

Sterowanie procesem krystalizacji sacharozy

dr inż. Marek Ludwicki, Politechnika Łódzka.

Streszczenie referatu wygłoszonego na seminarium "Postęp techniczny w przemyśle cukrowniczym" w d. 24-25 maja w Zakopanem.

Krystalizacja jest jednym z najważniejszych etapów uzyskiwania cukru. Proces ten decyduje o jakości produktu końcowego – wielkości i równomierności kryształów, ich zabarwieniu, stopniu zanieczyszczenia. Dlatego niezbędne jest precyzyjne sterowanie warunkami zarówno pracującymi w sposób cykliczny jak i ciągłymi. Do tego sterowania należy uzyskać informacje nie tylko o wartości ciśnienia oparów grzejnych, podciśnienia (próżni) w wurniku, poziomie cukrzycy czy jej temperaturze, ale zwłaszcza o stężeniu sacharozy w soku gęstym, a następnie w syropie międzykryształowym cukrzycy. Te ostatnie wielkości określa tzw. współczynnik przesylenia, mierzony różnymi metodami mniej lub bardziej pośrednimi oraz mniej lub bardziej precyzyjnymi.

Współczynnik przesylenia

Stan przesylenia roztworu sacharozy występuje wtedy, kiedy znajduje się w nim nadwyżka sacharozy w porównaniu z jej zawartością w roztworze nasyconym w tych samych warunkach. Według definicji ICUMSA z 1954 r. współczynnik przesylenia Wp jest to stosunek stężenia cukru $\check{z}Ck / W\check{Y}_{przes}$ w gramach sacharozy na 100 cm³ wody w danym roztworze przesyconym w temperaturze t do stężenia $\check{z}Ck / W\check{Y}_{nas}$ w roztworze nasyconym o tej samej czystości Cz i w tej samej temperaturze t :

$$Wp = \frac{\check{z}Ck / W\check{Y}_{przes}}{\check{z}Ck / W\check{Y}_{nas, cz, t=idem}} = \frac{\check{z}H_{przes}}{\check{z}H_{nas, cz, t=idem}} \check{Y}_{cz, t=idem} \quad (1)$$

W roztworach czystych:

$$Wp = \frac{\check{z}H}{\check{z}_r} \check{Y}_{t=idem} \quad (2)$$

W roztworach nieczystych:

$$Wp = \frac{\check{z}H}{\check{z}_R} \check{Y}_{cz, t=idem} \quad (3)$$

gdzie:

r – rozpuszczalność sacharozy w czystym roztworze

R – rozpuszczalność sacharozy w nieczystym roztworze

H – stosunek masowy ilości cukru Ck do ilości wody W w roztworze nasyconym

W 1962 roku ICUMSA zaleciła, aby za pomocą wzoru (1) definiować Wp nie przy jednakowych czystościach lecz przy jednakowym stężeniu niecukrów Nc/W . Nowa definicja jest uzasadniona teoretycznie, ponieważ w toku krystalizacji czystość maleje, a stosunek Nc/W pozostaje stały. Dopóki jednak dostępne w literaturze tablice rozpuszczalności sacharozy wyrażają R jako funkcję Cz i t , nowa definicja jest mało praktyczna.

Metody pomiaru przesycenia w warniku

Metody subiektywne

Ta grupa metod jest zależna od gotowacza obsługującego warnik. Może on np. obserwować pęcherze pary i bryzgi soku na szklach wziernych warnika. Ręczna próba „na nitkę” służy do oceny lepkości i konsystencji próbki zawartości warnika. Gotowacz sam decyduje o momencie zaszczipienia waru i tylko od jego doświadczenia i umiejętności zależy efekt końcowy krystalizacji. Metody subiektywne są mało precyzyjne ale w przypadku doświadczonych gotowaczy mogą wystarczyć do poprawnego ugotowania waru. Nie nadają się do wykorzystania w nowoczesnych, zautomatyzowanych produktowniach.

Ebuliometria

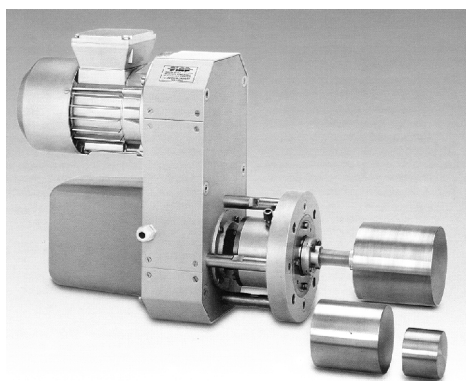
Ebuliometria wykorzystuje określanie podwyższenia temperatury wrzenia zawartości warnika, spowodowane wzrostem stężenia sacharozy (prawo Raoult'a). Zwykle mierzy się temperaturę cukrzycy w porównaniu z temperaturą wrzenia czystej wody pod tym samym ciśnieniem. Jest to dokładna metoda określania stężenia sacharozy w syropie międzykryształowym pod warunkiem uwzględnienia wpływu na temperaturę wrzenia ciśnienia hydrostatycznego słupa cieczy. Przy skomplikowanej realizacji nie pozwala na określenie ilości kryształów.

Refraktometria

Jest to pomiar zawartości suchej substancji przy użyciu specjalnego, wstawianego do komory warnika refraktometru. Dużą dokładność osiąga się zwłaszcza do momentu powstawania kryształów. Nie pozwala na określanie ilości kryształów i z tego względu najbardziej nadaje się do kontrolowania początkowego etapu gotowania waru. Pryzmat refraktometru jest podatny na zarastanie osadami i kryształami; zwykle jest więc wyposażony w układy czyszczące.

Wiskozymetria (reometria)

Lepkość roztworów sacharozy zależy od ich stężenia i temperatury. W zawiesinach kryształów (w cukrzycy, przy końcu procesu jej gotowania) pomiar właściwości reologicznych pozwala na określanie nie tylko stężenia cukru ale i ilości kryształów. Metoda jest bardziej przydatna przy dużej zawartości kryształów i znacznej lepkości (w końcowym etapie gotowania waru). Często na początku gotowania waru stosuje się więc dodatkowy pomiar refraktometryczny. Pomiary lepkości są najczęściej dokonywane skomplikowanymi mechanicznie wiskozymetrami rotacyjnymi, mierzącymi moment obrotowy napędzanego walca zanurzonego w cukrzycy (Rys. 1) lub ultradźwiękowymi, mierzącymi dekrement tłumienia drgań metalowej płytki pobudzanej cyklicznie z częstotliwością ok. 30 kHz za pomocą piezoelektryku. Znane jest też rozwiązanie mierzące prędkość ruchu umieszczonej w cukrzycy specjalnej płetwy napędzanej elektromagnetycznie.



Rys. 1. Rotacyjny reometr przemysłowy (PIAP)

Radiometria

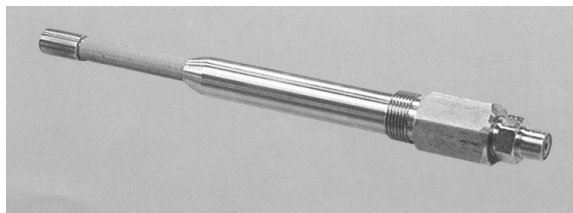
Jest to bardzo dokładna metoda pomiaru gęstości zawartości warku, skorelowanej ze stężeniem sacharozy (stężeniem suchej substancji) i przesyceniem. Polega na określeniu stopnia absorpcji promieniowania γ przez warstwę cukrzycy o stałej grubości. Wadą metody jest jej wysoka cena i konieczność stosowania izotopu promieniotwórczego (ochrony radiologicznej). Przykładem radiometrycznego określania przesycenia w warku jest metoda Bertholda.

Konduktometria

Wartość konduktywności czyli przewodności elektrycznej właściwej zawartości warku jest zależna od temperatury, pH, składu niecukrów i ich stężenia. Przyjmując, że skład chemiczny niecukrów w soku gęstym nie ulega gwałtownym zmianom, a zmiany temperatury są powtarzalne i możliwe do kompensowania, można określić zależność konduktywności od stopnia zagęszczenia soku gęstego lub cukrzycy i tym samym jej korelację z przesyceniem zawartości warku. Zakłócenia powoduje zmienność składu niecukrów surowca, a zwłaszcza zmiany pH,

nierównomierne sodowanie soków czy dodawanie wody do warników. Kłopoty może też sprawiać zarastanie elektrod osadami wapniowymi oraz kryształkami sacharozy. Wymagana jest kompensacja wpływu zmian temperatury. Metoda nadaje się do soków o niskiej czystości 40-95% (dużej zawartości niecukrów), jest mało dokładna np. w warnikach rafinerskich.

Czujnik pomiarowy ma bardzo prostą konstrukcję – jest to zwykle metalowa elektroda wprowadzona przez specjalny izolator do wnętrza warnika (rys. 2); drugą elektrodę stanowi korpus aparatu. Spotyka się też rozwiązania z parą elektrod konduktometrycznych lub czujnikiem bezelektrodowym.



Rys. 2. Konduktometryczny czujnik przesycenia (DDS)

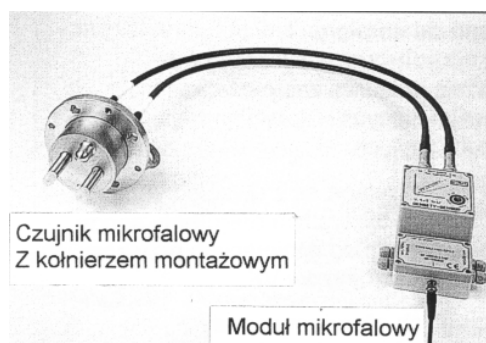
Pomiar stałej dielektrycznej

Metoda polega na wprowadzeniu do warnika specjalnej elektrody (antenki) zasilanej napięciem elektrycznym o częstotliwości 10 - 150 MHz. Mierzy się zmiany amplitudy powstałej fali stojącej (cukrzyce o dużej czystości 85-99%) lub dekrement tłumienia oscylacji w pobudzonym impulsowo obwodzie rezonansowym (cukrzyce o małej czystości). Spotyka się też pomiar impedancji cukrzyca przy częstotliwości ok. 30 MHz lub pomiar kombinowany – konduktywności w początkowym okresie cyklu pracy warnika i stałej dielektrycznej po pojawieniu się kryształów. Jedną z głównych zalet pomiarów dielektrycznych jest mały w porównaniu z metodami konduktometrycznymi wpływ zarastania elektrod osadami.

Metody mikrofalowe

Najnowszą techniką pozwalającą na sterowanie procesem krystalizacji cukru w warniku jest wykorzystanie mikrofal do określania stężenia sacharozy w soku gęstym i syropie międzykryształowym, a właściwie do pomiaru gęstości medium w warniku. W opracowaniu tej metody wykorzystano doświadczenia z popularnych mikrofalowych pomiarów wilgotności substancji sypkich. Metoda jest bardzo dokładna, ponieważ zmiany czystości soku nie mają wpływu na wynik pomiaru. Stosuje się mikrofałe o częstotliwości 2,45 GHz (pasmo ISM) i mocy rzędu 1 mW, emitowane przez specjalny układ antenowy wprowadzony do komory warnika (rys. 3). Mikrofałe, przenikając przez określonej grubości warstwę substancji wypełniającej warnik, zmniejszają amplitudę wskutek absorpcji przez cząsteczki wody. Antena odbiorcza otrzymuje więc

sygnał o amplitudzie będącej funkcją rozcieńczenia medium w warniku. W innej, dokładniejszej metodzie, mierzy się przesunięcie fazy między mikrofalowym sygnałem nadawczym i odbiorczym, będące funkcją momentu dipolowego i przenikalności dielektrycznej cząsteczek sacharozy, a więc i funkcją jej stężenia. Czujniki mikrofalowe (antenki nadawcze i wewnętrzne odbiorcze) mogą (zwłaszcza w warnikach ciągłych) obrastać kryształami cukru, co powoduje błędy pomiaru. Stosuje się więc w takim przypadku automatycznie sterowane, cykliczne układy spłukujące.



Rys. 3. Mikrofalowy czujnik pomiarowy (pro-M-tec Theisen)

Zakres pomiarowy mikrofalowych gęstościomierzy i przetworników przesycenia w warniku osiąga 1...100% suchej substancji przy dokładności nawet 0,1%. Osiągnięto wysoką, długoczasową stabilność pomiaru (brak konieczności częstego kalibrowania). Wprowadzono możliwość linearyzowania charakterystyki pomiarowej i kompensacji wpływu zmian temperatury medium. Mikroprocesorowy przetwornik z dużym, czytelnym wyświetlaczem może umożliwiać podłączenie do 4 czujników pomiarowych, co znacznie obniża koszty instalacji. Posiada on izolowane galwanicznie wyjścia analogowe 4...20 mA oraz cyfrowe RS-232 i RS-485 przystosowane do obsługi sieci PROFIBUS PA.

W obecnym stanie techniki mikrofalowe pomiary gęstości i przesycenia roztworów są najnowocześniejszymi metodami wspomagającymi sterowanie wieloma procesami nie tylko w przemyśle cukrowniczym.