



GAODENG XUEXIAO ZHITANG GONGCHENG ZHUANYE JIAOCAI

• 高等学校制糖工程专业教材 •

现代甜菜制糖 工业分析

ANALYSIS IN MODERN
BEET SUGAR
INDUSTRY

杜国军 主编



高等学校制糖工程专业教材

现代甜菜制糖工业分析

杜国军 主编

 中国轻工业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

现代甜菜制糖工业分析 / 杜国军主编. —北京:
中国轻工业出版社, 2016. 8

高等学校制糖工程专业教材

ISBN 978-7-5184-0725-5

I. ①现… II. ①杜… III. ①甜菜制糖 - 工业分析 -
高等学校 - 教材 IV. ①TS245. 2

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 141649 号

责任编辑: 苏 杨

策划编辑: 马 妍 责任终审: 唐是雯 封面设计: 锋尚设计

版式设计: 宋振全 责任校对: 晋 洁 责任监印: 张 可

出版发行: 中国轻工业出版社 (北京东长安街 6 号, 邮编: 100740)

印 刷: 三河市万龙印装有限公司

经 销: 各地新华书店

版 次: 2016 年 8 月第 1 版第 1 次印刷

开 本: 787 × 1092 1/16 印张: 17

字 数: 380 千字

书 号: ISBN 978-7-5184-0725-5 定价: 50.00 元

邮购电话: 010-65241695 传真: 65128352

发行电话: 010-85119835 85119793 传真: 85113293

网 址: <http://www.chlip.com.cn>

Email: club@chlip.com.cn

如发现图书残缺请直接与我社邮购联系调换

150224J1X101ZBW

本书编委会

主 编	杜国军 (齐齐哈尔大学)
副主编	薄力影 (齐齐哈尔大学)
	孙 莹 (哈尔滨商业大学)
参 编	任 健 (齐齐哈尔大学)
	杨 勇 (齐齐哈尔大学)

前 言

糖厂化学管理是制糖生产的主要组成部分。随着糖业生产的发展,各种标准的实施、更新以及糖厂人员的不断增加,迫切需要提供有关制糖日常分析的系统新资料,编者为了满足制糖专业教学及广大读者的迫切需要而编写了本书。

本书以甜菜制糖现行分析操作方法为基础,根据有关国家标准、国际糖品统一分析方法,并参考其他制糖分析相关的国内外资料编写而成。本教材既可作为高等院校制糖工程专业“甜菜制糖工业分析”课程教学用书,也可供甜菜制糖相关科研、生产、管理部门的科技人员参考。

全书主要包括:绪论、第一章检测项目特性与检测方法、第二章检测仪器、第三章标准试剂配制及用途、第四章甜菜品质分析、第五章在制品检验、第六章工艺试验与技术参数测定、第七章成品检验、第八章辅助材料检验、第九章水质分析、第十章污水处理。本书在编写上力求简明扼要、图表化,对一些理论问题仅做概括性的阐述。

本书编写分工:常用术语、绪论、第一章至第三章、第五章、第六章由杜国军编写;第四章第一节至第八节、第十章第一节至第七节由薄力影编写;第七章、第八章、第十章第八节及第九节由孙莹编写;第九章由任健编写;第四章第九节由杨勇编写。

编写有关问题的简要说明:

(1) 本书计量单位一律采用国务院 1984 年颁布的国家法定计量单位(采用国际单位制单位)。

(2) 制糖化学管理常用名词术语采用国家标准 GB/T 9289—2010《制糖工业术语》,对目前沿用的名词术语进行了统一,力求贴切合理。

(3) 书中计算用表多采用国际糖品统一分析方法委员会(ICUMSA)第十七次会议公布的数据。

由于编者水平所限,书中存在缺点错误在所难免,希望读者批评指正。

编者

2016 年 3 月

目 录

绪论	1
第一章 检测项目特性与检测方法	2
第一节 甜菜制糖过程中各工序的作用与化学管理	2
第二节 样品的采集与处理	9
第三节 样品的检测项目、时间及方法	13
第二章 检测仪器	16
第一节 仪器选型	16
第二节 主要检测仪器的构造、原理及适用范围	17
第三节 主要仪器的检定与使用	58
第三章 标准试剂配制及用途	69
第一节 溶液浓度表示方法及溶液的配制	69
第二节 标准酸碱溶液	70
第三节 澄清剂	72
第四节 标准 pH 缓冲溶液	73
第五节 分析测定试剂	75
第六节 指示剂	78
第七节 防腐剂与洗涤剂	80
第八节 去离子中性蒸馏水	81
第四章 甜菜品质分析	83
第一节 水分的测定	83
第二节 干固物的测定	90
第三节 甜菜丝长度、人字形菜丝及碎量的测定	91
第四节 蔗糖分的测定	92
第五节 可溶性无机非糖分的测定	93
第六节 阴离子的测定	102
第七节 可溶性含氮有机非糖分的测定	105
第八节 可溶性无氮有机非糖分的测定	114
第九节 近红外光谱分析技术在制糖领域的应用	127
第五章 在制品检验	130
第一节 在制品锤度及糖度的测定	130
第二节 在制品还原糖、葡萄糖及乳酸的测定	134
第三节 在制品碱度、pH 及全氧化钙的测定	137
第四节 在制品色值的测定	143

第五节	在制品钙盐、浊度及灰分的测定	144
第六节	在制品石灰乳浓度的测定及窑气成分的分析	150
第七节	在制品转化糖浆旋光度的测定	151
第八节	在制品糖糊晶粒大小的测定	151
第九节	在制品微量糖分的测定	152
第六章	工艺试验与技术参数测定	154
第一节	最佳碱度的测定	154
第二节	糖汁自然碱度的测定	157
第三节	沉降速度、过滤阻力系数及糖液黏度的测定	158
第四节	甜菜工艺品质评测	161
第五节	渗出操作指数评价法	164
第六节	糖汁清净效果评价法	164
第七章	成品检验	167
第一节	白砂糖理化成分的测定	167
第二节	绵白糖理化成分的测定	181
第三节	颗粒粕理化成分的测定	187
第八章	辅助材料检验	192
第一节	石灰石	192
第二节	硫磺	198
第三节	润滑油	203
第四节	煤及炉灰	210
第五节	焦炭	218
第九章	水质分析	224
第一节	供水水质分析	224
第二节	锅炉给水水质分析	231
第十章	污水处理	234
第一节	化学耗氧量的分析	237
第二节	生化需氧量的分析	239
第三节	残渣的测定	241
第四节	pH 的测定	242
第五节	氨氮的测定	243
第六节	硝酸盐氮的测定	246
第七节	总氮的测定	248
第八节	磷的测定	249
第九节	矿物油和动植物油油的测定	251
常用术语		256
参考文献		262

绪 论

制糖工业历史悠久。在其发展过程中，由于生产的需要，化学管理工作日趋完善。制糖工业是在生产中最早实行化学管理的工业之一。

甜菜制糖工业分析是甜菜制糖化学管理的一个重要组成部分。甜菜制糖工业的化学管理包括生产过程中物料的衡重、计量、样品的采集、样品分析的方法、最佳工艺参数的确定和有关化学管理的计算方法等。就其性质而言，属于定量分析的范畴。定量分析是分析化学的重要组成部分，其任务是准确地测定样品中各种组分的含量。

所以甜菜制糖工业分析的任务是研究甜菜制糖工业生产过程中物料的主要成分及其含量，制糖过程主要工艺参数的测定方法，以及这些测定方法所牵涉的基本原理和仪器设备的基本结构、测定步骤及结果的计算等。它是一门实验性的科学，对确定制糖过程中物料的组成，从而使生产过程在最佳工艺参数下进行是一种必不可少的手段，因而在生产与科学研究上都有非常重要的作用。

第一章 检测项目特性与检测方法

甜菜糖厂化验检测部门是糖厂管理生产、实现化学管理的重要职能部门。它通过在工厂开机前或生产中提供最佳的工艺指标来指导生产，使整个生产处于最佳条件下进行，以达到优质、高产、低消耗的目的。甜菜糖厂化验分析的主要目的有：① 根据甜菜性质确定工艺指标；② 对甜菜做出工艺质量评价，通过实验确定甜菜最适起收期以及评价甜菜保藏工作质量的优劣；③ 检查辅助材料是否符合工艺质量要求；④ 检查中间制品质量是否达到要求；⑤ 根据生产中的特殊反应或情况进行特殊化验；⑥ 蒸发与加热设备化学法清洗过程中指标的控制。

第一节 甜菜制糖过程中各工序的作用与化学管理

为了正确实施甜菜制糖的生产工艺流程，及时掌握与控制生产，必须了解甜菜的组成、生产流程及其与化验的关系。

一、甜菜的化学组成

甜菜的化学成分随甜菜品种、土壤、气候、施肥和耕作技术的不同而异。甜菜的一般化学成分如图 1 - 1 所示。在甜菜中绝大部分是水，只有 1/4 的质量为固形物。在固形物中，除蔗糖分外，还含有其他有机物和无机物等非糖分。

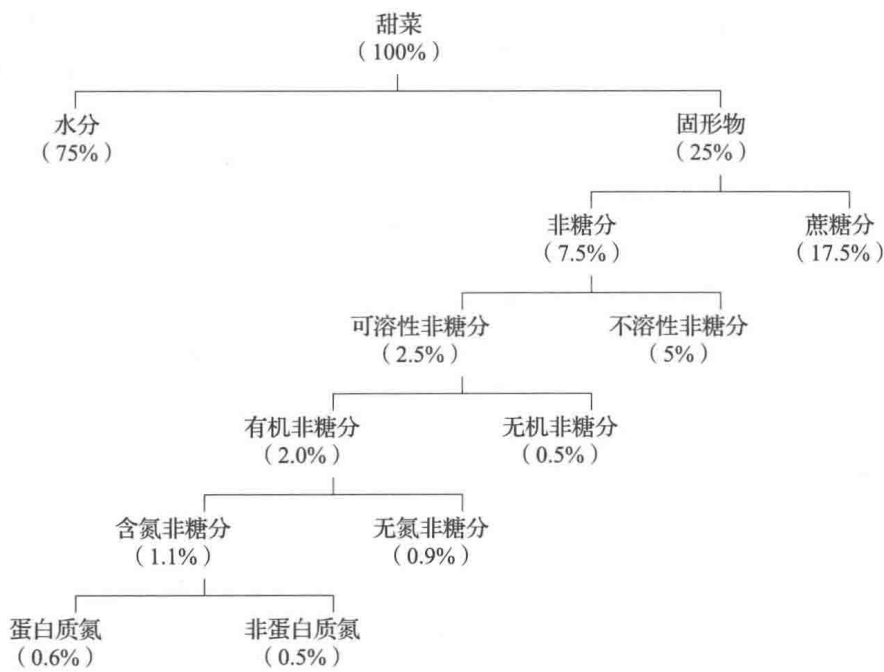


图 1 - 1 甜菜的化学组成

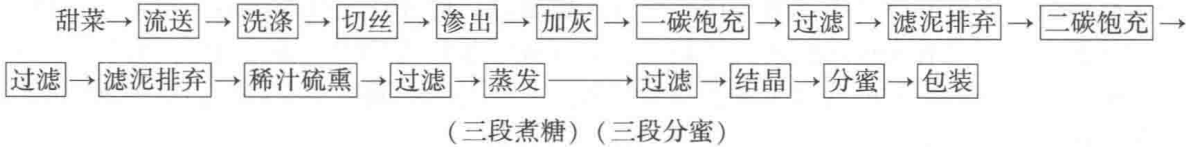
二、甜菜化验与生产的关系

甜菜的化学组成是极其复杂的，对甜菜制糖行业来说，不了解甜菜的质量情况，就会对生产过程中所出现的某些问题无法解释和解决。为此需要对甜菜进行全面分析，只有了解了甜菜的化学组成和性质，我们才能更好地选择加工方法、制订工艺方案、分析生产问题和改进生产。

目前在各甜菜糖厂，经常通过检查分析甜菜压榨汁的糖度来确定甜菜的质量，一般化验其锤度及纯度。甜菜压榨汁中可溶性固形物的质量分数用锤度来表示，可溶性固形物中糖分的质量分数用纯度来表示。例如，甜菜压榨汁的锤度为 21.72%，糖度为 19.0%。则甜菜压榨汁的纯度为： $19.0 \div 21.72 \times 100\% = 87.5\%$ 。也就是说，当甜菜压榨汁中固形物为 100 时，蔗糖分占 87.5%，其余的 $100\% - 87.5\% = 12.5\%$ 为非糖分。所以纯度是制糖工业中十分重要的指标，它标志着甜菜压榨汁的纯净程度，是衡量整个生产过程非糖分除去率的基础数据之一。甜菜丝糖度的化验尤为重要，它不仅关系着甜菜丝质量（含糖量），同时也是衡量生产情况好坏的最基础数据之一。关于化验次数问题，样品的代表性及渗出操作的需要决定了化验的次数宜多不宜少。

三、甜菜制糖的生产流程

我国甜菜糖厂目前通用生产工艺流程为双碳酸饱充法。具体流程如下：



(一) 切丝

1. 目的

从甜菜中提取蔗糖分使用的是渗出法，通过这种方法能够得到纯度较高的糖汁而且糖分的损失和动力消耗都较少。在渗出过程中，渗出糖量与被渗出物料的表面积成正比，而与渗出物料的厚度成反比，因此必须将甜菜切成菜丝，使糖分能够迅速、较完全地从菜丝中浸出。

2. 对甜菜丝质量的要求

甜菜丝进入渗出器内，由于要加热，使不同浓度的糖溶液浸洗菜丝，特别是在连续渗出器内菜丝还要受到搅动，因此要求切成的菜丝必须具有一定的机械强度，并使菜丝进入渗出器后，菜丝与菜丝间能有空隙，不互相紧贴，使糖汁流通，这样就要求切丝操作者能够根据菜丝质量及渗出操作的要求而变换刀片及装刀规格。在实际操作中，菜丝内常掺有形状不同、厚度不一的菜丝和碎渣，这些形状不确定的菜丝及碎渣会影响渗出器内甜菜糖分的正常浸出。

甜菜同其他植物一样是由很多细胞组成，在细胞的原生质中包藏着细胞汁（即糖分和非糖分的水溶液），原生质在正常状态下能够阻止细胞汁中物质的通过，但在适当加热的情况下，即失去了这种作用。因此从甜菜中渗出糖分不能用冷水，而要用热水。为了从甜菜丝中提取糖分，必须将菜丝加热到 60℃ 以上，使原生质凝缩而成为半渗透性膜，由

于细胞内外溶液浓度差的影响,糖分及部分非糖分就会渗析而出,与此同时水则渗透入细胞中。析出物质的数量与被渗出物质的表面积、浓度差、渗出时间及温度成正比,与渗出经过的距离成反比。为此,在生产实践中,渗出温度应尽量高一些,其目的是尽早使原物质变性,延长渗出时间。关于高温多少度为好的问题,应视甜菜质量及有效渗出时间长短而定。一般来说,使用温度太低,废粕的损失大;使用温度太高,则渗出汁纯度下降。渗出时间不宜太长,一般罐组式渗出器为 60 ~ 80min,连续式渗出器为 80 ~ 100min,因为渗出时间过长会造成非糖分的渗出量增加,特别是果胶质的增加。如果菜丝碎量过大,致使连续渗出器内糖汁循环流通不良,就会影响渗出效果,为此各糖厂针对自己的渗出设备情况,可制订各自的菜丝质量标准。一般要求罗伯特式渗出器最适宜长度 15 ~ 22m; Dds 连续渗出器最适宜长度 8 ~ 12m; 塔式连续渗出器最适宜长度与 Dds 连续渗出器相同。但无论哪种渗出器,都要求甜菜丝的碎渣量在 5% 以下。

3. 进行菜丝质量化验的目的

在生产中要对切丝机切出的菜丝质量进行化验,其目的是为了寻找切丝机不正常切丝的原因,以便于调整,从而得到高质量的菜丝,满足生产的需要。

(二) 渗出

1. 渗出的原理和作用

在盛有清水的烧杯中,滴一滴钢笔水,我们可以看到,这滴钢笔水即向四周扩散,直至整个烧杯中色值一样为止,这种现象称为扩散。如果在某种物质的溶液和水的中间,置一微孔隔膜,使溶质分子不能通过而溶剂分子能通过,此种现象称为渗透。将多种物质混合的溶液共装于具有半渗透性薄膜的袋中,并放置于某种溶剂中(如水中),由于浓度差的原因,分子小的物质能通过半渗透性膜扩散而分子大的物质则不能通过,这种现象称为渗析作用。

在渗出器内,能从甜菜丝中提取出糖分,就是利用上述原理及浸泡作用而达到的。扩散的原动力是浓度差,因此在整个渗出过程中要保持稳定的浓度差,即一定的提汁率,所以要求渗出作业要连续不间断地进行,否则将会降低渗出效果。

综上所述,渗出的目的就是尽可能多地从菜丝中提取糖分,做到所获渗出汁的锤度和纯度最高,废粕或废水中糖分损失最低。

2. 渗出与化验的关系

渗出操作与化验是紧密相连的,因为化验不仅是衡量渗出操作好坏和调整渗出操作的依据,同时也是糖厂计算甜菜加工量的基础数据之一。通过对菜丝糖度及渗出汁纯度进行化验,在某些给定的条件下,便可知道菜丝经过渗出后,应该达到什么样的渗出汁质量。例如,若菜丝糖度为 S , 渗出过程总损失 S_0 , 则渗出糖量的回收率为 $(S - S_0)/S \times 100\%$ 。

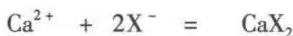
(三) 加灰

渗出汁是一种温度在 35℃ 上下、呈微酸性的褐色液体。渗出汁的成分随甜菜质量及渗出操作条件的不同而变化。清除渗出汁中的非糖分是极为困难的,因为构成非糖分的各种物质都具有各自的理化特性,因此不可能用某一种方法将其完全除去。目前在甜菜糖厂生产中广泛采用双碳酸法,即往渗出汁中加入石灰,而后用 CO_2 进行中和,生成沉淀,借此达到清净的目的。

加灰分为预灰与主灰两步进行,现将预灰及主灰的作用原理与化验的关系分述如下。

1. 预灰的作用

预灰是往渗出汁中加入少量石灰 (0.2% ~ 0.3% 对甜菜)。预灰的主要目的就是中和渗出汁中的游离酸及凝聚胶体物质。在渗出汁中, 所加入石灰乳中的 Ca^{2+} 与某些酸 (它们的钙盐不溶于水) 的阴离子反应而沉淀。



钙离子 阴离子 不溶性钙盐

加灰时被沉淀的酸有草酸、柠檬酸、酒石酸等, 此外还有少量的无机酸, 如磷酸及微量的硫酸。其他不含氮的有机酸和甜菜碱, 则不被石灰所沉淀而继续留在糖汁中。除酸碱中和反应外, 在加灰过程中还发生胶体物的凝聚作用。当往渗出汁中加入一定量石灰时, 便会观察到凝聚作用, 这时沉淀物周围的溶液呈褐色而趋透明, 逐渐再增加石灰用量到一定程度时, 沉淀则大量生成, 而沉淀物则更加紧密, 溶液也更加清澈透明, 颜色呈淡黄色, 此时就是胶体的最佳凝聚点。最佳凝聚点随渗出汁的组成不同而有差异, 主要是由 OH^{-} 和 Ca^{2+} 的离子浓度所决定的, 一般认为该最佳凝聚点在 pH 10.8 ~ 11.2, 不在此范围内时可使已经凝聚的紧密胶体物变得不紧密或者部分胶溶, 溶液的色值也加深, 这就说明胶体的凝聚性和胶溶的可逆性。

试验表明, 预灰以渐进预灰为最佳。具体原因包括以下几方面。

(1) 在低碱度和低 pH 之下可以沉淀磷酸, 会得到结晶的 CaHPO_4 而避免生成体积庞大的无定形的 $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ 。

(2) 可以使不同胶体物在不同的最佳凝聚点沉淀出来。

(3) 慢慢加灰可使生成的沉淀具有相当的稳定性, 一般预灰作用时间 15 ~ 20min, 以减少在加过量石灰时对已经形成凝聚作用的影响。

(4) 避免溶液的过碱, 从而也就避免了发生胶溶现象, 有利于细小沉淀颗粒凝聚成大粒沉淀而加快沉淀速度。

2. 主灰的作用

当前一般的主灰方法分为冷主灰和热主灰两种, 热主灰是将预灰汁加热至 85℃ 左右, 然后再加大量石灰处理; 冷主灰是将预灰汁继续加入大量石灰乳, 主灰在低温作用完后再加热至 85℃ 左右, 而后送往一碳饱充。加灰量由甜菜质量的好坏决定, 一般为 1.3% ~ 2.3% CaO 主灰汁。

主灰的化学变化及物理化学变化是在高碱情况下进行的, 主灰作用的好坏, 对整个生产会产生很大的影响。主灰的主要作用是分解 (破坏) 糖汁中的非糖分, 如酰胺类及还原糖等, 以得到热稳定性较好的糖汁, 当然还有一些其他反应如石灰与蔗糖生成蔗糖盐等, 同时在分解过程中也要生成一些有色物质和溶解性钙盐。但是在大量石灰的存在下, 某些有色物质及溶解性钙盐可在饱充后被大量的沉淀物所吸附而除去, 石灰经碳酸饱充后产生大量碳酸钙起到了助滤和吸附的作用。

3. 加灰操作与化验的关系

胶体物的凝聚及酰胺类等物质的破坏是在 Ca^{2+} 与 OH^{-} 有相当浓度时才能发生, 即需适当的碱度或 CaO 含量。但是随着渗出汁质量的不同, 所用石灰量也有所不同, 因此加灰操作与化验的关系十分密切。对于某种渗出汁的加灰量应为多少合适, 需要化验室给出预灰最佳碱度的操作指标; 通过化验加灰量与清净汁纯度、色值等数值可以及时给出主加

灰量的指标；经常化验检查加灰操作情况，可以及时通知操作者修正操作从而达到最佳凝聚点，以满足生产工艺需要；通过化验也能衡量石灰窑的生产情况。

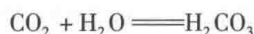
(四) 饱充

加灰后的糖汁进入饱充罐中用窑气（ CO_2 ）进行饱充。本过程分为两步，即为第一次碳酸饱充（一碳饱充）及第二次碳酸饱充（二碳饱充）。

1. 第一次碳酸饱充

目的是通过加入碳酸来中和沉淀主灰所加入的过量石灰，使它成为碳酸钙沉淀。沉淀后的晶体粒子具有活性和较大的表面积，能吸附糖汁中某些非糖分及有色物质，当除去沉淀物时，就可得到纯度高、色值低的糖汁。

一碳饱充时的化学变化是当开始饱充时，窑气（ CO_2 ）首先溶于水而成碳酸。



然后，碳酸与在溶液中的石灰发生作用，即生成 CaCO_3 沉淀。

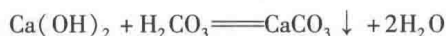


石灰与 CO_2 发生作用后，与原溶液中溶解的石灰反应生成 CaCO_3 沉淀，未溶解的石灰逐渐溶解，因此当在溶液中还有未溶的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 存在时，溶液的碱度保持不变。在饱充的初期，沉淀是胶黏状碳酸钙，并含有大量的泡沫，这个过程反应很复杂，当溶液中所有的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 溶解后，继续进行饱充时，溶液的碱度才开始迅速下降，当碱度已足够低时， CaCO_3 就变成了晶体碳酸钙沉淀。

2. 第二次碳酸饱充

目的是把糖汁中的碱度和钙盐降至最低限度，从而进一步提高糖汁纯度，因为钙盐含量高会使蒸发罐迅速结垢，造成煮糖困难和废蜜产量增加，也会使糖汁苛性碱（即所谓自然碱度）变为碳酸盐。

二碳饱充的化学反应是通入糖汁中的窑气（ CO_2 ）首先与一碳汁中余留的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 作用而产生沉淀，进一步降低了糖汁碱度，反应式为：



当 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 已被沉淀后，继续通入 CO_2 便可与苛性碱发生作用，而变成碳酸盐，反应式为：



钾、钠的碳酸盐与溶解性钙盐发生作用沉淀出碳酸钙，其反应式为：



最后的反应非常重要，因为它能使糖汁中钙盐的含量降低，因此要尽可能保持溶液中有充足的进行反应所需的钾、钠碳酸盐。在操作中，当糖汁过度饱充时，则碳酸盐变成重碳酸盐，这是必须尽量避免的，因为糖汁在蒸发时，由于温度作用重碳酸盐分解而生成碳酸钙沉淀，会造成蒸发罐结垢，其反应式为：



所以为防止重碳酸盐的生成，在二碳饱充时要保持在沸腾温度下进行。自然碱度是十分重要的指标，因为它表示沉淀钙盐后的过剩量。理论上自然碱度表示钙盐不完全沉淀后

的剩余量，因此自然碱度越高，则饱充汁的钙盐除去越完全。自然碱度的高低与气候及耕作条件有关，但一般来说新鲜甜菜的自然碱度高，久藏或腐烂甜菜的自然碱度低。

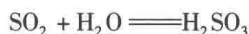
二碳饱充必须要掌握最佳的碱度，在最佳碱度下，糖汁中所含的钙盐量最少，碱度过高或过低时，糖汁中就含有较多的钙盐，这对生产十分不利。当然最佳碱度因甜菜质量变化而不同，因此在生产中要由化验室来经常化验二碳饱充汁的碱度。

3. 饱充操作与化验的关系

化验室要经常测定一碳、二碳的最佳碱度作为现场的操作依据，另外还要经常检查指导现场饱充操作是否控制在最佳点，可通过对纯度、锤度、色值的化验来了解清净效率、过滤洗水、石灰乳浓度、操作的均衡性、加灰量的合理性、甜菜质量等情况，做到根据不同情况采取不同措施。

(五) 硫熏

用二氧化硫处理糖汁或糖浆的过程称为硫熏。硫熏可使色素物质还原成无色，达到脱色的目的。脱色的原理是 SO_2 与糖液中的水结合生成亚硫酸，反应式为：



亚硫酸是一种强还原剂，它能将糖液中某些含有不饱和生色基的有机色素还原。当部分亚硫酸氧化而成硫酸时，便分离出氢来，氢是强还原剂，能使色素还原，其反应为：

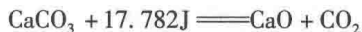


亚硫酸可以与碱性盐类作用，使碳酸盐转变为亚硫酸盐，并能进一步降低糖汁的 pH，降低糖汁在蒸发过程中的色值增加程度。例如， $\text{K}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_3 \rightleftharpoons \text{K}_2\text{SO}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ 该反应对高自然碱度，或者是蒸发糖浆碱度升高的情况尤为重要。因为在高碱度下，部分糖与碱结合而生成蔗糖盐，将使煮糖十分困难，硫熏是用以降低这种碱度的好办法。在正常甜菜质量下，一般对硫熏程度的要求是：稀糖汁硫熏到 pH 8.0 左右，糖浆硫熏到 pH 7.2 ~ 7.5。

为了实现硫熏的目的（降低色值及碱度，提高纯度）， SO_2 用量必须适当，为了衡量硫熏操作及了解硫熏后糖汁（糖浆）质量情况，对硫熏必须进行化验。要求做到经常检查硫漂操作的 pH（或碱度）是否在最佳点上，以利操作者调整操作，加强控制；通过纯度化验，可以衡量整个清净工序的清净效率；通过色值化验来衡量加灰饱充、硫熏等工序的清净效果。

(六) 石灰窑

石灰窑的作用是提供糖汁清净所用的石灰及 CO_2 ，而石灰及 CO_2 是利用焦炭（或无烟煤）和石灰石在石灰窑内煅烧，使石灰石分解而得。其化学反应为：



石灰石的分解在高温下才能发生，若温度低于 900°C 时，就几乎不起分解作用，为使其分解速度快而又完全，所需温度为 $1000 \sim 1100^\circ\text{C}$ 。但分解温度如果超过 1200°C ，会使石灰石中所含有的夹杂物形成钙和钠的硅酸盐和铝酸盐，生成过烧石灰，即死石灰。

石灰石的煅烧与石灰石的质量有关，考虑制糖工业的需要，一般认为石灰石应有下列标准：

碳酸钙含量不少于 95%；

硫酸盐不多于 0.2%；

碳酸镁不多于 1.5%；

硅石 (SiO_2) 不多于 2%；

碱类 (Na_2O 、 K_2O) 不多于 0.2%；

铁铝氧化物不多于 1.0%。

当石灰石中含二氧化硅、碳酸镁和铁铝氧化物等杂质过多时，不但降低了 CaCO_3 含量，而且某些杂质如 SiO_2 等，对生产特别有害。在煅烧过程中，硅酸盐及碱类物质能与石灰融合在一起，不但增加死灰量而且也易发生炼窑现象，部分硅酸盐在石灰乳中变成胶体溶液，以及微溶的硫酸钙混入生产中而使加热设备的加热面上生成难以清除的积垢。

石灰石的质量及石灰窑的煅烧工作与制糖生产的关系非常密切，因此对所用的石灰石质量（包括燃料配比）以及操作要严格控制。在煅烧过程中，如窑内生产不正常，势必影响窑气的生成，因此要对窑气的成分进行分析以便于及时处理，一般正常窑气的成分组成是 CO_2 为 30% ~ 38%， O_2 为 2% ~ 4%， CO 为 0.5%。应经常检查指导石灰窑的石灰消和情况，便于调整。

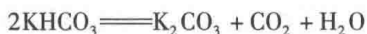
(七) 蒸发

由糖汁煮炼出的晶体蔗糖，首先要在蒸发罐蒸发除去 95%（对菜）左右的水分，其余在结晶过程蒸发。目前广泛采用多效蒸发，它是由几个蒸发罐组成，锤度低的糖汁由第一效进入，顺序经过各效，而从最后一效排出，则变为锤度高的糖浆。蒸汽加热第一效，蒸发糖汁所得的汁汽用以加热第二效，在二效中蒸发糖汁所得的汁汽去加热第三效，以此类推。这样多次利用蒸汽的目的在于节省燃料。

由此可见，蒸发罐效数越多，蒸发糖汁用蒸气量越少，但继续增加蒸发罐效数时，节省蒸汽量并不是那么多，例如，蒸发 100kg 水单效蒸发罐需 100kg 蒸汽，在二效则需 50kg，在三效则需 33kg；在五效则需 20kg，所以将单效改为二效则节省蒸汽 $100 - 50 = 50\text{kg}$ ，若将四效蒸发改为五效蒸发，则节省蒸汽量为 $25 - 20 = 5\text{kg}$ ，较前者仅少 20%。目前在甜菜糖厂广泛采用四效低真空和三效压力的蒸发系统，因为在确定蒸发效数时必须考虑总的有效温度差和各效汁汽的利用情况。

糖汁蒸发过程发生着一系列的化学变化，如碱度的升高，这在二碳饱充及稀汁硫熏过程操作正常时是不会有这种现象的，但是在二碳及稀汁硫熏操作过度时，在酚酞指示剂下呈现酸性，重碳酸盐在蒸发时被分解，而又呈现碱性。

如：



糖汁中的酰胺类物质在碱性糖汁中蒸发时继续分解能够导致碱度的降低。如天冬酰胺分解为天冬氨酸（天冬酸），而天冬酸又被碱性物质所中和，另外蔗糖的转化及转化糖的分解也能降低碱度。在蒸发过程中如果碱度降低的太大，则说明主灰过程酰胺分解尚不完全。蒸发能造成某些盐类析出沉淀，如亚硫酸盐等的溶解度随着糖汁的逐渐增加而渐渐降低，可溶性钙盐与钾或钠产生交互分解作用，生成碳酸钙沉淀等。这种沉淀的生成使蒸发罐加热面生垢，而减低蒸发能力。糖汁在蒸发过程中，或多或少要增加些色值，色值与蒸发的持续时间、蒸发温度、糖汁 pH 及蒸发前糖汁处理的方法有关。

在具体的操作过程中，要求操作者经常地检查指导蒸发罐的操作情况。衡量蒸发罐的总

蒸发效能，在测得稀糖汁锤度和糖浆锤度后，便可算出蒸发罐的蒸发水量，其计算公式为：

$$\text{蒸发水量} = \text{稀汁量} \times (1 - \text{稀汁锤度} / \text{糖浆锤度}) \quad (1-1)$$

在正常情况下，稀汁经过蒸发，锤度渐次升高；碱度也相应的提高（或稍有降低），不允许碱度提高超出相应值或变酸；纯度也稍有提高，至少也应保持不变，否则说明加灰饱充及蒸发有问题。

（八）结晶

从末效蒸发罐得到的糖浆，尚含有 35% ~ 40% 的水分，因为要从过饱和糖溶液中才能提取出结晶蔗糖，为此必须将糖浆再次加以浓缩，使之达到过饱和状态，析出蔗糖晶核，然后将晶核养大，此过程即为结晶。

衡量结晶操作的结果，一般是以纯度差或是结晶率的大小为标准，关于结晶率的计算：

$$\text{结晶率} = (\text{糖膏纯度} - \text{蜜纯度}) / (\text{成品纯度} - \text{蜜纯度}) \times 100\% \quad (1-2)$$

化验结果可以帮助操作者煮糖时及时了解物料的质量情况。

（九）助晶

妨碍蔗糖从末段糖膏的析出的主要原因是原料糖或糖蜜，经过几次煮炼，结晶出大部分糖分，而在母液中的非糖分比例则逐渐增多（这些非糖分在不同程度上有增加蔗糖溶解度的特性），黏度也逐渐增大致使糖分扩散析出困难，结晶速度缓慢。因此用一般的煮糖方法，不能将糖分结晶析出，所以采用长时间助晶的方法，尽量使糖分结晶析出以降低蜜糖分的损失。助晶过程中不是通过蒸发水分，而是通过逐渐降低糖膏温度来达到母液过饱和。

废蜜的糖分损失与甜菜质量、渗出清净操作、煮糖程序和助晶方法等均有密切的关系，因此要求在加强助晶管理的同时必须加强整个生产过程的技术操作。由于受非糖分的性质和数量的影响、助晶和分离等条件的限制，废蜜中的糖分不能全部结晶出来。尽量使糖分结晶析出，就是在某种条件下，使废蜜达到最低含糖量的标准纯度。当然，标准纯度会随甜菜质量和清净效果等的好坏而变化，但是在某种情况下，废蜜损失确实与煮炼及助晶操作以及分蜜操作有着密切关系。因此，制定糖膏、糖蜜的标准锤度是保证助晶分蜜工作正常进行的前提。

第二节 样品的采集与处理

在糖厂生产过程中，有各种各样的物料，怎样从大量的物料中取得适当的待分析的样品，并使样品能够代表大量的物料？在分析之前，应该如何处理样品才能使测定工作顺利进行，并尽量减小测定误差呢？这就需要对样品进行科学的采集和处理。样品的采集是糖厂化学管理中一项很重要的工作，如果取样无代表性，那么不管化验结果如何准确也是毫无意义的，取样的原则是要求样品有代表性。

糖厂需要化验的对象种类繁多，其中有些是数量极大而组成又很不均匀的物料，如原料甜菜、煤、石灰石、硫磺等。又因化验需用的样品量有限，而分析结果还要能够反映大量物料的平均组成，所以我们必须研究取样方法，规定统一操作，才能避免和减少分析误差。因此取样是分析化验工作一个极其重要的关键环节。合理完善的取样方法应该是自动、连续、均匀地进行，现有取样方法尚存在很多问题，有待今后继续改进。

一、样品的采集

糖厂的物料有液体、气体、固体三种，其中液体物料占大多数，现将各种样品取样法简述如下。

1. 液体物料样品的采集

液体物料的组成较为均匀，取样的方法一般采用连续取样法。对于浓度不高且含悬浮物不多的物料，如糖汁、糖浆等，可用连续取样法。对于浓度较高、含悬浮物较多的样品，连续取样有一定的困难，只能间断取样，即间隔一定时间，用人工取一定数量样品，然后把取得的样品充分均匀，取其中一部分进行化验。如糖厂的各种糖膏、石灰乳等，都是采用间断取样法。

2. 气体物料样品的采集

气体物料，如窑气则需用一根小管从贮箱或管道中将其引入气体分析器取样。

3. 固体物料样品的采集

固体物料的组成没有气体或液体物料那样均匀，因此需按“四分法”缩减其数量。“四分法”的操作如下：将样品堆成圆锥形，略压平后划为四等份，取其对角的两份，这样数量即缩减一半，如仍过多，再用“四分法”继续缩减直至留下适当量的样品为止。

4. 样品的防腐

糖厂样品多含糖分，是微生物的良好营养物。在温度和 pH 适宜时，微生物就会繁殖。在微生物的作用下，样品中原来的糖分减少并产生新的成分，这样就不能代表样品原来的情况了。因此在糖厂中，对于容易繁殖微生物的样品，一般加入防腐剂。

糖厂常用的防腐剂有二氯化汞和甲醛。二氯化汞是重金属盐类，能凝固蛋白质，有剧毒，具有强烈的杀菌作用。配制方法是将化学纯 HgCl_2 35g 溶于 95% 的乙醇 100mL 中。使用量为每升液体样品 0.5mL。因 HgCl_2 为重金属盐，且水解后溶液呈酸性，故测样品灰分和 pH 时不能以之作为防腐剂。

甲醛的渗透性强，易渗入菌体中使蛋白质变性，故有抑制微生物繁殖的作用。一般使用工业甲醛溶液，用量为每升样品溶液 0.5 ~ 1mL。由于甲醛溶液具有酸性与还原性，故对拟测定 pH、还原糖的样品不适用。

5. 取样的注意事项

(1) 取样所用的容器必须保持清洁干燥，外加标志识别，不可混用，在未得到分析结果之前不准将样品弃去。

(2) 较长时间的累积样品，应加防腐剂或用水冷却，防腐剂种类较多，糖厂通常采用甲醛及 HgCl_2 两种，因甲醛有还原性，测定还原糖的样品不能加入。测定 pH 的样品则上述两种防腐剂均不能加入，因它们在水溶液中均呈酸性反应，影响分析的准确度。

(3) 为防止某些样品吸收水分或蒸发水分，故有些取样桶应加盖密闭。

(4) 严格按照统一操作规定，取有代表性的样品。

(5) 取样桶、勺、积累样容器等用具，应经常消毒，以免细菌繁殖致使样品发生变化。