

УДК 664.1.039

Профессор В.А. Голыбин, доцент В.А. Федорук,
студент А.Н. Горохов

(Воронеж. гос. ун-т инж. технол.) кафедра технологии броидильных и сахарных
производств, тел. (473) 255-07-51

преподаватель О.С. Насонова

(ФГОУ СПО «Жердевский колледж сахарной промышленности»),
тел. (47535) 5-45-08

Повышение эффективности завершающего этапа известково-углекислотной очистки диффузионного сока

Обоснованы режимы технологических операций, позволяющие повысить эффективность использования гидроксида кальция в процессе очистки диффузионного сока.

Justified modes of technological operations, allowing to raise efficiency of using calcium hydroxide in the cleaning diffusion juice process.

Ключевые слова: очистка диффузионного сока, гидроксид кальция, двухступенчатая сатурация

Современная технологическая схема очистки известковым молоком и сатурационным газом, применяемая на свеклосахарных заводах, позволяет за счет реакций коагуляции, осаждения, адсорбции и других удалить только 25-35 % несахаров, содержащихся в исходном диффузионном соке [9]. Преобладающая часть оставшихся в очищенном соке растворенных несахаров в конечном итоге переходит в мелассу, на долю которой приходятся основные потери сахарозы в производстве (12-15 % и более к массе, введенной в составе свеклы, сахарозы).

В ранее выполненных исследованиях нами рекомендована последовательность технологических операций первого этапа известково-углекислотной очистки диффузионного сока [4]. Целью настоящего исследования явилось научно-практическое обоснование параметров технологических операций завершающего этапа известково-углекислотной очистки (ИУО) диффузионного сока.

Технологические операции современной физико-химической очистки диффузионного сока осуществляются не по принципу постепенной обработки жидких полупродуктов в оптимальных условиях для достижения максимальных эффектов очистки, а в неэффективных режимах работы аппаратов-реакторов неполного смешивания с большой дисперсией времени пребывания отдельных объемных

долей потока смеси сока с используемыми реагентами. Такие способы проведения операций не позволяют получить максимальный положительный результат по качеству очищенного сока, по величинам эффектов очистки (степени удаления несахаров), по фильтрационным показателям сатурационных соков.

Полный переход на всех сахарных заводах от периодических процессов очистки диффузионного сока (предварительная и основная дефекация, I и II сатурации) на непрерывные в односекционных аппаратах с низкой объемной активной щелочностью и ее неоднородным полем при наличии застойных зон не позволил повысить эффективность традиционных и повсеместно применяемых химических реагентов – известкового молока и сатурационного газа.

Наоборот, в исследованиях, выполненных при переработке сырья различного качества при осуществлении непрерывной сатурации в сравнении с периодической очищенный сок имел более высокое содержание солей-накипеобразователей, остаточных высокомолекулярных несахаров, характеризовался повышенной цветностью [6].

Отечественная схема ИУО диффузионного сока, включающая теплую прогрессивную предварительную дефекацию, теплогорячую основную дефекацию, I сатурацию, фильтрацию, дополнительную известковую обработку фильтрата сока, II сатурацию, фильтрацию имеет основной недостаток – относи-

Влияние отбора гидроксида кальция на качество сатурационных соков

Показатели сатурационных соков	Отбор СаО на дополнительную дефекацию, %			
	0,0	0,3	0,6	0,9
Сок I сатурации				
Скорость фильтрования, см ³ /мин см ²	2,79	1,58	1,41	1,28
Цветность, усл. ед. / 100 СВ	29,4	34,5	38,9	45,6
Сок II сатурации				
Цветность, усл. ед. / 100 СВ	42,3	37,4	40,2	44,3
Массовая доля солей кальция, % 100 СВ	0,37	0,35	0,41	0,43

тельно низкую эффективность реакций взаимодействия в отдельных аппаратах используемых химических реагентов с присутствующими несахарами [7]. Например, в периодических дефекаторах достигается степень разложения редуцирующих веществ (РВ), относящихся к наиболее вредным органическим несахарам диффузионного сока, 92 – 95 %, в то время как в непрерывных проточных аппаратах этот показатель не превышает 75 – 78 %. Известно, что остаточное содержание РВ в очищенном соке является критерием его термической устойчивости и по требованиям современной технологии должно составлять 0,020-0,025 % к массе сока. С учетом выполнения указанного норматива в действующих схемах известковой очистки для повышения степени распада указанных несахаров предусматривается применение двухступенчатой известковой обработки диффузионного сока [3].

Нами показано, что наряду с другими, главной задачей первого этапа очистки диффузионного сока является достижение нормативной степени термощелочной деструкции вредных несахаров (РВ и азотистых соединений) при высоком адсорбционном эффекте образовавшихся продуктов распада в условиях относительно высокой щелочности карбонизации гидроксида в процессе I сатурации [8]. Известно, что продукты распада несахаров, в частности красящие вещества, наиболее полно адсорбируются карбонатом кальция при высокой щелочности, соответствующей рН среды 11,0-11,3 [1].

При невыполнении этого важного условия однозначно ожидаемым является снижение эффекта очистки сока на завершающем этапе очистки при проведении II сатурации фильтрованного сока, что ухудшит качество очищенного сока.

Наиболее заметные отрицательные последствия незавершенного первого этапа очистки диффузионного сока проявляются при переработке сахарной свеклы пониженного качества, содержащей повышенные концентрации указанных вредных несахаров. В таблице 1 приведены экспериментальные данные по качеству сатурационных соков при неполном разложении РВ в процессе основной дефекации перед I сатурацией (степень распада 78 % вместо 95 %).

При отборе СаО на дополнительную дефекацию от 0 до 0,6 % качество очищенного сока по цветности значительно ниже, чем сока I сатурации. Лишь при увеличении расхода СаО на дополнительную дефекацию до 0,9 % намечилось некоторое снижение цветности очищенного сока в сравнении с соком I сатурации. Однако при этом фильтрационные показатели сока I сатурации ухудшились в два раза, массовая доля солей кальция возросла на 16 %. Приведенные экспериментальные данные подтверждают ранее приведенные рассуждения об определяющем влиянии качества сока I сатурации на эффективность завершающего этапа очистки сока.

Из данных таблицы 1 видно, что перенос адсорбционной очистки с I на II сатурации является нецелесообразным. Отбор 0,9 % СаО на вторую ступень адсорбционной очистки (а это более трети общего расхода извести на очистку диффузионного сока) не обеспечил эффективного удаления красящих веществ, что привело к получению очищенного сока с низкими показателями качества, из которого при его дальнейшей переработке невозможно будет получить белый сахар в соответствии с требованиями стандарта.

Для обеспечения оптимальных условий проведения завершающего этапа очистки, повышения эффекта удаления несахаров и снижения содержания кальциевых солей процесс II сатурации целесообразно проводить в две ступени при обоснованном расходе извести на дефекацию перед II сатурацией в интервале 0,25 – 0,45 % СаО с учетом качества свеклы с обязательным повторным использованием всей карбонатной суспензии на прогрессивной преддефекации (рисунок 1). Быстротечная предса-

турация гидроксида кальция (позиция 22, рисунок 1) в вертикальном восходящем потоке сока в состоянии интенсивной турбулизации способствует эффективной адсорбции красящих веществ на поверхности образующихся частиц карбоната кальция с положительным поверхностным зарядом. Нами показано, что в течение уже первых 12-15 с быстрой предсатурации

достигается эффект адсорбции красящих веществ 80-82 %, что в 1,4-1,6 раз превышает этот показатель в типовых сатураторах объемного типа. После предсатурации основная стадия II сатурации проходит непосредственно в сатураторе (позиция 5, рисунок 1) при оптимальном значении pH, что способствует максимальной декальцинации очищаемого сока.

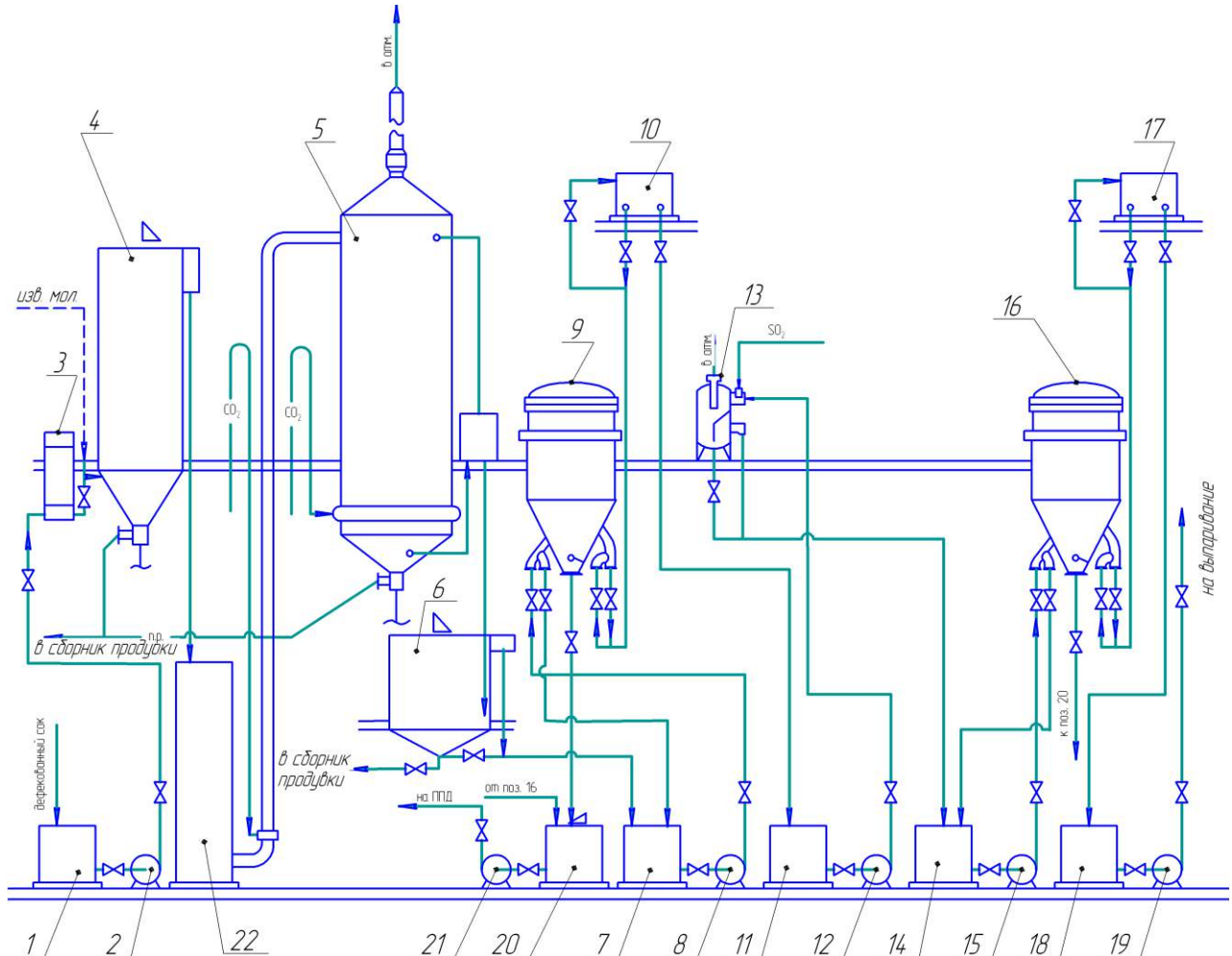


Рисунок 1 - Аппаратурно-технологическая схема завершающего этапа очистки диффузионного сока:

1 – сборник фильтрованного сока I сатурации, 2 – насос фильтрованного сока I сатурации, 3 – подогреватель, 4 – аппарат дополнительной дефекации, 5 – аппарат II сатурации, 6 – дозреватель сока II сатурации, 7 – сборник нефильтованного сока II сатурации, 8 – насос нефильтованного сока II сатурации, 9 – фильтр-сгуститель, 10 – напорный сборник, 11 – сборник фильтрованного сока II сатурации, 12 – насос фильтрованного сока II сатурации, 13 – сульфитатор жидкостно-струйный, 14 – сборник сульфитированного сока II сатурации, 15 – насос сульфитированного сока II сатурации, 16 – фильтр-сгуститель контрольного фильтрования, 17 – напорный сборник, 18 – сборник фильтрованного сока на выпаривание, 19 – насос фильтрованного сока на выпаривание, 20 – сборник суспензии сока II сатурации, 21 – насос суспензии сока II сатурации, 22 – быстротечный предсатуратор

При таком варианте сатурации нет необходимости увеличивать расход извести на дополнительную дефекацию с целью получения большего количества суспензии, возвращаемой на ППД, и уменьшения за счет этого возврата нефильтованного сока I сатурации (его сгущенной суспензии). Уменьшение расхода

извести на основную дефекацию приведет к заметному ухудшению адсорбционной очистки в условиях I сатурации. В результате часть введенного на дополнительную дефекацию оксида кальция при его карбонизации будет образовывать адсорбционную поверхность в условиях низкой щелочности II сатурации, где

эффект адсорбции красящих веществ значительно ниже.

Предлагаемый вариант двухступенчатой II сатурации способствует повышению на 25-30 % эффекта адсорбции карбонатом кальция, увеличению чистоты сока II сатурации, снижению на 15-18 % цветности очищенного сока. Это достигается за счет высокой дисперсности образующихся в процессе предсатурации частиц карбоната кальция, имеющих положительный электрокинетический потенциал.

Присутствие в поступающем на ИУО диффузионном соке значительных масс РВ вызывает на последующих операциях затруднения, обусловленные кальциевыми солями: интенсивное отложение накипи на поверхности теплообмена, ухудшение кристаллизации сахарозы, увеличение вязкости сгущенных сахарных растворов. Для снижения степени карбонатного пересыщения нами рекомендуется проводить дозревание сока II сатурации [2].

Были выполнены исследования по влиянию различных факторов ИУО на эффективность дозревания сока II сатурации. Диффузионный сок ($\text{Ч}=82,1\%$, $\text{РВ}=0,23\%$) очищали в лабораторных условиях по типовой схеме с дефекацией перед II сатурацией (вариант 1) и без нее (вариант 2). Расход CaO 100 % к массе несахаров сока. Осуществляли предварительную дефекацию путем возврата всей суспензии сока II сатурации. Сок после II сатурации при 82°C и pH_{20} 9,2-9,3 выдерживался при умеренной интенсивности перемешивания. В процессе дозревания в пробах сока определяли цветность и массовые доли солей кальция (таблица 2).

Т а б л и ц а 2

Влияние условий дозревания сока II сатурации на изменение его качественных показателей

Длительность, мин	Вариант 1		Вариант 2	
	Цветность, усл. ед.	соли кальция, %/100 СВ	цветность, усл. ед.	соли кальция, %/100 СВ
0	29,1	0,395	34,3	0,452
10	24,3	0,412	35,1	0,440
20	27,0	0,414	37,4	0,445
30	29,4	0,416	39,1	0,447
40	30,4	0,417	45,8	0,448

Дефекация перед II сатурацией (вариант 1) положительно сказалась на снижении цветности и солей кальция – в первые 15-20 мин выдержки цветность по вариант 1 снижалась, что подтверждает наличие остаточной адсорб-

ционной активности карбоната кальция. По варианту 2 цветность заметно (более чем на 30 %) нарастает, что можно объяснить продолжающимся процессом сокристаллизации частиц карбоната кальция с потерей ими противоионов (в т.ч. и красящих веществ), а также дефицитом активной поверхности. При проведении дефекации II (вариант 1) вследствие полидисперсности частиц карбоната кальция проходит перекристаллизация его микроструктур с увеличением доли более крупной фракции, что вызывает некоторое повышение присутствия солей кальция. В условиях состояния, близкого к изоионному, предпочтительнее выводятся молекулы и анионы красящих веществ, а при образовании карбоната кальция в присутствии избытка ионов Ca^{2+} образуются частицы с положительным ζ -потенциалом, что не способствует улучшению сорбции кальциевых солей. Приведенные данные подтверждают положительное влияние известковой обработки фильтрованного сока I сатурации – содержание солей кальция в соке II после дозревания ниже на 10 – 14 % в сравнении с очисткой по варианту 2.

По мнению отдельных исследователей, энергичное перемешивание в процессе дозревания сока II сатурации способствует снижению пересыщения карбоната кальция [5]. Однако в опубликованных источниках не приведены конкретные значения, характеризующие интенсивность перемешивания. Нами исследовано влияние частоты вращения мешалки (60; 600; 1000; 1500 мин^{-1}) в процессе дозревания сока II сатурации, что с учетом геометрических размеров соответствует величинам критерия Re – $0,53 \cdot 10^4$; $5,3 \cdot 10^4$; $8,8 \cdot 10^4$; $1,33 \cdot 10^5$. Очистке подвергали сок по варианту 1 с дополнительной дефекацией перед II сатурацией. В режиме дозревания без перемешивания цветность сока несколько повышалась, что объясняется низким уровнем гидродинамической обстановки, следовательно, недостаточной поверхностью массообмена частиц карбоната кальция, участвующих в адсорбционном удалении красящих веществ. При малой интенсивности перемешивания (критерий Re $0,53 \cdot 10^4$) цветность изменялась незначительно, поведение кальциевых солей не отличалось от ранее полученных результатов. При увеличении величины критерия Re до $5,3 \cdot 10^4$ произошло снижение цветности сока почти на 19 % и солей кальция на 4,7 %. Дальнейшее возрастание критерия Re до $8,8 \cdot 10^4$ и более вызывало увеличение цветности сока при отрицательном эффекте снижения содержания кальциевых солей.

Таким образом, повышенная интенсивность перемешивания в процессе выдержки сока ($Re > 6,5 \cdot 10^4$) неблагоприятно сказывается на показателях его качества. Повышение цветности и концентрации кальциевых солей можно объяснить интенсивными окислительными процессами, в том числе и сахарозы, за счет кислорода воздуха вследствие высокой турбулизации сока, а также возможным растворением микрочастиц карбоната кальция с переходом противоионов несахаров в раствор. Отрицательное влияние высокой интенсивности перемешивания особенно заметно сказывалось на сырье низкого качества, когда присутствие продуктов распада РВ и деструкции высокомолекулярных соединений затрудняло в процессе карбонизации формирование однородных частиц карбоната кальция.

Последней технологической операцией очистки диффузионного сока является обработка фильтрованного сока II сатурации диоксидом серы (сульфитация). При этом достигается некоторое обесцвечивание красящих веществ за счет их восстановления, снижается интенсивность образования новых окрашенных соединений вследствие блокирования карбонильных групп моносахаридов, происходит контролируемое снижение рН сока с целью минимизации распада сахарозы и нарастания цветности сока при его высокотемпературном сгущении. При установлении параметров осуществления этой операции следует подходить дифференцированно с учетом качества свеклы и химического состава несахаров.

Обязательным условием эффективной сульфитации является достижение в процессе II сатурации состояния, соответствующего оптимальной щелочности сока, что исключает присутствие в нем свободной известковой щелочности.

Проведение сульфитации сока целесообразно лишь для сатурационного сока с высокой натуральной щелочностью. При очистке диффузионного сока с низкой или отрицательной натуральной щелочностью сульфитировать сок II сатурации нельзя, так как сернистая кислота нейтрализует остаточную щелочность, что повысит содержание солей кальция в продуктах, ухудшит качество белого сахара, повысит потери сахарозы в мелассе. Сульфитация сока II сатурации также недопустима при высокой концентрации в нем нитритов, что является следствием интенсивного микробиологического инфицирования в диффузионном аппарате. Появляющиеся

в очищенном соке нитриты могут вступать во взаимодействие с сернистыми соединениями с образованием имидодисульфонов, что способствует увеличению содержания золы в очищенном соке, сиропе и белом сахаре. Известно, что показатель содержания золы в белом сахаре в соответствии с действующим отечественным стандартом существенно уступает европейским требованиям [10].

Таким образом, при проведении завершающего этапа очистки диффузионного сока при изменении качества поступающей на переработку свеклы следует корректировать режимы известковой обработки фильтрованного сока I сатурации (расход CaO , продолжительность дополнительной дефекации), осуществлять двухступенчатую II сатурацию с быстрой предсатурацией при повышенном значении рН, проводить дозревание нефильтрованного сока II сатурации с управляемой интенсивностью перемешивания, дифференцированно подходить к обоснованию как включения в работу процесса сульфитации сока, так и ее параметров.

ЛИТЕРАТУРА

- 1 Бобровник, Л.Д. Физико-химические основы очистки в сахарном производстве [Текст] / Л.Д. Бобровник. – Киев: Высшая школа, 1994. – 225 с.
- 2 Голыбин, В.А. О целесообразности выдержки сока II сатурации [Текст] / В.А. Голыбин, Ю.И. Зелепукин // Сахарная промышленность. – 1985. - № 9. – С. 33-35.
- 3 Голыбин, В.А. Совершенствование физико-химической очистки сахарных растворов [Текст] / В.А. Голыбин. – Воронеж: ВГТА, 1999. – 128 с.
- 4 Голыбин, В.А. Факторы эффективности операций первого этапа известково-углекислотной очистки диффузионного сока [Текст] / В.А. Голыбин, В.А. Федорук, М.А. Лавренова // Вестник ВГУИТ. - 2013. – № 2. – С. 182-187.
- 5 Захаров, К.П. Дозревание сока II сатурации [Текст] / К.П. Захаров, В.З. Семененко, Р.Г. Жижина и др. // Сахарная промышленность. – 1984. - № 9. – С. 15-18.
- 6 Мак-Джинис, Р.А. Технология свекло-сахарного производства [Текст] / Р.А.Мак-Джинис. – М.: Пищепромиздат, 1958. – 487 с.
- 7 Хомичак, Л.М. Повышение эффективности очистки диффузионного сока: теория и практика [Текст] / Л.М. Хомичак, И.Б. Петриченко и др. // Сахар. – 2010. - № 2. – С. 68-70.

8 Кульнева, Н.Г. Пути повышения эффективности получения и очистки производственных сахарсодержащих растворов [Текст] / Н.Г. Кульнева, В.А. Голыбин, В.А. Федорук и др. // Вестник ВГУИТ. – 2012. - № 1. – С. 165-170.

9 Рева, Л.П. Очистка диффузионного сока: пути совершенствования [Текст] / Л.П. Рева, Е. В. Ковдий // Сахар. – 2005. - № 5. – С. 30-36.

10 Чернявская, Л.И. WTO и проблемы качества сахара отечественных производителей [Текст] / Л.И. Чернявская // Сахар. – 2012. - № 9. – С. 18-22.

REFERENCES

1 Bobrovnik, L.D. Physical and chemical basis of purification in sugar production [Text] / L.D. Bobrovnik. - Kiev: Vysshaya shkola, 1994. – 225 p.

2 Golybin, V.A. On the expediency of holding juice II saturation [Text] / V.A. Golybin, Y.I. Zelepukin // Sugar industry. - 1985. - № 9. - P. 33-35.

3 Golybin, V.A. Improving physical and chemical purification of sugar solutions [Text] / V.A. Golybin. – Voronezh: VSTA, 1999. - 128 p.

4 Golybin, V.A. Factors operational efficiency of the first stage of lime-carbon dioxide

extract purification [Text] / V.A. Golybin, V.A. Fedoruk, M.A. Lavrenova // Bulletin of VSUET. - 2013. - № 2. - P. 182-187.

5 Zakharov, K.P. Maturation of carbonation juice II [Text] / K.P. Zakharov, V.Z. Semenenko, R.G. Zhizhina et al // Sugar industry. - 1984. - № 9. - P. 15-18.

6 Mc-Dzhinis, R.A. Technology of beet sugar production [Text] / R.A. Mc-Dzhinis. - Pishchepromizdat, 1958. - 487 p.

7 Homichak, L.M. Improving the efficiency of juice purification: theory and practice [Text] / L.M. Homichak, I.B. Petrychenko et al // Sugar. - 2010. - № 2. - P. 68-70.

8 Kulneva, N.G. Ways of improving efficiency of obtaining and purification of sugar solutions [Text] / N.G. Kulneva, V.A. Golybin, V.A. Fedoruk et al // Bulletin of VSUET. - 2012. - № 1. – P. 165-170.

9 Reva, L.P. Juice purification : ways to improve [Text] / L.P. Reva, E.V. Kovda // Sugar. - 2005. - № 5. - P. 30-36.

10 Chernjavskaja, L.I. WTO and the quality problems of domestic sugar producers [Text] / L.I. Chernjavskaja // Sugar. - 2012. - № 9. - P. 18-22.