

糖浆气浮工艺条件的研究

何凤仪¹, 李沐生¹, 李锦生²

(1. 华南理工大学轻工与食品学院, 广东广州 510640) (2. 东莞市东糖集团有限公司, 广东东莞 523243)

摘要: 研究了糖浆气浮工艺中磷酸加入量、预灰 pH 值、硫熏强度、硫熏中和 pH 值等因素对糖浆脱色率和气浮效果的影响, 并对几种因素进行正交试验研究, 确定了最佳气浮工艺条件的组合方案, 结果表明最佳工艺条件是磷酸加入量为 800 mg/kg, 预灰 pH 7.5, 硫熏强度 12 ml, 硫熏中和 pH 8.5。

关键词: 糖浆; 气浮; 磷酸; 硫熏

文章编号: 1673-9078(2010)1-76-5

Study of Technological Conditions of Syrup Floatation

HE Feng-yi¹, LI Bian-sheng¹, LI Jin-sheng²

(1. College of Light Industry and Food Science, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

(2. Dongtang Group Co., Ltd., Dongguan 523243, China)

Abstract: The effects of the contents of phosphoric acid, the pH of pre-ash, the intensity of sulfitation, and the pH of sulfitation-neutralization and floatation of syrup were studied in this paper. The orthogonal test showed that optimum content of phosphoric acid, pH of pre-ash, intensity of sulfitation and neutralisation pH value in sulfitation were 800 mg/kg, 7.5, 12 ml and 8.5, respectively.

Key words: syrup; floatation; phosphoric acid; sulfitation

糖浆气浮工艺的发展和提高是近代国内外制糖技术最重要的进步之一。最早的磷浮清净法在 20 世纪已开始应用, 但直至 60 年代末仍只用在炼糖厂中, 且稳定性和效果都不够好。70 年代以后, 由于开发了高效能的絮凝剂, 大大提高了气浮分离的速度和效率, 而且还研究成功了多种新的工艺流程, 用于甘蔗糖厂和精炼糖生产。我国从 20 世纪 70 年代末, 多个糖厂和研究单位对糖液气浮清净技术进行了大量研究工作, 分别应用于榨季生产和炼糖。到 90 年代, 国内糖厂加工原糖已普遍使用我国独创的亚硫酸-磷酸二次浮清法或碳酸-磷酸二次浮清法, 它们对糖液的脱色率达到 70%~78%, 超过国外的磷浮法再加高效脱色剂的脱色率 65%~70% 的水平, 此外国内研究开发了多种处理糖浆的气浮清净工艺^[1]。

单纯的磷酸浮是指糖浆中加入石灰和磷酸, 生成磷酸钙絮凝物来吸附和捕集糖浆中的悬浮粒子、部分色素和大部分胶体物质, 用压缩空气通过微孔的管子对糖浆充气, 然后进入浮升器, 糖浆中的悬浮杂质附着在气泡上, 浮升到上面被撇除, 底部得到清糖浆^[2]。碳酸磷酸气浮法是指碳法与磷浮法相结合, 在糖浆中通入二氧化碳、磷酸和石灰, 产生碳酸钙和磷酸钙吸附糖浆中的悬浮杂质; 亚硫酸-磷酸气浮法是指

亚硫酸法与磷浮法相结合, 在糖浆中通入二氧化硫、磷酸和石灰, 产生亚硫酸钙和磷酸钙吸附糖浆中的悬浮杂质, 靠气泡作用浮于上部。

磷浮法工艺流程: 糖浆→加磷酸→用石灰乳调 pH 值(预灰)→上浮。

亚硫酸-磷酸气浮法工艺流程: 糖浆→加磷酸→加石灰乳调 pH 值(预灰)→加二氧化硫→用石灰乳调 pH 值(硫熏中和)→上浮

磷酸加入量、预灰 pH 值、硫熏强度、硫熏中和 pH 值都会影响糖浆上浮效果, 硫熏强度是指糖汁吸收二氧化硫的数量, 以 10 mL 硫熏汁消耗三十二分之一原子摩尔浓度的碘液毫升数表示。本文讨论的是磷浮法及亚硫酸-磷酸气浮法的工艺条件对清净效果的影响及亚硫酸-磷酸气浮法最佳组合方案的确定。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

原料: 原糖, 色值约为 16 °St, 将原糖溶解成约 65 °Bx 的糖浆备用。

辅料: 磷酸(质量浓度为 30~35 g/L)、亚硫酸、石灰乳(浓度为 4~8 °Be)、絮凝剂(浓度为 0.1%)

仪器: 打泡器(榨汁机), 7230G 可见分光光度计, WAY-2S 数字阿贝折射仪, 滤膜过滤器。

收稿日期: 2009-9-11

1.2 试验方法

取原糖浆 400 mL, 分别按上述磷浮法和亚硫酸一磷酸气浮法工艺流程和以下试验条件调配 (全过程保持温度 80~85 °C), 然后倒入打泡器中, 打泡 5~10 s, 加入规定量的絮凝剂, 再打泡 2 s, 迅速倒入量筒中, 观测其上浮情况及效果。待上浮稳定后, 撇去上部浮泡, 取下部清糖浆进行分析。

1.3 检测和计算

1.3.1 糖浆色值

按中国轻工总会甘蔗糖业质量监督检测中心《甘蔗制糖化学管理分析方法》检测糖浆上浮前后的色值。

1.3.2 上浮效果检测

每 10 min 记录 1 次清糖浆量, 并观察清浆清度及浮渣情况。

1.3.3 脱色率计算

$$\text{糖浆脱色率} / \% = \frac{\text{原糖浆色值} - \text{气浮后清糖浆色值}}{\text{原糖浆色值}} \times 100$$

2 结果与分析

2.1 磷浮法中磷酸加入量对气浮清净效果的影响

在预灰 pH 8.0, 絮凝剂加入量 40 mg/kg 条件下, 考察不同磷酸加入量对糖浆脱色率和上浮效果的影响, 结果见图 1 和图 2。

从图可以看出: (1) 糖浆脱色率随磷酸加入量的增大而增大。当磷酸加入量超过 600 mg/kg 时, 糖浆脱色率增大并不十分明显。当超过 900 mg/kg 时, 糖浆脱色率几乎没变化。(2) 随着磷酸量的增加, 上浮耗用时间长, 清浆量逐渐减少。在观察上浮效果时, 我们看到: 随着磷酸量的增加, 糖浆上浮速度变慢, 清浆清度变差。当超过 1100 mg/kg 糖浆已很难上浮。

在糖浆气浮中, 磷酸量的增加, 会提高脱色率, 但当磷酸量到一定程度上, 再增加其量, 脱色率也不会有太大变化; 但磷酸量的增加, 意味着磷酸钙粒子增多, 增加上浮负担, 导致上浮速度变慢, 清糖浆清度差, 浆量减少, 增加糖损失。因此, 在亚硫酸一磷酸气浮法中, 要综合考虑脱色率和上浮效果两方面因素确定磷酸加入量, 认为磷酸加入量适宜范围是 600~800 mg/kg。

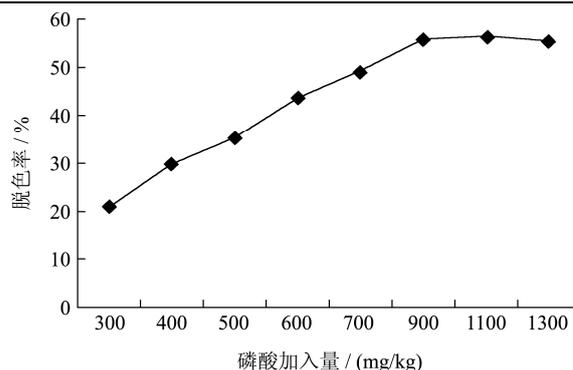


图 1 磷酸加入量对脱色率的影响

Fig.1 Effect of the quantity of phosphoric acid on decoloyization of syrup

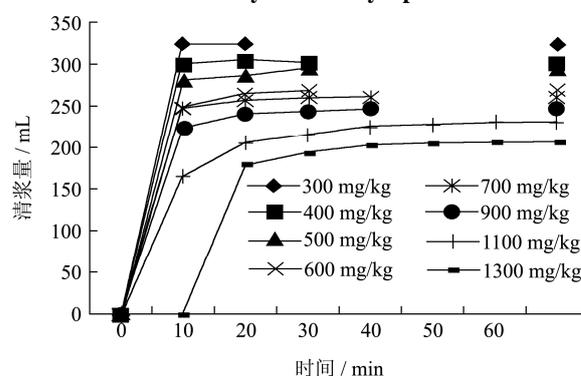


图 2 磷酸加入量对上浮效果的影响

Fig.2 Effect of the content of phosphoric acid on floatation of syrup

2.2 磷浮法中预灰 pH 值对气浮清净效果的影响

在磷酸加入量 600 mg/kg, 絮凝剂加入量 40 mg/kg 条件下, 考察预灰 pH 值对糖浆脱色率和上浮效果的影响, 结果见图 3 和图 4。

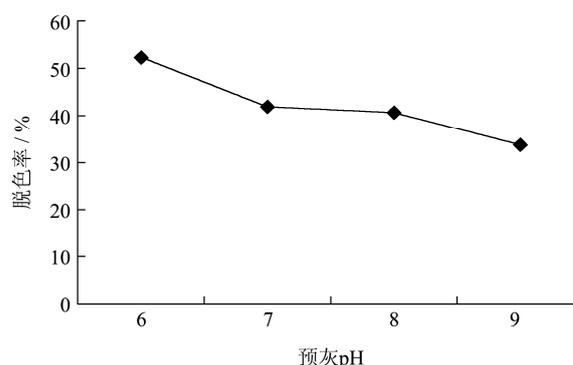


图 3 预灰 pH 对糖浆脱色率的影响

Fig.3 Effect of pH of pre-ash on decoloyization of the syrup

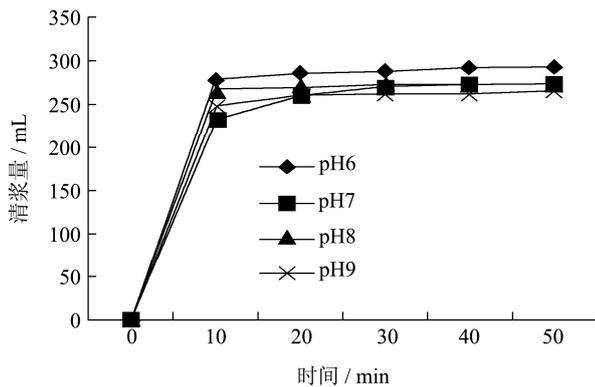


图4 预灰 pH 对糖浆上浮效果的影响

Fig.4 Effect of pH of pre-ash on floatation of the syrup

从图可以看出：(1) 糖浆脱色率随预灰 pH 的增大而降低。(2) 随预灰 pH 值的提高，清浆量减少，预灰 pH 7~9 范围时，最后清浆量接近。在观察过程看到：随预灰 pH 值的提高，上浮速度变慢，当 pH 超过 8 时，糖浆清度变差。

在糖浆气浮中，预灰 pH 值提高时，脱色率下降，且气浮效果也降低。因此，预灰 pH 值不宜过高。考虑到在酸性条件下，蔗糖会转化，另外，在碱性下，糖浆中非糖份被除去较完全，故预灰 pH 值适宜在 7~8。

2.3 亚硫酸—磷酸气浮法中硫熏强度对气浮清净效果的影响

在 2.1 和 2.2 实验的基础上，考察硫熏强度对糖浆脱色率和上浮效果的影响，试验条件是磷酸加入量 600 mg/kg，预灰 pH 8.0，硫熏中和 pH 9.0，絮凝剂加量 40 mg/kg，结果见图 5 和图 6。

从图中可以看出：(1) 糖浆脱色率除硫熏强度的增加而增加，当硫熏超 10 mL 时，糖浆脱色率增大并不明显；但当硫熏超 18 mL 时，糖浆脱色率反而下降。

(2) 随着硫熏强度的增大，清浆量减少。当硫熏强度超 10 mL 时，清浆量即时减少；当超 10 mL 时，即使再加大硫熏，其清浆量变化并不明显。在观察过程看到：随着硫熏强度的增大，糖浆上浮速度变慢，当硫熏强度超 10 mL 时，上浮速度即时变慢；超 10 mL 时，即使再加大硫熏，其上浮速度变化并不明显。

硫熏量增大时，意味着硫酸钙量增大，能吸附更多的色素和非糖份，然而硫酸钙比磷酸钙粒子重，故上浮较为困难。从实验结果看出，在糖浆气浮法中，硫熏不宜过高。适宜范围是 8~12 mL。

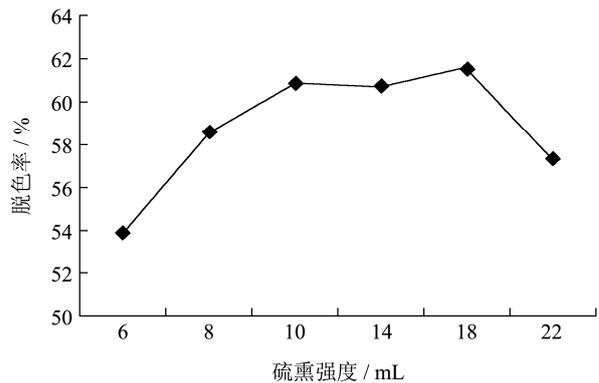


图5 硫熏强度对糖浆脱色率的影响

Fig.5 Effect of intensity of sulfitation on decolorization of the syrup

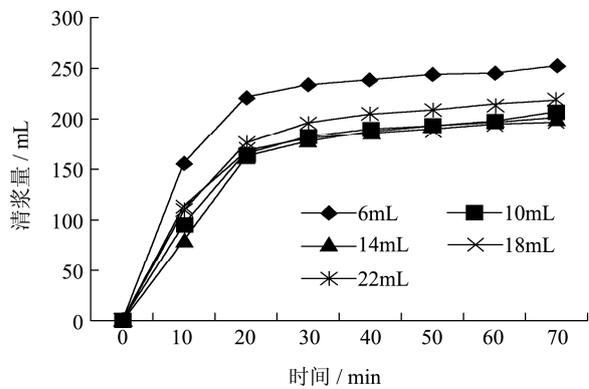


图6 硫熏强度对糖浆上浮效果的影响

Fig.6 Effect of intensity of sulfitation on floatation of the syrup

2.4 亚硫酸—磷酸气浮法中硫熏中和 pH 值对气浮清净效果的影响

在 2.3 实验的基础上，考察硫熏中和 pH 对糖浆脱色率和上浮效果的影响，试验条件是磷酸加入量 600 mg/kg，预灰 pH 8.0，硫熏强度 10 ml，絮凝剂加量 40 mg/kg，结果见图 7 和图 8。

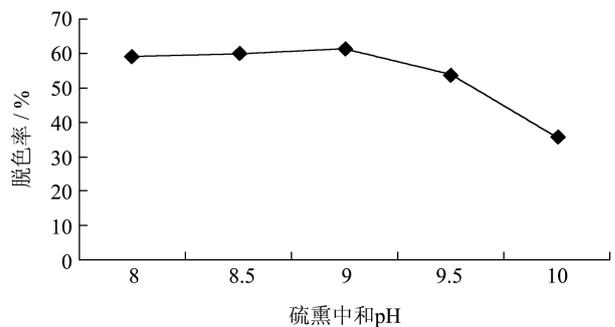


图7 硫熏中和 pH 对糖浆脱色率的影响

Fig.7 Effect of neutralisation pH value in sulfitation on decolorization

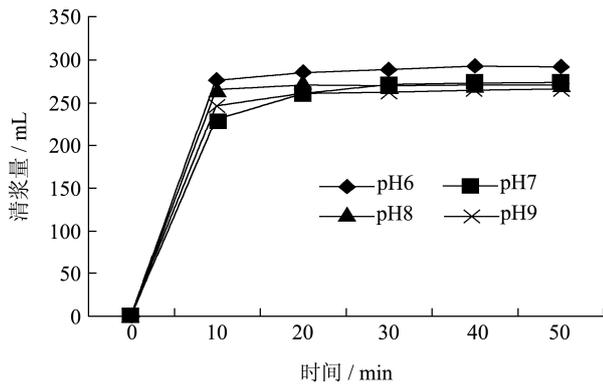


图8 硫熏中和 pH 对糖浆上浮效果的影响

Fig.8 Effect of neutralisation pH value in sulfitation on floatation

从图中可以看出：(1) 硫熏中和 pH 值在 8.0~9.0 范围时，糖浆脱色率变化不明显。但当中和 pH 值 9.0 时，糖浆脱色率下降；当超 9.5 时，糖浆脱色率下降显著。(2) 随着硫熏中和 pH 值的增高，清浆量减少。当中和 pH 值超 10 时，清浆量递减明显。在观察过程中看到：随着硫熏中和 pH 值的增高，糖浆上浮速度变慢，当 pH 值超 9.5 时，糖浆上浮困难，清浆不清。

硫熏中和 pH 值高时，能使澄清剂反应较完全，并吸附较多的色素和非糖分，但过高时会引起浮升困难，反而影响清净效果。从试验结果看出，硫熏中和 pH 适宜范围是 8~9。

2.5 正交试验对气浮清净条件的研究

试验方案参照文献^[3,4]，方案和结果见表 1 和表 2。

以脱色率为考核指标，由表 1 极差 R 值大小可知，各因素作用的主次顺序为 A>C>B>D，以方案 A₃B₂C₃D₂ 为最佳；由表 2 方差分析结果显示：相对于 D 因素，F_A 和 F_C 均大于 F(2, 2; 0.05)，小于 F(2, 2; 0.01)，故 A、C 因素有显著意义，F_B 均小于 F(2, 2; 0.05)，故 B 因素无显著性意义。

以清浆量为考核指标，由表 1 极差 R 值大小可知，各因素作用的主次顺序为 C>A>B>D，以方案 A₁B₁C₁D₂ 为最佳；由表 2 方差分析结果显示：相对于 D 因素，F_C 大于 F(2, 2; 0.05)，小于 F(2, 2; 0.01)，故 C 因素有显著意义，F_A 和 F_B 均小于 F(2, 2; 0.05)，故 A、B 因素无显著性意义，因此方案可选 A₃B₂C₁D₂。

由于本试验以脱色率为主，因此确定最终方案为：方案 A₃B₂C₃D₂。即磷酸加入量 800 mg/kg，预灰 pH 7.5，硫熏强度 12 mL，硫熏中和 pH 8.5。

表 1 试验方案和试验结果 L₉(3⁴)

Table 1 Orthogonal test design and results

试验	A(磷酸量 /mg/kg)	B(预灰 pH)	C(硫熏强度/mL)	D(硫熏中和 pH)	脱色率/%	清浆量/mL
1	1(600)	1(7.0)	1(8)	1(8.0)	56.82	220
2	1(600)	2(7.5)	2(10)	2(8.5)	60.85	190
3	1(600)	3(8.0)	3(12)	3(9.0)	61.14	175
4	2(700)	1(7.0)	2(10)	3(9.0)	62.56	200
5	2(700)	2(7.5)	3(12)	1(8.0)	63.48	165
6	2(700)	3(8.0)	1(8)	2(8.5)	60.27	205
7	3(800)	1(7.0)	3(12)	2(8.5)	65.39	160
8	3(800)	2(7.5)	1(8)	3(9.0)	62.53	200
9	3(800)	3(8.0)	2(10)	1(8.0)	64.16	185
脱色率						
k1	59.60	61.59	59.87	61.49		
k2	62.10	62.29	62.52	62.17		
k3	64.03	61.86	63.34	62.08		
R	4.43	0.70	3.47	0.68		
优方案	A3	B2	C3	D2		
清浆量						
k1	195	193	208	185		
k2	190	185	192	185		
k3	182	188	167	192		
R	13	8	41	7		
优方案	A1	B1	C1	D2		

表 2 方差分析表

Table 2 Analysis of variance

误差来源	变动 SS	自由度 df	不偏变异数 ms	变异比 F
因子 A	29.52	2	14.76	36
因子 B	0.74	2	0.37	0.90
因子 C	19.68	2	9.84	24
误差 E	0.82	2	0.41	
总计	50.76	8		
因子 A	272	2	136	3.77
因子 B	106	2	53	1.47
因子 C	2639	2	1320	26.65
误差 E	72	2	36	
总计	3089	8		

注：查 F 分配表，知 F(2,2;0.05)=19.00;F(2,2;0.01)=99.00

验证试验以最佳条件重复试验3次,结果见表3,从表可看出,该工艺条件糖浆脱色率较高,并具有良好的稳定性。

表3 最佳工艺条件重复性试验

Table 3 Repeatability test for the optimum conditions determination

	1	2	3
脱色率/%	64.52	63.84	65.06
清浆量/mL	165	170	165

3 结论

3.1 预灰磷酸加入量

糖浆脱色率随预灰磷酸加入量的增大而增大。但当磷酸加入量超600 mg/kg时,脱色效果增大并不明显;当超900 mg/kg时,糖浆脱色效果几乎没有变化。另一方面,随着磷酸加入量的增大,糖浆上浮速度变慢,上浮时间长,浮渣量多,清浆量少,清浆清度也变差,当超900 mg/kg时,糖浆上浮速度已变得很慢,清浆量明显减少。从脱色效果与上浮速度、收回结合考虑,认为磷酸加入量在600~800 mg/kg范围内较为合适,此条件既能保证一定的脱色效果及上浮效果,又能保证收回。过大的磷酸加入量,对改善脱色效果作用并不大,反而增加了上浮的负担,影响清浆质量,并增加了辅料的耗用量,增加了成本。

3.2 预灰 pH 值

糖浆脱色率除预灰 pH 值的增大而下降,在微酸性条件比碱性条件脱色效果好。其上浮速度、清浆量和清度也随预灰 pH 值的增大而下降,但变化并不太明显。因此认为:从节约辅料考虑,预灰 pH 值取中性较为适宜。

3.3 硫熏强度

糖浆的脱色率随硫熏的增大而增大,但当硫熏超10 mL (1/32 mol/L I₂) 时,糖浆脱色率增大并不明显,但上浮速度变慢,清浆量减少;当硫熏超18 mL 时,

糖浆脱色率反而下降。因此认为,硫熏不宜过高控制,适宜范围在10~12 mL (1/32 mol/L I₂)。否则,即使硫熏再高,也不能增大其脱色效果,反而增大了辅料的用量。

3.4 硫熏中和 pH 值

在亚硫磷浮法中,在硫熏中和 pH 值在8.0~9.0范围时,糖浆脱色率并没有明显变化,但清浆量随 pH 的增大而下降;当中和 pH 值超9.5时,糖浆脱色率明显下降,且上浮速度明显变慢,清浆清度变差。因此硫熏中和 pH 值适合范围在8.0~9.0之间,如考虑提高收回,可取中和 pH 值靠近8.0。中和 pH 值不宜高于9.5控制。

3.5 最佳气浮工艺条件

本方案中,结合考虑脱色率和清浆量,认为最佳气浮工艺条件为即磷酸加入量800 mg/kg,预灰 pH 7.5,硫熏强度12 mL,硫熏中和 pH 8.5。

4 讨论

本试验是以原糖为原料做试验的,试验目的是找寻气浮工艺条件对糖浆清浆清净效果的影响规律,因不同原料糖性质不同,故本试验得出的最佳工艺控制不一定适合所有原料糖的气浮。在生产实践中,应进行室内气浮清净试验,以确定最佳气浮工艺条件。

参考文献

- [1] 霍汉镇.现代制糖化学与工艺学[M].北京:化学工业出版社,2008:127
- [2] 王秀霞,林庆生,赖凤英.白砂糖二氧化硫的产生原因及降低办法[J].现代食品科技,2006,22(02):167-169
- [3] 岑詠霆.质量管理教程[M].上海:复旦大学出版,2005:207~212,356-358
- [4] 钟朝崇,品质管制大全(上)[M].厦门:厦门大学出版社,2005:77,169-176