

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ ОЧИСТКИ КОНЦЕНТРИРОВАННЫХ САХАРСОДЕРЖАЩИХ РАСТВОРОВ

Наиля М. Даишева, Семен О. Семенихин,
Игорь Н. Люсий, Мирсабир М. Усманов

*Краснодарский НИИ хранения и переработки сельскохозяйственной продукции – филиала ФГБНУ «Северо-Кавказский федеральный научный центр садоводства, виноградарства, виноделия» (КНИИХП – филиал ФГБНУ СКФНЦСВВ);
Тополиная аллея, д. 2, г. Краснодар, 350072, Российская Федерация*

Аннотация. Известные в настоящее время технологические схемы известково-углекислотной очистки диффузионного сока включают обработку известью (дефекацию) и двухступенчатую обработку углекислым газом (сатурацию) с отделением осадка. Совершенствование методов, направленное на повышение эффективности очистки, является актуальной задачей. Известково-углекислотная очистка концентрированного сахаросодержащего раствора перед его увариванием позволяет улучшить качество сахара, снижая цветность сиропа и повышая его натуральную щелочность. Предлагаемая в статье схема очистки, включающая пересатурирование до низких значений pH (8 и ниже) сиропа, направление его на смешивание с карбонизированным сиропом и добавление активированной суспензии осадка II сатурации позволяет получить очищенный раствор с повышенным эффектом адсорбционной очистки со значительно низким содержанием высокомолекулярных соединений и их кальциевых солей. Приведены результаты исследований различных схем очистки сиропов на лабораторной установке. Разработан способ очистки концентрированных сахаросодержащих растворов, защищенный патентом РФ на изобретение, который предусматривает сокращение расхода гидроксид кальция на 0,10–0,12% CaO к массе продукта, или на 0,04 % к массе свеклы.

Ключевые слова: известково-углекислотная очистка, концентрированные сахаросодержащие растворы, «мгновенная» сатурация, активированная суспензия осадка II сатурации

Для цитирования: Совершенствование технологических режимов очистки концентрированных сахаросодержащих растворов / Даишева Н.М. [и др.] // Новые технологии. 2020. Т. 15, № 4. С. 32–40. <https://doi.org/10.47370/2072-0920-2020-15-4-32-40>

UPDATING TECHNOLOGICAL MODES FOR CONCENTRATED SUGAR-CONTAINING SOLUTIONS PURIFICATION

Nailya M. Daisheva, Semyon O. Semenikhin,
Igor N. Lysiy, Mirsabir M. Usmanov

*Krasnodar Research Institute of Storage and Processing of Agricultural Products – a branch of the Federal State Budgetary Scientific Institution «The North Caucasus Federal Scientific Center for Horticulture, Viticulture, Winemaking» (KSRICHI – a branch of the FSBSI NCFSCHVW);
2 Topolinaya alley, Krasnodar, 350072, the Russian Federation*

Annotation. Existing technological schemes of lime-carbon dioxide purification of diffusion juice include lime treatment (defecation) and two-stage treatment with carbon dioxide (saturation) with sediment separation. Improving cleaning methods aimed at increasing its efficiency is an urgent task. Lime-carbon dioxide purification of the concentrated sugar-containing solution before boiling allows to improve the quality of sugar, reducing the syrup color and increasing its natural alkalinity.

The proposed purification scheme, which includes overcarbonation to low syrup pH values (8 and below), its mixing with carbonated syrup and adding activated suspension of II saturation sediment, makes it possible to obtain a purified solution with an increased effect of adsorption purification, with a significantly low content of high-molecular compounds and their calcium salts. The results of the study of various schemes for the purification of syrups in a laboratory setup have been presented.

A method for purification of concentrated sugar-containing solutions, protected by a patent of the Russian Federation for the invention, has been developed, which provides for the reduction in the consumption of calcium hydroxide by 0,10–0,12% of CaO by weight of the product or by 0,04% by weight of beet.

Keywords: lime-carbon dioxide purification, concentrated sugar-containing solutions, «instant» saturation, activated suspension of II saturation sediment

For citation: *Updating technological modes for concentrated sugar-containing solutions purification / Daisheva N.M. [et al.] // New technologies. 2020. Vol. 15, No. 4. P. 32–40. <https://doi.org/10.47370/2072-0920-2020-15-4-32-40>*

Введение. Известные в настоящее время технологические схемы известково-углекислотной очистки диффузионного сока, несмотря на разнообразие аппаратного оформления и параметров проведения процессов, находятся в рамках классической схемы, включающей обработку известью (дефекацию) и двухступенчатую обработку углекислым газом (сатурацию) с отделением осадка. Высокое качество свеклы, выращиваемой в благоприятных почвенно-климатических условиях и перерабатываемой без хранения, определяет малый расход извести и углекислого газа на перерабатывающих предприятиях западной Европы. Невысокое качество сырья, выражающееся в повышенном содержании «вредных» несахаров в свежееубранной свекле, выращиваемой в зонах свеклосеяния в РФ, продолжает ухудшаться при ее неизбежном хранении. Целесообразный расход извести в данных условиях достигает 90–100% к массе несахаров диффузионного сока, чем и обусловлен высокий расход вспомогательных материалов. Поэтому совершенствование методов известково-углекислотной очистки (ИУО), направленное на повышение ее эффективности, является на современном этапе актуальной задачей.

Дефекосатурационная обработка сиропа позволяет улучшить качество сахара. Известно, что известково-углекислотную очистку проводят до выпарной станции, уваривание же утфеля I продукта происходит после сгущения сока. Какова бы ни была термоустойчивость очищенного сока, повышение цветности при сгущении неизбежно, что в конечном итоге отражается на цветности белого сахара. Известково-углекислотная очистка сиропа перед его увариванием ликвидирует этот недостаток.

Еще одним важным следствием адсорбционной очистки карбонатом кальция является повышение натуральной щелочности полупродуктов сахарного производства. При адсорбционной известково-углекислотной очистке с осадком карбоната кальция удаляются анионы многоосновных кислот. Катионы щелочных металлов, которые с этими анионами образовали соли, в процессе карбонизации переходят в гидроксиды, а при окончательной нейтрализации до оптимального значения pH образуют соответствующие карбонаты [1]. Особенно это проявляется в процессе очистки концентрированных сахаросодержащих растворов (сиропов, клеровок и оттеков). Появление в очищенном сиропе натуральной

щелочности резко повышает термоустойчивость продуктов в кристаллизационном отделении, сводя неучтенные потери сахара до минимума.

В процессе исследования ИУО диффузионного сока отмечалось, что благоприятное воздействие глубокого пересатурирования на эффект очистки проявляется на различных участках технологических схем ИУО [2]. Одним из таких участков является глубокое пересатурирование рециркулята, возвращаемого на смешивание с предварительно карбонизированным дефекованным раствором.

Глубокое пересатурирование нормально отгазованного раствора до значений pH ниже оптимальных для конечной сатурации на уровне 7,5–8,0 применительно к высококонцентрированному сахарному раствору ведет к накоплению в нем гидрокарбоната кальция. При смешивании со щелочным, частично карбонизированным раствором в смеси немедленно протекает реакция между гидрокарбонатом кальция и его гидроксидом:



Введение в схему приема глубокого пересатурирования позволяет достигнуть нового эффекта, невозможного при других способах известково-углекислотной очистки. Этот эффект можно назвать эффектом «мгновенной» сатурации, и проявляется он в том случае, если пересатурированный раствор с pH ниже 8,0 смешивается с карбонизированным щелочным раствором. В отличие от обработки углекислым газом, реакция протекает в гомогенной фазе и очень быстро. Образующийся в этих условиях карбонат кальция не формирует монокристаллы и откладывается на поверхности всех частиц твердой фазы смеси, придавая им в условиях избытка гидроксида кальция положительный заряд и вызывая повышенную адсорбцию противоионов. Скорость реакции препятствует и десорбции анионов с поверхности осадка карбоната кальция пересатурированного сока, также обладающего положительным зарядом.

Самым существенным в процессе следует считать эффект стабилизации в

составе осадка высокомолекулярных соединений, к которым относятся красящие вещества сгущенного сахаросодержащего раствора, адсорбируемые осадком карбоната кальция при смешивании. Образующийся карбонат кальция покрывает частицы твердой фазы своеобразным щитом, препятствуя переходу их в раствор при изменениях значений pH. В результате этого процесса не происходит теоретически возможного ухудшения качества раствора в процессе очистки при низких значениях pH (ниже pH=8,0). Именно такая очистка происходит при пересатурировании части раствора для последующего его смешивания с карбонизированным раствором.

Таким образом, пересатурирование до низких значений pH (8 и ниже) концентрированного сахарного раствора и направление его на смешивание с карбонизированным позволяет получить очищенный раствор с повышенным эффектом адсорбционной очистки, со значительно меньшим содержанием высокомолекулярных соединений и их кальциевых солей. Причем эффект этот будет тем выше, чем больше глубина пересатурирования и кратность рециркуляции.

Другим способом повышения эффективности очистки сахарных растворов могут быть специальные добавки, одной из которых может служить активированный осадок II сатурации, способ применения которого был разработан в процессе наших исследований по очистке диффузионного сока. Активация заключается в глубоком пересатурировании (бикарбонизации) его сгущенной суспензии до pH ниже 8,0 [3]. При этом значении pH частицы кристаллического осадка карбоната кальция приобретают положительный заряд тем выше, чем глубже пересатурирование, что обусловлено накоплением в растворе зарядообразующих катионов Ca^{2+} гидрокарбоната кальция [4]. Этот активированный осадок был использован и в схеме известково-углекислотной очистки концентрированных сахаросодержащих растворов.

Объекты и методы исследований.

Объектами исследования являлись концентрированные сахаросодержащие растворы – полусироп и сироп, а также активированная диоксидом углерода суспензия осадка II сатурации. Для оценки качественных показателей объектов исследований использовали общепринятые в свеклосахарной отрасли методы.

В подтверждение теоретических предпосылок была проведена серия исследований, направленных на определение оптимального варианта очистки концентрированных сахаросодержащих растворов.

Исследования осуществляли на экспериментальной лабораторной установке, представленной на рисунке и позволяющей осуществлять различные режимы известково-углекислотной очистки как низко-, так и высококонцентрированных растворов.

Экспериментальные режимы известково-углекислотной очистки концентрированного сахаросодержащего раствора проводились в рамках следующего технологического процесса. Сироп обрабатывали суспензией гидроксида кальция $\text{Ca}(\text{OH})_2$ в течение 5 минут до достижения pH 12,3–12,5 и проводили первую ступень карбонизации, в процессе которой происходила обработка сиропа диоксидом углерода CO_2 до достижения значения pH 11,3–11,5, направляемого в сборник 4. После первой ступени карбонизации сироп поступал на вторую ступень в камеру смешивания 3, где происходило его смешивание с потоком бикарбонизированного сиропа из бикарбонизатора 2 и, как вариант, с суспензией осадка II сатурации, активированной диоксидом углерода до pH 6,8–7,2. Из камеры 3 смесь поступала в сатуратор 1, где двигалась в противотоке с сатурационным газом и карбонизировалась до конечной оптимальной щелочности.

Отсатурированный сироп после конечной (оптимальной) карбонизации разделяли на две части, одна из которых направлялась на последующую

фильтрацию, а другая поступала на третью ступень карбонизации – в сатуратор-бикарбонизатор 2. Бикарбонизатор представляет собой трубу, заполненную сиропом, в которую эжектируют углекислый газ до достижения pH 7,0–8,0 с целью образования гидрокарбоната кальция. За счет эжектирования сатурационного газа осуществляется подъем сиропа в трубе и подача его в камеру смешивания 3 второй ступени карбонизации, где в присутствии активированной суспензии осадка II сатурации происходит так называемая «мгновенная» сатурация.

В первой серии исследований использовался полученный в лабораторных условиях полусироп с концентрацией сухих веществ 53,0% и чистотой, равной 88,8%, а во второй серии исследований использовался более концентрированный сахаросодержащий раствор (сироп) с концентрацией сухих веществ 62,1% и чистотой, равной 88,1%.

Полусироп и сироп подвергали известково-углекислотной очистке по трем вариантам:

- в первом варианте очистки исследуемые полупродукты нагревали до 85°C и обрабатывали гидроксидом кальция до щелочности 1,0% CaO (дефекация) с последующей частичной карбонизацией со снижением активной щелочности до 0,8% CaO . Затем половину полученного карбонизированного раствора обрабатывали диоксидом углерода в бикарбонизаторе с доведением раствора до pH 8,5 и смешивали с частично карбонизированным раствором. Смесь доводили до оптимальной щелочности в основном сатураторе (вариант 1);

- во втором варианте очистки исследуемые полупродукты обрабатывали по выше приведенной методике, но частичную карбонизацию осуществляли со снижением активной щелочности до 0,5% CaO (вариант 2);

- третий вариант очистки исследуемых полупродуктов проводили аналогично второму варианту, но при смешивании

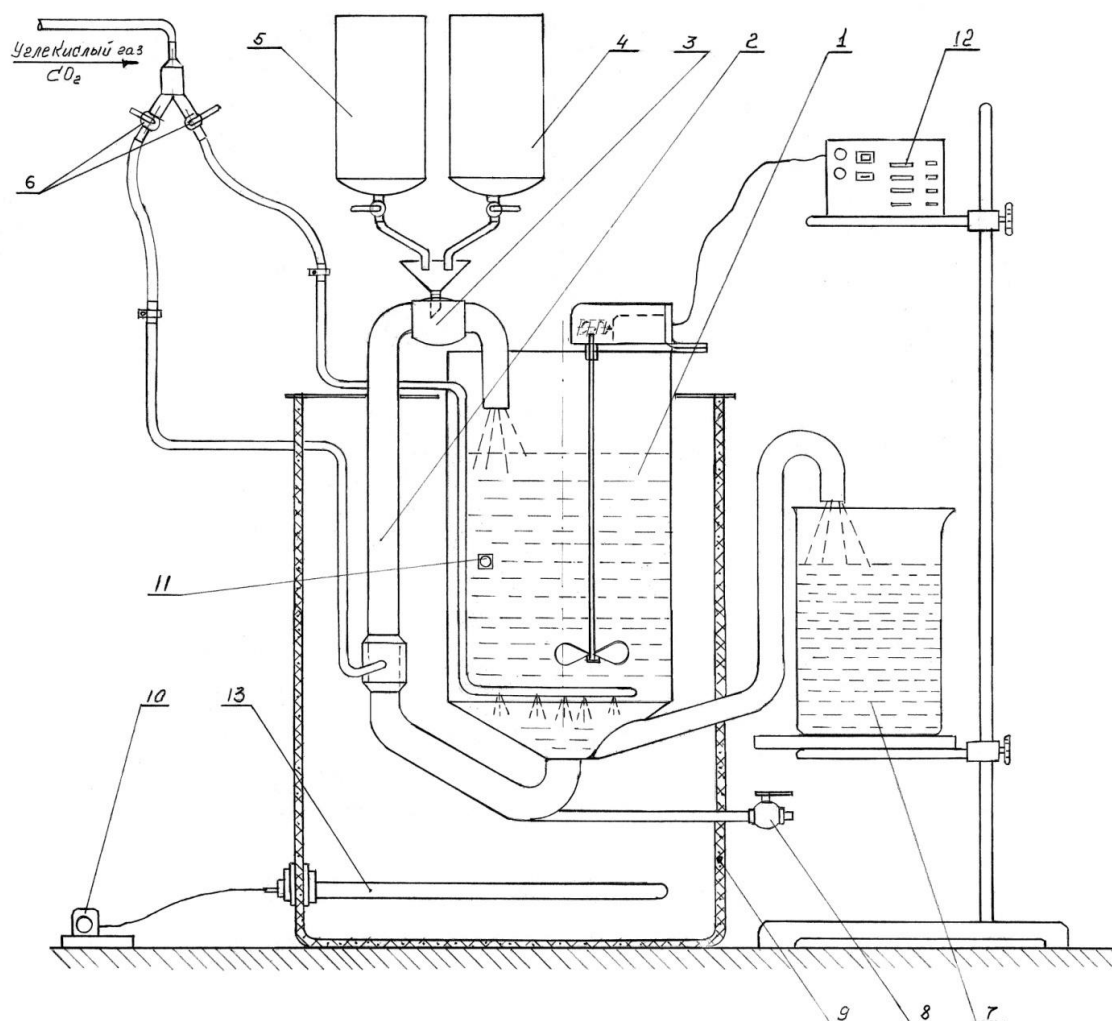


Рис. 1. Лабораторная установка адсорбционной очистки сахарсодержащих растворов: 1 – сатуратор, 2 – бикарбонизатор, 3 – камера смешивания, 4 – сборник карбонизированного сиропа, 5 – сборник активированной суспензии, 6 – регулятор подачи углекислого газа, 7 – приемная емкость, 8 – сливной кран, 9 – термостат, 10 – терморегулятор, 11 – датчик температуры, 12 – пульт, 13 – нагревательный элемент

Fig. 1. Laboratory installation for syrup adsorption: 1 – a saturator, 2 – a bicarbonator, 3 – a mixing chamber, 4 – a collector for carbonated syrup, 5 – a collector for activated suspension, 6 – a regulator of carbon dioxide supply, 7 – a receiving tank, 8 – a drain valve, 9 – a thermostat, 10 – thermoregulator, 11 – a temperature sensor, 12 – a remote control, 13 – a heating element

частично карбонизированного раствора с бикарбонизированным к смеси растворов добавляли активированную диоксидом углерода до pH 6,8–7,2 суспензию осадка II сатурации в таком количестве, чтобы общая щелочность смеси составила 1,5–1,7% CaO (вариант 3).

Цифра ноль («0») обозначает показатели качества исходного концентрированного сахарсодержащего раствора.

Результаты и обсуждение. Результаты первой серии исследований представлены в таблице 1.

Из данных таблицы 1 видно, что эффект очистки и эффект разложения редуцирующих веществ для сиропа с концентрацией сухих веществ СВ=61,2% выше, чем для полусиропа с концентрацией сухих веществ СВ=53,0%. Кроме этого установлено, что вариант с бикарбонизацией

Таблица 1

Влияние способа очистки концентрированных сахарсодержащих растворов на их качество

Table 1

Influence of the method of purification of concentrated sugar-containing solutions on their quality

Наименование показателя	Значение показателя							
	Номер серии опытов							
	I				II			
	0	1	2	3	0	1	2	3
Содержание сухих веществ, %	53,0	56,0	57,1	53,2	62,1	61,2	55,2	49,9
Чистота, %	88,8	90,2	90,3	90,8	88,1	90,1	90,0	90,9
Прирост чистоты, %	–	1,4	1,5	2,0	–	2,0	1,9	2,8
Эффект очистки, %	–	13,8	14,8	19,7	–	17,8	18,5	25,7
Содержание солей кальция, % CaO к массе продукта	0,160	0,161	0,163	0,143	0,176	0,152	0,128	0,110
Содержание редуцирующих веществ, % к массе продукта	0,462	0,085	0,084	0,077	0,534	0,066	0,057	0,050
Эффект разложения редуцирующих веществ, %	–	82,5	83,0	83,3	–	87,4	88,0	88,3
Цветность, ед. ICUMSA	827,5	818,8	812,4	802,7	916,2	900,3	849,8	769,0

до 0,5% CaO нельзя признать оптимальным с точки зрения гелеобразного состояния очищаемого полупродукта, которое ухудшает фильтрационные свойства концентрированных сахарсодержащих полупродуктов.

Учитывая это, следующая серия исследований была проведена на полупродуктах (сиропах) с концентрацией сухих веществ 59,6%, 60,2% и 61,3% и частичной карбонизацией со снижением активной щелочности не ниже 0,8% CaO. Результаты этой серии исследований представлены в таблице 2.

Как видно из представленных в таблице 2 данных, просматривается четкая тенденция повышения качества очищенного сиропа с использованием активированной суспензии сока II сатурации в дополнение к карбонизации сиропа до 0,8% CaO. В частности, в данном случае в большей мере снижается цветность очищенного сиропа, а также содержание в нем солей кальция и редуцирующих веществ, что соответственно сказывается на увеличении эффекта его очистки. Если средний эффект очистки

сиропа при разной его концентрации с использованием только карбонизации до 0,8% CaO составил 15,7%, то в способе с последующим использованием активированной суспензии II сатурации – 18,5%, т.е. прирост эффекта очистки составил 2,8%.

Известно, что при повышении эффекта очистки сиропа на 3% выход сахара увеличивается на 0,25–0,3% к массе свеклы, что свидетельствует об эффективности разработанного нами способа очистки концентрированных сахарсодержащих растворов [5].

Выводы. В результате проведенных исследований по очистке концентрированных сахарсодержащих растворов (сиропов и полусиропов) выявлены эффективные технологические режимы осуществления разработанного инновационного способа её проведения, позволяющие повысить эффект очистки концентрированных сахарсодержащих растворов при одновременном сокращении расхода гидроксида кальция с соответствующим повышением качества и выхода готовой продукции.

Таблица 2

Влияние способа очистки концентрированных сахарсодержащих растворов на их качество при снижении активной щелочности не ниже 0,8% CaO

Table 2

Influence of the method of purification of concentrated sugar-containing solutions on their quality with a decrease in active alkalinity not lower than 0,8% of CaO

Наименование показателя	Значение показателя								
	№ серии опытов								
	I			II			III		
	0	1	2	0	1	2	0	1	2
Содержание сухих веществ, %	59,6	56,3	55,5	60,2	56,2	53,4	61,3	55,0	51,6
Чистота, %	88,1	89,5	89,9	88,2	89,8	90,1	88,0	89,9	90,2
Прирост чистоты, %	–	1,4	1,8	–	1,6	1,9	–	1,9	2,2
Эффект очистки, %	–	15,5	16,7	–	15,1	18,5	–	16,6	20,3
Содержание солей кальция, % CaO к массе продукта	0,156	0,132	0,123	0,170	0,142	0,127	0,188	0,156	0,137
Содержание редуцирующих веществ, % к массе продукта	0,534	0,064	0,060	0,565	0,071	0,058	0,548	0,060	0,050
Эффект разложения редуцирующих веществ, %	–	87,1	87,4	–	86,5	88,4	–	87,8	89,0
Цветность, ед. ICUMSA	725,6	718,4	709,8	748,4	737,2	719,8	760,1	743,2	731,7

Разработанный способ очистки концентрированных сахарсодержащих растворов защищен патентом РФ на изобретение «Способ очистки густого сахарсодержащего раствора» и предусматривает сокращение расхода гидроксида кальция на 0,10–0,12% CaO к массе продукта или на 0,04% к массе свеклы. Ожидаемая экономическая эффективность от внедрения разработанного способа известково-углекислотной

очистки концентрированных сахарсодержащих растворов за счет сокращения расхода гидроксида кальция и, соответственно, топлива на обжиг сэкономленного количества известнякового камня составит 161,2 тыс. рублей на каждые 100 тыс. тонн перерабатываемой свеклы, а при среднем объеме переработки свеклосырья одним заводом 500 тыс. тонн за производственный сезон – более 800 тыс. рублей.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов / The authors declare no conflict of interests

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Скуина Л.Г. Разработка технологии известково-углекислотной очистки концентрированных сахарных растворов: дис. ... канд. техн. наук. М., 1987. 142 с.
2. Совершенствование способа известково-углекислотной очистки диффузионного сока свеклосахарного производства / Городецкий В.О. [и др.] // Известия ВУЗов. Пищевая технология. 2017. № 5/6. С. 67–70.

3. Отделение предфекационного осадка свеклосахарного производства как способ повышения качества очищенного сока / Городецкий В.О. [и др.] // Известия ВУЗов. Пищевая технология. 2016. № 2/3. С. 40–43.

4. Даишева Н.М., Молотилин Ю.И., Скуина Л.Г. Предварительная карбонизация при известково-углекислотной очистке // Сахарная промышленность. 1994. № 4. С. 25–26.

5. Бугаенко И.Ф. Анализ потерь сахара в сахарном производстве и пути их снижения. Курск, 1994. 128 с.

REFERENCES:

1. Skuina L.G. Development of the technology of lime-carbon dioxide purification of concentrated sugar solutions: dis. ... Cand. of Tech. Sciences // M., 1987. 142 p.

2. Improving the method of lime-carbon dioxide purification of sugar beet production raw juice / Gorodetsky V.O. [et al.] // News of universities. Food technology. 2017. No. 5/6. P. 67–70.

3. Separation of pre-defecation scum from sugar beet production as a way to improve the quality of purified juice / Gorodetsky V.O. [et al.] // News of universities. Food Technology. 2016. No. 2/3. P. 40–43.

4. Daisheva N.M., Molotilin Yu.I., Skuina L.G. Preliminary carbonization during calcification of carbon dioxide // Sugar industry. 1994. No. 4. P. 25–26.

5. Bugaenko I.F. Analysis of sugar losses in sugar production and ways to reduce them. Kursk, 1994. 128 p.

Информация об авторах / Information about the authors:

Наиля Мидхатовна Даишева, старший научный сотрудник отдела технологии сахара и сахаристых продуктов Краснодарского НИИ хранения и переработки сельскохозяйственной продукции – филиала ФГБНУ «Северо-Кавказский федеральный научный центр садоводства, виноградарства, виноделия» (КНИИХП – филиал ФГБНУ СКФНЦСВВ), кандидат технических наук;

daisheva_n_m@mail.ru

Семен Олегович Семенихин, старший научный сотрудник отдела технологии сахара и сахаристых продуктов Краснодарского НИИ хранения и переработки сельскохозяйственной продукции – филиала ФГБНУ «Северо-Кавказский федеральный научный центр садоводства, виноградарства, виноделия» (КНИИХП – филиал ФГБНУ СКФНЦСВВ), кандидат технических наук;

semenikhin_s_o@mail.ru

Игорь Николаевич Люсий, старший научный сотрудник отдела технологии сахара и сахаристых продуктов Краснодарского НИИ хранения и переработки сельскохозяйственной продукции – филиала ФГБНУ «Северо-Кавказский федеральный

Nailya M. Daisheva, a senior researcher of the Department of Technology of Sugar and Sugar Products Krasnodar Research Institute of Storage and Processing of Agricultural Products – a branch of FSBSI «The North Caucasus Federal Scientific Center for Horticulture, Viticulture, Winemaking» (KSRICHP – a branch of the FSBSI NCFSCVW), Candidate of Technical sciences;

daisheva_n_m@mail.ru

Semyon O. Semenikhin, a senior researcher of the Department of Technology of Sugar and Sugar Products Krasnodar Research Institute of Storage and Processing of Agricultural Products – a branch of FSBSI «The North Caucasus Federal Scientific Center for Horticulture, Viticulture, Winemaking» (KSRICHP – a branch of the FSBSI NCFSCVW), Candidate of Technical sciences;

semenikhin_s_o@mail.ru

Igor N. Lyciy, a senior researcher of the Department of Technology of Sugar and Sugar Products Krasnodar Research Institute of Storage and Processing of Agricultural Products – a branch of FSBSI «The North Caucasus Federal Scientific Center for Horticulture,

научный центр садоводства, виноградарства, виноделия» (КНИИХП – филиал ФГБНУ СКФНЦСВВ), кандидат технических наук;

lyciy_i_n@mail.ru

Мирсабир Миразалович Усманов, научный сотрудник отдела технологии сахара и сахаристых продуктов Краснодарского НИИ хранения и переработки сельскохозяйственной продукции – филиала ФГБНУ «Северо-Кавказский федеральный научный центр садоводства, виноградарства, виноделия» (КНИИХП – филиал ФГБНУ СКФНЦСВВ);

usmanov_m_m@mail.ru

Viticulture, Winemaking» (KSRICHP – a branch of the FSBSI NCF SCHVW), Candidate of Technical sciences;

lyciy_i_n@mail.ru

Mirsabir M. Usmanov, Researcher of the Department of Technology of Sugar and Sugar Products Krasnodar Research Institute for Storage and Processing of Agricultural Products – a branch of FSBSI «The North Caucasus Federal Scientific Center for Horticulture, Viticulture, Winemaking» (KSRICHP – a branch of the FSBSI NCF SCHVW), Candidate of Technical sciences;

usmanov_m_m@mail.ru