Poreklo								
	Rezidual			Model			<i>F</i>	p-vrednost	<i>R</i> ²
	DF	SS	MS	DF	SS	MS			
J _{NSM}	5	3749,03	416,559	9	3749,03	416,559	64,99	0,000121	0,992
J _{SM}	5	12599,74	1399,971	9	12599,74	1399,971	16,89	0,003112	0,968
FI	5	36631,18	4070,131	9	36631,18	4070,131	5,47	0,037897	0,908
ER	5	7987,15	887,461	9	7987,15	887,461	7,04	0,022367	0,927

Koeficijent determinacije polinoma drugog reda za odziv stacionarnog fluksa bez primene statičkog mešača iznosi 0,992 što ukazuje na bolje fitovanje eksperimentalnih rezultata za pojedinačnu membranu u poređenju sa regresionom jednačinom u koju je kao promenljiva uvrštena i veličina pora membrane. Regresiona jednačina dobijena za odziv stacionarnog fluksa bez primene statičkog mešača nije u mogućnosti da objasni manje od 1% varijacije.

Na slici 5.11.a prikazane su značajnosti pojedinih koeficijenata regresione jednačine izraženi kao frakcija najveće *t-vrednosti* u regresionoj jednačini (Đurić i sar., 2004). Najveći uticaj na vrednosti dostignutog stacionarnog fluksa kod sistema bez statičkog mešača ima koncentracija suspenzije, dok je najmanji linearni uticaj protoka suspenzije. Kvadratni uticaj koncentracije suspenzije je najznačajniji, a za njim slede kvadratni uticaji protoka i transmembranskog pritiska. Među koeficijentima koji označavaju uticaj interakcija između eksperimentalnih varijabli najznačajnija je interakcija između protoka i koncentracije suspenzije, dok je interakcija između transmembranskog pritiska i koncentracije suspenzije najmanje značajna po svom uticaju na proces mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca u uslovima recirkulacije napojne suspenzije.



Slika 5.11. Značajnost regresionih koeficijenata i uticaj eksperimentalnih promenljivih na stacionarni fluks za sistem bez statičkog mešača (recirkulacija, 200 nm)

Uticaj transmembranskog pritiska i protoka suspenzije na stacionarni fluks permeata u sistemima bez statičkog mešača prikazan je na slici 5.11.b. Kada dođe do uspostavljanja stacionarnog fluksa pri mikrofiltraciji suspenzija pekarskog kvasca, pogača koja nastaje na filtracionoj površini usled nakupljanja ćelija kvasca već je formirana. Literaturni navodi o uticaju transmembranskog pritiska na mikrofiltraciju su kontradiktorni (*Russotti i sar., 1995*). U nekim slučajevima sa porastom transmembranskog pritiska dolazi do porasta stacionarnog fluksa (*Taddei i sar., 1990*), dok drugi istraživači saopštavaju rezultate koji ukazuju na činjenicu da povećanje ovog parametra dovodi do većeg povećanja početnog fluksa koje prati brži pad i nižu uspostavljenu vrednost stacionarnog fluksa (*Patel i sar., 1987*). Razlog za ove kontradiktorne

rezultate može se pronaći u činjenici da uticaj transmembranskog pritiska u velikoj meri zavisi od kompresibilnosti pogače koja zavisi od vrste filtrirane suspenzije, odnosno vrste kvasca ili od komponenti koje sačinjavaju napojnu smešu (*Russotti i sar., 1995*). U ovom radu dobijeni rezultati ukazuju da povećanje transmembranskog pritiska dovodi do porasta fluksa permeata pri svim posmatranim vrednostima protoka.

Sa druge strane povećanje protoka suspenzije dovodi do povećanja vrednosti stacionarnog fluksa. Unakrsno proticanje dovodi do odnošenja ćelija kvasca sa površine za filtraciju odnosno deluje na smanjenje debljine filtracione pogače. Na taj način smanjuje se otpor proticanju permeata pa stacionarni fluks raste. Ova pojava je naročito izražena na nižim vrednostima transmembranskog pritiska, dok sa njegovim porastom uticaj povećanja brzine proticanja, odnosno protoka suspenzije polako gubi na intenzitetu. Razlog ovakvog ponašanja može se objasniti smanjenim povratnim tokom materijala suspenzije iz filtracione pogače sa porastom protoka, odnosno brzine proticanja fluida na višim transmembranskim pritiscima. Pri nižim vrednostima protoka uticaj transmembranskog pritiska je dominantniji, dok pri većim protocima povećanje transmembranskog pritiska ne utiče u većoj meri na promenu stacionarnog fluksa.

Na slici 5.11.c. prikazan je uticaj transmembranskog pritiska i koncentracije na promenu stacionarnog fluksa. Kako je već rečeno koncentracija suspenzije je najznačajniji faktor koji utiče na vrednost fluksa permeata tokom procesa mikrofiltracije. Sa porastom koncentracije suspenzije dolazi do naglog pada vrednosti stacionarnog fluksa. Povećane koncentracije dovode do formiranja deblje filtracione pogače te se na taj način povećavaju otpori proticanju permeata. Rast vrednosti transmembranskog pritiska u izabranom eksperimentalnom opsegu takođe, dovodi do porasta fluksa permeata pri svim posmatranim koncentracijama. Međutim, taj rast fluksa manje je izražen pri višim koncentracijama suspenzija pekarskog kvasca što je u saglasnosti sa teorijskim preporukama da mikrofiltracija nije efikasna pri visokim koncentracijama suspenzija.

Uticaj protoka i koncentracije na stacionarni fluks prikazan je na slici 5.11.d. Sa porastom koncentracije opada stacionarni fluks usled formiranja deblje filtracione pogače. Pri većim koncentracijama suspenzije otpor protoku permeata formirane filtracione pogače postaje konstantan, tako da je dalji pad fluksa permeata manji. Razlog za ovakvo ponašanje leži u činjenici da pri velikim koncentracijama suspenzija kvasca rastojanje između ćelija postaje manje pa je i tendencija njihovog odnošenja strujnicama koje su usmerene ka otvorenim porama membrane (*Keskinler i sar., 2004*). Sa porastom protoka usled unakrsnog toka, dolazi do odnošenja ćelija tako da se debljina pogače smanjuje, te se stacionarni fluks povećava. Povećanje

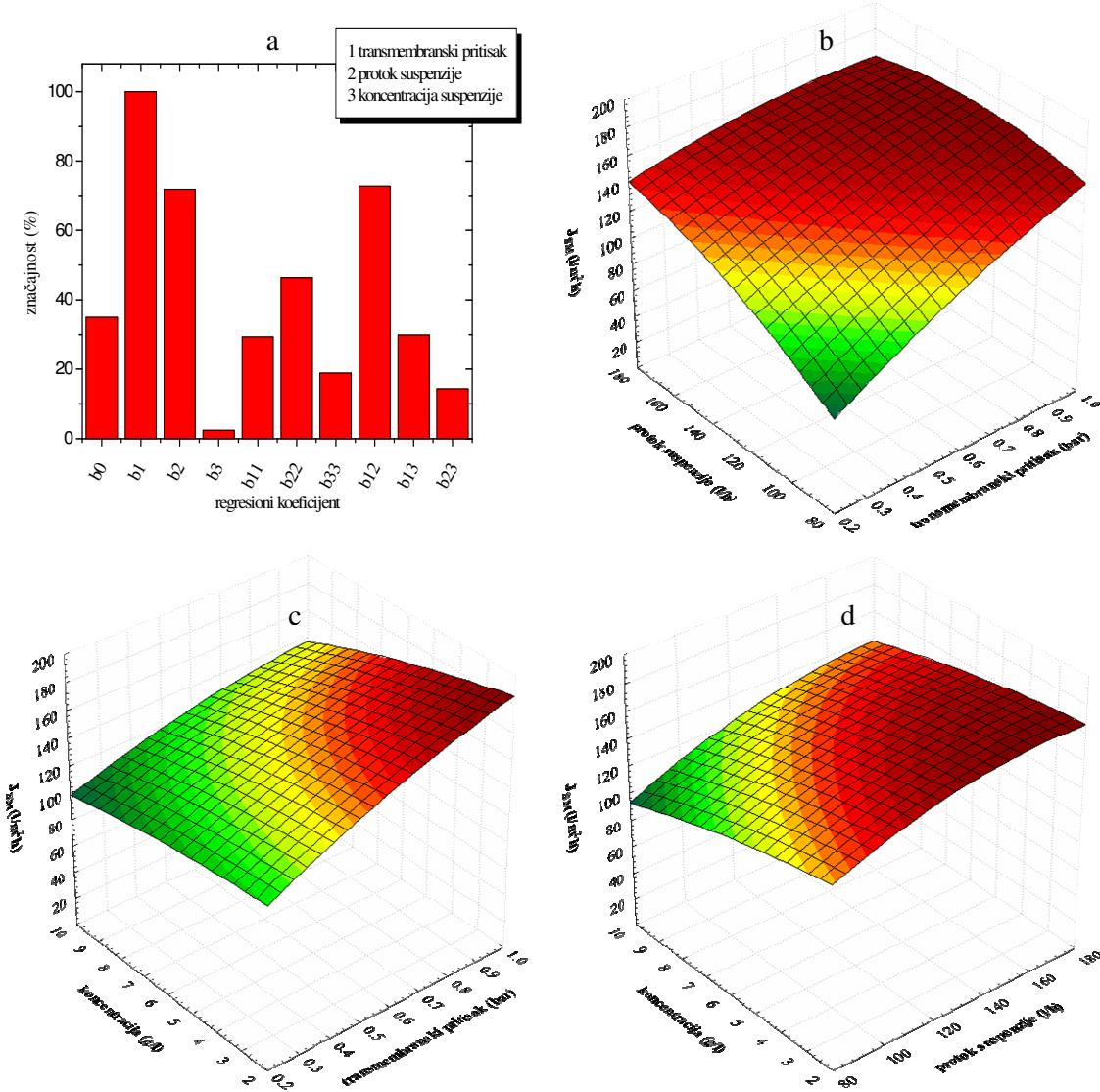
stacionarnog fluksa usled porasta brzine proticanja izraženije je pri malim koncentracijama nego na većim jer se pri malim koncentracijama formira manje kompaktna filtraciona pogača pa je odnošenje ćelija sa površine membrane izraženije.

Koefficijent determinacije polinoma drugog reda za odziv stacionarnog fluksa sa postavljenim statičkim mešačem iznosi 0,968 što ukazuje na bolje fitovanje eksperimentalnih rezultata za pojedinačnu membranu u poređenju sa regresionom jednačinom u koju je kao promenljiva uvrštena i veličina pora membrane. Regresiona jednačina dobijena za odziv stacionarnog fluksa sa postavljenim statičkim mešačem nije u mogućnosti da objasni 3,2% varijacija u sistemu.

U pogledu značajnosti pojedinih regresionih koeficijenata rezultati se razlikuju u odnosu na sisteme bez statičkog mešača (slika 5.12.a.). Kod sistema sa postavljenim statičkim mešačem kao promotorom turbulencije najznačajniji linearni uticaj ima transmembranski pritisak, a za njim sledi protok suspenzije, dok je linearni uticaj koncentracije gotovo zanemarljiv. Kvadratni uticaj protoka suspenzije je najznačajniji među kvadratnim uticajima, a za njim slede uticaji transmembranskog pritiska i koncentracije suspenzije. Najznačajnije interakcije su između transmembranskog pritiska i protoka suspenzije te njene koncentracije, respektivno.

Uticaj transmembranskog pritiska i protoka suspenzije na stacionarni fluks permeata u sistemima sa statičkim mešačem prikazan je na slici 5.12.b. Porast vrednosti transmembranskog pritiska dovodi do porasta fluksa permeata pri svim posmatranim vrednostima protoka suspenzije. Za razliku od sistema bez statičkog mešača porast stacionarnog fluksa mnogo je izraženiji i sa porastom transmembranskog pritiska, ali i protoka suspenzije. Razlog za ovakvo ponašenje sistema kod kojih se koriste statički mešači kao promotori turbulencije leži u smanjenom prljanju membrane. Naime, prisustvo mešača unutar kanala tubularne membrane kroz koji protiče napojna suspenzija dovodi do promena u načinu proticanja suspenzije. Prisustvo Kenics statičkog mešača uslovljava kretanje struje fluida bliže površini membrane tako da je brzina proticanja uz membranu veća u poređenju sa brzinom proticanja kod sistema bez statičkog mešača pri isti protocima napojne suspenzije. Tako da se u prisustvu statičkog mešača dolazi do efikasnijeg skidanja sloja ćelija kvasaca, odnosno formirane filtracione pogače na površini membrane (*Krstić i sar., 2004*). Radikalno mešanje napojne struje koje se dešava pod uticajem geometrije statičkog mešača takođe doprinosi ovoj pojavi. Slični rezultati dobijeni su i pri ultrafiltraciji vodenih rastvora pektina i natrijum-karboksimetilceluloze. Kada je u kanal keramičke membrane postavljen statički mešač primećen je značajan pad koncentracije u sloju gela na površini membrane, dok se fluks permeata povećao oko četri puta (*Vatai i Tekić, 1995*).

Uticaj protoka suspenzije je kompleksniji. Naime, pri nižim vrednostima protoka manje su i brzine proticanja kroz kanal membrane tako da je porast brzine proticanja usled prisustva mešača izraženiji. Pri višim protocima, brzina proticanja je veća pa se i prisustvo mešača manje manifestuje kroz rast fluksa permeata. Na osnovu toga može se zaključiti da postoji opseg određenih umerenih vrednosti protoka za koje se može očekivati ostvarenje maksimalnog fluksa permeata kod sistema sa statičkim mešačem.



Slika 5.12. Značajnost regresionih koeficijenata i uticaj eksperimentalnih promenljivih na stacionarni fluks za sistem sa statičkim mešačem (recirkulacija, 200 nm)

Na slici 5.12.c. prikazan je uticaj transmembranskog pritiska i koncentracije suspenzije na promenu stacionarnog fluksa sistema sa statičkim mešačem. Sa porastom koncentracije suspenzije dolazi do pada vrednosti stacionarnog fluksa kao i kod sistema bez statičkog mešača,

ali je taj efekat slabije izražen. Povećane koncentracije dovode do formiranja deblje filtracione pogače te se na taj način povećavaju otpori proticanju permeata, a kako prisustvo mešača utiče na promenu načina strujanja dolazi do formiranja tanje filtracione pogače, što za posledicu ima smanjenje otpora protoku permeata, pa je tako i njegov fluks veći nego kod sistema bez statičkog mešača. Smanjenje debljine filtracione pogače za posledicu ima nešto izraženiji uticaj transmembranskog pritiska na promenu fluksa permeata u poređenju sa sistemima bez primene promotora turbulencije. Rast vrednosti transmembranskog pritiska takođe, dovodi do porasta fluksa permeata. Međutim, taj rast fluksa manje je izražen pri većim koncentracijama suspenzija pekarskog kvasca, ali je ipak i on izraženiji u poređenju sa sistemima bez statičkog mešača. Umanjen rast stacionarnog fluksa permeata pri većim koncentracijama može se objasniti većom dostupnosti ćelija kvasca koje formiraju filtracionu pogaču, ali i većom gustinom pakovanja formirane pogače.

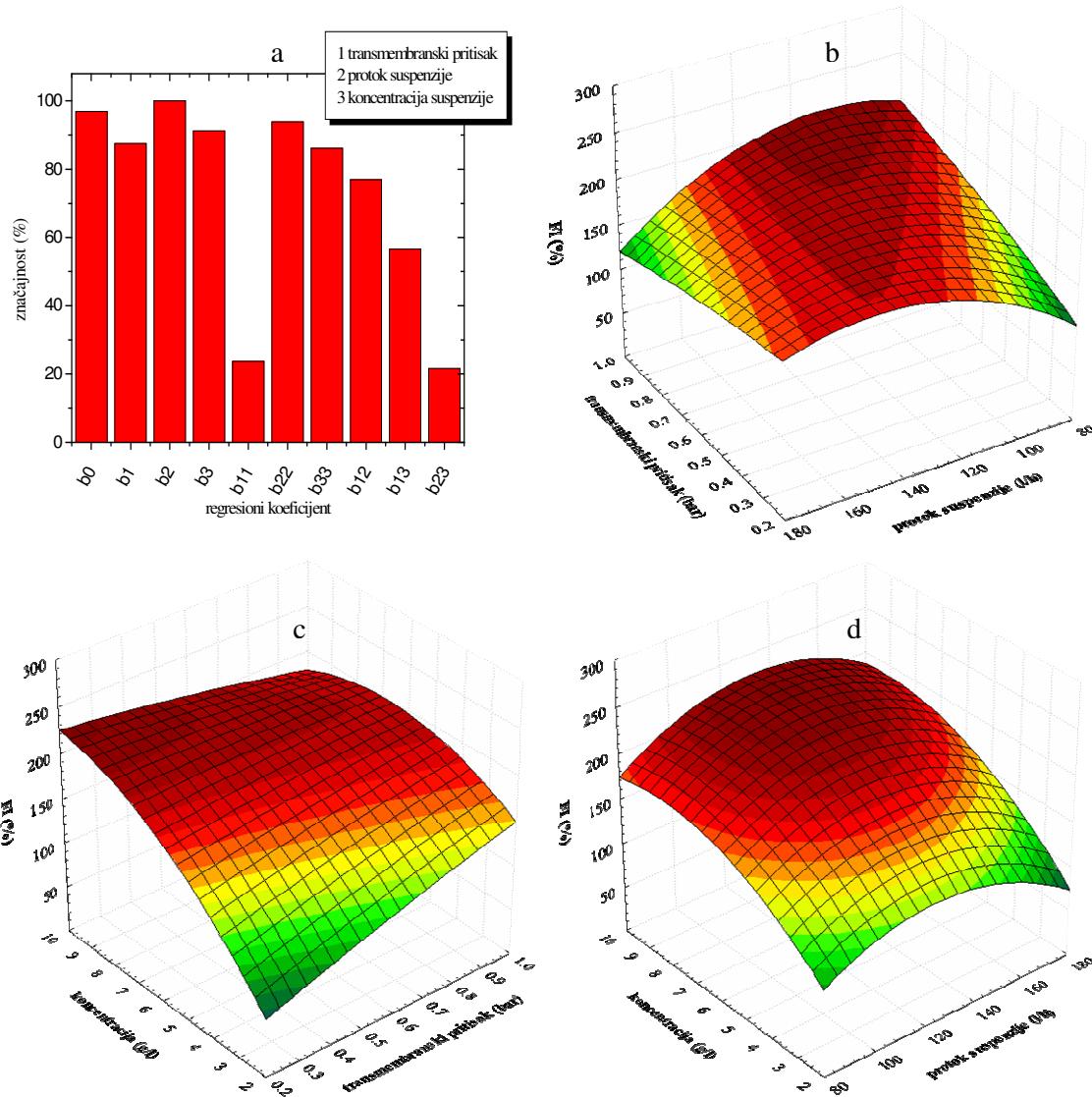
Uticaj protoka i koncentracije na stacionarni fluks sistema sa statičkim mešačem prikazan je na slici 5.12.d. Sa porastom koncentracije opada stacionarni fluks usled formiranja deblje filtracione pogače. Premda, porast koncentracije suspenzije dovodi do smanjenja stacionarnog fluksa permeata, on je mnogo manje izražen u poređenju sa sistemima bez njega (slika 5.11.d). Porast protoka suspenzije usled unakrsnog toka, dovodi do odnošenja ćelija sa površine membrane koje još intenzivnije usled prisustva statičkog mešača, te se stacionarni fluks povećava.

Koeficijent determinacije polinoma drugog reda za odziv povećanja fluksa iznosi 0,908 što ukazuje na bolje fitovanje eksperimentalnih rezultata za pojedinačnu membranu u poređenju sa regresionom jednačinom u koju je kao promenljiva uvrštena i veličina pora membrane. Regresiona jednačina dobijena za odziv stacionarnog fluksa sa postavljenim statičkim mešačem nije u mogućnosti da objasni 9,02% varijacija u sistemu.

Na slici 5.13.a prikazane su značajnosti pojedinih koeficijenata regresione jednačine za porast fluksa izraženi kao frakcija najveće t vrednosti u regresionoj jednačini (*Durić i sar., 2004*). Linearni članovi regresionog polinoma imaju vrlo visoku značajnost, a najznačajniji je linearni efekat protoka, za kojim sledi linearni efekat koncentracije suspenzije transmembranskog pritiska. Kvadratni efekat protoka je najznačajniji među kvadratnim članovima, a transmembranski pritisak ima najmanji uticaj od kvadratnih članova ima. Najznačajnije interakcije su za transmembranski pritisak sa druga dva procesna parametra protokom suspenzije i njenom koncentracijom, respektivno. Visoka značajnost koeficijenta b_0

ukazuje na male promene merene veličine, u ovom slučaju relativnog povećanja stacionarnog fluksa permeata, od izračunate vrednosti (*Durić i sar., 2004*).

U posmatranom eksperimentalnom opsegu odabranih promenljivih porast fluksa imao je vrednosti od 89,32% do 258,86%. Značajan porast fluksa do kojeg dolazi postavljanjem statičkog mešača u kanal keramičke membrane uslovljen je uspostavljanjem turbulentnih uslova proticanja duž kanala membrane, ali i uspostavljanjem karakterističnog kretanja fluida, odnosno jedinstvene raspodele toka fluida sa uspostavljanjem istovremenog radijalnog mešanja, koja je posledica karakterističnog povezivanja helikoidnih elemenata Kenics statičkog mešača..



Slika 5.13. Značajnost regresionih koeficijenata i uticaj eksperimentalnih promenljivih na porast fluksa (recirkulacija, 200 nm)

Uticaj transmembranskog pritiska i protoka suspenzije na relativno povećanje stacionarnog fluksa permeata prikazan je na slici 5.13.a. Pri manjim brzinama proticanja, odnosno nižim vrednostima protoka suspenzije sa povećanjem transmembranskog pritiska porast fluksa raste. Razlog ovakvog ponašanja može se pronaći u činjenici da pri malim protocima dolazi do stvaranja turbulentnih uslova proticanja, izazvanih postavljanjem statičkog mešača u kanal membrane. Turbulentno proticanje izaziva smanjenje debljine filtracione pogače te se na taj način smanjuje i otpor proticanju fluksa permeata, koji je povećan primenom viših transmembranskih pritisaka u poređenju sa sistemima bez statičkog mešača. Sa druge strane pri višim vrednostima protoka suspenzije povećanje fluksa je manje jer se pri ovim protocima turbulencija javlja i u kanalu keramičke membrane bez umetnutog promotora turbulencije (*Krstić, 2003*).

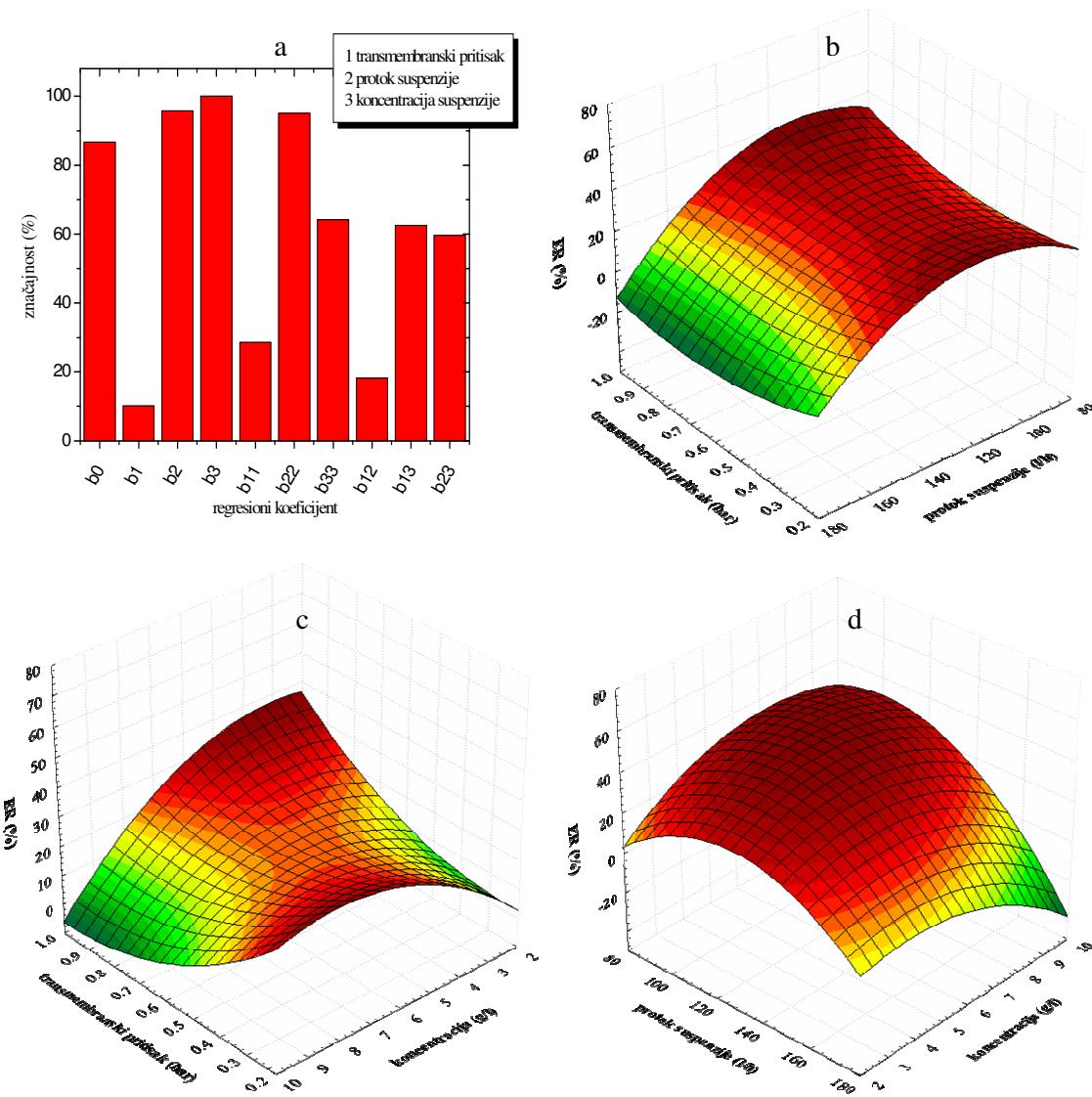
Ako se posmatra uticaj protoka suspenzije na istom transmembranskom pritisku uočavamo da pri višim vrednostima transmembranskog pritiska rast vrednosti protoka suspenzije za posledicu ima pad relativnog povećanja fluksa, dok pri nižim vrednostima transmembranskog pritiska sa porastom protoka suspenzija rasta i povećanje fluksa permeata. Nakon prvobitnog porasta relativnog povećanja stacionarnog fluksa, njegova vrednost polako počinje da opada kako vrednosti protoka suspenzije rastu. Ova činjenica ukazuje na to da postoji opseg umerenih protoka pri kojima je porast fluksa najveći, u ovom slučaju to su protoci u opsegu 120 – 150 l/h za mala i velike vrednosti transmembranskog pritiska, respektivno. Razlog za ovakvo ponašanje leži u činjenici da su u kanalu membrane bez prisustva statičkog mešača već uspostavljeni turbulentni režimi koji se manje poboljšavaju umetanjem statičkog mešača. Slični rezultati dobijeni su mikrofiltracijom obranog mleka (*Krstić, 2003*) i suspenzija bentonita (*Nidal i sar., 2008*).

Na slici 5.13.c. prikazan je uticaj transmembranskog pritiska i koncentracije suspenzije na relativno povećanje stacionarnog fluksa permeata. Porast koncentracije uzrokuje rast relativnog povećanja fluksa permeata na svim posmatranim transmembranskim pritiscima. Rast koncentracije suspenzije utiče na smanjenje fluksa permeata tokom mikrofiltracije, ali u prisustvu statičkog mešača dolazi do smanjenja debljine filtracione pogače te se na taj način u sistemima sa statičkim mešaćem uticaj koncentracije manje ispoljava, pa je pad fluksa permeata kod ovih sistema manji u poređenju sa sistemima bez statičkog mešača. Ovaj efekat je najispoleniji pri niskim vrednostima transmembranskog pritiska na kojima je transport ćelija kvasca do površine membrane manji u poređenju sa transportom pri većim transmembranskim pritiscima. Istovremeno pri visokim koncentracijama suspenzije porast transmembranskog

pritiska dovodi do blagog pada relativnog povećanja fluksa permeata, dok se pri malim koncentracijama povećava relativni porast fluksa permeata. Porast vrednosti transmembranskog pritiska rezultuje porastom vrednosti relativnog povećanja fluksa permeata na nižim koncentracijama suspenzije, dok je na višim koncentracijama rast transmembranskog pritiska dovodio do smanjenja relativnog povećanja fluksa. Kako je već rečeno pri višim transmembranskim pritiscima i visokim koncentracijama broj ćelija koje pokrivaju površinu membrane i formiraju filtracionu pogaču je veći, a formirana pogača je gušće pakovana, te se na taj način ograničava efekat promotora turbulencije što dovodi do pada vrednosti relativnog povećanja fluksa. Uticaj protoka suspenzije i njene koncentracije prikazan je na slici 5.13.d. Kako prisustvo statičkog mešača dovodi do turbulentnog proticanja kroz kanal membrane otežano je formiranje deblje filtracione pogače kao kod sistema bez statičkog mešača, tako da sa porastom koncentracije fluks permeata brže raste u sistemima sa mešačem pa je i relativno povećanje fluksa veće, kako se povećava koncentracija suspenzije. Uticaj protoka suspenzije ukazuje na činjenicu postojanja opsega umerenih protoka pri kojima je povećanje fluksa usled primene statičkog mešača maksimalno.

Rezultati fitovanja polinomom drugog reda za relativnu promenu specifične potrošnje energije prikazani su u Tabelama 5.4 i 5.5. Polinom drugog reda dobro aproksimira rezultate promene specifične potrošnje energije u funkciji eksperimentalnih promenljivih ($R^2=0,927$). Kao procena statističke mere značajnosti svakog od regresionih koeficijenata uzeta je njegova t vrednost. Na slici 5.14.a. prikazane su značajnosti pojedinih koeficijenata u korelaciji za relativnu promenu specifične potrošnje energije. Najznačajniji linearni efekti su protoka suspenzije i njene koncentracije. Najznačajniji kvadratni uticaj je za protok suspenzije, dok su najznačajnije interakcije koncentracije i transmembranskog pritiska odnosno protoka.

Sa ekonomski tačke gledišta faktor koji određuje primerenost upotrebe statičkog mešača kao promotora turbulencije je specifična potošnja energije tokom mikrofiltracije, odnosno relativna promena specifične potrošnje energije (Vatai i sar., 2007). Specifična potrošnja energije definisana je preko promene pada hidrauličke snage i fluksa permeata, odnosno definiše se po jedinici zapremine permeata. Stoga na ovu veličinu u prisustvu statičkog mešača utiču dve suprotne pojave. Postavljanjem statičkog mešača u kanal membrane dolazi do porasta pada pritiska duž membrane usled povećanog otpora proticanju napojne suspenzije pekarskog kvasca pa tako raste i pad hidrauličke snage. Istovremeno sa druge strane prisustvo statičkog mešača dovodi do povećanja brzine proticanja u kanalu membrane, ali radijalnog mešanja tako da fluks permeata raste usled smanjenog otpora filtracione pogače na površini membrane.



Slika 5.14. Značajnost regresionih koeficijenata i uticaj eksperimentalnih promenljivih na relativnu promenu specifične potrošnje energije (recirkulacija, 200 nm)

Kao posledica ovih suprostavljenih efekata, energetska efikasnost statičkog mešača je limitirana, a opravdanost svoje primene statički mešač obezbeđuje smanjenjem specifične potrošnje energije u poređenju sa sistemom bez mešača. To praktično znači da porast fluksa kod sistema sa statičkim mešačem mora da bude toliki da promena relativne specifične potrošnje energije bude pozitivna, odnosno da je specifična potrošnja energije sistema bez mešača veća od one sa mešačem. Upravo iz tog razloga podaci o porastu fluksa u zavisnosti od eksperimentalnih uslova mogu prikriti stvarnu efikasnost primene statičkog mešača. Ako porast fluksa permeata uslovljen postavljanjem statičkog mešača nije dovoljno velik da kompenzuje povećani pad hidrauličke snage onda nije opravdana njegova primena sa ekonomski tačke gledišta.

Uticaj transmembranskog pritiska i protoka suspenzije na relativnu promenu specifične potrošnje energije prikazan je na slici 5.14.b. Sa porastom protoka suspenzije raste i hidraulički pad snage, međutim porast fluksa permeata je dovoljan da obezbedi rast relativne promene specifične potrošnje energije. Dostizanjem maksimuma pri protocima oko 120 - 130 l/h, pad hidrauličke snage postaje dominantan tako i da je specifična potrošnja energije veća kod sistema sa statičkim mešaćem pa stoga dolazi do pada relativne promene specifične potrošnje energije, te primena statičkog mešača nema opravdanost sa energetskog aspekta. Ovakvo ponašanje primećeno je na svim posmatranim transmembranskim pritiscima. Sa druge strane promena transmembranskog pritiska ima istovetan i gotovo zanemarljiv uticaj na promenu relativne specifične potrošnje energije pri svim protocima.

Na slici 5.14.c. prikazan je uticaj transmembranskog pritiska i koncentracije suspenzije na relativnu promenu specifične potrošnje energije. Uticaj transmembranskog pritiska različit je pri malim odnosno velikim koncentracijama napojne suspenzije. Pri malim koncentracijama porast transmembranskog pritiska dovodi do rasta vrednosti relativne specifične potrošnje energije. Razlog za ovakvo ponašanje je veći porast fluksa u sistemima sa statičkim mešaćem kada se uporede sa fluksom permeata tokom mikrofiltracije bez primene statičkog mešača u istom opsegu manjih vrednosti koncentracije suspenzije. Porast fluksa, pri višim koncentracijama kada dolazi do lakšeg formiranja deblje filtracione pogače sa rastom vrednosti transmembranskog pritiska u sistemima sa mešaćem je manji, pa je dominantan efekat povećanja pada hidrauličke snage usled većeg pada pritiska duž kanala membrane, odnosno relativna promena specifične potrošnje energije opada. Antagonistički odnos ova dva procesna parametra očigledan je i ako se posmatra promena relativne specifične energije pri nižim, odnosno višim vrednostima transmembranskog pritiska. Porast koncentracije suspenzije pri niskim vrednostima transmembranskog pritiska (oko 0,2 bara) dovodi do rasta relativne specifične potrošnje energije, usled smanjenog transporta ćelija kvasca do površine membrane kada je uticaj statičkog mešača na porast fluksa izraženiji, tako da je uticaj pada hidrauličke snage usled njegovog postavljanja manji u poređenju sa njegovim uticajem na porast fluksa permeata. Pri visokim koncentracijama suspenzije dolazi do lakšeg formiranja deblje filtracione pogače tako da je u tom slučaju porast fluksa permeata kod sistema sa prisustvom statičkog mešača manje izražen u odnosu na pad hidrauličke snage pri istom protoku.

Rezultati regresione analize za membrane sa srednjim prečnikom pora 450 i 800 nm u radu pri koncentrisanju napojne suspenzije pekarskog kvsaca prikazani su u Prilogu 1.

Prilikom rada sa višekanalnom membranom, mogućnost ispitivanja uticaja statičkog mešača na mikrofiltraciju nije bila moguća usled malih dimenzija kanala membrane, tako da je ova aparatura iskorištena za ispitivanje primene postupka odzivne površine na širi opseg posmatranih eksperimentalnih faktora. Primena postupka odzivne površine daje rezultate koji su u saglasnosti sa rezultatima dobijenim na membranama sa jednim kanalom. Rezultati regresione analize prikazani su u Prilogu 2. Takođe, utvrđeno je da pri transmembranskim pritiscima višim od 1 bara dolazi do pada fluksa permeata usled formiranja kompaktnije filtracione pogače sa porastom transmembranskog pritiska, što je posebno izraženo pri većim koncentracijama suspenzije (*Liberge i sar.*, 1994).

5.1.2.3. Optimizacija u uslovima recikulacije napojne suspenzije

Krajni cilj primene postupka odzivnih površina je optimizacija posmatranog procesa, tako da razvijeni modeli mogu biti korišteni za simulaciju i optimizaciju. Za optimizaciju procesa sa dva ili više odziva moguće je primeniti više optimizacionih postupaka, ali je jedna od najrasporostrjenijih metoda koncept željene funkcije (desirability function) (*Khayet i sar.*, 2008). Ova metoda predstavlja rešavanje nelinearnog problema sa ograničenjima, koja se odnose na odabrani opseg eksperimentalnih promenljivih. Problem ovog tipa može se rešiti primenom modifikovanog Harrington-ovog pristupa željene funkcije u kombinaciji sa polinomskim zavisnostima posmatranih odziva (*Derringer*, 1994). Postupak se sastoji od niza koraka:

- izvođenje eksperimenata i fitovanje merenih veličina postupkom odzivne površine funkcije (RSM),
- definisanje željenih funkcija za svaki od odziva i
- optimizacija ukupne željene funkcije u odnosu na parametre eksperimenta.

Iako je ova metoda poznata više od dvadeset godina njena primena je bila ograničena prevashodno usled nepostojanja softverskih paketa koji objedinjuju dizajn eksperimenta, regresionu analizu i optimizaciju (*Corzo i Gomez*, 2004). Program Design-Expert objedinjuje ove korake u opšti nelinearni algoritam. Generalni pristup sastoji se u konvertovanju individualnih odziva, Y_n , u individualne željene funkcije d_n čije vrednosti se kreću od 0 do 1. Vrednost individualne željene funkcije "0" predstavlja najlošiju vrednost, dok vrednost "1"

predstavlja najbolju vrednost posmatranog odziva. Ukupna željena funkcija (D) jednaka je geometrijskoj sredini pojedinačnih željenih funkcija (Cojocaru i sar, 2009). Visoke vrednosti D pokazuju najbolje vrednosti funkcija u sistemu koje odgovaraju optimalnom rešenju posmatranog sistema. Optimalne vrednosti eksperimentalnih parametara određuju se iz vrednosti pojedinačnih željenih funkcija koje optimizuju ukupnu željenu funkciju.

Biotehnološki procesi se često optimizuju tako što se maksimizuje broj ćelija, odnosno njihova koncentracija, posebno ako je dobijeni proizvod intracelularni (Liberge i sar., 1994). Ovaj pristup optimizovanju procesa iz perspektive naknadnog procesa separacije (downstream) neizbežno rezultuje malim vrednostima fluksa permeata, ako se radi o mikrofiltraciji. Stoga je najbitnije ispitivanje uticaja koncentracije suspenzije na proces mikrofiltracije suspenzije. Za zadate izlazne koncentracije biotehnološke proizvodnje preostaju dve eksperimentalne veličine koje je moguće optimizovati.

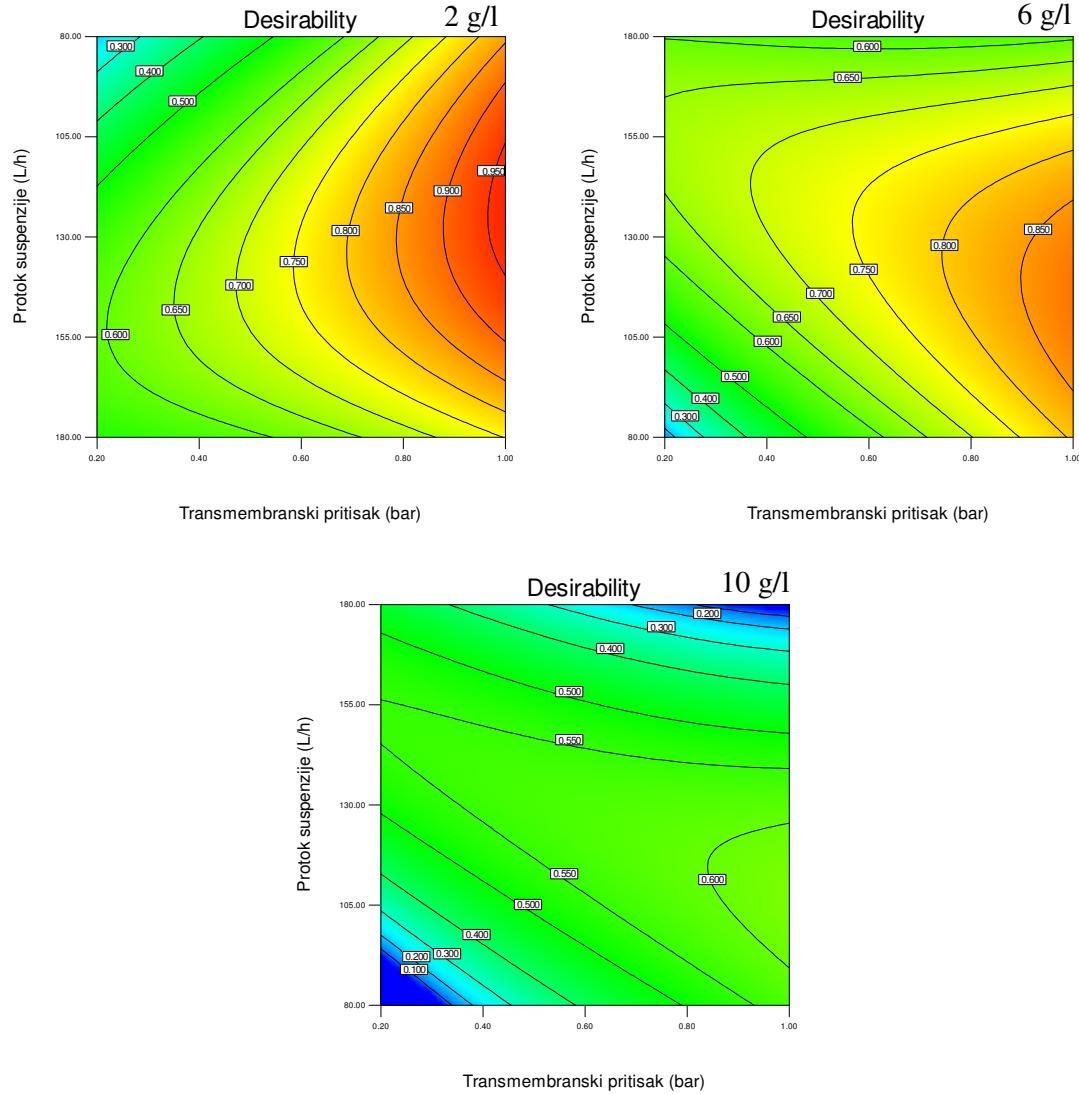
U ovom radu za optimizaciju mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca odabrani su odzvi stacionarni fluks permeata u sistemima sa statičkim mešačem (J_{SM}) i relativna promena specifične potrošnje energije (ER). Cilj optimizacije je bio odabir protoka suspenzije i transmembranskog pritiska za koje će odabrani odzvi biti maksimalni, odnosno njihove individualne željene funkcije imati što veću vrednost, idealno 1. Na slici 5.15. prikazani su rezultati optimizacije eksperimentalnih vrednosti transmembranskog pritiska i protoka suspenzije za različite koncentracije napojne suspenzije, dok je u tabeli 5.6 dat je pregled optimalnih vrednosti variranih parametara i vrednosti optimizovanih odziva za te vrednosti. Kako se moglo i očekivati najniže vrednosti ukupne željene funkcije dobijene su za najviše koncentracije suspenzije (10 g/l), dok su najviše vrednosti dobijene pri najmanjim koncentracijama (2 g/l).

Tabela 5.6
Rezultati optimizacije za vrednosti koncentracije suspenzije zadate eksperimentalnim planom (recirkulacija)

Koncentracija suspenzije (g/l)	Transmembranski pritisak(bar)	Protok suspenzije(l/h)	J_{SM} (l/m ² h)	ER (%)	Ukupna željena funkcija
2	1	122,70	189,53	44,36	0,964
6	1	115,64	168,33	46,58	0,886
10	1	107,65	137,17	18,92	0,662

Optimalni uslovi izvođenja procesa mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca ukazuju da je proces potrebno izvoditi pri maksimalnim vrednostima transmembranskog pritiska oko 1

bar, dok se optimalna vrednost protoka nalazi u opsegu umerenih vrednosti od 107 do 123 l/h, u zavisnosti od koncentracije suspenzije.



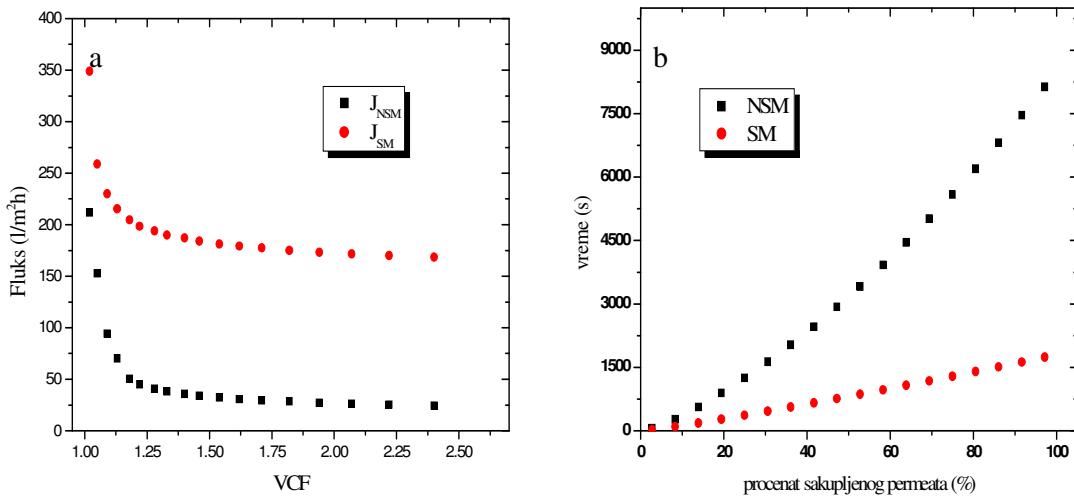
Slika 5.15. Zavisnost ukupne željene funkcije od transmembranskog pritiska i protoka suspenzije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (membrana 200 nm)

Ako za optimizaciju koriste svi faktori uključujući i koncentraciju suspenzije optimalne vrednosti parametara za simultanu optimizaciju stacionarnog fluksa permeata u sistemima sa statičkim mešačem i relativna promena specifične potrošnje energije dobijaju se rezultati koji odgovaraju koncentraciji suspenzije 2 g/l (Tabela 5.6). Kada se odabere samo jedan od dva odziva onda su rezultati nešto izmenjeni i za maksimizaciju stacionarnog fluksa permeata u sistemima sa statičkim mešačem iznose transmembranski pritisak 1 bar; protok suspenzije

126,66 l/h za najmanju vrednost koncentracije 2 g/l, dok je željena funkcija imala vrednost 1. Sa druge strane ako se za optimizaciju odabere samo odziv, relativna promena specifične potrošnje energije za optimalne uslove kada željena funkcija ima vrednost 1, vrednosti eksperimentalnih parametara su transmembranski pritisak 0,2 bara; protok suspenzije 108,52 l/h i koncentracija suspenzije 7,54 g/l.

5.2. Ispitivanja u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Za razliku od kontinualnog procesa kod koncentrisanja suspenzija pekarskog kvasca fluks i dalje postepeno opada usled povećanja koncentracije do postizanja željenog stepena koncentrisanja (Russotti i sar., 1995). Postavljanjem statičkog mešača u u kanal membrane dolazi do značajnog poboljšanja srednje vrednosti protoka permeata. Na taj način dolazi do smanjenja vremena filtracije. Poseban uticaj postavljeni statički mešač ima na početni fluka permeata budući da je tada membrana najmanje zaprljanja, tako da dolazi do uspostavljanja visokih vrednosti početnog fluksa. Takođe pad fluksa tokom procesa koncentrisanja manji je u poređenju sa padom fluksa permeata bez statičkog mešača.



Slika 5.16. a) Promena fluksa sa promenom koeficijenta koncentrisanja i
b) vreme potrebno za sakupljanje određenog procenta permeata

Tokom mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca količina sakupljenog permeata (procentualno posmatrano) najveća je u na početku procesa kada su protoci permeata najveći. Tako se za primer prikazan na slici 5.16. (eksperiment 8) u prvih desetak minuta filtracije u

sistemima bez statičkog mešača sakupi oko 20% količine permeata, dok je kod sistema sa statičkim mešačem umetnutim u kanal membrane ta količina oko 40%, što je u saglasnosti sa literaturnim navodima o količini sakupljenog permeata tokom mikrofiltracije (*Russotti i sar.*, 1995).

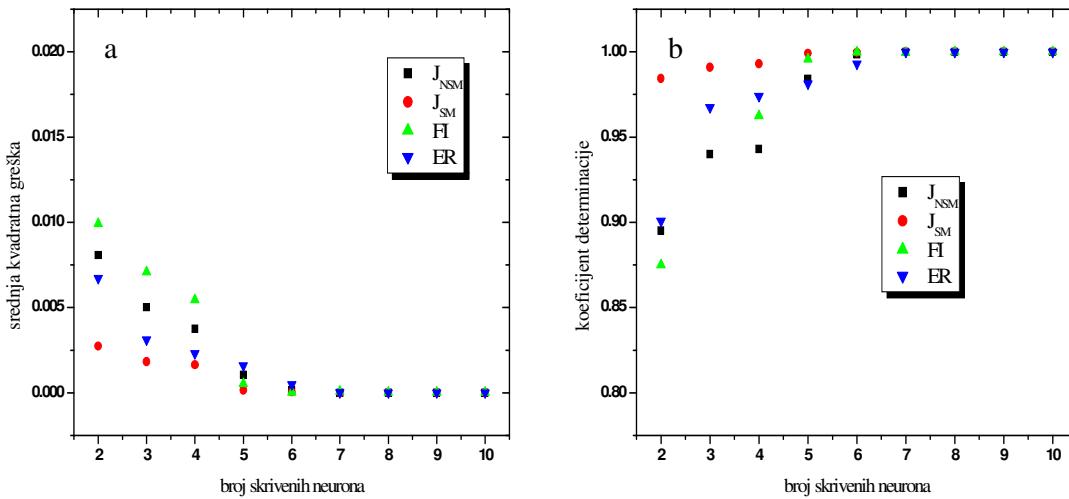
5.2.1. Model neuronskih mreža u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Tokom ispitivanja mogućnosti primene neuronskih mreža za modelovanje procesa mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije prvi korak je odabir njene arhitekture, odnosno topologije. Kao i kod primene neuronskih mreža za formiranje modela u uslovima recirkulacije napojne suspenzije, za obradu podataka izabrana je potpuno povezana troslojna nepovratna mreža sa primenom algoritma povratnog prostiranja. Primjenjen je Levenberg-Marquardt algoritam obučavanja nueronske mreže, sa pravilom gradijentnog spusta za minimizaciju greške, dok je za aktivacionu funkciju svakog od neurona u mreži izabran bipolarni sigmoid.

Ulagani sloj čine promenljive, odnosno parametri eksperimentalnog istraživanja, dakle ulagani neuroni predstavljaju: veličinu pora membrane, transmembranski pritisak, protok suspenzije i njenu koncentraciju. Svaki od neurona u ulagnom sloju povezan je sa svakim od neurona u skrivenom sloju (odabran je jedan sloj) koji su opet povezani sa svakim od izlaznih neurona (potpuno povezana mreža). U izlaznom sloju nalazio se jedan neuron koji je odgovarao veličini koja se fituje. Sa druge strane optimalan broj neurona u skrivenom sloju određivan je variranjem njihovog broja od 1 do 10.

Pre obučavanja, eksperimentalni podaci su normalizovani primenom odgovarajuće jednačine, tako da se ulagni set promenljivih kretao u opseg 0,1 do 0,99. Na isti način normalizovani su i ciljevi primene neuronskih mreža, odnosno eksperimentalne vrednosti posmatranih odziva praćenih tokom mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca. Eksperimentalni podaci podeljeni su u tri seta podataka: za obučavanje (70%), za validaciju modela (15%) i sa testiranje modela (15%). Na ovaj način sprečeno je specijalizovanje obučene neuronske mreže (*overfitting*), odnosno postavljen je jedan od kriterijuma za prekidanje obučavanja. Drugi kriterijumi prekidanja obučavanja mreže istovetni su kriterijumima primjenjenim za slučaj recirkulacije napojne suspenzije.

Na slici 5.17. prikazana je promena srednje kvadratne grške i koeficijenta detriminacije tokom variranja broja skrivenih neurona u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije. Broj neurona variran je od dva do deset. Najmanju preciznost imale su mreže sa manjim brojem skrivenih neurona, dodavanjem dodatnih neurona u skriveni sloj dolazi do poboljšanja predviđanja odziva praćenih tokom mikrofiltracije. Povećan broj neurona dovodi do boljih mogućnosti predviđanja nelinearnih promena u posmatranom sistemu.



Slika 5.17. Uticaj promene broja skrivemih neurona na promenu a) srednje kvadratne greške i b) koeficijenta determinacije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Najbolje fitovanje primenom koncepta neuronskih mreža za mikrofiltraciju u uslovima recirkulacije napojne suspenzije uočeno je kod fluksa permeata za sisteme sa postavljenim statičkim mešaćem. Najlošije modelovan odziv je porast fluksa koji je imao najveće vrednosti srednje kvadratne greške, odnosno najmanje vrednosti koeficijenta determinacije. Sa porastom broja neurona u skrivenom sloju, kao što je već rečeno, dolazi do podjednako adekvatnog modelovanja svih posmatranih odziva. Razlika u ponašanju modelovanja mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije u odnosu na bolje fitovane rezultate u uslovima recirkulacije napojne suspenzije može se pronaći u stalnom porastu koncentracije tokom ugušćivanja što verovatno uzrokuje složenije veze među promenljivim u sistemu. Ipak već sa uvođenjem petog neurona modelovanje svih odziva postaje zadovoljavajuće, a optimalan broj skrivenih neurona iznosi osam, a dalji rast broja skrivenih neurona ne doprinosi poboljšanju kvaliteta fitovanja (R^2 oko 0,999 za sve odzive). Variranje ostalih parametara u procesu obučavanja kao što su stepen učenja i momentuma gradijentnog spusta nisu doprineli poboljšanju predviđanja neuronske mreže.

U tabeli 5.7 prikazani su rezultati ispitivanja uticaja pojedinih promenljivih, odnosno ulaza u neuronsku mrežu na njene izlaze u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije. Za razliku od rezultata dobijenih u uslovima recirkulacije napojne suspenzije, kod koncentrisanja obe primenjena metode određivanja uticaja promenljivih (Garson-ova jednačina i metoda jačina sinapsi neurona) ne podudaraju se sa rezultatima koji se dobijaju primenom postupka odzivne površine na sisteme u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije.

Tabela 5.7
Uticaj promenljivih na izlaze neuronske mreže u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Odziv	Promenljiva	Garson-ova jednačina (%)	Rang	Jačina sinaptičkih veza	Rang	Uticaj
J _{NSM}	Veličina pora	42,07	1	25,88	2	negativan
	Transmembranski pritisak	8,34	4	0,001	4	pozitivan
	Protok	21,06	3	5,80	3	pozitivan
	Koncentracija	26,53	2	29,12	1	negativan
J _{SM}	Veličina pora	33,08	1	3,30	2	negativan
	Transmembranski pritisak	28,66	2	7,96	1	pozitivan
	Protok	14,88	4	1,52	3	pozitivan
	Koncentracija	23,38	3	0,63	4	negativan
FI	Veličina pora	25,20	2	9,94	2	negativan
	Transmembranski pritisak	17,47	4	5,67	3	pozitivan
	Protok	23,65	3	0,30	4	negativan
	Koncentracija	33,68	1	22,83	1	negativan
ER	Veličina pora	18,27	3	6,95	4	negativan
	Transmembranski pritisak	28,42	2	13,56	3	pozitivan
	Protok	17,38	4	17,51	2	negativan
	Koncentracija	35,93	1	19,10	1	negativan

Ipak rezultati primene metode jačine veza sinapsi neurona mogu poslužiti za delimičnu analizu uticaja ulaza u mrežu na njene izlaze. Kao i kod recirkulacije napojne suspenzije veličina pora ima negativan uticaj na sve posmatrane odzive. Razlog ovakvom ponašanju može se pronaći u činjenici da su membrane sa većim prečnikom pora podložnije unutrašnjem prljanju, koje je najizraženiji kod membrane srednjeg prečnika pora 800 nm.

Transmembranski pritisak ima pozitivan uticaj na sve posmatrane odzive. Dakle, porast vrednosti transmembranskog pritiska u posmatranom opsegu dovodi do porasta vrednost fluksa permeata, usled porasta pogonske sile za proces mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca. Kod fluksa permeata u sistemima bez statičkog mešača uticaj transmembranskog pritiska gotovo je zanemarljiv. Razlog za ovakvo ponašanje mogu biti male promene u otporu pogače nakon što se dostigne određena koncentracija suspenzije koja se filtrira (*Keskinler i sar., 2004*).

Pozitivan uticaj protoka suspenzije na fluks permeata kako u sistimima bez statičkog mešača tako i u sistemima sa statičkim mešačem posledica je povećanja turbulencije u kanalu membrane sa porastom protoka suspenzije, odnosno brzine strujanja fluida kroz kanal membrane. Sa druge strane negativan uticaj protoka suspenzije na porast fluksa posledica je manjih razlika u fluksu permeata sistema bez i sa statičkim mešačem, odnosno pri većim protocima i samom kanalu membrane postoji izvestan nivo turbulencije koji umanjuje efekat postavljanja promotora turbulencije. Negativan uticaj protoka suspenzije na promenu specifične potrošnje energije može se objasniti porastom pada pritiska u membranskom modulu, što za posledicu ima povišenje specifične potrošnje energije u sistemima sa mešačem, a da pri tome porast fluksa nije dovoljan da kompenzuje povećanu potrošnju energije.

Negativan uticaj koncentracije suspenzije uočen je za sve posmatrane odzive. Tokom koncentrisanja suspenzije njena koncentracija se konstantno povećava sa porastom faktora koncentrisanja, odnosno porastom količine prikupljenog permeata. Iz tog razloga sve više materijala je dostupno za fomiranje pogače na površini membrane, te se na taj način smanjuje fluks permeata, a ova pojava je manje izražena u sistemima sa statičkim mešačem.

5.1.2. Model odzivne površine u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Primena koncepta neuronskih mreža za modelovanje uticaja eksperimentalnih promenljivih, daje dobre rezultate u pogledu predviđanja vrednosti posmatranih odziva. Međutim, koncept neuronskih mreža je pre svega "black-box" model, uprkos postojanju metoda procene uticaja parametara na merene veličine. Ovaj nedostatak moguće je prevazići primenom postuka odzivnih površina koji pored mogućnosti procene uticaja individualnih eksperimentalnih parametara omogućava i procenu njihovih međusobnih interakcija, detaljnija analiza uticaja eksperimentanih promenljivih biće prikazana u narednim poglavljima, organizovanim u dve celine: o uticaju veličine pora membrane i za najbolju membranu o uticaju ostalih parametara.

5.1.2.1. Uticaj veličine pora u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Ispitivanje uticaja veličine pora membrana urađeno je na membranama srednjih prečnika pora 200, 450 i 800 nm. Ispitivanje je urađeno je primenom postupka odzivne površine funkcije. Za svaku od membrana korišten je Box-Behnken dizajn sa tri faktora na tri nivoa i tri ponavljanja u centralnoj tački. Na taj način ukupan broj eksperimentalnih podataka korištenih u regresionoj analizi je iznosio 45, dok je u promenljive veličine uvrštena i veličina pora svake od membrana. Rezultati fitovanja polinomom drugog reda izabranih odziva (srednji fluks u sistemima sa i bez statičkog mešača, porast fluksa i relativna promena specifične potrošnje energije) prikazani su u Tabelama 5.8 i 5.9.

Tabela 5.8

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Odzivi	J_{NSM} (L/m ² h)		J_{SM} (L/m ² h)		FI (%)		ER (%)	
Efekti	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost
<i>Odsečak</i>								
b_0	134,544	3,93	112,399	2,74	-190,375	-0,74	-95,308	-0,72
<i>Linearni</i>								
b_1	-0,049	-0,98	-0,014	-0,23	-0,125	-0,33	-0,166	-0,86
b_2	1,255	0,04	174,228	4,09	610,297	2,27	238,606	1,73
b_3	-0,778	-2,09	-0,099	-0,22	1,962	0,70	0,848	0,59
b_4	-14,635	-4,11	-4,045	-0,95	72,416	2,69	22,232	1,61
<i>Kvadratni</i>								
b_{11}	0,0001	-0,53	0,0001	-2,28	0,0001	0,04	0,0001	0,25
b_{22}	1,231	0,06	-51,737	-2,15	-212,366	-1,40	232,816	2,98
b_{33}	0,003	2,22	0,001	0,73	-0,003	-0,36	0,002	0,37
b_{44}	0,410	2,04	0,244	1,01	-1,475	-0,97	0,650	0,83
<i>Interakcije</i>								
b_{12}	-0,019	-0,88	-0,091	-3,42	-0,087	-0,52	-0,067	-0,78
b_{13}	0,0001	1,15	0,0001	1,39	0,001	0,49	0,001	1,20
b_{14}	0,008	3,50	0,0001	0,04	-0,031	-1,83	-0,004	-0,47
b_{23}	0,039	0,26	0,088	0,47	-1,234	-1,06	-2,656	-4,43
b_{24}	-0,432	-0,22	-4,319	-1,87	0,282	0,02	-6,788	-0,91
b_{34}	0,031	2,01	-0,023	-1,22	-0,283	-2,43	-0,214	-3,57

U tabeli 5.9 prikazani su rezultati analize varijanse modelovanih odziva. Vrednosti koeficijenta determinacije (R^2) ukazuju na adekvatno fitovanje eksperimentalnih rezultata polinomom drugog reda. Najlošiji rezultati dobijeni su za fitovanje rezultata dobijenih za povećanje fluksa permeata ($R^2=0,694$). Međutim, *p-vrednosti* dobijene za sve modele ukazuju na značajnost modela polinoma drugog reda pri nivou značajnosti 95% (*p-vrednost* 0,05; Tabela 5.3) svih posmatranih odziva.

Tabela 5.9

Analiza varijanse (ANOVA) modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

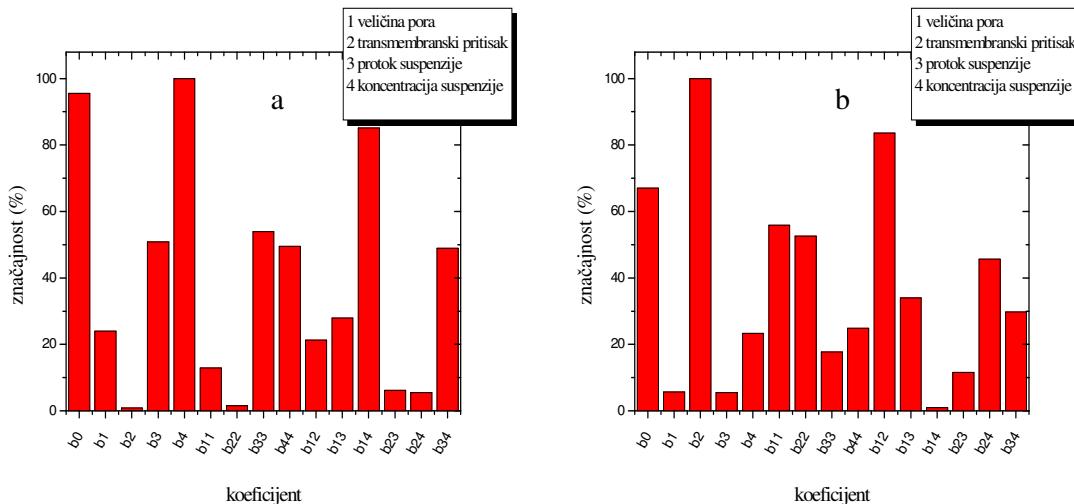
Odziv	Porekло								
	Rezidual			Model			<i>F</i>	<i>p-vrednost</i>	R^2
	DF	SS	MS	DF	SS	MS			
J _{NSM}	30	3443,6	114,787	14	9701,5	692,97	6,03697	0,000019	0,738
J _{SM}	30	4940,0	164,665	14	88091,3	6292,24	38,21232	<0,00001	0,947
FI	30	196421,7	6547,391	14	445561,1	31825,79	4,86084	0,000139	0,694
ER	30	51753,9	1725,131	14	220046,0	15717,57	9,11095	<0,00001	0,810

DF – stepen slobode; SS – suma kvadrata, MS – mean squares,

U cilju lakšeg poređenja značajnosti pojedinih koeficijenata oni su izraženi kao frakcija najveće *t-vrednosti* koeficijenta u posmatranoj korelaciji (Đurić i sar., 2004). Na slici 5.18. prikazane su značajnosti pojedinih koeficijenata u korelaciji srednjeg fluksa sistema sa i bez statičkog mešača. Najveći uticaj na vrednosti dostignutog srednjeg fluksa ima koncentracija suspenzije kod sistema bez statičkog mešača, dok kod sistema sa примененим statičkim mešačem najveći uticaj ima transmembranski pritisak. Uticaj protoka suspenzije mnogo je izraženiji kod sistema bez statičkog mešača. Koncentracija suspenzije ima manji uticaj na srednji fluks permeata kada se posmatraju sistemi sa statičkim mešačem u poređenju sa sistemima bez statičkog mešača. Linearni uticaj veličine pora izraženiji je u sistemima bez umetnutog promotora turbulencije.

Najznačajniji kvadratni efekat je uočen za protok suspenzije za sisteme bez statičkog mešača, dok je za sisteme sa postavljenim statičkim mešačem najznačajniji kvadratni efekat veličine pora membrane ali i neznatno manji kvadratni efekat transmembranskog pritiska.

Kvadratni uticaj protoka suspenzije izraženiji je u sistemima sa statičkim mešačem, dok je kod sistema bez statičkog mešača on bitno manje izražen.



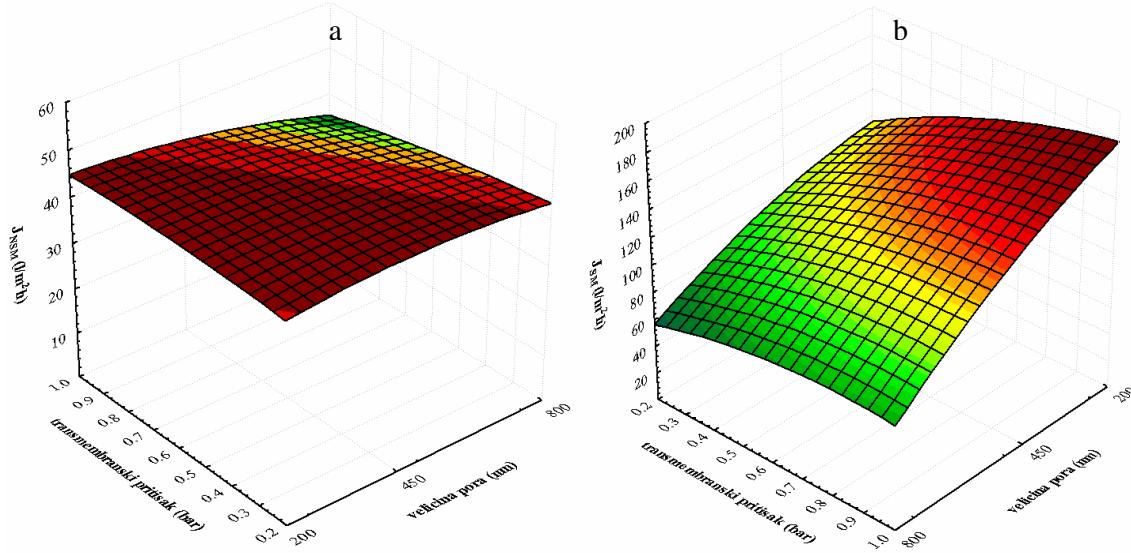
Slika 5.18. Značajnost regresionih koeficijenata za sistem a) sa statičkim mešačem i b) bez statičkog mešača u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Među njaznačajnije interakcije u sistemima bez promotora turbulentcije spadaju interakcije koncentracije i veličine pora membrane kao i interakcija koncentracije sa protokom suspenzije. Najslabije je izražena interakcija između transmembranskog pritiska i koncentracije i protoka suspenzije, respektivno. Sa druge strane postavljenjem statičkog mešača u kanal membrane najizraženije postaju interakcije transmembranskog pritiska sa veličinom pora membrane i koncentracijom suspenzije, respektivno. Najmanji uticaj na fluks permeata u sistemu sa statičkim mešačem ima interakcija veličine pora membrane i koncentracije suspenzije.

Uticaj transmembranskog pritiska i veličine pora korištenih membrana na srednji fluks permeata u sistemima bez statičkog mešača prikazan je na slici 5.19.a., dok je na slici 5.19.b prikazan njihov uticaj na srednji fluks permeata u sistemima sa statičkim mešačem. Prisustvo statičkog mešača doprinosi povećanju vrednosti srednjeg fluksa permeata tokom mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca.

Porast transmembranskog pritiska u posmatranom eksperimentalnom opsegu doprinosi porastu fluksa permeata. Sa druge strane sa izborom membrana koje imaju veći srednji prečnik pora srednji fluks permeata opada. Objasnjenje ove pojave može se naći u mehanizmu prljanja membrane tokom mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca. Unutrašnje prljanje membrana sa većim srednjim prečnikom pora je izraženije usled prodiranja ćelijskog materijala (iz ćelija koje

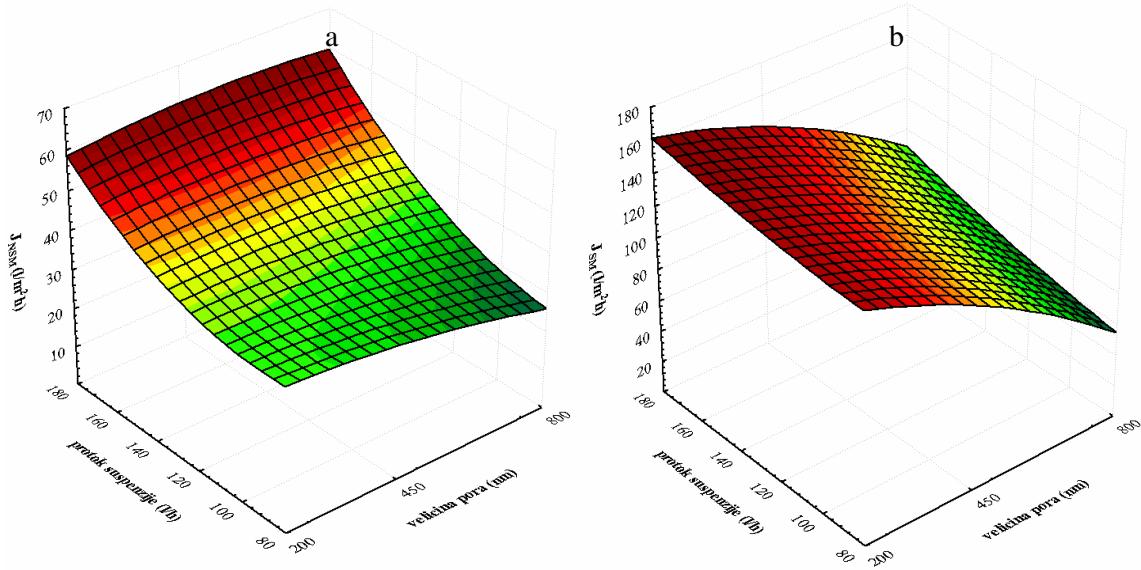
imaju probušenu ćelijsku membranu) u otvoreniju poroznu strukturu većih pora membrana, gde dovode do nepovratnog prljanja.



Slika 5.19. Uticaj transmembranskog pritiska i veličine pora na srednji fluks za sistem a) sa statičkim mešačem i b) bez statičkog mešača u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

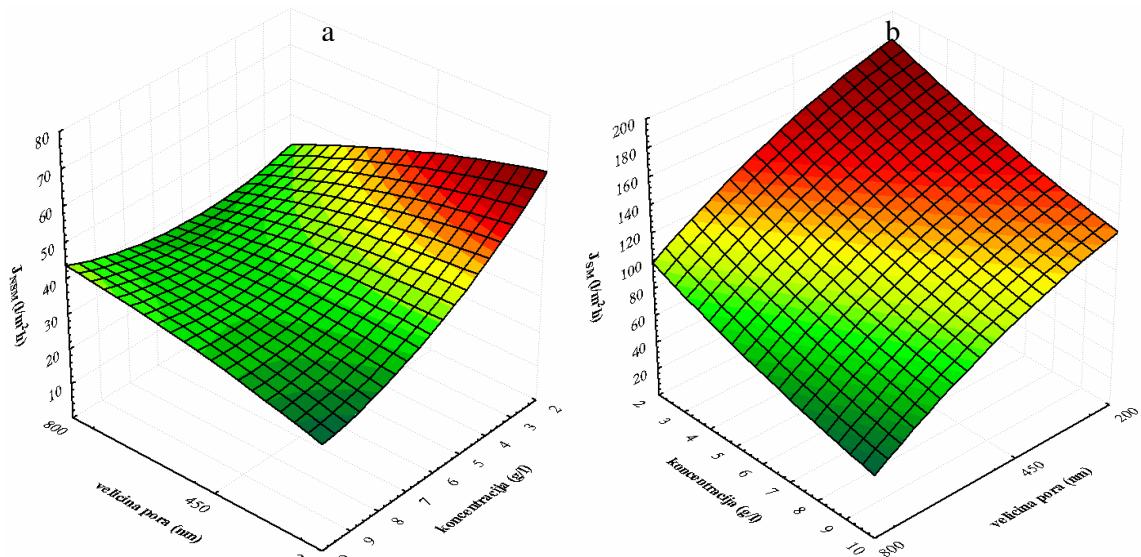
Uticaj transmembranskog pritiska mnogo je manje ispoljen kod sistema bez statičkog mešača.. Razlog za ovakvo ponašanje mogu biti male promene u otporu pogače nakon što se dostigne određena koncentracija suspenzije koja se filtrira (Keskinler i sar., 2004). Kako se u sistemima sa mešačem fluid više kreće neposredno uz površinu membrane, tako je i filtraciona pogača koja se formira u ovim sistemima manja, bez obzira na konstantan porast koncentracije u sistemu tokom ugušćivanja suspenzije, pa je i pozitivan uticaj transmembranskog pritiska veći. Ovi efekti izraženiji su kod membrana sa manjim srednjim prečnikom pora, jer je tada unutrašnje prljanje manje.

Ako se posmatra uticaj protoka suspenzije može se primetiti da sa porastom protoka dolazi do rasta srednjeg fluksa permeata za sve posmatrane membrane (slika 5.20.). Kada se u kanal membrane postavi statički mešač dolazi do porasta srednjeg fluksa permeata, a uticaj protoka postaje izraženiji je pri njegovim nižim vrednostima. Uticaj početne koncentracije suprotan je uticaju transmembranskog pritiska i protoka suspenzije (slika 5.21). Sa porastom početne koncentracije srednji fluks permeata opada kod svih korištenih membrana. Uticaj početne koncentracije suspenzije manje je izražen kod sistema sa statičkim mešačem. prilikom rasta vrednosti početne koncentracije suspenzije kod membrana sa manjim srednjim prečnikom pora izraženiji je pad srednjeg fluksa permeata.



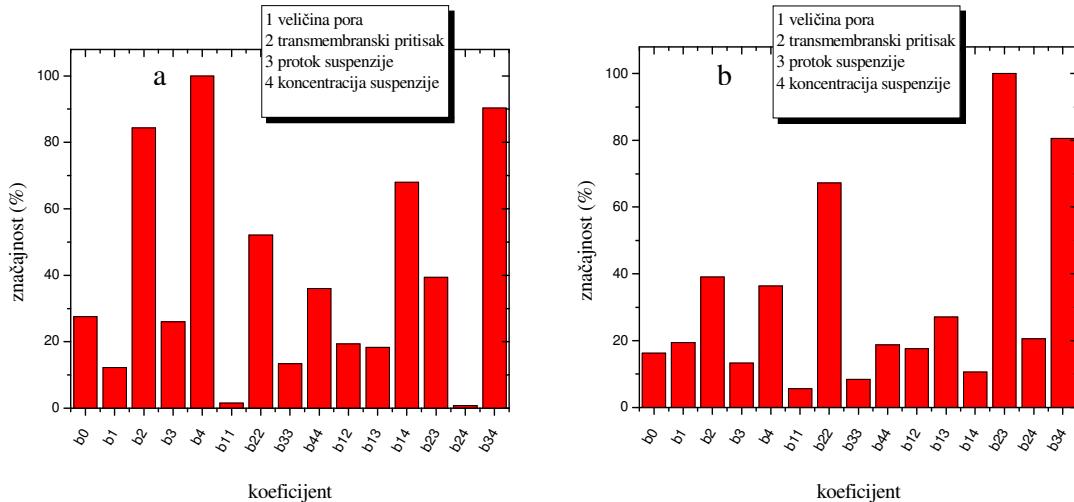
Slika 5.20. Uticaj protoka i veličine pora na srednji fluks za sistem a) sa statičkim mešačem i b) bez statičkog mešača u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Razlog za ovakvo ponašanje membrana sa manjim prečnikom pora verovatno leži u činjenici da je kod njih unutrašnje prljanje manje izraženo (Krstić, 2003). Kada membrane imaju veći prečnik pora unutrašnje prljanje je izraženije, pa je uticaj porasta vrednosti početne koncentracije manji, jer uticaj formiranja deblje filtracione pogače sa rastom koncentracije manje ispoljava upravo usled većeg uticaja unutrašnjeg prljanja.



Slika 5.21. Uticaj koncentracije i veličine pora na srednji fluks za sistem a) sa statičkim mešačem i b) bez statičkog mešača u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

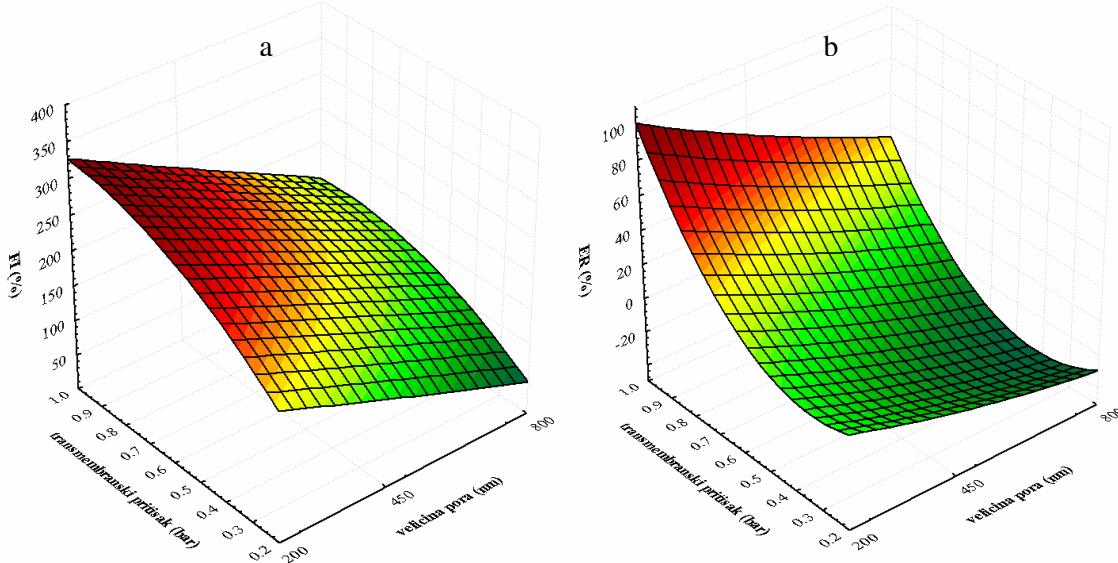
Na slici 5.22.a prikazane su značajnosti pojedinih koeficijenata u korelaciji za porast fluksa permeata nakon primene promotora turbulencije, odnosno statičkog mešača. Najveći linearni uticaj ima početna koncentracija suspenzije, a za njim sledi linearni uticaj transmembranskog pritiska. Sličan zaključak se može izvesti i za kvadratne uticaje ali je među njima najznačajniji kvadratni uticaj transmembranskog pritiska, a za njim sledi kvadratni uticaj početne koncentracije suspenzije. Među interakcijama najznačajnija je interakcija između protoka i početne koncentracije suspenzije, a za njom je po značajnosti interakcija veličine pora membrana i koncentracije, dok su preostale interakcije koje uključuju veličinu pora membrana manje značajne. Interakcije transmembranskog pritiska sa protokom najznačajnija je interakcija transmembranskog pritiska sa drugim promenljivim.



Slika 5.22. Značajnost regresionih koeficijenata za a) porast fluksa i b) relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Na slici 5.22.b prikazane su značajnosti pojedinih koeficijenata u korelaciji za relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije. Najznačajniji linearni efekti su transmembranskog pritiska i početne koncentracije suspenzije, dok veličina pora membrane i protok suspenzije imaju sličan nivo značajnosti. Kvadratni efekat transmembranskog pritiska je najznačajniji, dok ostali kvadratni članovi imaju bitno niži nivo značajnosti. Među interakcijama najznačajnija je ona između protoka i transmembranskog pritiska, a za njom sledi interakcija protoka i početne koncentracije suspenzije. Najmanji uticaj ima interakcija veličine pora membrane i koncentracije suspenzije.

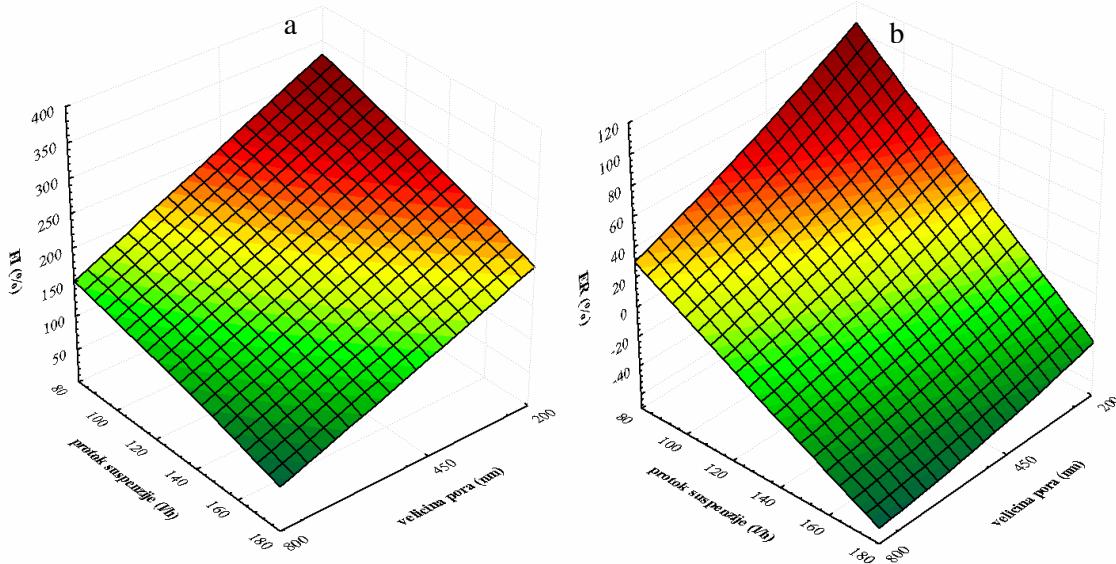
Na slici 5.23. prikazan je uticaj veličine pora membrane i transmembranskog pritiska na porast fluksa i relativnu promenu specifične potrošnje energije. Sa porastom srednjeg prečnika pora dolazi do pada vrednosti kako porasta fluksa, tako relativne promene specifične potrošnje energije. Premda u posmatranom eksperimentalnom opsegu uvek dolazi do porasta fluksa permeata, potpuna slika o mogućnosti primene statickog mešača u cilju povećanja efikasnosti dobija se tek analizom promena relativne specifične potrošnje energije.



Slika 5.23. Uticaj transmembranskog pritiska i veličine pora na a) porast fluksa i b) relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Sa porastom veličine pora membrane dolazi do pada vrednosti specifične potrošnje energije tokom procesa mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca. Negativne vrednosti specifične potrošnje energije ukazuju na zaključak da je potrošnja energije do čijeg rasta dolazi usled porasta pada pritiska duž membranskog modula usled umetanja statickog mešača u kanal membrane dominantna u odnosu na povećanje fluksa koje se tim postupkom ostvaruje.

Fillaudeau i Carrere (2002) razmatrali su primenu membrana različitog srednjeg prečnika pora za mikrofiltraciju piva. Rezultati ovih istraživanja pokazala su značajan uticaj srednjeg prečnika pora membrane na fluks permeata. Naime, uočeno je da membrane sa porama veličine 100, 450, i 800 nm daju manje vrednosti fluksa permeata u poređenju sa membranom srednjeg prečnika pora 1400 nm. Unutrašnje prljanje je uzrok manjeg fluksa permeata kod membrana sa većim srednjim prečnikom pora, ali samo ako je on manji od 1000 nm, dok je kod membrana sa većim srednjim prečnikom pora od ove vrednosti došlo do povećanja fluksa permeata.



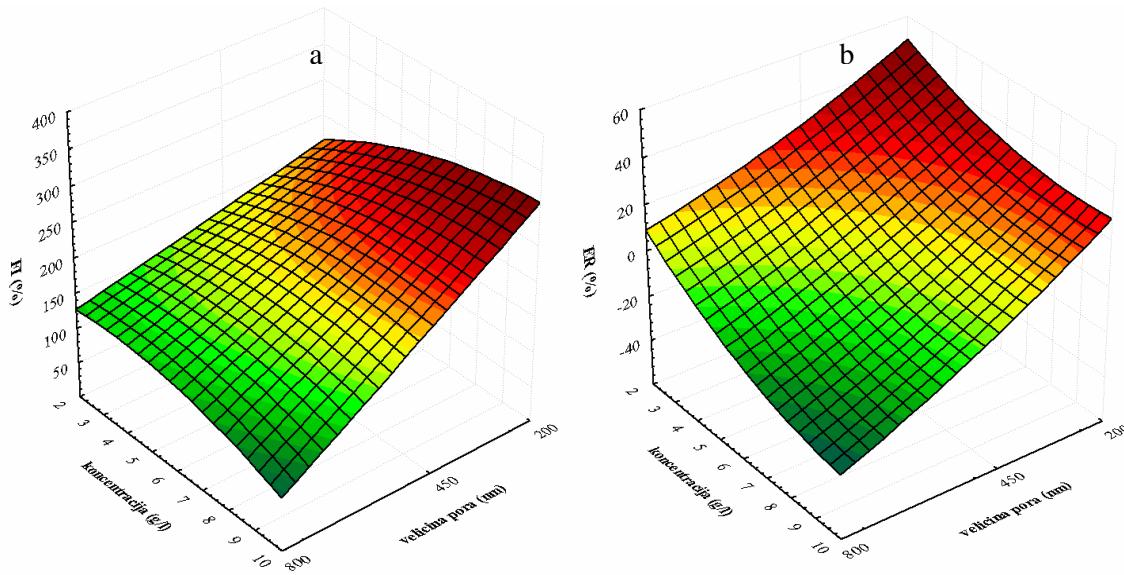
Slika 5.24. Uticaj protoka i veličine pora na a) porast fluksa i b) relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Na slikama 5.24. i 5.25. prikazan je uticaj veličine pora membrane i protoka suspenzije (slika 5.24.) kao i veličine pore membrane i koncentracije suspenzije (slika 5.25.) na porast fluksa i promenu relativne specifične potrošnje energije tokom mikrofiltracije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije. Primenom membrana sa većim srednjim prečnikom pora dolazi do pada vrednosti kako porasta fluksa tako i relativne promene specifične potrošnje energije pri svim posmatranim protocima i koncentracijama. Slični rezultati dobijeni su za mikrofiltraciju obranog mleka uz primenu statičkog mešača (Krstić, 2003).

Rast protoka suspenzije dovodi do pada porasta fluksa permeata s obzirom da pri višim vrednostima protoka i u samom kanalu membrane dolazi do pojave određenog nivoa turbulencije tako da je efekat promotora turbulencije donekle manji. Takođe, sa rastom protoka rastu i hidrodinamički gubici tako da raste i specifična potrošnja energije kod sistema sa statičkim mešačem, a porast fluksa usled njegovog prisustva u kanalu membrane nije dovoljan da nadomesti rast specifična potrošnja energije, tako da relativna promena specifične potrošnje energije opada.

Uticaj početne koncentracije suspenzije je negativan, odnosno sa porastom početne koncentracije suspenzije opada vrednost porasta fluksa, ali kod membrane sa najmanjim prečnikom pora taj uticaj je pozitivan verovatno usled izostajanja značajnijeg udela unutrašnjeg prljanja membrane koa što je slučaj sa većim srednjim prečnikom pora kod druge membrane. Kod relativne promene specifične potrošnje energije uticaj koncentracije istovetan je za sve posmatrane membrane. Naime, sa porastom koncentracije ovaj odziv opada s obzirom da porast

fluksa pri višim koncentracijama nije dovoljan da kompenzuje porast potrošnje energije u sistemima sa umetnutim statičkim mešačem.



Slika 5.25. Uticaj koncentracije i veličine pora na a) porast fluksa i b) relativnu promenu specifične potrošnje energije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Najbolji rezultati mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca za sve posmatrane odzive dobijeni su za membranu sa srednjim prečnikom pora 200 nm za postupak u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije. Iz tog razloga eksperimentalni podaci dobijeni za ovu membranu iskorišteni su za ponovnu primenu postupka odzivne površine, ali sada na jednu membranu isto kao i u postupku u uslovima recirkulacije napojne suspenzije. Na taj način eliminisanjem uticaja veličine pora može se očekivati poboljšano reprezentovanje podataka za svaku od membrana u poređenju sa modelovanjem svih membrana simultano.

Drugi razlog primene postupka odzivne površine na jednu membranu je mogućnost boljeg praćenja uticaje eksperimentalnih promenljivih (transmembranski pritisak, protok i koncentracija suspenzije) kao i njihovih međusobnih interakcija. Grafičko reprezentovanje podataka dobijenih primenom ove metode ograničeno je činjenicom da se grafici prikazuju za dve promenljive, dok preostale promenljive imaju vrednosti zadate centralnom tačkom eksperimentalnog plana. Praktičan rezultat primene ovog postupka bi značio da se uticaj procesnih parametara posmatra za membranu sa srednjim prečnikom pora 450 nm, koja daje lošije rezultate u poređenju sa membranom od 200 nm.

5.1.2.2. Uticaj procesnih parametara u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Srednji fluks dobijen tokom izvođenja mikrofiltracije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije može se koristiti za optimizaciju hidrodinamičkih uslova izvođenja procesa (*Cojocaru i Zakrzewska, 2007*). U ovom radu suspenzija je koncetrovana do faktora koncentrisanja 2,6 ($VCF=2,6$). Rezultati fitovanja polinomom drugog reda srednjeg fluksa prikazani su u Tabelama 5.10. i 5.11.

Tabela 5.10

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (200 nm)

Odzivi	J_{NSM} (L/m ² h)		J_{SM} (L/m ² h)		FI (%)		ER (%)	
Efekti	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost
<i>Odsečak</i>								
b_0	72,785	6,27	31,189	1,01	-317,977	-2,25	-169,466	-1,70
<i>Linearni</i>	11,718	0,89	227,196	6,47	606,300	3,79	232,337	2,06
b_1	-0,187	-1,33	0,437	1,16	2,634	1,54	0,732	0,61
b_2	-10,336	-7,86	7,326	2,09	107,422	6,71	43,537	3,87
b_3								
<i>Kvadratni</i>	-16,193	-2,08	-61,360	-2,95	-58,266	-0,61	360,588	5,40
b_{11}	0,002	4,15	0,001	0,48	-0,008	-1,32	0,005	1,15
b_{22}	0,936	12,00	-0,455	-2,19	-7,945	-8,37	-1,898	-2,84
b_{33}								
<i>Interakcije</i>	0,143	2,38	-0,420	-2,62	-3,212	-4,40	-4,185	-8,15
b_{12}	-0,606	-0,81	-3,927	-1,96	4,812	0,53	-2,416	-0,38
b_{13}	-0,038	-6,41	-0,043	-2,70	-0,004	-0,05	-0,155	-3,02
b_{23}	72,785	6,27	31,189	1,01	-317,977	-2,25	-169,466	-1,70

Visoke vrednosti koeficijenta determinacije ukazuju da polinom drugog reda dobro aproksimira eksperimentalne rezultate za posmatrane odzive. Statistička značajnost, p-vrednosti, dobijene za sve modele ukazuju na značajnost modela polinoma drugog reda pri nivou značajnosti 95% (p-vrednost 0,05; Tabela 5.11) svih posmatranih odziva.

Koeficijent determinacije polinoma drugog reda za odziv srednjeg fluksa bez primene statičkog mešača iznosi 0,994 što ukazuje na bolje fitovanje eksperimentalnih rezultata za pojedinačnu membranu u poređenju sa regresionom jednačinom u koju je kao promenljiva uvrštena i veličina pora membrane. Regresiona jednačina dobijena za odziv srednjeg fluksa bez primene statičkog mešača nije u mogućnosti da objasni manje od 1% varijacije.

Tabela 5.11

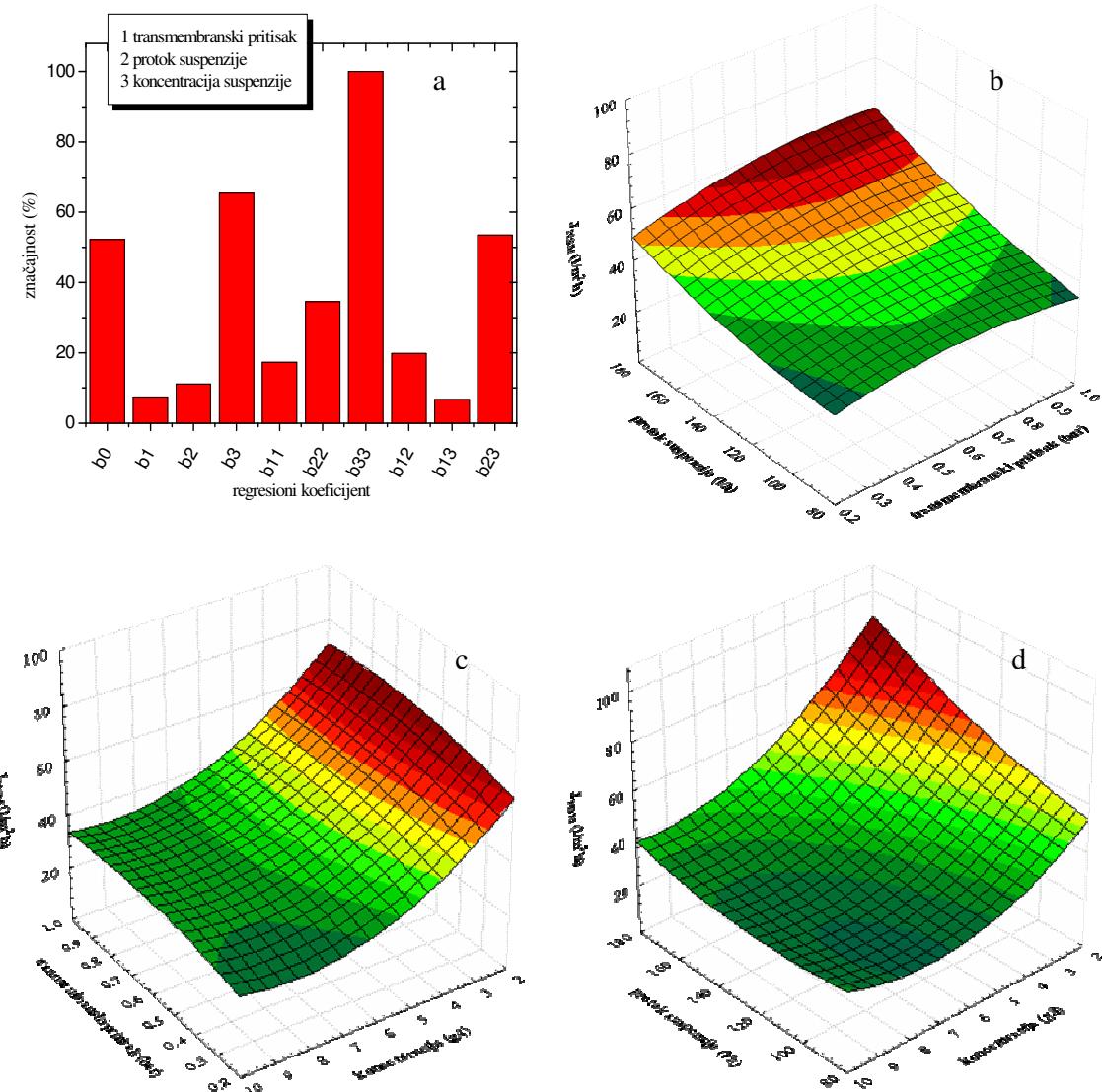
Analiza varijanse (ANOVA) modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (200 nm)

Odziv	Poreklo								
	Rezidual			Model			<i>F</i>	<i>p-vrednost</i>	<i>R</i> ²
	DF	SS	MS	DF	SS	MS			
J _{NSM}	5	28,76	5,752	9	4693,41	521,490	90,66	0,000053	0,994
J _{SM}	5	204,80	40,960	9	13488,77	1498,753	36,59	0,000491	0,985
FI	5	4256,07	851,214	9	170792,01	18976,890	22,29	0,001615	0,976
ER	5	2107,52	421,505	9	104644,74	11627,194	27,58	0,000971	0,980

DF – stepen slobode; SS – suma kvadrata, MS – mean squares,

U cilju lakšeg poređenja značajnosti pojedinih koeficijenata oni su izraženi kao frakcija najveće t vrednosti posmatrane korelacije (*Durić i sar.*, 2004). Na slici 5.26.a prikazane su značajnosti pojedinih koeficijenata u korelaciji srednjeg fluksa za sisteme bez statičkog mešača. Kod sistema bez statičkog mešača najveći uticaj na vrednosti srednjeg fluksa ima početna koncentracija suspenzije, a za njim slede linearni uticaji protoka i transmembranskog pritiska čiji su uticaji znatno manje ispoljeni. Isti trend uočen je i kod kvadratnih uticaja, dok je među interakcijama najznačajnija interakcija protoka suspenzije i njene početne koncentracije, a za njom sledi interakcija transmembranskog pritiska i protoka suspenzije, dok je najmanje značajna interakcija između transmembranskog pritiska i početne koncentracije suspenzije.

Uticaj transmembranskog pritiska i protoka suspenzije na srednji fluks permeata tokom koncentrisanja napojne suspenzije u sistemima bez statičkog mešača prikazan je na slici 5.26.b. Povećanje transmembranskog pritiska dovodi do umerenog rasta srednjeg fluksa permeata pri svim posmatranim vrednostima protoka. U poređenju sa postupkom mikrofiltracije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije uticaj transmembranskog pritiska je manji iz razloga što tokom koncentrisanja raste koncentracija suspenzije, tako da je filtraciona pogača koja se formira pri uvećanim koncentracijama deblja odnosno, rastu otpori fluksu permeata (*Keskinler i sar.*, 2004). Pri višim vrednostima transmembranskog pritiska dolazi čak i do smanjenja srednjeg fluksa permeata. Porast protoka suspenzije dovodi do povećanja srednjeg fluksa usled povećanja brzine proticanja kroz kanal membrane što uzrokuje delimično odnošenje materijala sa površine membrane što povoljno utiče na povećanje srednjeg fluksa permeata.



Slika 5.26. Značajnost regresionih koeficijenata i uticaj eksperimentalnih promenljivih na srednji fluks za sistem bez statičkog mešača (koncentrisanje, 200 nm)

Na slici 5.26.c. prikazan je uticaj transmembranskog pritiska i početne koncentracije na promenu srednjeg fluksa u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije. Sa porastom vrednosti početne koncentracije suspenzije dolazi do pada vrednosti srednjeg fluksa, a ovaj pad je usled koncentrisanja mnogo izraženiji nego kada se radi o mikrofiltraciji u uslovima recirkulacije napojne suspenzije. Rast vrednosti transmembranskog pritiska takođe, dovodi do porasta srednjeg fluksa permeata. Međutim, taj rast fluksa manje je izražen pri višim koncentracijama suspenzija pekarskog kvasca (Keskinler i sar., 2004).

Uticaj protoka i početne koncentracije na srednji fluks prikazan je na slici 5.26.d. Sa porastom koncentracije opada srednji fluks usled formiranja deblje filtracione pogače. Sa

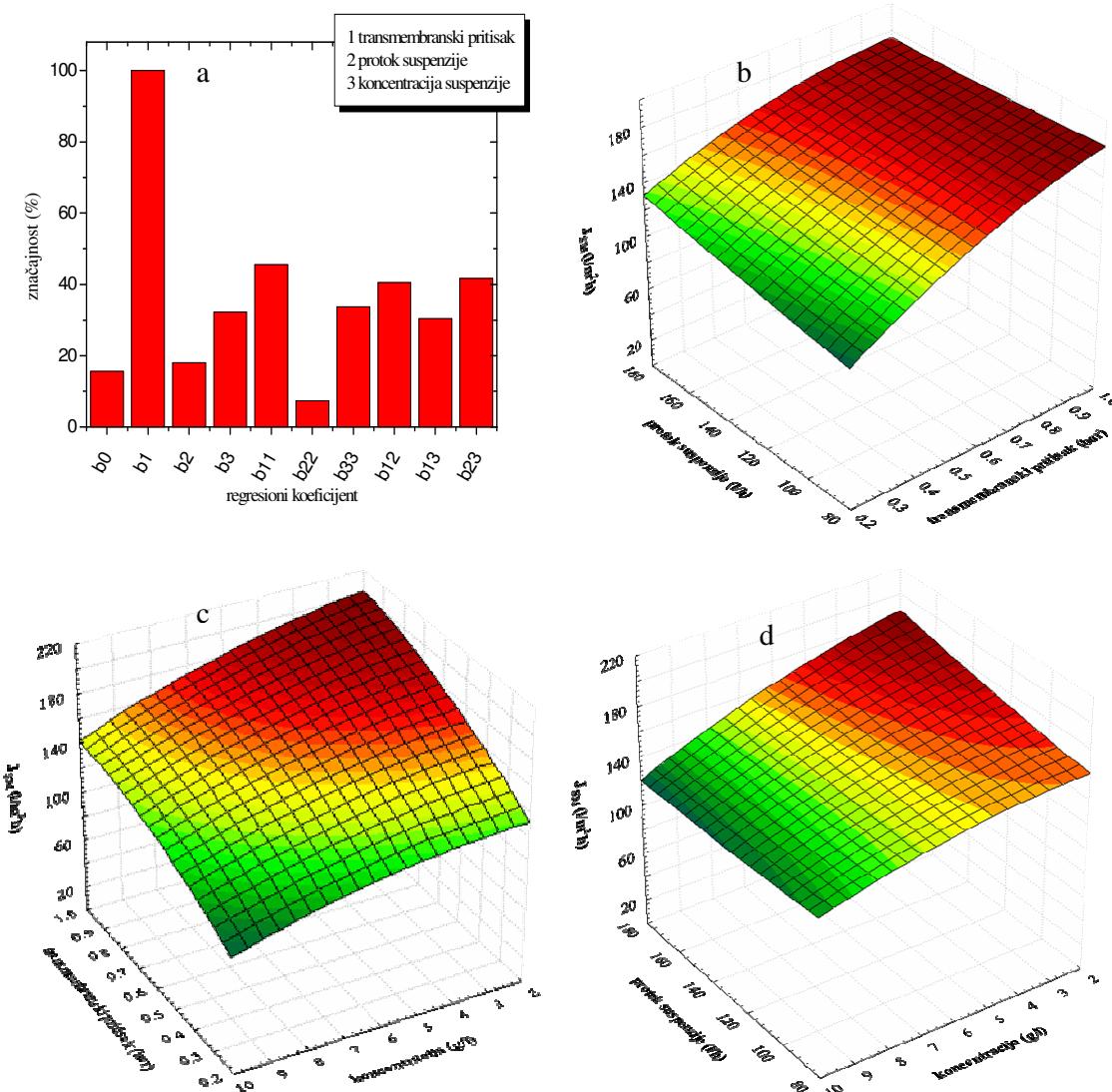
porastom protoka usled unakrsnog toka, dolazi do odnošenja čelija tako da se debljina pogače smanjuje, te se srednji fluks povećava. Povećanje srednjeg fluksa usled porasta brzine proticanja znatno je izraženije pri malim koncentracijama nego na većim. Dok je uticaj početne koncentracije izraženiji na nižim vrednostima protoka suspenzije. U poređenju sa sistemom sa recirkulacijom, kako se i moglo očekivati usled ugušivanja uticaj koncentracije je izraženiji.

Koeficijent determinacije polinoma drugog reda za odziv srednjeg fluksa sa postavljenim statičkim mešačem iznosi 0,985; što ukazuje na bolje fitovanje eksperimentalnih rezultata za pojedinačnu membranu u poređenju sa regresionom jednačinom u koju je kao promenljiva uvrštena i veličina pora membrane. Regresiona jednačina dobijena za odziv srednjeg fluksa sa postavljenim statičkim mešačem nije u mogućnosti da objasni 1,5% varijacija u sistemu.

U pogledu značajnosti pojedinih regresionih koeficijenata rezultati se razlikuju u odnosu na sisteme bez statičkog mešača (slika 5.27.a.). Kod sistema sa postavljenim statičkim mešačem kao promotorom turbulencije najznačajniji linearni uticaj ima transmembranski pritisak, a za njim sledi početna koncentracija suspenzije, dok je linearni uticaj protoka najmanji. Kvadratni uticaj transmembranskog pritiska je najznačajniji među kvadratnim uticajima, a za njim slede uticaji početne koncentracije suspenzije i transmembranskog pritiska. Najznačajnije interakcije su između transmembranskog pritiska i protoka suspenzije te njene koncentracije.

Uticaj transmembranskog pritiska i protoka suspenzije na srednji fluks permeata u sistemima sa statičkim mešačem prikazan je na slici 5.27.b. Porast vrednosti transmembranskog pritiska dovodi do porasta srednjeg fluksa permeata pri svim posmatranim vrednostima protoka suspenzije, a on je najmanje izražen pri maksimalnom transmembranskom pritisku (1 bar). Ako se ovaj rast uporedi sa porastom fluksa kod sistema bez statičkog mešača može se primetiti da je on mnogo izraženiji. Pri nižim vrednostima protoka manje su i brzine proticanja kroz kanal membrane, tako da je porast brzine proticanja usled prisustva mešača izraženiji. Pri višim protocima, brzina proticanja je veća i u sistemima bez mešača pa se i njegovo prisustvo manje manifestuje kroz porast fluksa permeata.

Na slici 5.27.c. prikazan je uticaj transmembranskog pritiska i početne koncentracije suspenzije na promenu srednjeg fluksa sistema sa statičkim mešačem. Sa porastom koncentracije suspenzije dolazi do pada vrednosti srednjeg fluksa, kao i kod sistema bez statičkog mešača, ali je taj efekat slabije izražen usled efekata mešača na povećanje brzine proticanja i radikalnog mešanja. Rast fluksa manje je izražen pri višim početnim koncentracijama suspenzija pekarskog kvasca, ali je ipak veći u poređenju sa sistemima bez statičkog mešača.

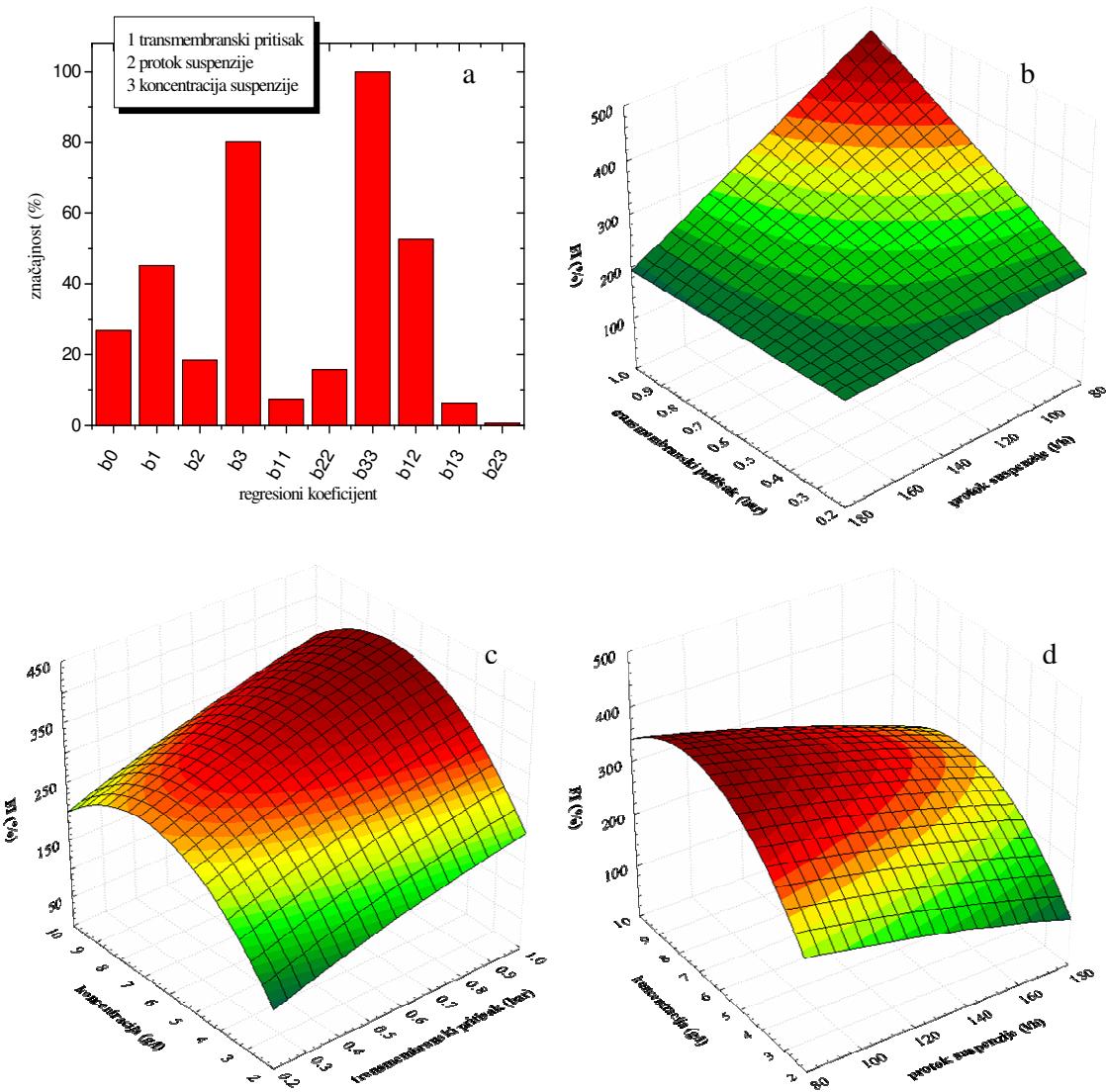


Slika 5.27. Značajnost regresionih koeficijenata i uticaj eksperimentalnih promenljivih na srednji fluks za sistem sa statičkim mešaćem (koncentrisanje, 200 nm)

Na slici 5.27.d prikazan je uticaj protoka i početne koncentracije suspenzije na srednji fluks sistema sa statičkim mešaćem. Sa porastom koncentracije opada srednji fluks usled formiranja deblje filtracione pogače, dok sa porastom protoka usled unakrsnog toka, dolazi do odnošenja ćelija tako da se njena debljina smanjuje, te se srednji fluks povećava ali je taj porast zanemarljiv pri visokim koncentracijama.

Koeficijent determinacije polinoma drugog reda za odziv povećanja fluksa iznosi 0,976 što ukazuje na bolje fitovanje eksperimentalnih rezultata za pojedinačnu membranu u poređenju sa regresionom jednačinom u koju je kao promenljiva uvrštena i veličina pora membrane.

Regresiona jednačina dobijena za odziv srednjeg fluksa sa postavljenim statičkim mešačem nije u mogućnosti da objasni 2,4% varijacija u sistemu.



Slika 5.28. Značajnost regresionih koeficijenata i uticaj eksperimentalnih promenljivih na porast fluksa (koncentrisanje, 200 nm)

Na slici 5.28.a. prikazane su značajnosti pojedinih koeficijenata u korelaciji za relativno povećanje srednjeg fluksa permeata tokom izvođenja mikrofiltracije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije. Najznačajniji je linearni efekat koncentracije suspenzije, za kojim sledi linearni efekat transmembranskog pritiska. Kvadratni efekat koncentracije je bitno značajniji među kvadratnim članovima, dok je najznačajnija interakcija transmembranskog pritiska sa protokom suspenzije, a preostale dve interakcije su gotovo zanemarljive posebno interakcija protoka i koncentracije suspenzije.

U svim eksperimentima umetanjem statičkog mešača dolazi do porasta fluksa permeata bez obzira na vrednosti posmatranih procesnih parametara, odnosno vreme potrebno za koncentrisanje napojne suspenzije mnogo je kreće kada se koristi statički mešač. U posmatranom eksperimentalnom opsegu odabralih promenljivih porast fluksa imao je vrednosti od 100% do 540%. Značajan porast fluksa do kojeg dolazi postavljanjem statičkog mešača u kanal keramičke membrane uslovjen je uspostavljanjem turbulentnih uslova proticanja duž kanala membrane, ali i uspostavljanjem karakterističnog kretanja fluida, odnosno jedinstvene raspodele toka fluida sa uspostavljanjem istovremenog radijalnog mešanja, koji su posledica karakterističnog povezivanja helikoidnih elemenata Kenics statičkog mešača.. Povećanje fluksa izraženje je kod izvođenja mikrofiltracije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije, u poređenju sa radom u uslovima recirkulacije napojne suspenzije, upravo zbog većeg uticaja koncentracije suspenzije. Na taj način i karakteristično proticanje uslovljeno postavljanjem statičkog mešača ima veći uticaj na čišćenje površine membrane.

Uticaj transmembranskog pritiska i protoka suspenzije na relativno povećanje srednjeg fluksa permeata prikazan je na slici 5.28.b. Pri nižim vrednostima protoka rast vrednosti transmembranskog pritiska dovodi do povećanja relativnog porasta fluksa permeata. Sa druge strane pri višim protocima sa njegovim porastom ne dolazi do značajnih promena relativnog porasta fluksa permeata. Razlog za ovakvo ponašanje leži u činjenici da su u kanalu membrane bez prisustva statičkog mešača pri većim protocima već uspostavljena veća brzina pa se poboljšanje umetanjem statičkog mešača manje manifestuje. Maksimalno povećanje srednjeg fluksa se dešava pri transmembranskom pritisku oko 1 bara, što se može objasniti činjenicom da se početni fluks pri višim pritiscima naglo povećava u prisustvu statičkog mešača. To povoljno utiče na povećanje srednjeg fluksa permeata pošto se i do 40% prikupljene količine permeata sakupi u prvih 20 minuta procesa koncentrisanja napojne suspenzije (*Russotti i sar., 1995*).

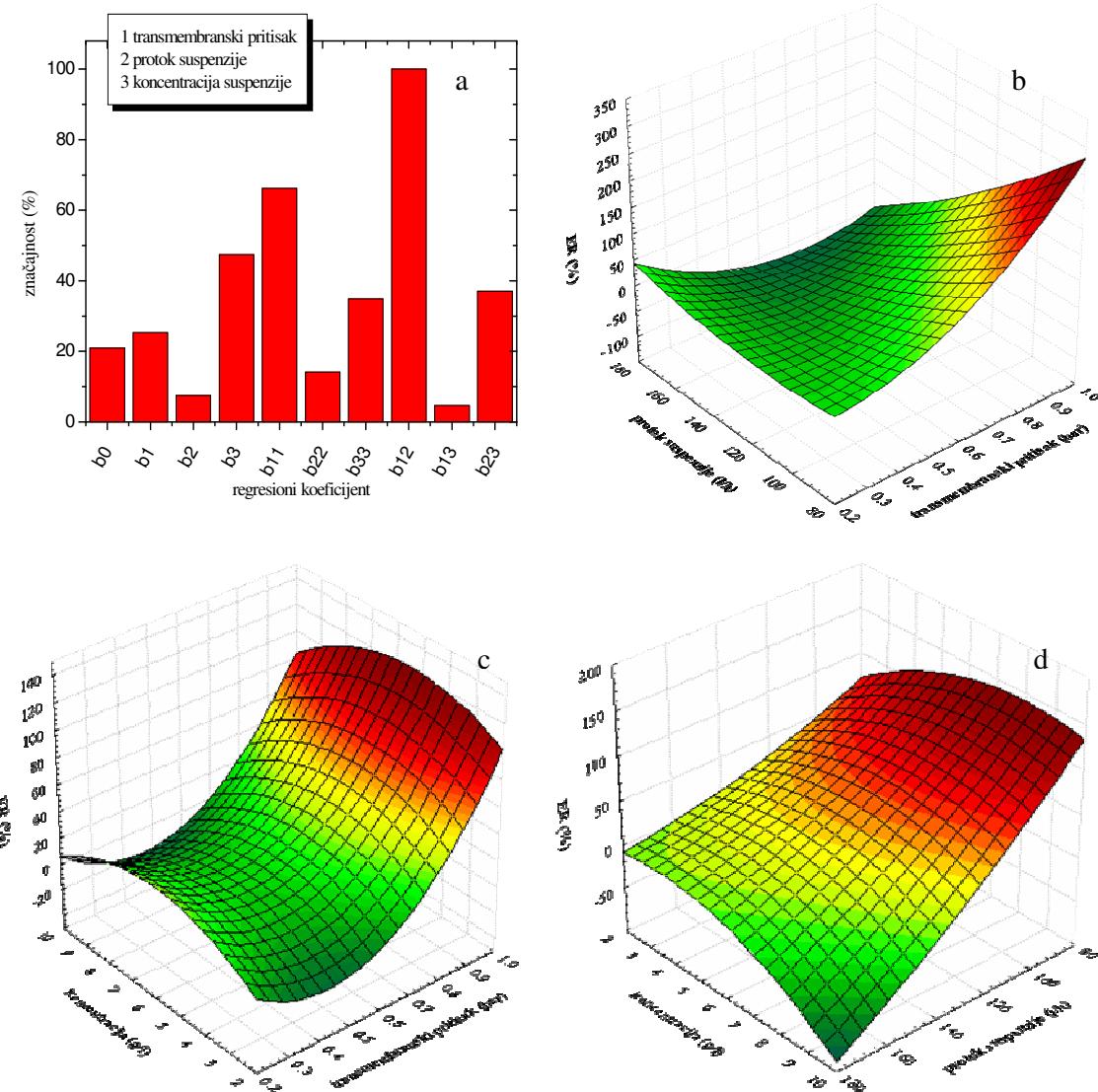
Na slici 5.28.c. prikazan je uticaj transmembranskog pritiska i koncentracije suspenzije na relativno povećanje srednjeg fluksa permeata. Porast koncentracije uzrokuje rast relativnog povećanja fluksa permeata na svim posmatranim transmembranskim pritiscima. Prisustvo statičkog mešača utiče na smanjenje debljine filtracione pogače tokom unakrsne mikrofiltracije, pa sa porastom transmembranskog pritiska raste relativna promena srednjeg fluksa. Na taj način je porast fluksa permeata izraženiji kod sistema sa mešačem nego kod sistema bez njega. Istovremeno pri visokim koncentracijama suspenzije usled koncentrisanja suspenzije dolazi do formiranja filtracione pogače koja ima mnogo veći otpor bez obzira na prisustvo statičkog mešača pa relativno povećanje srednjeg fluksa opada.

Uticaj protoka suspenzije i njene koncentracije prikazan je na slici 5.28.d. Kako prisustvo statičkog mešača dovodi do turbulentnog proticanja kroz kanal membrane otežano je formiranje deblje filtracione pogače kao kod sistema bez statičkog mešača, tako da sa porastom koncentracije fluks permeata brže raste u sistemima sa mešačem pa je i relativno povećanje fluksa veće kako se povećava koncentracija suspenzije do vrednosti početne koncentracije suspenzije oko 7 g/l nakon toga relativno povećanje fluksa postepeno opada. Uticaj protoka suspenzije ukazuje da pri minimalnim vrednostima protoka dolazi do najvećeg povećanja srednjeg fluksa.

Polinom drugog reda dobro aproksimira rezultate promene specifične potrošnje energije u funkciji eksperimentalnih promenljivih ($R^2=0,980$). Kao procena statističke mere značajnosti svakog od regresionih koeficijenata uzeta je njegova t vrednost. Na slici 5.29.a. prikazane su značajnosti pojedinih koeficijenata u korelaciji za relativnu promenu specifične potrošnje energije. Najznačajniji linearni efekti su protoka suspenzije i njene koncentracije. Najznačajniji kvadratni uticaj je za protok suspenzije, dok su najznačajnije interakcije koncentracije i transmembranskog pritiska odnosno protoka.

Uticaj transmembranskog pritiska i protoka suspenzije na relativnu promenu specifične potrošnje energije prikazan je na slici 5.29.b. Sa porastom protoka suspenzije raste i hidraulički pad snage, međutim porast fluksa permeata kada se koristi mešač dovoljan je da obezbedi rast relativne promene specifične potrošnje energije pri malim vrednostima transmembranskog pritiska. Sa druge strane promena protoka pri višim vrednostima transmembranskog pritiska dovodi do pada relativne promene specifične potrošnje energije. Pri višim protocima porast transmembranskog pritiska dovodi da pada relativne promene specifične potrošnje energije, nasuprot ponašanju na manjim protocima.

Na slici 5.29.c. prikazan je uticaj transmembranskog pritiska i koncentracije suspenzije na relativnu promenu specifične potrošnje energije tokom koncentrisanja suspenzija pekarskog kvasca. Pri svim posmatranim koncentracijama porast transmembranskog pritiska dovodi do rasta vrednosti relativne specifične potrošnje energije. Porast koncentracije suspenzije pri niskim vrednostima transmembranskog pritiska (oko 0,2 bara) dovodi do blagog pada relativne specifične potrošnje energije. Pri visokim koncentracijama suspenzije dolazi do lakšeg formiranja deblje filtracione pogače tako da je u tom slušaju porast fluksa permeata kod sistema sa prisustvom statičkog mešača manje izražen u odnosu na pad hidrauličke snage pri istom protoku pa na višim koncentracijama relativna specifična potrošnja energije opada.



Slika 5.29. Značajnost regresionih koeficijenata i uticaj eksperimentalnih promenljivih na relativnu promenu specifične potrošnje energije (koncentrisanje, 200 nm)

Uticaj protoka suspenzije i njene koncentracije na relativnu specifičnu potrošnju energije prikazan je na slici 5.29.d. Kako se moglo i očekivati sa porastom protoka suspenzije dolazi do pada relativne specifične potrošnje energije, jer sa povećanjem protoka pad hidrauličke snage postaje dominantan u određivanju specifične potrošnje energije na svim posmatranim koncentracijama. Pri manjim vrednostima protoka suspenzije porast njene koncentracije dovodi do rasta relativne promene specifične potrošnje energije, jer na nižim protocima efekat turbulencije statičkog mešača više doprinosi porastu fluksa usled otežanog formiranja deblje filtracione pogače. Sa druge strane pri većim protocima prisustvo mešača dovodi do porasta

fluksa, ali je pad hidrauličke snage sistema limitirajući faktor koji dovodi i do pada vrednosti relativne promene specifične potrošnje energije.

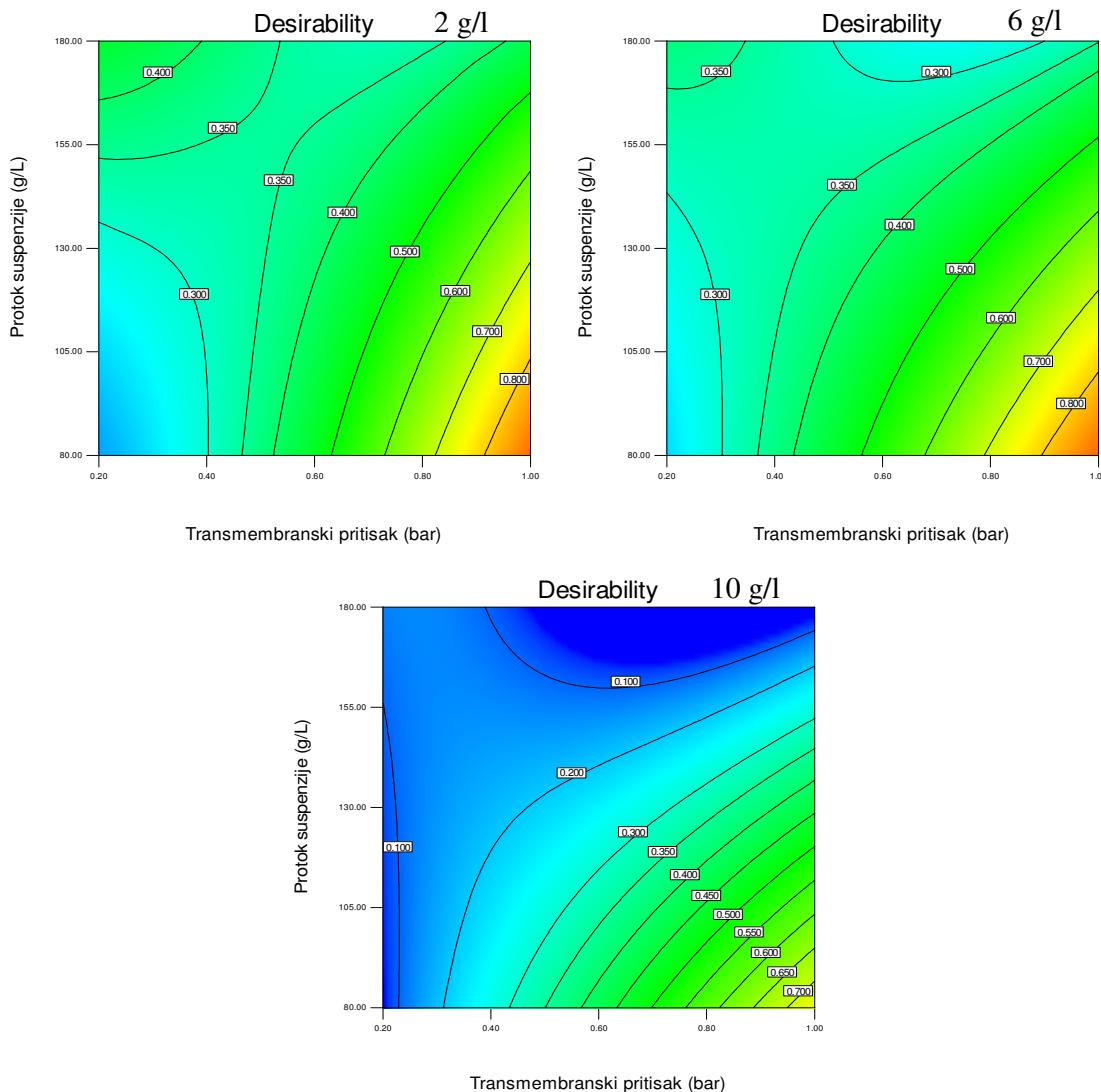
Rezultati regresione analize za membrane sa srednjim prečnikom pora 450 i 800 nm u radu pri koncentrisanju napojne suspenzije pekarskog kvsaca prikazani su u Prilogu 3.

Prilikom rada sa višekanalnom membranom, primena postupka odzivne površine daje rezultate koji su u saglasnosti sa rezultatima dobijenim na membranama sa jednim kanalom za sisteme u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije. Rezultati regresione analize prikazani su u Prilogu 4. Takođe, kao i kod sistema koji rade u uslovima recirkulacije napojne suspenzije utvrđeno je da pri transmembranskim pritiscima višim od 1 bara dolazi do pada fluksa permeata usled formiranja kompaktnije filtracione pogače sa porastom transmembranskog pritiska, što je posebno izraženo pri većim koncentracijama suspenzije (*Liberge i sar., 1994*).

5.1.2.3. Optimizacija u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije

Krajni cilj primene postupka odzivnih površina je optimizacija posmatranog procesa, tako da razvijeni modeli mogu biti korišteni za simulaciju i optimizaciju. Za optimizaciju procesa sa dva ili više odziva moguće je primeniti više optimizacionih postupaka, ali je jedna od najrasporostrjenijih metoda koncept željene funkcije (desirability function) (*Khayet i sar., 2008*).

U ovom radu za optimizaciju mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije odabrani su odzvi srednji fluks permeata u sistemima sa statičkim mešaćem (J_{SM}) i relativna promena specifične potrošnje energije (ER). Cilj optimizacije bio je odabir protoka suspenzije i transmembranskog pritiska za koje će izabrani odzivi biti maksimalni, odnosno njihove individualne željene funkcije imati što veću vrednost, idealno 1. Na slici 5.30. prikazani su rezultati optimizacije eksperimentalnih vrednosti transmembranskog pritiska i protoka suspenzije za različite koncentracije napojne suspenzije, dok je u tabeli 5.12 dat pregled optimalnih vrednosti variranih parametara i vrednosti optimizovanih odziva za te vrednosti. Kako se moglo i očekivati najniže vrednosti ukupne željene funkcije dobijene su za najviše koncentracije suspenzije (10 g/l), dok su najviše vrednosti dobijene pri najmanjim koncentracijama (2 do 6 g/l).



Slika 5.30. Zavisnost ukupne željene funkcije od transmembranskog pritiska i protoka suspenzije u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (membrana 200 nm)

Optimalni uslovi izvođenja procesa mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca ukazuju da je proces potrebno izvoditi pri maksimalnim vrednostima transmembranskog pritiska oko 1 bar, dok se optimalna vrednost protoka nalazi u na donjoj granici izabranih eksperimentalnih vrednosti, odnosno oko 80 l/h.

Ako za optimizaciju koriste svi faktori uključujući i koncentraciju suspenzije optimalne vrednosti parametara za simultanu optimizaciju srednjeg fluksa permeata u sistemima sa statičkim mešaćem i relativna promena specifične potrošnje energije dobijaju se rezultati koji odgovaraju koncentraciji suspenzije 4 g/l, dok protok ima vrednost 194,53 l/h i relativna promena specifične potrošnje energije 264,71 %. Kada se odabere samo jedan od dva odziva

onda su rezultati nešto izmenjeni i za maksimizaciju srednjeg fluksa permeata u sistemima sa statičkim mešačem iznose transmembranski pritisak 1 bar; protok suspenzije 207,47 l/h za vrednost koncentracije 2 g/l, dok je željena funkcija imala vrednost 1. Sa druge strane ako se za optimizaciju odabere samo odziv, relativna promena specifične potrošnje energije za optimalne uslove kada željena funkcija ima vrednost 1, vrednosti eksperimentalnih parametara su transmembranski pritisak 1 bara; protok suspenzije 176,39 l/h i koncentracija suspenzije 7,50 g/l.

Tabela 5.12

Rezultati optimizacije za vrednosti koncentracije suspenzije zadate eksperimentalnim planom (koncentrisanje)

Koncentracija suspenzije (g/l)	Transmembranski pritisak(bar)	Protok suspenzije(l/h)	J_{SM} (l/m ² h)	ER (%)	Ukupna željena funkcija
2	1	80,00	200,51	228,53	0,929
6	1	80,00	185,75	282,69	0,930
10	1	80,00	162,82	282,04	0,823

Zaključak

Rezultati ispitivanja mogućnosti primene koncepta neuronskih mreža i postupka odzivne površine jasno pokazuju da se njihovom primenom mogu adekvatno reprezentovati eksperimentalni rezultati cross-flow mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca.

U posmatranom eksperimentalnom opsegu odabranih promenljivih porast fluksa imao je vrednosti od 89,32% do 258,86% u uslovima recirkulacije napojne suspenzije, dok je u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije porast srednjeg fluksa iznosio od 100% do 540%. Značajan porast fluksa do kojeg dolazi postavljanjem statičkog mešača u kanal keramičke membrane uslovljen je uspostavljanjem turbulentnih uslova proticanja duž kanala membrane, ali i uspostavljanjem karakterističnog kretanja fluida, odnosno jedinstvene raspodele toka fluida sa uspostavljanjem istovremenog radijalnog mešanja, koja je posledica karakterističnog povezivanja helikoidnih elemenata Kenics statičkog mešača.

Primenom koncepta neuronskih mreža koeficijenti determinacije imali su veoma visoke vrednosti (oko 0,999) što ukazuje na prediktivne mogućnosti ovog koncepta u procenjivanju rezultata mikrofiltracije bez potrebe za izvođenjem dodatnih eksperimenata u posmatranom eksperimentalnom opsegu. Pored toga ispitana je mogućnost procene uticaja pojedinih eksperimentalnih promenljivih na posmatrane odzive primenom metoda Garsona i jačine sinaptičkih veza neurona. Rezultati ovih istraživanja ukazuju da je metoda jačine sinaptičkih veza neurona u saglasnosti sa rezultatima regresione analize u slučaju kada se mikrofiltracija izvodi u uslovima recirkulacije napojne suspenzije, što je u skladu sa objavljenim naučnim rezultatima u ovoj oblasti. Sa druge strane, u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije primenjene metode nisu bile u saglasnosti sa rezultatima regresione analize primenom postupka odzivne površine u pogledu rang uticaja promenljivih, ali je u pogledu njihovog uticaja na

ponašanje odziva bilo u skladu sa literaturnim navodima o uticaju pojedinih faktora na proces mikrofiltracije.

Koncept neuronskih mreža je pre svega "black-box" model, uprkos postojanju metoda procene uticaja parametara na merene veličine. Ovaj nedostatak moguće je prevazići primenom postuka odzivnih površina koji pored mogućnosti procene uticaja individualnih eksperimentalnih parametara omogućava i procenu njihovih međusobnih interakcija.

Postupak odzivne površine prvo je primenjen na određivanje uticaja srednjeg prečnika pora na proces mikrofiltracije u uslovima recirkulacije i koncentrisanja napojne suspenzije. Rezultati regresione analize ukazuju da je fitovanje eksperimentalnih rezultata lošije u poređenju sa konceptom neuronskih mreža. Koeficijent determinacije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije kretao se u opsegu 0,776-0,918; dok je u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije bio u opsegu 0,738-0,947. Analiza varijanse za posmatrane odzive ukazuje na činjenicu da su svi modeli statistički značajni pri nivou značajnosti 95% (p-vrednost 0,05).

Membrane sa većim prečnikom pora pokazale su slabije rezultate u pogledu dostignutih vrednosti fluksa permeata kako u uslovima recirkulacije napojne suspenzije, tako i tokom njenog koncentrisanja. Ova činjenica može se objasniti većim unutrašnjim prljanjem membrane, što je potkrepljeno literaturnim podacima o izboru veličine pora membrane pri mikrofiltraciji. Optimalni rezultati za vrednosti fluksa permeata ukazuju da je najbolje koristiti membranu srednjeg prečnika pora 200 nm.

Ispitivanja primene postupka odzivne površine na membrani od 200 nm, urađeni su u uslovima recirkulacije i koncentrisanja napojne suspenzije. Rezultati regresione analize ukazuju da je fitovanje eksperimentalnih rezultata bolje u poređenju sa primenom ovog postupka na sve membrane. Tako se koeficijent determinacije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije kretao u opsegu 0,908-0,992; dok je u uslovima koncentrisanja imao vrednosti od 0,976-0,994.

Takođe, urađena je analiza pojedinih promenljivih na posmatrane odzive. Utvrđeno je da tokom izvođenja mikrofiltracije u uslovima recirkulacije napojne suspenzije postoji opseg primenjenih protoka suspenzije koji daje najbolje rezultate u pogledu relativne promene specifične potrošnje energije, koji se kretao u opsegu umerenih protoka oko 120 - 130 l/h.

Porastom protoka suspenzije raste i hidraulički pad snage, međutim porast fluksa permeata je dovoljan da obezbedi rast relativne promene specifične potrošnje energije. Dostizanjem maksimuma pri umerenim vrednostima korištenih protoka, pad hidrauličke snage postaje dominantan tako i da je specifična potrošnja energije veća kod sistema sa statičkim mešaćem pa stoga dolazi do pada relativne promene specifične potrošnje energije, te primena statičkog mešača pri većim protocima nema opravdanost sa energetskog aspekta.

Optimizacija eksperimentalnih uslova urađena je primenom modifikovanog Harrington-ovog postupka željene funkcije. U ovom radu za optimizaciju mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca odabrani su odzivi stacionarni fluks permeata u sistemima sa statičkim mešaćem (J_{SM}) u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (srednji fluks u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije) i relativna promena specifične potrošnje energije (ER). Cilj optimizacije je bio odabir protoka suspenzije i transmembranskog pritiska za koje će odabrani odzivi biti maksimalni, odnosno njihove individualne željene funkcije imati što veću vrednost, idealno 1. Kako se moglo i očekivati u uslovima recirkulacije napojne suspenzije najniže vrednosti ukupne željene funkcije dobijene su za najviše koncentracije suspenzije (10 g/l), dok su najviše vrednosti dobijene pri najmanjim koncentracijama (2 g/l). Kada se odabere samo jedan od dva odziva onda su rezultati nešto izmenjeni i za maksimizaciju stacionarnog fluksa permeata u sistemima sa statičkim mešaćem iznose transmembranski pritisak 1 bar; protok suspenzije 126,66 l/h za najmanju vrednost koncentracije 2 g/l, dok je željena funkcija imala vrednost 1. Sa druge strane ako se za optimizaciju odabere samo odziv, relativna promena specifične potrošnje energije za optimalne uslove kada željena funkcija ima vrednost 1, vrednosti eksperimentalnih parametara su transmembranski pritisak 0,2 bara; protok suspenzije 108,52 l/h i koncentracija suspenzije 7,54 g/l.

Optimalni uslovi izvođenja procesa mikrofiltracije suspenzija pekarskog kvasca u uslovima koncentrisanja ukazuju da je proces potrebno izvoditi pri maksimalnim vrednostima transmembranskog pritiska oko 1 bar, dok se optimalna vrednost protoka nalazi u na donjoj granici izabranih eksperimentalnih vrednosti, odnosno oko 80 l/h. Ako za optimizaciju koriste svi faktori uključujući i koncentraciju suspenzije optimalne vrednosti parametara za simultanu optimizaciju srednjeg fluksa permeata u sistemima sa statičkim mešaćem i relativna promena specifične potrošnje energije dobijaju se rezultati koji odgovaraju koncentraciji suspenzije 4 g/l, dok protok ima vrednost 194,53 l/h i relativna promena specifične potrošnje energije 264,71 %. Kada se odabere samo jedan od dva odziva onda su rezultati nešto izmenjeni i za maksimizaciju

srednjeg fluksa permeata u sistemima sa statickim mešačem iznose transmembranski pritisak 1 bar; protok suspenzije 207,47 l/h za vrednost koncentracije 2 g/l, dok je željena funkcija imala vrednost 1. Sa druge strane ako se za optimizaciju odabere samo odziv, relativna promena specifične potrošnje energije za optimalne uslove kada željena funkcija ima vrednost 1, vrednosti eksperimentalnih parametara su transmembranski pritisak 1 bara; protok suspenzije 176,39 l/h i koncentracija suspenzije 7,50 g/l.

Literatura

Ahmad A.L. , A. Mariadas, and K.K. LauFlux, Enhancement by Introducing Turbulence Effect for Microfiltration of *Saccharomyces cerevisiae*, Sep. Sci. Tec., 40 (2005) 1213–1225.

Akhnazarova, S.; Kafarov, V: Experiment optimiziation in chemistry and chemical engineering, MIR Publishers, Moscow, 1982.

Altmann J., Ripperger S.: Particle deposition and layer formation at the crossflow microfiltration, J. Memb. Sci. 124 (1997) S119–S128.

Allen, T.T.: Introduction to engineering statistics and six sigma: statistical quality control and design of experiments and systems. Springer, London, 2006.

Aydiner, C., I. Demir and E. Yildiz (2005). "Modeling of flux decline in crossflow microfiltration using neural networks: the case of phosphate removal." Journal of Membrane Science 248: 53-62.

Belfort, G.P.: Synthetic Membrane Processes, Academic Press, New York, 1984.

Berg van den, G.B.; Smolders, C.A. (1992): Diffusional Phenomena In Membrane Separation Processes, J. Membrane Sci., 73 - 103.

Bhattacharjee, C., S. Datta: Analysis of polarized layer resistance during ultrafiltration of PEG-6000: an approach based on filtration theory, Sep. Purif. Technol. 33 (2003) 115–126.

Bhattacharya, P.K., S. Agarwal, S. De, U.V.S. Rama Gopal,: Ultrafiltration of sugar cane juice for recovery of sugar: analysis of flux and retention, Sep. Purif. Technol. 21 (2001) 247–259.

Bird, R.B.; Stewart, W.E.; Lightfoot, E.N.: Transport Phenomena, John Wiley, New York, 1960.

Bowen, W. R., M. G. Jones and H. N. S. Yousef (1998a). "Dynamic ultrafiltration of proteins - A neural network approach." Journal of Membrane Science 146: 225-235.

Blatt W., Dravid A., Michaels A.S., Nelsen L.: Solute polarization and cake formation in membrane ultrafiltration: causes, consequences and control techniques, in: J.E. Flinn (Ed.), Membrane Science and Technology, Plenum, New York, 1970, pp. 47–91.

Bowen, W. R., M. G. Jones and H. N. S. Yousef (1998b). "Prediction of the rate of cross-flow membrane ultrafiltration of colloid - a neural network approach." Chemical Engineering Science 53: 3793-3802.

Bowen, W. R., M. G. Jones, J. S. Welfoot and H. N. S. Yousef (2000). "Predicting salt rejections at nanofiltration membranes using artificial neural networks." Desalination 129: 147-162.

Bowen W.R., Mongruel A., WilliamsP.M.: in: Proceedings of the Seventh World Filtration Congress Budapest, Vol. 1, 1997, pp. 437–441.

Brereton, R.G.: Applied chemometrics for scientists. John Wiley & Sons Ltd., London, 2003.

Brosse, S., J.-F. Guégan, J. N. Tourenq and S. Lek (1999). "The use of artificial neural networks to assess fish abundance and spatial occupancy in the littoral zone of a mesotrophic lake." Ecological Modelling 120(2-3): 299-311.

Callan, R. (1999). The Essence of Neural Networks, Prentice Hall.

Catarinoa M. , A. Ferreirab, and A. Mendesa, Study and optimization of aroma recovery from beer by pervaporation, J. Membr. Sci., 341 (2009) 51–59.

Chang D.-J., Hwang S.-J.: Unsteady-state permeate flux of crossflow microfiltration: effect of particle size distribution, *Separation Sci. Tech.* 30 (14) (1995) 2917–2931.

Chellam, S. (2005). "Artificial neural network model for transient crossflow microfiltration of polydispersed suspensions." *Journal of Membrane Science* 258: 35-42.

Chen Y. R., Nguyen M., Park B. (1998): Neural network with principal component analysis for poultry carcass classification. *Journal of Food Process Engineering*, 21: 351-367.

Cheryan, M.: Ultrafiltration Handbook, Technomic Publishing Co., Inc., Lancaster, Basel, 1986.

Clarke, S.: Purification Using Membrane filtration, Sugar Jnl., [Nov.] (1994) 5.

Cojocaru C., G. Zakrzewska-Trznadel, and A. Miskiewicz, Removal of cobalt ions from aqueous solutions by polymer assisted ultrafiltration using experimental design approach. Part 2: Optimization of hydrodynamic conditions for a crossflow ultrafiltration module with rotating part, *J. Hazard. Mater.*, 169 (2009) 610–620.

Cojocaru C., M. Khayet, G. Zakrzewska-Trznadel, and A. Jaworska, Modeling and multi-response optimization of pervaporation of organic aqueous solutions using desirability function approach, *J. Hazard. Mater.*, 167 (2009) 52–63.

Cojocaru C., Zakrzewska-Trznadel G.: Response surface modeling and optimization of copper removal from aqua solutions using polymer assisted ultrafiltration, *Journal of Membrane Science* 298 (2007) 56–70

Corzo O., & Gomez E. R.: Optimization of osmotic dehydration of cantaloupe using desired function methodology, *Journal of Food Engineering*, (2004)64, 213-219.

Cox, D.R., Reid N.: The theory of design of experiments. Chapman & Hall, Great Britain, 2000.

Cu i Z.F. and Wright K.I.T.: Flux enhancements with gas sparging in downwards crossflow ultrafiltration: performance and mechanism, *J. Membr. Sci.*, 117 (1996) 109–116.

Curcio, S., G. Scilingo, V. Calabrò and G. Iorio (2005). "Ultrafiltration of BSA in pulsating conditions: an artificial neural networks approach." *Journal of Membrane Science* 246(2): 235-247.

Cybenko G. (1989): Approximations by superimpositions of a Sigmoid function. *Math. Cont. Signal Systems* 2: 303-314.

Delgrange, N., C. Cabassud, M. Cabassud, L. Durand-Bourlier and J. M. Lainé (1998). "Neural networks for prediction of ultrafiltration transmembrane pressure - application to drinking water production." *Journal of Membrane Science* 150: 111-123.

Delgrange-Vincent, N., C. Cabassud, M. Cabassud, L. Durand-Bourlier and J. M. Lainé (2000). "Neural networks for long term prediction of fouling and backwash efficiency in ultrafiltration for drinking water production." *Desalination* 131: 353-362.

Demuth, H. and M. Beale (2004). *Neural Network Toolbox for use with MATLAB®*, The Mathworks, Inc.

Derringer G. C.: Optimizing a product's properties, *Quality Progress*, (1994)26, 51-58.

Duric M., Gyura J., Zavargo Z., Šereš Z., Tekić M.: Modelling of ultrafiltration of non-sucrose compounds in sugar beet processing, *Journal of Food Engineering* (2004)65, 73-82.

Garson, G. D. (1991). "Interpreting neural network connection weights." *AI Expert* 6: 47-51.

Gozlan, R. E., S. Mastrorillo, G. H. Copp and S. Lek (1999). "Predicting the structure and diversity of young-of-the-year fish assemblages in large rivers." *Freshwater Biology* 41(4): 809-820.

Gupta B. B., Howell J. A., D. Wu, R. W.: Field A helical baffle for cross-flow microfiltration (1995) *Journal of Membrane Science*, Volume 102, Pages 31-42

Gyura, J.; Sörös, Z.; Eszterle, M: Influence of operating parameters on the separation of colorants from sugar hous juices by ultra- and nano-filtration, Zuckerindustrie 129 (2004) (3) 174-180.

Gyura, J.; Šereš, Z.; Eszterle, M: Influence of operating parameters on separation of green syrup coloured matter from sugar beet by ultra- and nano-filtration, Journal of Food Engineering 66 (2005) 89-96.

Gyura, J.; Šereš, Z.; Vatai, Gy.; Békási-Molnár, E.: Separation of nonsucrose compounds from the syrup of sugar-beet processing by ultra- and nanofiltration using polymer membranes. Desalination 148 (2002) 49-56.

Hajmeer, M., I. A. Basheer and Y. M. Najjar (1997). "Computational neural networks for predictive microbiology II. Application to microbial growth." International Journal of Food Microbiology 34: 51-66.

Hamachi, M., M. Cabassud, A. Davin and M. Mietton Peuchot (1999). "Dynamic modelling of crossflow microfiltration of bentonite suspension using recurrent neural networks." Chemical Engineering and Processing 38: 203-210.

Ilias, S.; Govind, R. (1993): A Study on Concentration Polarization, Sep. Sci. Techn., 28 [1-3] 361.

Khayet M., C. Cojocaru, and G. Zakrzewska-Trznadel, Response surface modelling and optimization in pervaporation, J. Membr. Sci., 321 (2008) 272–283.

Kimura, S. (1992): Transport Phenomena in Membrane Separation Processes, J. Chem. Eng. Japan, 25 [5] 469.

Kimura, S.; Sourirajan, S. (1967): Analysis of data in revers osmosis with porous cellulose acetate membranes used, AIChEJ. 13[3] 497.

Koseoglu, S.S.; Rhee, K.C.; Lusas, E.W. (1991): Membrane separations and application in cereal processing, *Cer. Foods World* 36 376.

Krstić D.M. , M.N. Tekić, M.Dj. Carić and S.D. Milanović, Static turbulence promoter in cross-flow microfiltration of skim milk, *Desalination*, 163 (2004) 297–309.

Krstić D.: Poboljšanje „cross-flow“ mikrofiltracije upotrebom statičkog mešača kao promotora turbulencije, doktorska disertacija, (2003) Tehnolški fakultet, Novi Sad, Srbija.

Krstić, D.; Tekic, M.; Caric, M.; Milanovic, S.: The effect of turbulence promoter on cross-flow microfiltration of skimmed milk, *J. Membr. Sci.* 208 (2002) 297-309.

Lazić Z.R., Design of Experiments in Chemical Engineering: A Practical Guide, Wiley-VCH, Weinheim, 2004.

Lee Y., Clark M.M.: Modelling of flux decline during crossflow ultrafiltration of colloidal suspensions, *J. Memb. Sci.* 149 (1998) 181–202.

Liberge R., P. Colinart, P. Fessier, and H. Renon, Data and model for progressive fouling in cross-flow microfiltration of yeast on three industrial mineral membranes, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 33 (1994) 1310–1318.

Lim, Y., Y.-S. Moon and T. W. Kim (2007). "Artificial neural network approach for prediction of ammonia emission from field-applied manure and relative significance assessment of ammonia emission factors." *European Journal of Agronomy* 26(4): 425-434.

Maier, H. R. and G. C. Dandy (2000). "Neural networks for the prediction and forecasting of water resources variables: a review of modelling issues and applications." *Environmental Modelling and Software* 15: 101-124.

Mastrorillo, S., S. Lek and F. Dauba (1997). "Predicting the abundance of minnow Phoxinus phoxinus (Cyprinidae) in the River Ariège (France) using artificial neural networks." *Aquatic Living Resources* 10: 169-176.

Montgomery, D.C., Runger, G.C: Applied statistics and probability for engineers. John Wiley & Sons Inc., New York, 2003.

Morgan E.,(1991): Chemometrics and experimental design, John Wiley i Sons, NY.

Myers R.H. and C.M. Montgomery, Response surfaces methodology: process and product optimization using designed experiments, Wiley, New York, 1995.

Ní Mhurchú, J. and G. Foley: Dead-end filtration of yeast suspensions: Correlating specific resistance and flux data using artificial neural networks. *Journal of Membrane Science* 281(1-2) (2006): 325-333.

Nidal, H., Oluwaseun O. O., and Nick, J.M.: Experimental investigation on the separation of bentonite using ceramic membranes: effect of turbulence promoters., *Separation Science and Technology*, (2008) 43, 286-309.

Olden Julian D., Michael K. Joy, Russell G. Death: An accurate comparison of methods for quantifying variable importance in artificial neural networks using simulated data *Ecological Modelling* 178 (2004) 389–397.

Olden, J. D. and D. A. Jackson (2002). "Illuminating the “black box”: a randomization approach for understanding variable contributions in artificial neural networks." *Ecological Modelling* 154(1-2): 135-150.

Ozdemir M., Ozen Banu F., Dock Lisa L., Floros John D.,: Optimization of osmotic dehydration of diced green peppers by response surface methodology, *LWT-Food Science and Technology*, 68 (2008) 1-7.

Patel, P.N., Mehaia, M.A. and Cheryan, M.: Cross-flow membrane fuiltration of yeast suspensions. *Journal of Biotechnology*, (1987) 5, 1-16.

Piron, E., E. Latrille and F. René (1997). "Application of artificial neural networks for crossflow microfiltration modelling: "black-box" and semiphysical approaches." *Computers in Chemical Engineering* 21: 1021-1030.

Rai, P., G. C. Majumdar, S. DasGupta and S. De (2005). "Modelling the performance of batch ultrafiltration of synthetic fruit juice and mosambi juice using artificial neural network." *Journal of Food Engineering* 71: 273-281.

Razavi, M. A., A. Mortazavi and M. Mousavi (2003a). "Dynamic modeling of milk ultrafiltration by artificial neural network." *Journal of Membrane Science* 220: 47-58.

Razavi, M. A., A. Mortazavi and M. Mousavi: Application of neural networks for crossflow milk ultrafiltration simulation. *International Dairy Journal* 14: (2004) 69-80.

Razavi, M. A., M. Mousavi and A. Mortazavi (2003b). "Dynamic prediction of milk ultrafiltration performance: A neural network approach." *Chemical Engineering Science* 58: 4185-4195.

Ribeiro A. P. B., N. Bei, L. A. Guaraldo Goncalves, J. C. Cunha Petrus, and L.A. Viotto, The optimisation of soybean oil degumming on a pilot plant scale using a ceramic membrane, *J. Food Eng.*, 87 (2008) 514–521.

Ripperger S. Altmann J.: Crossflow microfiltration – state of the art, *Separation and Purification Technology* 26 (2002) 19–31.

Ripperger S.: *Mikrofiltration mit Membranen*, VCH, Weinheim, 1995.

Romagnoli M., Gualtieri M. L., Advantages in Using Design of experiments and Artificial Neural Networks in the Study and Optimization of Ceramic Systems, Tile and Brick, International Manual, 2009.

Russotti, A. Edward Osawa, Robert D. Sitrin, Barry C. Buckland, William R. Adams, Steven S. Lee (1995): Pilot-scale harvest of recombinant yeast employing microfiltration: a case study Journal of Biotechnology, Volume 42, Issue 3, 16 October, Pages 235-246.

S.R. Bellara, Z.F. Cui, and D.S. Pepper, Gas sparging to enhance permeate flux in ultrafiltration using hollow fibre membranes, *J. Membr. Sci.*, 121 (1996) 175–184.

Sablani S. S., Ramaswamy H. S., Prashshe, S. O. (1995): A neural network approach for thermal processing applications, *Journal of Food Processing and Preservation*, 19: 283-301

Sablani S. S., Ramaswamy H. S., Sreekanth S., Prasher S. O. (1997): Neural network modeling of heat transfer to liquid particle mixtures in cans subjected to end-over-end processing, *Food Research International*, 30(2): 105-116.

Sanjeev G. Redkar, Robert H. Davis *Biotechnol. Prog.*, (1993), 9 (6), pp 625–634.

Sarkar B., Sengputa A., De S. and DasGupta S.: Prediction of permeate flux during electric field enhanced cross-flow ultrafiltration – A neural network approach, *Separation and Purification Technology*, (2008), doi:10.1016/j.seppur.2008.10.032.

Shetty, G. R. and S. Chellam (2003). "Predicting membrane fouling during municipal drinking water nanofiltration using artificial neural networks." *Journal of Membrane Science* 217: 69-86.

Shetty, G. R., H. Malki and S. Chellam (2003). "Predicting contaminant removal during municipal drinking water nanofiltration using artificial neural networks." *Journal of Membrane Science* 212: 99-112.

Singh, N.; Cheryan, M. (1997): Membrane Technology in Corn Wet Milling, *Cer. Foods World*, 42 520.

Sourirajan, S. (1963): The mechanism of demineralization of aqueous sodium chloride solutions by flow, under pressure, through porous membranes, *Ind. Eng. Chem. Fundamentals* 251.

Sourirajan: Reverse Osmosis, Logos Press Limited, London, 1970.

Spriggs, D.; Li, N.N.: Liquid Permeation Through Polymeric Membranes, U Membrane Separation Processes, ed. P. Meares, Elsevier Scientific Publishers, Amsterdam, 1976.

Šereš Z., J. Gyura, M. Đurić, G. Vatai, and A. Jokić, Separation of non-sucrose compounds from sugar beet syrup by ultrafiltration with ceramic membrane containing static mixer, Desalination, 250 (2010) 136–143.

Šereš, Z.; Gyura, J.; Eszterle, M.; Vatai, Gy.: Coloured matters removal from sugar beet industry syrup by ultra- and nano-filtration, Acta alimentaria 33 (2004) (2) 119-127.

Taddei, C., Aimar, P., Howell J. A., and Scott, J. A.: Yeast cell harvesting from cider using microfiltration. Journal of Chemical Technology and Biotechnology, (1990) 47, 365-376.

Vatai G. N., D. M. Krstic, W. Höflinger, A. K. Koris, and M. N. Tekic, Combining air sparging and the use of a static mixer in cross-flow ultrafiltration of oil/water emulsion, Desalination, 204 (2007) 255–264.

Vatai G.N., and M.N. Tekić, Convection promotion and gel formation in an ultrafiltration process, Chem. Eng. Comm., 132 (1995) 141-149.

Wijmans J. G., Nakao S., Berg Van Den J. W. A., Troelstra F. R., Smolders C. A.: Hydrodynamic resistance of concentration polarization boundary layers in ultrafiltration, Journal of Membrane Science, Volume 22, Issue 1, January 1985, Pages 117-135.

Wakeman R.J., Williams C.J.: Additional techniques to improve microfiltration Separation and Purification Technology 26 (2002) 3–18.

Zydney A.L., Colton C.K., A concentration polarization model for the filtrate flux in cross-flow microfiltration of particulate suspensions, Chem. Eng. Commun. 47 (1986) 1–21.

PRILOG 1.

Tabela P1.1

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (450 nm)

Odzivi	J _{NSM} (L/m ² h)		J _{SM} (L/m ² h)		FI (%)		ER (%)	
Efekti	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost
<i>Odsečak</i>								
b ₀	84,346	5,19	-61,461	-1,89	-110,020	-2,16	-429,314	-4,63
<i>Linearni</i>								
b ₁	-9,720	-0,53	225,466	6,12	222,482	3,85	254,320	2,42
b ₂	7,630	0,70	-151,398	-6,93	-139,387	-4,07	-180,867	-2,90
b ₃	-0,376	-1,91	0,561	1,42	0,345	0,56	3,384	3,02
<i>Kvadratni</i>								
b ₁₁	0,001	2,01	-0,001	-0,73	-0,001	-0,47	-0,012	-3,11
b ₂₂	-9,072	-4,93	8,616	2,34	23,003	3,98	64,409	6,13
b ₃₃	-0,057	-0,52	-0,266	-1,22	-0,222	-0,65	-0,652	-1,05
<i>Interakcije</i>								
b ₁₂	-0,134	-1,59	0,307	1,83	0,488	1,86	1,538	3,21
b ₁₃	3,344	3,19	-8,028	-3,82	-14,524	-4,41	-34,541	-5,77
b ₂₃	0,045	5,38	-0,026	-1,53	-0,072	-2,74	-0,290	-6,06

Tabela P1.2

Analiza varijanse (ANOVA) modelovanih u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (450 nm)

Odziv	Poreklo								
	Rezidual			Model					
	DF	SS	MS	DF	SS	MS	F	p-vrednost	R ²
J _{NSM}	5	114,13	22,826	9	114,13	328,130	14,375	0,004528	0,963
J _{SM}	5	296,42	59,284	9	296,42	1916,475	32,327	0,000662	0,983
FI	5	4954,71	990,943	9	4954,71	9260,635	9,345	0,012047	0,944
ER	5	4229,00	845,801	9	4229,00	7519,344	8,890	0,013456	0,941

Tabela P1.3

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (800 nm)

Odzivi	J _{NSM} (L/m ² h)		J _{SM} (L/m ² h)		FI (%)		ER (%)	
Efekti	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost
<i>Odsečak</i>								
b ₀	72,785	6,27	31,189	1,01	-317,977	-2,25	-169,466	-1,70
<i>Linearni</i>								
b ₁	11,718	0,89	227,196	6,47	606,300	3,79	232,337	2,06
b ₂	-0,187	-1,33	0,437	1,16	2,634	1,54	0,732	0,61
b ₃	-10,336	-7,86	7,326	2,09	107,422	6,71	43,537	3,87
<i>Kvadratni</i>								
b ₁₁	-16,193	-2,08	-61,360	-2,95	-58,266	-0,61	360,588	5,40
b ₂₂	0,002	4,15	0,001	0,48	-0,008	-1,32	0,005	1,15
b ₃₃	0,936	12,00	-0,455	-2,19	-7,945	-8,37	-1,898	-2,84
<i>Interakcije</i>								
b ₁₂	0,143	2,38	-0,420	-2,62	-3,212	-4,40	-4,185	-8,15
b ₁₃	-0,606	-0,81	-3,927	-1,96	4,812	0,53	-2,416	-0,38
b ₂₃	-0,038	-6,41	-0,043	-2,70	-0,004	-0,05	-0,155	-3,02

Tabela P1.4

Analiza varijanse (ANOVA) modelovanih odziva u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (800 nm)

Odziv	Poreklo								
	Rezidual		Model						
	DF	SS	MS	DF	SS	MS	F	p-vrednost	R ²
J _{NSM}	5	56,34	11,267	9	1622,94	180,326	16,004	0,003528	0,966
J _{SM}	5	225,85	45,170	9	7780,92	864,547	19,140	0,002318	0,972
FI	5	554,24	110,848	9	7227,52	803,058	7,245	0,021027	0,929
ER	5	1834,33	366,866	9	46094,59	5121,621	13,960	0,004845	0,962

PRILOG 2.

Tabela P2.1

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (19kanala)

Efekti	Koeficijent	t-vrednost
<i>Odsečak</i>		
b_0	0,910	0,02
<i>Linearni</i>		
b_1	88,934	1,24
b_2	12,463	2,22
b_3	-4,333	-1,30
<i>Kvadratni</i>		
b_{11}	-32,941	-0,70
b_{22}	-0,256	-1,23
b_{33}	0,229	1,95
<i>Interakcije</i>		
b_{12}	-5,343	-1,773
b_{13}	-0,806	-0,354
b_{23}	-0,207	-1,378

Tabela P2.2

Analiza varijanse (ANOVA) modelovanih odziva u uslovima recirkulacije napojne suspenzije (19kanala)

Odziv	Poreklo								
	Rezidual			Model					
	DF	SS	MS	DF	SS	MS	F	p-vrednost	R ²
J	9	22669,0	2518,78	5	166889,9	18543,32	15,77581	0,004845	0,875

PRILOG 3.

Tabela P3.1

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (450 nm)

Odzivi	J _{NSM} (L/m ² h)		J _{SM} (L/m ² h)		FI (%)		ER (%)	
Efekti	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost
<i>Odsečak</i>								
b ₀	84,471	3,65	139,308	3,74	-125,641	-0,82	-154,162	-1,09
<i>Linearni</i>								
b ₁	-39,572	-1,51	90,785	2,15	494,602	2,86	154,843	0,97
b ₂	44,299	2,85	-41,436	-1,65	-281,375	-2,75	247,513	2,62
b ₃	-0,503	-1,80	-0,364	-0,81	3,079	1,67	2,219	1,30
<i>Kvadratni</i>								
b ₁₁	0,003	2,99	0,000	0,25	-0,015	-2,35	-0,005	-0,82
b ₂₂	-3,813	-1,45	-12,320	-2,92	6,868	0,40	2,439	0,15
b ₃₃	0,068	0,44	0,357	1,42	-0,597	-0,58	1,035	1,09
<i>Interakcije</i>								
b ₁₂	-0,122	-1,02	0,596	3,10	0,282	0,36	-2,131	-2,93
b ₁₃	-1,866	-1,25	-9,170	-3,81	2,999	0,30	-8,740	-0,96
b ₂₃	0,014	1,18	0,047	2,42	-0,013	-0,17	-0,126	-1,73

Tabela P3.2

Analiza varijanse (ANOVA) modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (450 nm)

Odziv	Poreklo								
	Rezidual			Model					
	DF	SS	MS	DF	SS	MS	F	p-vrednost	R ²
J _{NSM}	5	114,13	22,826	9	114,13	328,130	14,375	0,004528	0,963
J _{SM}	5	296,42	59,284	9	296,42	1916,475	32,327	0,000662	0,983
FI	5	4954,71	990,943	9	4954,71	9260,635	9,345	0,012047	0,944
ER	5	4229,00	845,801	9	4229,00	7519,344	8,890	0,013456	0,941

Tabela P3.3

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (800 nm)

Odzivi	J _{NSM} (L/m ² h)		J _{SM} (L/m ² h)		FI (%)		ER (%)	
	Efekti	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent	t-vrednost	Koeficijent
<i>Odsečak</i>								
b ₀	156,835	4,83	52,868	1,36	-299,211	-1,56	-169,239	-0,65
<i>Linearni</i>								
b ₁	3,409	0,09	72,849	1,65	603,185	2,77	231,239	0,79
b ₂	-24,413	-1,12	-52,415	-2,01	-297,457	-2,30	90,348	0,52
b ₃	-1,349	-3,44	0,060	0,13	1,118	0,48	0,795	0,25
<i>Kvadratni</i>								
b ₁₁	0,004	2,53	0,002	1,39	0,013	1,57	0,006	0,50
b ₂₂	-18,480	-5,03	-7,000	-1,59	58,364	2,68	14,831	0,51
b ₃₃	0,226	1,04	0,830	3,18	4,117	3,19	2,813	1,62
<i>Interakcije</i>								
b ₁₂	0,098	0,58	0,086	0,43	-0,771	-0,78	-1,652	-1,23
b ₁₃	1,175	0,56	0,140	0,06	-6,965	-0,56	-9,209	-0,55
b ₂₃	0,118	7,02	-0,071	-3,54	-0,833	-8,40	-0,360	-2,69

Tabela P3.4

Analiza varijanse (ANOVA) modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (800 nm)

Odziv	Poreklo								
	Rezidual			Model					
	DF	SS	MS	DF	SS	MS	F	p-vrednost	R ²
J _{NSM}	5	224,38	44,877	9	4895,94	543,99	12,122	0,006702	0,956
J _{SM}	5	322,39	64,478	9	9113,42	1012,60	15,705	0,003687	0,966
FI	5	7874,75	1574,950	9	177920,56	19768,95	12,552	0,006188	0,958
ER	5	14329,67	2865,935	9	59306,21	6589,58	2,299	0,186186	0,805

PRILOG 4.

Tabela P4.1

Koeficijenti regresione jednačine modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (19kanala)

Efekti	Koeficijent	t-vrednost
<i>Odsečak</i>		
b_0	-4,082	-0,02
<i>Linearni</i>		
b_1	635,000	2,52
b_2	6,155	0,33
b_3	-46,368	-2,47
<i>Kvadratni</i>		
b_{11}	-196,262	-1,74
b_{22}	-0,137	-0,17
b_{33}	4,032	3,51
<i>Interakcije</i>		
b_{12}	2,334	0,26
b_{13}	-32,521	-2,97
b_{23}	-0,563	-0,62

Tabela P4.2

Analiza varijanse (ANOVA) modelovanih odziva u uslovima koncentrisanja napojne suspenzije (19kanala)

Odziv	Poreklo								
	Rezidual			Model					
	DF	SS	MS	DF	SS	MS	F	p-vrednost	R ²
J	5	114,13	22,826	9	296,42	1916,475	32,327	0,000662	0,966