

结晶糖生产工艺及设备

(金智慧、黄云 长春大成集团 132602, 王兆强 烟台蓬宇自控 265600)

结晶是物质由液相转为固相,并分离出固相的一种方法,是相间转化的物理过程,也是获得物质提纯的一种直接的方法。结晶葡萄糖的生产过程,结晶是关键,是直接影响产品质量和收率的环节,做好结晶控制对于结晶糖生产企业来讲至关重要。

一、 结晶原理

1、葡萄糖的溶解度和相间平衡

在特定情况下,溶质在一定体积溶剂中溶解的量为溶解度, α -D-葡萄糖在水溶液中 20℃ 的溶解度为 47.72%,即 100 水溶液中含 19.2g 的 α -D-葡萄糖,28.52g 的 β -D-葡萄糖,52.28g 的水,葡萄糖的溶解度随温度增高而增大,结晶葡萄糖在 55℃ 以下溶解度较低,40-25℃ 的含水结晶葡萄糖的溶解度比蔗糖低 1.5-2 倍,黏度比蔗糖低 10-20 倍,55℃ 以上比蔗糖溶解快,同时由于葡萄糖有三种结晶形态,这三种构型的葡萄糖结晶温度各异。

表一葡萄糖水溶液相间转变温度和浓度的关系

| 温度范围 (°C) | 浓度范围 (%) | 构型现象 |
|-----------|----------|--------------------------------|
| -30~-5 | 24-91 | α 一水葡萄糖+冰 |
| -5~50 | 32-91 | α 一水葡萄糖+溶液 |
| -30~50 | 91-100 | α 一水葡萄糖+ α 无水葡萄糖 |
| 50~115 | 72-100 | α 无水葡萄糖+溶液 |
| 115~146 | 93-100 | α 无水葡萄糖+溶液 |
| -30~50 | 24-70 | 不饱和溶液 |
| 50~146 | 72-100 | 无水葡萄糖+溶液 |

2、葡萄糖结晶的过饱和和度

当溶液中某一已溶解的物质与未溶解物质达到平衡时,此溶液为饱和溶液,将溶质加入已饱和的溶液中不能再溶解,但也能含过量的溶质,只是不稳定,溶质易结晶析出,此溶液为过饱和溶液,在同一温度下,饱和或过饱和溶液所含溶质与溶解度之比为饱和度或过饱和度,溶液的饱和程度用饱和系数 α 表示: $\alpha = S_1/S_0$ (2-1)

式中: α -饱和度系数,纯葡萄糖溶液饱和时 $\alpha = 1$,过饱和时 $\alpha > 1$

S_1 -溶液所含溶质质量 (g/100g 水)。

S_0 -同温度下溶液所含溶质质量 (g/100g 水)。

表(二)不同纯度的葡萄糖溶液饱和系数(2)

| 纯度 (%) | 饱和葡萄糖溶液 (g 无水葡萄糖/100g 水) | 饱和系数 |
|--------|--------------------------|-------|
| 100 | 162 | 1.00 |
| 90 | 166 | 1.024 |
| 80 | 171 | 1.056 |
| 70 | 175 | 1.08 |

3、晶核的形成过程

溶液为过饱和状态时极不稳定,投入固体溶质,温度稍有变化则有晶粒生成,一般形成结晶的过程有两种,一是冷却结晶,将一定温度下的饱和溶液使其缓慢冷却,随温

度的降低，溶质的溶解度不断下降，饱和系数不断加大，呈过饱和状态，即有结晶体析出。另一种方法是蒸煮结晶，将饱和溶液略微改变温度，继续蒸发浓缩以提高溶质的浓度，使晶体析出，即冷却结晶和蒸发结晶两种。

- a) 葡萄糖晶体的大小 $F=KP$
F-葡萄糖晶体的表面积 (cm^2)
K-常数 结晶糖为 6.68
P-葡萄糖晶体的重量 (g)
- b) 葡萄糖的结晶速度，以结晶体表面积 m^2/min
 $P=KFT$ (3-1)
K-结晶速度 ($\text{mg}/\text{m}^2 \cdot \text{min}$)
T-结晶时间 (min)
P-结晶出的葡萄糖量 (mg)
F-晶体的表面积 (m^2)

4、影响结晶生成的因素

- a) 过饱和系数：过饱和系数大结晶生成快，但过饱和系数太大会有伪晶（极小的晶体）生成，影响分离时产品收率，一般纯度在 90% 以上的葡萄糖过饱和系数控制在 1.10-1.25，双酶法工艺其葡萄糖液纯度较高，过饱和系数控制在 1.12-1.15，纯度在 80% 以下的葡萄糖溶液过饱和系数控制在 1.2-1.4。
- b) 温度：从葡萄糖水溶液的相图看出，温度对葡萄糖结晶的影响很大，温度在 40-20℃ 葡萄糖结晶为一水葡萄糖，温度在 40-50℃ 葡萄糖结晶为一水葡萄糖及无水葡萄糖，温度在 50℃ 以上葡萄糖结晶为无水葡萄糖，葡萄糖结晶为放热反应，一般冷却结晶所需冷却面积为 $2.25\text{m}^2/\text{m}^3$ ，（每立方米的结晶容积），所需冷却水系数为 $209\text{Kj}/\text{m}^2 \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$ ($50\text{kcal}/\text{m}^2 \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$)，冷却水与结晶糖膏的温差 ΔT 控制在 3-5℃，按降温曲线控制偏差 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 即可。
- c) 时间：葡萄糖结晶时间受葡萄糖溶液的纯度和浓度影响很大，一般纯度在 97% 以下需 48 小时以上，纯度越低结晶的时间越长，二产品（母液为结晶原液）需 72 小时以上，纯度低的葡萄糖溶液结晶时需要适当提高浓度。
- d) 变旋现象：过饱和的葡萄糖浆结晶出来的葡萄糖晶体有 α 和 β 两种形态，但最终结晶出的含水葡萄糖为 α -型，则打破溶液中两种形态，葡萄糖溶液的平衡，多余的 β 型向 α -型转变，变旋现象也受 PH 值的影响，在 PH 值 3.8-5.7 时影响不大，低于或高于此范围转变加快。
- e) 结晶收率：葡萄糖结晶收率受多种因素的影响，如糖浆纯度和浓度、结晶时间、降温曲线控制、添加晶种量等，特别是与糖浆浓度和母液浓度关系最大，结晶糖浆浓度越高，结晶收率越高，母液浓度越低，结晶收率越高。

二、 结晶工艺

1、一次结晶流程

淀粉乳经液化、糖化、净化、浓缩后直接结晶，母液不再循环利用而直接外排，此流程工艺及设备简单，成品质量好，但收率较低，一般仅有 50% 左右，适合于母液有其他下游产品应用，如母液直接用于发酵产品的生产。

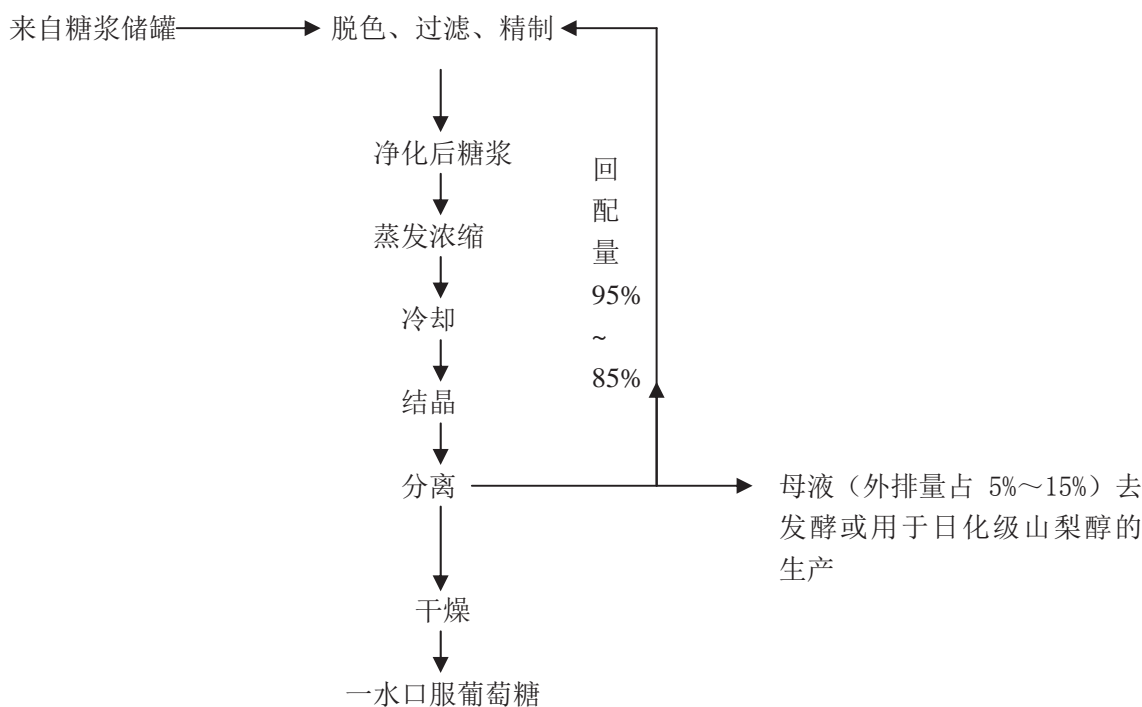


（一次结晶流程）

2、母液回配结晶流程：

该流程成品质量不如流程 1，但收率高，可达到 85-95% 以上，适合于母液无下游产品利用的

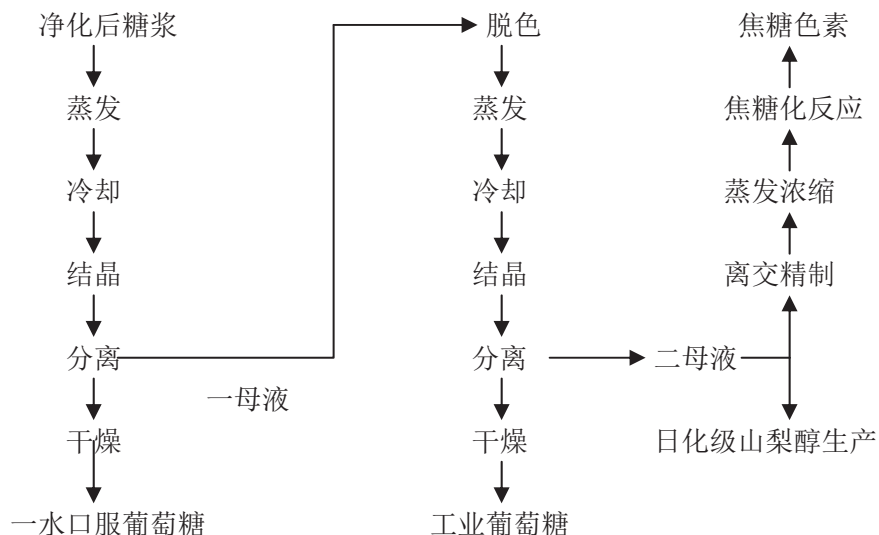
装置。母液外排量减少到 5%~15%，使生产成本大幅度降低。



葡萄糖母液回配工艺流程

3、母液制二产品流程

此流程一水结晶葡萄糖（一产品）质量好，与流程 1 相当，总收率也较高，但工艺复杂，设备较多，（二产品）工业葡萄糖，二母液纯度很低，一般用于焦糖化反应生产焦糖色素及发酵产品。



4、二次结晶流程

此流程一产品母液经脱色，离交处理后大部分回入一次结晶系统，经结晶分离制得的湿糖一般只能做二次结晶的原料糖或工业用糖，因母液回用过多，结晶纯度低，结晶糖的质量受到影响，但从整个系统来看，最终产品是二次结晶，质量较好，且母液大部分在注射糖系统回用，少部分回入一产品系统，总收率较高，是注射糖生产的重要流程。

的净化糖液结晶，一般采用分离后母液回配至 $DE > 94$ ，按降温曲线降温，温差 ΔT 控制在 $3-5^{\circ}\text{C}$ ，结晶罐搅拌速度 $1-3\text{r}/\text{min}$ ，温度 $46-24^{\circ}\text{C}$ ，结晶时间 $48-60$ 小时。母液结晶 $DE > 90$ ，浓度和过饱和度都需要提高，结晶时间也延长至 $72\sim 90\text{h}$ ， $DS72\%$ ，二次结晶注射糖生产因纯度高 99% ，故过饱和度较低，结晶时间相对要短，冷却结晶的工艺条件：

冷却结晶的工艺条件

| 品种 | 注罐糖浆 | | | | 结晶条件 | | | | 备注 |
|------|-----------|-----------|-----------------|------------|----------------------|------------------------------|-----------|--------------|------|
| | DE 值 | DS | PH (酸碱 度) | 色级 (#) | 无机盐 (10^{-6}) | 温度 ($^{\circ}\text{C}$) | 时间 (h) | 母液浓 度(DS) | |
| 口服糖 | > 92.0 | 70-72 | 4-4.2 | ≤ 6 | $C_a \leq 100$ | 46-24 | 60-72 | 55 | 母液回配 |
| 工业糖 | > 89.0 | ≥ 74 | 4-4.2 | ≤ 10 | $C_a \leq 100$ | 44-20 | 72-90 | 55 | 母液回配 |
| 注射糖 | ≥ 98 | 66-68 | 4-4.2 | ≤ 1.5 | $C_a \leq 50$ | 46-24 | 48-60 | 55 | 一次结晶 |
| 食品级糖 | ≥ 92 | 70-72 | 4-4.2 | ≤ 1.5 | $C_a \leq 50$ | 46-24 | 60-72 | 55 | 冷饮用糖 |

2、冷却法结晶收率：冷却结晶一般可达到 $45-55\%$ 的收率（一次结晶收率），是指成品糖干物对糖浆干物质的百分比，结晶总收率，若母液回配循环，则结晶总收率可达到 $88\%-95\%$ ，母液外排量为 $5-12\%$ ，糖膏黏度大，分离困难，若采用母液二次糖化工艺则结晶总收率可达到 95% ，即通过二次糖化可提高单糖含量再结晶因此提高总的结晶收率。

3、冷却结晶过程：冷却结晶可分为间歇、半连续、连续三种不同方式，间歇方式过去用得较多，从进料到出料在一台结晶机中完成，通过调节冷却水的温度和流量来实现物料在结晶机中滞留 $60-90\text{h}$ 的温度变化，从 46°C 降到 24°C 的结晶周期，半连续则是由 $3-4$ 台同样的结晶机串联起来，把结晶过程分成一、二、三段，各段的冷却水温度不相同，物料在不同的时间进入不同的冷却区间，完成结晶析出。连续结晶则整个结晶过程在一台结晶机中完成，并且是连续进料、连续出料，物料进入结晶机后由于自由落体运动和冷却元件的往复运动使物料从顶部向下运动，在不同的位置 and 不同温度的冷却元件完成热交换而结晶析出，进料量和出料量是相等的，液位控制是恒定的，结晶机不同高度的温度是不同的，晶种由回流泵或其他结晶机供给，目前大型的现代化化工厂基本上全部采用了这种工艺，它具有产能大，占地面积小，容积利用率高等特点。

四、结晶设备：

主要有卧式结晶机、立式结晶机，间歇法多采用卧式并联，连续多采用立式，多台卧式串联为半连续，煮糖罐，助晶罐等，均为间歇操作。

1、卧式结晶机一般有 10m^3 、 20m^3 、 30m^3 、 36m^3 等规格，带有冷却夹套，内有带螺旋叶片，冷却搅拌器，螺旋外缘与内筒壁的间隙为 $10 \pm 4\text{mm}$ ，搅拌冷却器及夹套均有冷却水的进出管，两端带有封头，上部有进料口，下部有出料口，设备装有测温仪表，液位计，传动装置有电机、减速机，搅拌的转数一般 $1-3\text{r}/\text{min}$ 。

2、立式结晶机：立式结晶机为直筒式，直径有 3.1m 、 3.9m 、 4.5m 、 7.5 的不等，容积为 60m^3 、 110m^3 、 178m^3 、 220m^3 、 360m^3 、 500m^3 ，高度有 11m 、 18m 、 22m ，它的内部有多层冷却盘管，顶盖有液压支架和油压系统，液压缸带动冷却盘管上下做往复运动，使物料得到充分搅拌，底部装有刮刀，刮动糖膏不停的运动到出料口，上部装有布料器，使进来的晶种和液糖充分混合，内部的冷却盘管有多层，把筒内分成多个冷却区域，每层冷却盘管的冷却水温度由下到上逐渐升高，根据物料的温度调节进水量和水温，温差 $\Delta T=3-5^{\circ}\text{C}$ ，物料在机内的停留时间为 $66-72\text{h}$ ，正常运行时进料量和出料量相等，晶种回流量为进料量的 $1/5$ ，液位保持不变，这种大型连续结晶机一次结晶收率一般在 $50\%\sim 55\%$ 。目前采用卧式、立式组合的运行方式完全实现不间断的连续运行。

3、多台串联半连续式一般采用 4 台分层布置，糖液从最上一层进料，从最底层出料，冷却

水从最底层进入，从最上层流出，物料停留时间一般在 48~72h 不等。

半连续结晶过程工艺控制

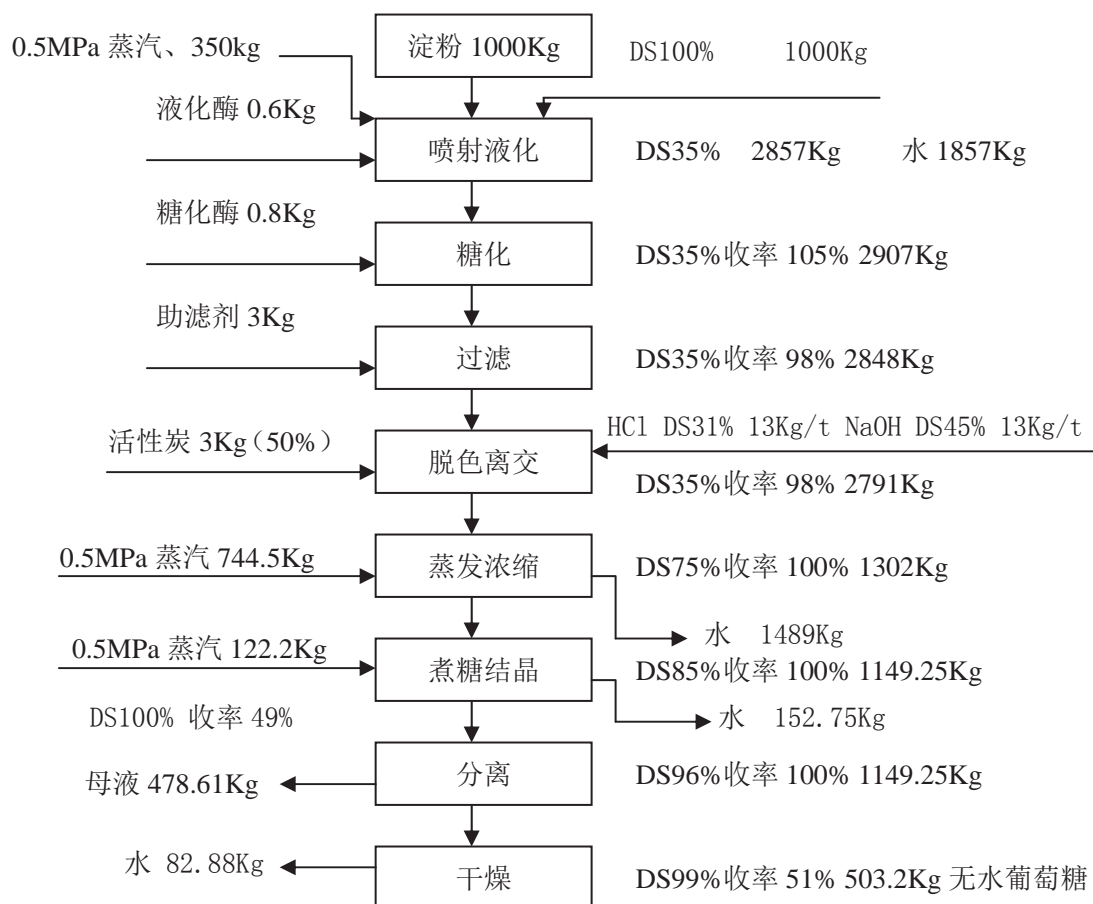
| 名称 | 项目 | 指标 |
|--------|----------------|-------|
| 进料糖浆 | 浓度 (DS) | 70 |
| | 温度 °C | 46 |
| | DE 值 | ≥95 |
| 结晶时间 | 进料至出料时间 h | 48~72 |
| 糖膏 | 出料温度 °C | 20-25 |
| 冷却水 °C | 进口温度 °C | 12-18 |
| | 出口温度 °C | 30-40 |
| | 温差 (物料与冷却水) °C | 4 |
| 收率 % | 一次结晶收率 % | >50 |
| | 套用母液后糖总收率 % | >88 |

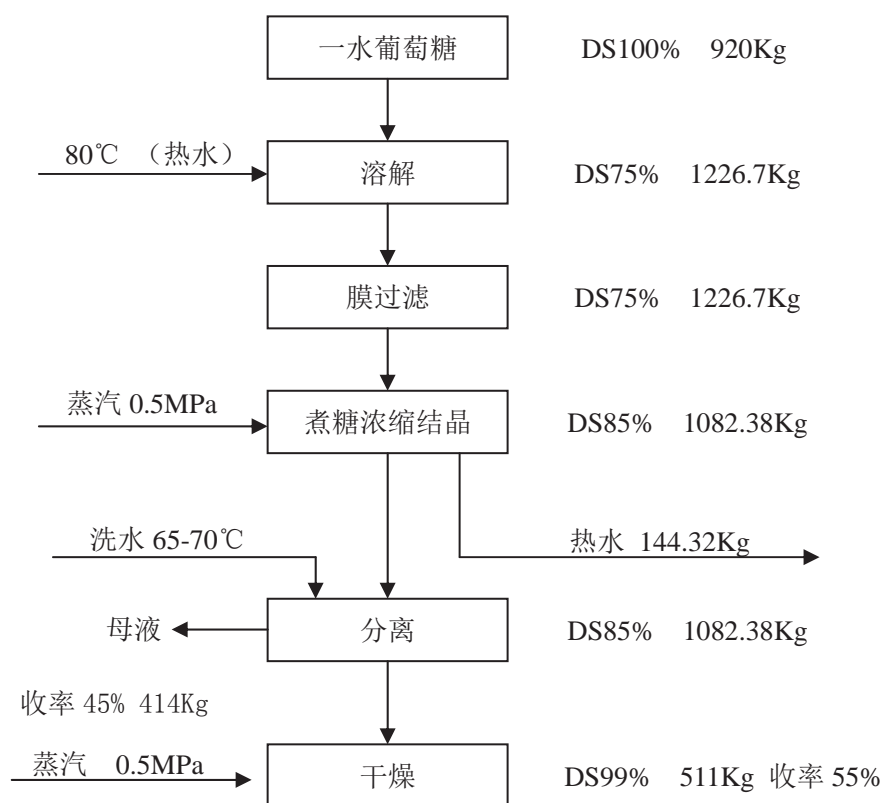
4、煮糖罐：

煮糖结晶法又称蒸发结晶法，主要用于无水葡萄糖的生产，一般生产 α-D-无水葡萄糖，在带有搅拌和加热装置的真空罐中进行，为间歇操作，糖浆进料浓度约为 85-87%，过饱和度 1.12-1.2，结晶温度 72-84°C，周期为 10-15h，煮糖结晶，晶种量为所煮糖体积的 10-15%，因无水糖晶体在有水份存在下，温度低于 50°C 就会转化成一水糖，故从煮糖罐放出的糖膏输送设备都需要保温，分离用洗水温度为 65-70°C，若以双酶法净化糖浆为原料，结晶收率可达 50%，以一水结晶葡萄糖重溶解的净化糖浆为原料，结晶收率可达 55%，煮糖结晶罐有 25m³、30 m³、40m³ 不等。

5、无水和一水糖的物料平衡

以淀粉为原料生产无水葡萄糖和一水葡萄糖的物料平衡





无水葡萄糖操作条件：葡萄糖液投种起晶前浓度为 88-91BX⁰，起晶温度 85-110℃；晶种必须是无水葡萄糖，煮糖温度应在 70-110℃，实际案例：将 DE97 以上的葡萄糖净化液浓缩至 50BX⁰，吸入 25M³ 的真空煮糖罐内，蒸发浓缩至 80 BX⁰，保持糖液体积 9M³ 左右，调节罐内绝对压力 23997Pa (180mmHg)，继续浓缩，当糖液浓度达到 89 BX⁰，温度 90℃，将 2Kg 研磨好的无水 β-D 葡萄糖粉作为晶种吸入罐内，此时糖液浓度为 91 BX⁰，投种起晶后 30min 提高真空度使罐内温度降至 80℃，在此温度继续加热蒸煮 8h，保持过饱和度在 1.02-1.2 之间，将糖膏放入预热至 80℃ 的助晶机中，使晶体继续长大，当糖膏温度降至 78℃ 时，用离心机分出母液，分离温度保持 78℃，分离时用少量热水洗晶体，然后干燥至水分小于 1% 以内，即为无水 α-D-葡萄糖，纯度在 99.7% 以上，总煮糖及助晶周期为 12h/一次，成品收率对糖化液干物为 52%。

五、结晶葡萄糖的分蜜和干燥

1、葡萄糖分蜜

a) 离心分离原理

葡萄糖结晶后的糖膏中包括结晶粒和未结晶的液体（糖液），需要通过离心分离的方法将葡萄糖结晶粒与糖液分开，其分离设备为上悬式刮刀离心机，糖膏加入后随机旋转，借离心力的作用将母液甩出，晶体则留于篮筐内而卸出，离心机的工作效率决定于离心力的大小和分离因数的高低。

b) 离心力的大小应满足下式：

$$C = mw^2/r = Gw^2/gr \quad (1)$$

$$W = 2\pi rn/60 \quad (2)$$

$$C = G\pi^2 rn^2/g900 = G\pi dn^2/1800 \text{ (kg)} \quad (3)$$

式中：

G-旋转物体的重量 (kg)

r-转鼓的半径 (m)

n-离心机转鼓的转数 (r/min)

w-转鼓旋转时的圆周速度 (m/s)

g-重力加速度 (9.8m/s²)

从式中看到离心力的大小与离心机的直径成正比，与离心机的转速平方成正比，说明增大转速对离心力的影响比增大离心机的直径更为重要，但要考虑到转速太快会引起平衡降低，故转速也不能过大，一般 1000-1500r/min 左右。

c) 分离因数：分离因数 (f) 为离心机的又一特性，系离心加速度与重力加速度的比值，其关系式：

$$f = w^2/Rg \quad (4)$$

w-转鼓旋转时的圆周速度 m/s

R-转鼓的半径

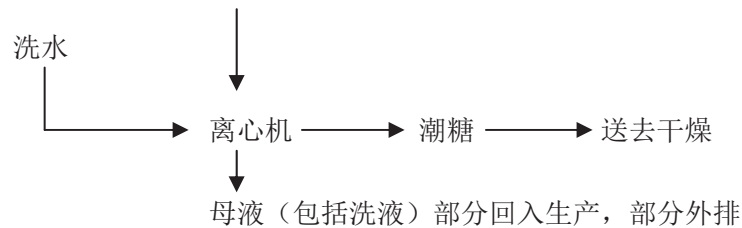
g-重力加速度 9.8m/s²

从式中看出加大圆周速度，可增大分离因数，离心机根据分离因数的高低分为常速离心机，高速离心机， $f \leq 3000$ 为常速离心机， $f \geq 3000$ 为高速离心机，分离结晶糖一般用常速离心机，分离因数为 1000-1500。

2、分离工艺和设备

a) 工艺

结晶后糖膏 → 输送设备 → 糖膏分配器



b) 分离设备：

| | | |
|----------|-----------------|---------------------|
| 烟台蓬宇自控 | φ 1320 ~ φ 1750 | 能力 1 万吨/a~1.5 万吨/a |
| 广州重型离心机厂 | φ 1320 ~ φ 1600 | 能力 1 万吨/a ~1.5 万吨/a |
| 上海化工机械三厂 | φ 1320~ φ 1600 | 能力 1 万吨/a~1.5 万吨/a |

全自动葡萄糖离心机的操作要点：JXZ 型离心机配有自动加料、洗涤、卸料装置及洗水、蒸汽、压缩空气等管线，开机后当离心机转速达 250r/min 时，由离心机上方的混合加料器自动放入 750-1000L 糖膏，此过程为 60S，当离心机速度增至 780r/min 时，保持 5min，使糖膏中母液充分分离甩出，糖膏分出母液后需用蒸馏水洗涤 2 次，每次洗涤 20S，全速运行 5min 降至 50r/min，转鼓壁上的葡萄糖晶体得到松动，开始刮料，当转鼓上的葡萄糖料层厚度在 0.5mm 或稍厚 (3mm 左右) 离心机转速增至 250r/min，再次洗涤，将转鼓壁上剩余的糖层洗出，

洗涤时间约为 30S，然后可进行下一周期操作，整个过程全部自动化操作，岗位人员只查看运行情况。

c) 影响葡萄糖离心分离的因素

影响葡萄糖离心分离的主要因素是葡萄糖的结晶质量，结晶质量好，晶体粒大，均匀，细小伪晶很少，糖膏好分离，湿糖松散，容易洗涤，分离得率高，反之糖膏黏度大，湿糖成硬块，难洗涤，外层湿糖黄斑多，质量差，干燥也较困难。分离温度也有一定影响，温度高粘度小，容易分离和洗涤，但得率相对会低，因此洗水温度也不宜过高，但要注意的是无水糖分离不应低于 60℃，加料速度不能过高（转速），应保持低速加料，否则会引起震动，卸料时注意刮糖不宜太净，以免刮破滤网。

葡萄糖用离心机主要技术参数

| 项目 | 单位 | 山东省蓬莱市自控设备成套厂生产的蓬宇自控 PLX-系列产品 | | | |
|--------|-----------------|-------------------------------|-----------|-----------|-----------|
| | | PLX-1300F | PLX-1500F | PLX-1600F | PLX-1700F |
| 转鼓直径 | mm | 1350 | 1450 | 1560 | 1700 |
| 转鼓高 | mm | 1025 | 1130 | 1130 | 1300 |
| 料层厚度 | mm | 140/230 | 140/230 | 140/230 | 140/230 |
| 装料近似重量 | Kg | 1100 | 1250 | 1400 | 1800 |
| 最大转速 | r/min | 1400 | 1360 | 1250 | 1200 |
| 最大分离因数 | | 1480 | 1500 | 1450 | 1475 |
| 最大循环次数 | h ⁻¹ | 6 | 6 | 6 | 6 |
| 电机功率 | kw | 90 | 90 | 110 | 132 |
| 最大电流 | A | 170 | 170 | 205 | 150 |

六、干燥及包装

干燥及包装是葡萄糖的最后生产工序，干燥是利用热能使葡萄糖中所含的游离水分汽化并排除的过程，离心分离后的潮糖所含水分一般为 15%，一般离心机下料含水约 13-16%，无水糖分离后含水 3-4%，为了便于运输和保存，一水结晶糖需干燥至含水 8-8.5%，无水糖需干燥至 1%以内，干燥后的葡萄糖还需过筛和冷却，包装温度小于 35℃，葡萄糖为热敏性物质，干燥时切忌温度过高，大多采取热空气介质，葡萄糖又易吸潮，特别是无水葡萄糖，因此干燥后应保持相对湿度稳定的情况下降温，同时在输送过程避免与潮气接触，包装材料也要防潮。

1、干燥设备

葡萄糖干燥设备有气流干燥机、流化床干燥机，也有采用喷雾干燥机直接将高浓度的液糖进行喷雾干燥，滚筒干燥机一般为回转式转筒，带蒸汽夹套加热，筒内有抄板，机体有一定斜度，葡萄糖由一端加入，在筒内缓慢流动，约 5r/min，如 1000*5000mm 的滚筒干燥机。气流干燥机是由加热器、过滤器、干燥筒、分离器、风机等组成，具有干燥强度大，速度快等特点，热风干燥过程晶体之间相互碰撞，粒度较为均匀，生产能力较大，适用于规模较大的工厂，湿糖经下料搅龙，进入计量破碎盘，然后经抛料器进入干燥筒，湿糖粉被干燥器的负压空气带入干燥筒内和热空气进行热交换，使游离水份蒸发去除，经旋风分离后进入气旋筛，筛下物由螺旋送入包装系统。流化床干燥机是普遍应用的干燥形式，干燥温度控制在 82℃以下，料层的厚度可通过堰板调节来实现，干燥器分四个区，下料搅拌区、干燥一区、干

燥二区、冷却区，下料搅拌区有一台单独风机和换热器，用来调节干空气温度，其他三个区有一台共同的风机，三台不同的换热器调节温度，干燥区的热空气由换热器加热，冷却区的冷空气由冷冻水冷却，尾气由一台风机经旋风分离器除尘后排出，糖粉经旋转阀卸料，经风送至糖粉储罐。

2、包装设备

包装是葡萄糖生产的最后工序，首先包装材料要符合国家规定的药级和食品级包装材料标准要求，一般均采用带衬膜的塑料编织袋包装，进入包装机缓冲仓的糖粉经计量螺旋和电子计量称称量，达到规定重量后加料搅龙自动停止，自动下落开始缝包，包装好的成品经皮带输送机送到成品库，摆放暂存，包装时需要严格控制物料的温度，包装温度 $<25^{\circ}\text{C}$ 为最佳温度过高热量散失后容易产生结块现象。

3、成品储存

一水结晶葡萄糖和无水葡萄糖其性质具有吸湿性，易吸收空气中的水份使其潮结，为此储存时一定要干燥通风，避免遇水蒸气及具有酸碱腐蚀性气体接触，以保证产品在存放期间不结块，产品松散流动性好。

七、结论

随着结晶糖生产规模的大型，连续化的发展，结晶工艺也在不断的优化和完善，装备的水平也在不断提高，为此确定最佳的结晶，分离，干燥方案是目前结晶糖生产企业急待解决的问题，也是增效创新改变现状的关键。