

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«КУБАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ АГРАРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

ФАКУЛЬТЕТ ПЕРЕРАБАТЫВАЮЩИХ ТЕХНОЛОГИЙ

Методические указания

по дисциплине (модулю)

**Технология сахара и сахаристых продуктов, чая, табака и
субтропических культур
часть 2**

для обучающихся по направлению подготовки научно-
педагогических кадров в аспирантуре

19.06.01 Промышленная экология и биотехнологии
направленность «Технология сахара и сахаристых продуктов, чая, табака и
субтропических культур»

**Краснодар
2014**

Методические указания подготовлены преподавателями кафедры хранения и переработки растениеводческой продукции:

д.т.н., проф. Родионовой Л.Я.;

к.т.н., доц. Соболев И.В.;

д.т.н., проф. Донченко Л.В.

Методические указания одобрены на заседании методической комиссии факультета перерабатывающих технологий

Протокол № 2 от 16.10.2014г.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	3
Техника безопасности при работе в химической лаборатории	4
Занятие №6. Исследование качества сахара-песка	5
Занятие №7. Исследование качества свекловичной мелассы	12
Занятие №8. Определение качества активного угля	20
Занятие №9. Исследование сорбционных свойств активных углей, используемых для очистки сахаросодержащих растворов	24
Занятие №10. Исследование обменной емкости ионитов, применяемых для очистки сахарных растворов	26
Список рекомендуемой литературы	29
Приложение	30

ВВЕДЕНИЕ

Настоящие методические указания подготовлены в соответствии с требованиями государственного образовательного стандарта по направлению 19.06.01 «Промышленная экология и биотехнологии».

Цель пособия – научить контингент обучающихся методам исследования качества сахарной свеклы и сахара-сырца как сырья для производства сахара, обосновывать и подбирать режимы очистки диффузионного сока при переработке свеклы различного качества, анализировать и оценивать готовую продукцию (сахар-песок) и побочную продукцию (мелассу) на основе их органолептических и физико-химических показателей качества, уметь исследовать качества известнякового камня, извести и получаемого известкового молока, а также химических реагентов для дополнительной очистки сахаросодержащих растворов.

Для более глубокого усвоения лекционного материала и его увязки с лабораторным практикумом, а также для лучшего понимания студентами специфики проводимых ими исследований в каждой работе приводятся краткие теоретические сведения, где отражена ее связь с технологическими процессами сахарного производства.

В каждой работе сформулированы и выделены цель и принцип, на котором основан, выполняемый метод анализа, определены необходимые приборы, материалы и реактивы, изложена методика анализов и расчетов, которые в ряде работ дополнены конкретными примерами.

По каждой работе студенты составляют отчет, содержащий: наименование темы, цель работы, краткое описание методики выполненной работы, протокол испытаний (таблица результатов анализов), расчеты и выводы.

Для контроля усвоения изучаемого материала и последующей защиты выполненных работ в каждой работе предусмотрены контрольные вопросы.

При выполнении работ обучающиеся должны соблюдать правила по технике безопасности.

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

При работе в химической лаборатории необходимо соблюдать правила техники безопасности и противопожарные мероприятия.

Все работающие в лаборатории должны пройти инструктаж по технике безопасности, что фиксируется в специальном журнале. Для работы в лаборатории необходим халат, который надевается перед началом работы и застегивается на все пуговицы.

При выполнении анализов нужно соблюдать осторожность, быть внимательным, все операции проводить аккуратно, без спешки. Особое внимание следует обращать на чистоту рук. Если на них попадают реактивы или другие загрязнения, то руки необходимо сразу мыть. В лаборатории должны быть два полотенца: для рук и для посуды, которые должны существенно отличаться цветом или фактурой материала. Категорически запрещается принимать пищу из лабораторной посуды или за лабораторными столами.

Стеклянные приборы: колбы, стаканы, пробирки изготовлены в основном из тонкостенного стекла, поэтому обращаться с ними нужно аккуратно - их следует осторожно переставлять с места на место, нельзя сжимать пальцами, при мытье не нажимать сильно на дно и стенки моющими приспособлениями. В случае пореза стеклом из ранки извлекают осколки стекла, смазывают йодом или другим заменяющим его средством, забинтовывают или заклеивают лейкопластырем.

При пользовании реактивами требуется выполнять особые правила. Нельзя использовать реактивы, на склянках с которыми отсутствует надпись с наименованием. Твердые реактивы для взвешивания или других целей берут специальным шпателем или ложечкой, избегая попадания реактива на руки. Категорически запрещается пробовать реактивы на вкус. Нюхать химические реактивы нужно очень осторожно, не наклоняясь над ними и не вдыхая полной грудью.

С легковоспламеняющимися и выделяющими летучие, ядовитые и другие фракции веществами можно работать только в вытяжном шкафу при опущенной дверце. Хранить их нужно также в вытяжном шкафу.

Для нагревания следует использовать только термостойкую стеклянную или фарфоровую посуду. Нельзя наклоняться над кипящей жидкостью при выпаривании или кипении различных растворов. Нагревать можно только открытые (сообщающиеся с атмосферой или вакуумом) сосуды. Запрещается герметично закрывать сосуд с горячей жидкостью, так как в результате конденсации паров образуется вакуум, и сосуд легко может быть раздавлен атмосферным воздухом.

Все электрические приборы должны быть заземлены и снабжены

работа № 6

ИССЛЕДОВАНИЕ КАЧЕСТВА САХАРА-ПЕСКА

Цель работы - определить качество нескольких образцов (проб) сахара-песка и сравнить их физико - химические показатели с требованиями ГОСТ 21-94

Теоретические сведения

Сахарная промышленность России вырабатывает сахар-песок и сахар-рафинад. По своему химическому составу сахар-песок, как и сахар-рафинад, представляют собой практически чистую сахарозу ($C_{12}H_{22}O_{11}$). Однако даже незначительное присутствие в них примесей, различие их по химическому составу могут существенно повлиять на качество сахара, что особенно важно при его использовании в качестве сырья для других отраслей пищевой промышленности.

Наиболее правильно судить о качестве сахара-песка следует по содержанию в нем сахарозы. Однако до настоящего времени достигнутой точности в определении концентрации сахарозы следует признать недостаточной. Поэтому о сахаре-песке судят по совокупности ряда показателей его качества, которые применяются для выражения количественного содержания в нем несахара и его влияния на общее качество сахара-песка.

Сахар-песок, выработанный из сахарной свеклы и тростникового сахара-сырца, практически не отличается по качеству. При одинаковых технологических условиях получения содержание сахарозы в нем одинаковое. Наиболее существенным показателем их отличия является соотношение между азотсодержащими и безазотистыми кислотами. В свекловичном сахаре-песке преобладают азотсодержащие кислоты, а в сахаре-песке из тростникового сырца - безазотистые. Кроме того, в сахаре-песке из тростникового сахара-сырца несколько больше содержится редуцирующих и высокомолекулярных соединений. Однако их общее содержание по сухим веществам сахара-песка не превышает сотых долей процента и поэтому не является существенным различием.

Требования к качеству сахара-песка постоянно повышаются, что диктуется возрастающими запросами его потребителей, а также совершенствованием технологии и оборудования для его получения.

В 1994 г. разработаны и утверждены межгосударственные стандарты ГОСТ 21-94 «Сахар-песок. Технические условия» и ГОСТ 22-94 «Сахар-рафинад. Технические условия». Постановлением Комитета РФ по стандартизации, метрологии и сертификации от 13.12.95 г. № 599 межгосударственный стандарт ГОСТ 21-94 введен в действие в качестве государственного стандарта Российской Федерации взамен ГОСТ 21-78.

В соответствии с требованиями межгосударственных стандартов на сахар-песок и сахар-рафинад основными критериями их качества являются органолептические, физико-химические показатели, показатели безопасности, регламентирующие содержание тяжелых металлов (свинца, кадмия, ртути, цинка, меди) мышьяка, пестицидов (гексахлорана, ДДТ, фостоксина) и микробиологические показатели для сахара, поставляемого отдельным потребителям, с установлением предельно-допустимых норм их содержания.

Показатели безопасности обеспечивают безопасность сахара для жизни и здоровья населения.

По внешнему виду сахар-песок должен быть белым, однородным по величине кристаллов с минимальным количеством сросшихся кристаллов (друз) и кристаллической «муки» (мельчайших кристалликов, проходящих через сито с отверстиями диаметром 0,25 мм).

ГОСТ 21-94 не предусматривает требований к однородности кристаллов сахара-песка и допускает их размер в большом диапазоне от 0,2 до 2,5 мм.

Кристаллы сахара-песка должны быть прозрачными, с ровным блеском и ясно выраженными гранями, растворы приготовленные из них - прозрачными, термоустойчивыми, свободными от микроорганизмов и нерастворимых осадков, не иметь запаха, легко фильтроваться и не пениться.

В соответствии с ГОСТ 21-94 "Сахар-песок. Технические условия" по физико-химическим показателям сахар-песок должен соответствовать требованиям, указанным в табл. 6.1.

Таблица 6.1

Физико-химические показатели сахара-песка

Наименование показателя	Норма для		Метод испытания
	сахара-песка	сахара-песка для промышленной переработки	
Массовая доля сахарозы (в пересчете на сухое вещество), %, не менее	99,75	99,55	По ГОСТ 12571-98
Массовая доля редуцирующих веществ (в пересчете на сухое вещество), %, не более	0,050	0,065	По ГОСТ 12575-01
Массовая доля золы (в пересчете на сухое вещество), %, не более	0,04	0,05	По ГОСТ 12574-93
Цветность, не более: - условных единиц; - единиц оптической плотности (единиц ICUMSA)	0,8 104	1,5 195	По ГОСТ 12572-93
Массовая доля влаги, %, не более	0,14	0,15	По ГОСТ 12570-98
Массовая доля ферро-примесей, %, не более	0,0003	0,0003	По ГОСТ 12573-67

Сахар-песок для переработки на рафинадных заводах должен иметь цветность не более 1,8 усл. ед (234 ед. опт. пл), содержание влаги не более 0,15 %.

Методы испытаний сахара-песка и сахара-рафинада осуществляются по межгосударственным стандартам ГОСТ 12570-12575.

Следует отметить, что требования отечественных ГОСТ 21-94 и 22-94 по основным показателям качества близки к большинству зарубежных стандартов. Однако допустимые нормы некоторых зарубежных стандартов более жесткие или содержат дополнительные требования, не учтенные отечественными ГОСТами на сахар-песок и сахар-рафинад. Это особенно касается специальных стандартов, определяющих требования к сахару при его использовании как сырья для других отраслей промышленности, то есть уровень требований к качеству сахара-песка зависит от целей его применения.

При использовании сахара-песка в качестве сырья к нему предъявляют более строгие требования. В значительной степени они обусловлены составом примесей сахара и их влиянием на технологию и качество готовой продукции, полученной на его основе. Так, например, при производстве напитков важное значение имеет склонность растворов сахара к пенению, буферность среды, цветность, микробиологические свойства и некоторые другие физико-химические показатели его качества. Поэтому при разработке требований к качеству сахара-песка в разных странах особое внимание уделяют его последующему использованию.

Отечественные ГОСТы на сахар-песок разрабатывались в соответствии с требованиями рафинадных заводов, для которых он является сырьем. Поэтому в отечественных ГОСТах указывается не минимальное количество сахарозы, а максимальное содержание несахаров, выраженное через минимально допустимое содержание сахарозы в пересчете на сухое вещество, равное для сахара-песка 99,75%, то есть ГОСТ 21-94 требует, чтобы стандартный сахар-песок не содержал более 0,25% несахара.

Количество и качество несахаров во многом зависит от состава сырья и технологии его переработки, причем наиболее важными считаются процессы очистки, кристаллизации, условия промывания кристаллов сахара в центрифугах и их сушки.

6.1. Определение содержания редуцирующих веществ в сахаре-песке

Под редуцирующими веществами понимают моносахариды, имеющие свободные альдегидные ($\text{CH}_2 - \text{CHO}$) или кетонные ($\text{CH}_2 - \text{CO} - \text{CH}_2$) группы, способные легко окисляться в щелочной среде и восстанавливать (редуцировать) окись меди в закись (гемииоксид меди). В аналитической практике применяют оксид меди в виде щелочного раствора, который действует по схеме $2\text{CuO} = \text{Cu}_2\text{O} + \text{O}$, где две молекулы оксида меди отдают один атом кислорода, превращаясь в закись меди Cu_2O . То есть происходит восстановление меди с выделением красного осадка закиси меди.

По количеству выпавшей в осадок редуцированной меди с помощью таблиц находят концентрацию моносахаридов в растворе. Именно по этому признаку все моносахариды относят к группе редуцирующих веществ, а метод их определения называют редуционным.

В свекле всегда содержится некоторое количество редуцирующих веществ. Обычно их содержание в свекле хорошего качества не превышает 0,07%, но в

незрелой или порченной свекле, например, подмороженной, а затем оттаявшей количество редуцирующих веществ может превышать 0,5 %.

В процессе переработки сахарной свеклы, особенно на стадии дефекации, в сильно щелочной среде с высокой щелочностью моносахариды разлагаются с образованием темноокрашенных продуктов и ряда органических кислот, дающих с известью растворимые и нерастворимые кальциевые соли. Продукты распада редуцирующих веществ, вступая в реакцию с соединениями, содержащими аминогруппу (амиды, аминокислоты), образуют сильноокрашенные соединения повышенной окраски (меланоидины), что обуславливает нарастание цветности соков и сиропов на выпарной установке.

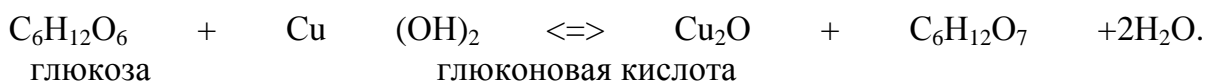
Присутствие редуцирующих веществ оказывает существенное влияние на сохранность сахара-песка. Это обусловлено отрицательным влиянием редуцирующих веществ на гигроскопические свойства сахара-песка, особенно при несоблюдении условий его хранения. При этом существует тесная связь между ростом микрофлоры в пленке на кристаллах сахара и накоплением в процессе хранения редуцирующих веществ. Особенно это касается «связанной влаги», содержащейся в пленке межкристального раствора на кристаллах сахара. Ее образование обусловлено перекристаллизацией сахарозы при высушивании сахара-песка. Известно, что «связанная влага» остается в пленке при высушивании кристаллов сахара по классической технологии.

Для полного удаления влаги требуется не менее 2 суток, что в реальных условиях не выдерживается. Присутствие «связанной влаги» в сахаре-песке, особенно при его хранении в мешках из пропилена, не только способствует ухудшению качественных показателей, но и может вызвать цементацию при хранении. При повышенной влажности поверхностный слой пленки на кристаллах сахара разжижается, становится питательной средой для, микроорганизмов, деятельность которых приводит к разложению сахарозы.

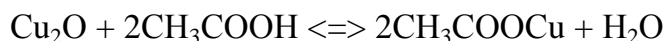
Все это способствует ухудшению качества сахара-песка. Поэтому контроль за содержанием редуцирующих веществ в сахаре-песке является одним из наиболее важных условий обеспечения его сохранности.

Цель анализа - определить соответствие анализируемого сахара-песка требованиям ГОСТ 21-94 по содержанию в нем редуцирующих веществ.

Принцип метода анализа основан на том, что в щелочной среде, создаваемой реактивом Мюллера, ионы Cu^{2+} окисляют моносахариды (редуцирующие вещества), восстанавливаясь до Cu^{2+} и образуя в растворе закись меди (гемиоксид меди) Cu_2O



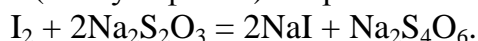
Для определения количества образующейся закиси меди, соответствующей содержанию редуцирующих веществ, ее предварительно растворяют уксусной кислотой



и оттитровывают раствором йода. При этом происходит окисление Cu^+ до Cu^{2+}

$$2\text{CH}_3\text{COOCu} + \text{I}_2 \rightleftharpoons (\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Cu} + \text{CuI}_2.$$

Эта реакция обратима, но в присутствии избытка йода равновесие сдвинуто вправо. Избыток йода, не вошедшего в реакцию окисления меди, определяют титрованием гипосульфитом (тиосульфатом) натрия



1 см³ 0,0333 н раствора йода соответствует 0,001 г редуцирующих веществ.

Приборы и материалы:

- технические весы;
- водяная баня;
- бюретка для титрования;
- штативы для укрепления колбы и бюретки;
- пипетка: 50 см³.

Реактивы:

- медьсодержащий реактив (реактив Мюллера) содержит в 1 дм³ 35 г CuSO₄ · H₂O, 68 г Na₂CO₃ и 173 г сегнетовой соли;
- 0,0333 н раствор йода (4,23 г I₂ и 7 г KI на 1 дм³);
- 0,0333 н раствор гипосульфита (8,3 г Na₂S₂O₃ · 5H₂O на 1 дм³);
- 5 н раствор уксусной или винной кислоты (300 г ледяной уксусной или 375 г винной кислоты на 1 дм³).

Индикаторы:

- раствор крахмала 0,5%.

Методика определения

40 г сахара-песка или сахара-рафинада растворяют в дистиллированной воде, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят дистиллированной водой до метки, взбалтывают и фильтруют. Из фильтрата отбирают пипеткой 50 см³ (соответствующие содержанию 10 г сахара) в коническую колбу вместимостью 250 см³, доводят объём дистиллированной водой до 100 см³ и добавляют 10 см³ раствора Мюллера. Колбу с раствором помещают в кипящую водяную баню на 10 мин так, чтобы она не касалась дна, и находящийся в ней раствор был на 2-3 см ниже уровня воды в бане. Баня должна иметь такие размеры, чтобы кипение не прерывалось при помещении в нее колбы. После нагревания коническую колбу, накрытую часовым стеклом, во избежание окисления окиси меди кислородом воздуха быстро охлаждают под струей холодной воды без взбалтывания до 20°C.

После кипячения раствор должен иметь голубой или зеленоватый оттенок. В противном случае анализ повторяют с меньшим количеством фильтрата (например, 20 см³). Результаты опытов пересчитывают на 10 г сахара.

К охлажденному раствору прибавляют 5 см³ 5 н раствора уксусной или винной кислоты и сразу же от 20 до 40 см³ 0,0333 н раствора йода точно отмеренного пипеткой. Оба раствора добавляют без взбалтывания во избежание окисления окиси меди кислородом воздуха. После этого колбу закрывают, перемешивая ее содержимое время от времени вращательными движениями в течение 2 минут. Затем прибавляют 2 см³ 1% -ного раствора крахмала и оттитровывают избыток йода 0,0333 н раствором гипосульфита (тиосульфата) до исчезновения синей окраски раствора.

Проводят контрольное определение, используя те же реактивы и в тех же количествах, но вместо испытуемого раствора добавляют дистиллированную воду.

Контрольное определение проводят для каждого свежеприготовленного реактива Мюллера.

Параллельно проводят опыт без нагревания, используя то же количество исходного раствора и те же реактивы. После добавления реактива Мюллера раствор оставляют на 10 минут.

Расчеты

При вычислении массовой доли редуцирующих веществ принимают что 1 см³ раствора йода 0,0333 н раствора йода соответствует 1 мг редуцирующих веществ.

Массовую долю редуцирующих веществ в сахаре X₁, в %, вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(V_1 \cdot K_1 - V_2 \cdot K_2) - K}{m \cdot 1000} \cdot 100,$$

где V₁ - количество йода, израсходованное на испытание, см³;

V₂ – количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование, см³;

K₁ – поправочный коэффициент раствора йода;

K₂ - поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия;

K – сумма поправок на расход раствора йода на восстановление сахарозы (из расчета 0,2 см³ на 1 г), на расход раствора йода при определении без нагревания, на редуцирующую способность реактива Мюллера;

100 – коэффициент перерасчета в проценты;

m – масса навески, г;

1000 - коэффициент перерасчета граммов в миллиграммы.

Сумму поправок K, вычисляют по формуле

$$K = \frac{0,2 \cdot m \cdot X}{100} + (V_1 \cdot K_1 - V_2' \cdot K_2) + (V_1 \cdot K_1 - V_2'' \cdot K_2)$$

где 0,2 – расход раствора йода на восстановление 1 г сахарозы, см³/г;

m – масса навески, г;

X – массовая доля сахарозы, %;

V₁ – количество раствора йода, см³;

K₁ – поправочный коэффициент раствора йода;

V₂' – количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование при контрольном определении см³;

K₂ – поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия;

V₂'' – количество раствора тиосульфата натрия израсходованное на титрование в опыте без нагревания, см³.

Пример Расчет содержания редуцирующих веществ в белом сахаре.

Количество раствора йода V₁ = 20 см³; количество раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование избытка раствора йода, V₂ = 16 см³; поправочный коэффициент раствора йода K₁ = 0,993, для раствора тиосульфата натрия K₂ = 0,987.

Количество раствора тиосульфата натрия, израсходованного в контрольном опыте (редуцирующая способность реактива Мюллера) V₂'=19,9 см³, в опыте без нагревания V₂''=19,8 см³.

Сумма поправок K на восстановление 10 г сахарозы, контрольный опыт (реактив Мюллера) и опыт без нагревания составит

$$K = \frac{0,2 \cdot 10 \cdot 99,61}{100} + (20 \cdot 0,993 - 19,9 \cdot 0,987) + (20 \cdot 0,993 - 19,8 \cdot 0,9987) = 1,99 + 0,22 + 0,32 = 2,53 \text{ см}^3.$$

Содержание РВ в белом сахаре составляет

$$\frac{(20 \cdot 0,993 - 16 \cdot 0,987) - 2,53}{10 \cdot 1000} \cdot 100 = 0,015\% \text{ к массе сахара-песка.}$$

Контрольные вопросы

1. Какие основные требования к качеству сахара-песка регламентируются в ГОСТ 21-94?
2. Что такое органолептические показатели качества сахара-песка?
3. Что такое физико-химические показатели сахара-песка?
4. Какие показатели безопасности сахара-песка регламентируются ГОСТ 21-94?
5. Что понимается под термином редуцирующие вещества?
6. На каком принципе основан метод определения РВ в сахаре-песке?
7. Как редуцирующие вещества влияют на качество сахара?
8. Что такое сульфатная и углекислая зола сахара-песка?
9. На каком принципе основан метод определения РВ в сахаре-песке?
10. Какие приборы используют для определения цветности сахара-песка?
11. В каких единицах выражают цветность сахара-песка?
12. Почему о качестве сахара-песка судят по совокупности ряда его показателей?

работа №7

ИССЛЕДОВАНИЕ КАЧЕСТВА СВЕКЛОВИЧНОЙ МЕЛАССЫ

Цель работы - определить качество нескольких образцов (проб) мелассы и оценить их физико-химические показатели с требованиями ОСТ 18-395.

Теоретические сведения

Меласса является побочной продукцией сахарного производства и служит сырьём для спиртовой, дрожжевой и некоторых других отраслей промышленности, а также используется при производстве комбикормов.

Мелассой называют отгёк, полученный при центрифугировании утфеля последней ступени кристаллизации и содержащий сахарозу, воду и большинство растворимых несахаров, оставшихся в диффузионном соке после его отчистки известью и образовавшихся в результате разложения сахарозы на последующих стадиях производства.

Меласса обладает высокой вязкостью, которая составляет 4-8 Па·с при 40 °С.

Основными причинами образования мелассы являются:

- невозможность полного удаления воды при уваривании утфелей и кристаллизации сахарозы;
- мелассообразующая способность большинства несахаров сахарного производства, то есть способность их увеличивать растворимость сахарозы;

- высокая вязкость мелассы, что обуславливает дальнейшее выкристаллизовывание из неё сахарозы нецелесообразным, так как на современных центрифугах трудно отделить межкристальный раствор вязкостью более 8 Па·с.

К несахарам мелассы, значительно увеличивающим растворимость сахарозы относятся гидроксиды, карбонаты, хлориды и ацетаты калия и натрия.

В то же время инвертный сахар, нитрат магния и кальция обладают отрицательными коэффициентами мелассобразования, то есть способствуют выкристаллизовыванию сахарозы из растворов.

Об активности в мелассобразовании отдельных несахаров можно судить по их мелассообразующему коэффициенту, который показывает сколько килограммов сахарозы удерживается 1 кг несахара в нормальной мелассе.

Мелассы свеклосахарного и сахарорафинадного производств имеют более высокую чистоту по сравнению с мелассой, образовавшейся при переработке тростникового сахара – сырца. Редуцирующие вещества, содержащиеся в тростниковосахарной мелассе, снижают коэффициент насыщения её сахарозой до значения 0,85 и чистота её составляет 49-51%, в то время как коэффициент насыщения свекловичной мелассы при 40 °С равен 1,15-1,20, а чистота – 56-60%.

Основные физико-химические показатели мелассы свеклосахарного производства, регламентируемые ОСТ 18-395 «Меласса свекловичная. Технические условия», приведены в табл. 7.1.

Таблица 7.1

Физико-химические показатели свекловичной мелассы

Наименование показателя	Норма
Массовая доля сухих веществ, % не менее	75,0
Массовая доля сахарозы, % не менее	43,0
Массовая доля сбраживаемых сахаров, % не менее	44,0
pH	от 6,2 до 8,5

В случае отгрузки мелассы по специальному соглашению требования к её составу обуславливаются контрактом.

При отгрузке мелассы спиртовым заводом в средней пробе определяют содержание сухих веществ, сахарозы, чистоты, pH, сумму сбраживаемых сахаров.

7.1 Определение массовой доли сухих веществ

Цель анализа – определить массовую долю сухих веществ в мелассе.

Принцип метода анализа основан на определении массовой доли сухих веществ в свекловичной мелассе по измерению её показателя преломления при помощи рефрактометра.

Приборы и материалы:

- весы технические;
- сосуд для разбавления сахарных продуктов в соотношении 1:1;
- цилиндр;
- термометр с диапазоном измерения температуры от 0 до 100 °С;
- баня водяная;
- рефрактометр лабораторный;
- палочка стеклянная;
- вода дистиллированная.

Методика определения

Определение массовой доли сухих веществ в мелассе производят в растворах мелассы, разбавленной дистиллированной водой в соотношении 1:1.

На чашки весов помещают внутренний и наружный сосуды для разбавления сахарных продуктов методом 1:1, если их масса разная, уравнивание сосудов на весах достигается специальной гирькой.

Затем во внутренний сосуд помещают около 50 г мелассы, а в наружный сосуд добавляют дистиллированную воду до тех пор, пока не будет достигнуто равновесие.

Затем сосуды снимают и опускают во внутренний сосуд грузик для перемешивания, после чего внутренний сосуд осторожно помещают в наружный и герметически закрывают крышку. Сосуд ставят в водяную баню, нагретую до 80 °С, периодически встряхивая до полного растворения содержимого и равномерного перемешивания.

Примерно через 20 мин. сосуд с раствором охлаждают в воде до 20 °С.

Крышку следует открыть только после охлаждения раствора, так как в противном случае часть воды может испариться, что приведёт к ошибкам при определении содержания сухих веществ и сахарозы.

Содержание сухих веществ в растворе определяют по рефрактометру.

Расчёты

Массовую долю сухих веществ (Р) в процентах определяют по формуле:

$$P = 2P_1,$$

где P_1 – показания шкалы рефрактометра.

7.2 Определение массовой доли сахарозы (прямой поляризации)

Цель анализа – определить массовую долю сахарозы в мелассе.

Принцип метода анализа основан на определении массовой доли сахарозы в мелассе путём измерения угла вращения плоскости поляризации при помощи сахариметра.

Приборы и материалы:

- сахариметр;
- кюветы поляриметрические длиной 200 мм, 100 мм;
- весы лабораторные;
- колба вместимостью 200 см³;
- баня водяная или термостат;
- цилиндр вместимостью 20 см³;

- чашка нейзильберовая вместимостью 150 см³;
- стакан вместимостью 200 см³;
- бумага фильтровальная;
- вода дистиллированная.

Реактивы:

- реактив Герлеса I (340 г Pb(NO₃)₂ в 1 дм³) и Герлеса II (32 г NaOH в 1 дм³);
- NH₄H₂PO₄(порошок);
- Na₂S₂O₄ или NaHSO₃
- эфир.

Методика определения

Взвешивают в нейзильберовой чашке 26 г. мелассы, переносят с помощью горячей воды в мерную колбу вместимостью 200 см³ и раствор осветляют реактивами Герлеса I и II по 20 см³ каждого, добавляя их по частям в 4-5 приёмов. Затем вливают дистиллированную воду в таком объеме, чтобы уровень раствора не достигал 2 см³ до метки.

Колбу с раствором помещают в термостат или водяную баню на 30 мин для достижения температуры 20 °С. Пену удаляют каплей эфира, доливают дистиллированной водой до метки, перемешивают содержимое колбы, оставляют на 5 мин дл осаждения осадка, а затем фильтруют.

При получении темных фильтратов для удаления избытка свинца и дополнительного обесцвечивания к каждому 100 см³ фильтрата добавляют 0,9 г сухого измельченного порошка фосфата аммония (NH₄H₂PO₄) а после его растворения 0,2 г гидросульфита (Na₂S₂O₄) или бисульфита натрия (NaHSO₃). Через 20 мин проводят фильтрование. Фильтрат заливают в поляриметрическую кювету и поляризуют.

Расчёты

Массовую долю сахарозы (П), в % к массе мелассы, вычисляют по формуле:

$$П = 2П_{200},$$

где П₂₀₀ – среднее арифметическое отсчётов по шкале сахариметра при использовании поляриметрической трубки длиной 200 мм

или
$$П = 4П_{100},$$

где П₁₀₀ – среднее арифметическое отсчётов по шкале сахариметра при использовании поляриметрической трубки длиной 100 мм.

7.3 Определение инверсионной поляризации

Цель анализа – определить инверсионную поляризацию мелассы.

Принцип метода анализа основан на гидролизе сахарозы мелассы под влиянием разбавленных водных растворов кислот, сопровождающимся изменением направления вращения плоскости поляризации.

Приборы и материалы:

- сахариметр;
- поляриметрическая кювета длиной 200 мм;

- термостат жидкостный;
- баня водяная;
- термометр жидкостный с диапазоном измерения от 0 до 100 °С;
- секундомер;
- воронка;
- часовое стекло;
- бумага фильтровальная;

Реактивы:

- разбавленный водный раствор HCl (1:5)

Методика определения

С помощью пипетки отбирают 50 см³ фильтрата, полученного при определении массовой доли сахарозы п. 7.2, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 30 см³ разбавленного водного раствора соляной кислоты (1:5) и перемешивают содержимое вращательным движением колбы. В раствор опускают термометр и помещают колбу в водяную баню, предварительно нагретую до температуры 74-76 °С. Колбу устанавливают на фарфоровую или металлическую подставку с круглыми отверстиями.

Температуру воды в водяной бане поддерживают в пределах 70-72 °С, нагревая жидкость в колбе в течение 2,5-3 мин. до температуры 67-69 °С и поддерживая эту температуру в течение 5 мин.

Затем колбу вынимают из бани и охлаждают под струёй холодной воды. Процесс инверсии должен быть проведён в течение 10 мин.

После охлаждения раствора термометр споласкивают дистиллированной водой и содержимое колбы доводят до метки, тщательно взбалтывают и фильтруют, прикрывая воронку часовым стеклом, во избежание испарения воды.

Отфильтрованный раствор заливают в поляриметрическую кювету с кожухом для водяного охлаждения так, чтобы не образовывались пузырьки воздуха, помещают в камеру сахариметра и подключают к термостату в котором поддерживается температура 20 °С.

Расчёты

Величину инверсионной поляризации (И) в процентах вычисляют по формуле:

$$И = 4 \cdot П'_{200}$$

где $П'_{200}$ – среднее арифметическое отсчётов по шкале сахариметра при использовании поляриметрической кюветы длиной 200мм.

Если определение проводилось при температуре, отличной от (20,0± 0,1) °С, вводится поправка на температуру. В этом случае величину инверсионной поляризации $И_{20}$ в процентах вычисляют по формуле:

$$И_{20} = И_t - 0,0038(П + И_t) \cdot (20 - t),$$

где $И_t$ – инверсионная поляризация, %;

$П$ – прямая поляризация, %;

t – температура, при которой проводилось определение, °С.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать ± 0,2 %.

7.4. Определение содержания редуцирующих веществ

Цель анализа – оценить качество мелассы по содержанию в ней редуцирующих веществ.

Принцип метода анализа основан на восстановлении ионов меди (Cu^{2+}) и щелочного раствора реактива Мюллера до гемииоксида меди (Cu_2O) редуцирующими веществами при добавлении избыточного количества раствора йода и титровании избытка его раствором тиосульфата натрия.

Приборы и материалы:

- весы технические лабораторные;
- баня водяная;
- колбы мерные вместимостью 100 и 200 см³;
- пипетки вместимостью от 5 до 10 см³;
- цилиндры мерные вместимостью 5 см³;
- бюретки вместимостью 50 см³;
- колбы конические вместимостью 300 см³;
- стаканы химические вместимостью 200 см³;
- воронки;
- бумажные фильтры;
- дистиллированная вода;
- меласса.

Реактивы:

- реактив Мюллера (35 г $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), 68 г Na_2CO_3 и 173 г сегнетовой соли в 1 дм³;
- 25 %-ный нейтральный раствор уксуснокислого свинца (250 г в 1 дм³);
- 10 %-ный раствор Na_2CO_3 (100 г Na_2CO_3 в 1 дм³ дистиллированной воды);
- 0,0333 н (моль/дм³) раствор йода (4,231 г I_2 и 7 г KI в 1 дм³);
- 0,0333 н (моль/дм³) раствор гипосульфита (8,3 г $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в 1 дм³);
- 5 н (моль/дм³) раствор уксусной или винной кислоты (300 г ледяной уксусной или 375 г винной кислоты в 1 дм³).

Индикаторы:

- фенолфталеин (1 %-ный раствор);
- 0,5%-ный раствор крахмала.

Методика определения

10 г свекловичной мелассы переводят в колбу на 100 см³, осветляют 10 см³ нейтрального уксуснокислого свинца (250 г в 1 дм³), доливают до отметки, взбалтывают и после двух- трехминутного выстаивания фильтруют. Отбирают 50 см³ фильтрата в колбу вместимостью 100 см³, прибавляют несколько капель раствора фенолфталеина и 10%-ного раствора соды до щелочной реакции, доливают до отметки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют. Из фильтрата отбирают 20 см³, соответствующих 1 г мелассы, помещают в

коническую колбу с плоским дном вместимостью 300 см³. Содержимое колбы нейтрализуют разбавленной уксусной кислотой (при индикаторе фенолфталеине), доводят дистиллированной водой до 100 см³ и, добавив 10 см³ реактива Мюллера, помещают на 10 мин в кипящую водяную баню. При этом должны быть соблюдены условия, указанные при определении редуцирующих веществ в свекле.

После десятиминутного кипячения колбу вынимают из бани и, не взбалтывая, быстро охлаждают до комнатной температуры под струей холодной воды.

Раствор должен иметь голубоватую или зеленоватую окраску. Наличие желтой окраски раствора свидетельствует о недостаточном количестве реактива Мюллера. Опыт повторяют с меньшим количеством фильтрата. После охлаждения добавляют 5 см³ раствора уксусной или винной кислоты и избыток 0,0333 н (моль/дм³) раствора йода (20 - 40 см³, в зависимости от количества выделившегося Cu_2O). После этого колбу закрывают, перемешивая ее содержимое время от времени вращательным движением. Через 2 мин прибавляют в качестве индикатора 5 см³ 0,5%-ного раствора крахмала и титруют 0,0333 н (моль/дм³) раствором гипосульфита.

Аналогично, но без подогрева, титруют 20 см³ фильтрата, добавив, согласно методике воду и реактивы (глухой опыт).

Объем израсходованного гипосульфита вычитают из прибавленного йода и таким образом определяют количество йодного раствора, вступившего в реакцию. Из него вычитают 0,2 см³ как поправку на восстановление, произведенное 1 г сахарозы, содержащейся в 2 г мелассы, 0,2 см³ - на редуцирующую способность 10 см³ реактива Мюллера (эту величину следует проверить один раз, как описано выше, но на чистой воде) и поправку на глухой опыт.

Расчеты

Содержание редуцирующих веществ в мелассе в % определяется по формуле:

$$X_1 = [(V_1K_1 - V_2K_2) - K] / 10m$$

где V_1 — объем прибавленного раствора йода, см³;

V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование избытка раствора йода, см³;

K_1 и K_2 — поправочные коэффициенты для растворов йода и тиосульфата натрия соответственно;

K — сумма поправок на восстановление сахарозы из расчета 0,2 см³ на 1 г, при определении без нагревания («глухой» опыт) и на редуцирующую способность реактива Мюллера.

m — масса пробы, г.

7.5. Определение массовой доли суммы сбраживаемых сахаров

Сумму сбраживаемых сахаров в мелассе рассчитывают с учётом результатов определения массовой доли сахарозы (прямой поляризации), инверсионной поляризации и массовой доли редуцирующих веществ в исследуемой мелассе.

Массовую долю суммы сбраживаемых сахаров в мелассе ($C_{сбр.}$) в процентах определяют по формуле:

$$C_{сбр.} = 0.68\Pi + 0.96И + 0,80X,$$

где P – абсолютное значение прямой поляризации, определённое по п. 7.2;
 I – абсолютное значение инверсионной поляризации, определённое по п. 7.3;
 X – массовая доля редуцирующих веществ, определённая по п. 7.4.

7.6. Определение pH_{20}

Цель анализа – определить pH_{20} раствора мелассы.

Принцип метода анализа состоит в определении отрицательного логарифма концентрации ионов водорода в растворе мелассы, разбавленной дистиллированной водой в соотношении 1:1, при помощи pH-метра.

Приборы и материалы:

- pH – метр лабораторный;
- стакан вместимостью 50 см³;
- дистиллированная вода;
- меласса.

Реактивы:

- 0,1 н раствор NaOH;
- 0,1 н раствор HCl.

Методика определения

Измерение pH_{20} проводят с помощью лабораторного pH-метра в мелассе, разбавленной дистиллированной водой с $pH\ 7,0\pm 0,2$ в соотношении 1:1.

Контрольные вопросы

1. В какой продукции сахарного производства относится меласса и где она используется?
2. При центрифугировании какого утфеля получают мелассу?
3. Каковы причины образования мелассы?
4. Почему меласса свеклосахарного производства имеет более высокую чистоту по сравнению с мелассой тростниковосахарного производства?
5. Какие физико-химические показатели мелассы регламентируются ГОСТ 18-395 «Меласса свекловичная. Технические условия» и каковы их нормативные значения?
6. Где используется меласса?
7. Какие качественные показатели определяются при отгрузке мелассы потребителям?
8. Что характеризует показатель суммы сбраживаемых сахаров в мелассе?

работа 8

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЧЕСТВА АКТИВНОГО УГЛЯ

Цель работы – освоить методы определения качества активных углей.

Теоретические сведения

Угольные адсорбенты представляют собой высокопористые углеродные сорбенты, получаемые при высокотемпературной обработке без доступа воздуха из различных пород древесины, ископаемых углей, торфа, материалов растительного и животного происхождения с высоким содержанием углерода.

Для увеличения удельной поверхности и адсорбционной способности активных углей в процессе их получения в сырье добавляют активирующие добавки, например в виде солей $ZnCl_2$, $CaCl_2$, K_2CO_3 и для более полного удаления летучих и смолистых веществ их дополнительно обрабатывают инертными газами или паром.

В зависимости от сырья и особенностей технологии получения активные угли имеют различную пористость, адсорбционные свойства и различное промышленное назначение. Поэтому в производстве активных углей очень важное значение имеет выбор сырья, способ его подготовки, температурный режим, а также методы активации в процессе карбонизации.

В зависимости от степени обгара получают два основных структурных типа активных углей: мелкопористые (с обгаром до 50%) с развитой пористостью (с обгаром выше 75 %). Угли с обгаром на 50-70% относят к смешанному типу.

Первый тип углей используют для адсорбции газов, а второй – для адсорбции примесей из растворов, в том числе из сахаросодержащих. Их применяют как в гранулированном, так и в виде порошка.

Основными техническими характеристиками активных углей, по которым проводится их оценка, являются:

- 1) адсорбционная активность (по йоду от 30 до 100%);
- 2) суммарный объем пор по влагоемкости (по ГОСТ 17219-71 равна 1,4-1,6 см³/г);
- 3) насыпной вес, кг/м³;
- 4) содержание зерен, нормируемое для каждой марки отдельно по размерам, %;
- 5) содержание золы (по ГОСТ 12596-67 от 7 до 10%);
- 6) содержание влаги (не более 10%).

Для осветляющих углей типа ОУ-А, ОУ-Б, ОУ-В, ОУ-Г дополнительно нормируется адсорбционная активность по метиленовому голубому и активность по мелассе по ГОСТ 4453-74. Активность по мелассе разных марок ОУ составляет от 50 до 100%.

Активный осветляющий древесный порошок уголь типа ОУ получают обработкой древесного угля-сырца водяным паром при температуре выше 800°С с последующим измельчением. Из них в сахарной промышленности используют активный порошок щелочной угли ОУ-А (сухой щелочной). Применительно к условиям сахарного производства активные угли оценивают по таким показателям как адсорбционная активность по мелассе, массовая доля водорастворимой золы, рН водной вытяжки и степень измельчения.

Кроме активного угля ОУ-А для очистки сахарных растворов используют и другие угли отечественного и зарубежного производства, равноценные по соответствующим качественным показателям: гранулированный уголь АГС – 4 М и порошкообразные активные угли: КАД, МД, глюконат – 4, щелочной А, карборфин и другие. Они являются универсальными адсорбентами и удаляют из сахарных растворов самые разнообразные несахара, в том числе красящие, коллоидные и другие вещества, влияющие на качество сахара-песка и его выход.

Порошкообразные угли с размером частиц 10 – 30 мкм обладают в 5 – 10 раз большей удельной адсорбционной поверхностью, чем гранулированные. После использования порошкообразные угли не регенерируют, а выводят в отходы, так как осуществить их регенерацию в промышленных условиях очень трудно.

Приборы и материалы

- технические весы;
- сушильный шкаф;
- муфельная печь;
- рН-метр;
- колориметр или цветомер;
- электрическая плитка;
- водяная баня;
- мерная колба вместимостью 1 дм³;
- колба вместимостью 50 см³ с притертой пробкой;
- колба вместимостью 500 см³ с обратным холодильником;
- фарфоровые тигли;
- бюксы;
- бюретка вместимостью 10 см;
- диатомит или перлит;
- бумажные фильтры;
- активный уголь;
- меласса.

Реактивы

- 5 %-ный водный раствор метиленового голубого.

8.1. Определение влажности

Влажность определяют высушиванием навески активного угля массой 2 г в сушильном шкафу при 110°C до постоянной массы в течение примерно трех часов.

Расчеты

Содержание влаги в процентах к массе активного угля определяют по формуле:

$$W = 100 (m_1 - m_2) / (m_1 - m),$$

где m – масса бюкса, г;

m_1, m_2 – масса бюкса с активным углем до и после высушивания

8.2. Определение обесцвечивающей способности

Обесцвечивающая способность угля дает основную характеристику его качества

1. Определение по степени обесцвечивания 5 %-ного раствора мелассы.

50 г мелассы или гидрола крахмало-паточного производства разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доводят содержимое колбы до метки и перемешивают с 1 г диатомита (перлита). Раствор фильтруют через складчатый бумажный фильтр. Испытание угля проводят только на свежеприготовленном 5 %-ном растворе мелассы. На технических весах отвешивают навеску испытуемого угля массой 0,5 г (в пересчете на абсолютно

сухой уголь) и помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³. В колбу добавляют 100 см³ 5 %-ного приготовленного раствора мелассы и при непрерывном взбалтывании или перемешивании нагревают на водяной бане содержимое колбы до 80°C в течение 5 минут. После этого раствор фильтруют через бумажный фильтр и его фильтрат должен быть совершенно прозрачным.

Затем полученный фильтрат охлаждают до комнатной температуры > определяют степень обесцвечивания на колориметре или цветометре по отношению к цветности исходного раствора.

Расчеты

Осветляющую способность испытуемого угля в % рассчитывают по формуле:

$$O_c = (C_{исх} - C_{обр}) 100 / C_{исх},$$

где $C_{исх}$ - цветность исходного сахарсодержащего раствора, усл.ед. или ед. оптической плотности;

$C_{обр}$ - цветность сахарсодержащего раствора после обработки активным углем, усл.ед. или ед. оптической плотности.

Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 5 %.

2. Определение по метиленовому голубому (специально приготовленный 0,15 %-ный водный раствор метиленового голубого)

Взвешивают на технических весах 0,1 г испытуемого угля, предварительно высушенного в течение 3 часов при 110 °С, и помещают в колбу вместимостью 50 см³ с притертой пробкой. В эту колбу добавляют из бюретки 10 см³ 0,15 %-ного раствора метиленового голубого и взбалтывают ее содержимое в течение 5 минут. После полного обесцвечивания первых 10 см³ в колбу приливают еще по 1 см³ раствора метиленового голубого до получения не исчезающего при перемешивании в течение 5 мин синего окрашивания.

Обесцвечивающую способность испытуемого угля подсчитывают в процентах к условно принятой за 100 величине обесцвечивающей способности такого угля, 0,1 г которого обесцвечивает 20 см³ 0,15 %-ного раствора метиленового голубого.

Расчеты

Расчет производят по формуле

$$O_c = 5n,$$

где O_c - обесцвечивающая (осветляющая) способность угля в %;

n - количество метиленового голубого, обесцвеченного навеской испытуемого угля, см³;

5 — коэффициент (100/20).

Если первые 100 см³ 0,15 %-ного раствора метиленового голубого не обесцветятся в течение 5 мин, прибавление раствора начинают с 5 см³.

8.3. Определение водорастворимых веществ

На технических весах берут навеску испытуемого угля массой 5 г (в пересчете на абсолютно сухой), вносят ее в колбу с обратным холодильником, куда заливают 250 см³ дистиллированной воды, и кипятят в течение двух часов. Содержимое колбы фильтруют через беззольный фильтр, остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды. Фильтрат и промывные воды собирают в колбу и выпаривают в предварительно взвешенной фарфоровой чашке на водяной бане. Остаток сушат при 110 °С до постоянной массы. Содержание растворимых веществ выражают в процентах к массе угля.

8.4. Определение золы

Уголь предварительно высушивают при 110°С в течение трех часов отвешивают навеску активного угля массой около 1 г, переводят в фарфоровый тигель и прокалывают в муфельной печи до постоянной массы.

Расчеты

Содержание золы в % к массе активного угля определяют по формуле:

$$Z = m_1 \cdot 100 / m,$$

где m – масса навески угля, г;

m_1 – масса навески после прокалывания угля, г.

8.5. Определение рН водимой вытяжки активного угля

5 г испытуемого угля (в пересчете на сухой) взвешивают на технических весах, вносят в колбу с обратным холодильником емкостью 500 см³ добавляют в нее 50 см³ дистиллированной воды и кипятят в течение 3 минут. После этого содержимое колбы фильтруют, охлаждают и определяют величину рН водной вытяжки на рН - метре.

8.6. Определение коллоидных веществ

Шпателем вносят 0,5 - 1 г испытуемого активного угля в стакан с водой и размешивают стеклянной палочкой. Образование по окончании размешивания на поверхности сплошной коллоидальной пленки говорит о наличии в угле значительного количества коллоидных веществ, которые могут пройти в процессе фильтрования сквозь фильтр вместе с сиропом, что приведет к последующему замедлению скорости фильтрования и в целом ухудшит качество сахарсодержащего раствора.

Контрольные вопросы

1. Какое сырье используется для получения углеродных сорбентов?
2. Какие марки активных углей применяются для очистки сахарных растворов?
3. По каким техническим характеристикам производится оценка активных углей?

4. На каком принципе основан метод определения влажности активных углей?
5. По каким методам определяется обесцвечивающая способность активных углей?
6. По каким формулам рассчитывается обесцвечивающая способность активных углей?
7. На каком принципе основан метод определения золы в активных углях?
8. Как определить водорастворимые вещества в активных углях?
9. Как определить рН водной вытяжки активного угля?

работа № 9

ИССЛЕДОВАНИЕ СОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ АКТИВНЫХ УГЛЕЙ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ДЛЯ ОЧИСТКИ САХАРСОДЕРЖАЩИХ РАСТВОРОВ

Цель работы – изучить кинетику адсорбции красящих веществ сахарных растворов на активных углях.

Теоретические сведения

Совершенствование технологии сахарного производства тесно связано с решением проблемы повышения выхода и качества сахара-песка. При этом главной задачей является вывод несахаров из сахаросодержащих растворов.

Одним из направлений решения данной проблемы является их удаление адсорбционными методами. В основе этих методов лежат процессы поглощения несахаров из сахаросодержащих растворов углеродсодержащими адсорбентами (активные угли, сажа, осадок CaCO_3) и ионообменными смолами (аниониты, катеониты).

Вещества, которые адсорбируют на своей поверхности несахара (молекулы, ионы, атомы), принято называть *адсорбентами*, а адсорбируемые несахара *адсорбтивами* или *адсорбатами*.

Несмотря на то, что углеродсодержащие адсорбенты и ионообменные смолы выполняют подобные технологические задачи по извлечению из сахарных растворов тех или иных несахаров, механизм их действия и способы осуществления значительно отличаются.

Так, если углеродсодержащие адсорбенты поглощают активными центрами своей развитой поверхности несахара без выделения взамен в раствор других химических веществ, то ионообменные смолы вступают в ионообменные реакции. В результате этих реакций из раствора в ионообменные смолы переходят одни ионы, а из ионообменных смол в сахаросодержащий раствор выделяются другие ионы, но в количествах строго эквивалентных друг другу. Однако между адсорбентами и ионитами нет строгой границы, так как многие адсорбенты обладают свойствами ионитов и адсорбентов.

Наиболее широко адсорбционные процессы практикуются в сахарорафинадном производстве, где основной задачей является выпуск сахара-рафинада более высокого качества, чем обычный сахар-песок, вырабатываемый сахарной промышленностью в соответствии с ГОСТ 21-94. Вместе с этим в настоящее время наработаны также способы использования углеродсодержащих

адсорбентов для очистки продуктов свеклосахарного производства. Их применение для обесцвечивания сахарных растворов позволяет дополнительно повысить чистоту сиропа с клеровкой на 0,5-0,7%, уменьшить образование пены во время уваривания утфелей на 15-20%, улучшить качество сахара-песка и повысить его выход в среднем на 0,1% к массе сырья.

Для адсорбционной очистки сахарсодержащих растворов в сахарной промышленности применяют активные гранулированные угли типа АГ и АТС, а также порошковые угли типа карборафин, ОУЛ-А и другие. Имеются также предложения по использованию таких углеродсодержащих сорбентов, как ацетиленовая сажа АД-200, углеродистые волокна, лигниновая мука и мезопористые угли. Эти адсорбенты по сорбционной способности к красящим веществам можно расположить следующим образом: ОУЛ-А карборафин - ацетиленовая сажа АД-200 - углеродистые волокна - лигниновая мука - мезопористые угли.

Поры обесцвечивающих активных углей делят на 4 группы: макропоры размером 100 – 2000 нм; переходные или мезо-поры - 4 – 100 нм; супермикропоры - 1,6 – 1,4 нм и микропоры - не более 1,6 нм.

Из общего объема пор активного угля 20 – 40 % составляют микро- и супермикропоры. В зависимости от преобладания вида пор различают мелко-, средне-, и крупнопористые адсорбенты.

Адсорбционные процессы характеризуются тремя стадиями: внешней и внутренней диффузией адсорбтива и непосредственно его адсорбцией. Стадия внешней диффузии заключается в том, что несахара диффундируют от основной массы растворенного вещества к наружной поверхности адсорбента. В стадии внутренней диффузии этот процесс продолжится внутри порового пространства адсорбента. В третьей стадии осуществляется адсорбция, при которой несахара (красящие вещества) притягиваются к поверхности пор под влиянием межмолекулярного взаимодействия.

Скорость процесса адсорбции определяется стадиями внешней и внутренней диффузии удаляемых из сахарсодержащего раствора несахаров.

Процесс сорбции адсорбирующейся молекулы можно условно разделить на ряд стадий: перенос молекулы из внешнего раствора к поверхности адсорбента (внешняя диффузия), собственно сорбция молекулы на адсорбенте, перенос молекул по порам угля (внутренняя диффузия).

Кинетика процесса адсорбции связана со скоростью диффузии адсорбата в контактирующих фазах и определяет время, в течение которого наступает состояние равновесия в системе «адсорбент - адсорбат».

Скорость диффузии во внешнем растворе определяется свойствами растворителя и растворенных в нем веществ, а скорость внутренней диффузии, в первую очередь, обусловлена доступностью поверхности адсорбента для молекул адсорбата. Как правило, для крупных молекул красящих веществ сахарного производства внутренняя диффузия является лимитирующей стадией всего процесса. В связи с этим одной из главных характеристик пригодности адсорбента к очистке сахарсодержащих растворов является время достижения состояния насыщения.

Активность адсорбента зависит от размера молекул адсорбтива, если размер его пор лимитирует внутреннюю диффузию молекул несахаров. С повышением температуры, вследствие теплового движения молекул, адсорбция уменьшается,

поэтому адсорбционное равновесие системы необходимо рассматривать при постоянной температуре.

С увеличением концентрации сухих веществ (СВ) сахарного раствора, а значит и его вязкости, процесс внешней диффузии должен замедляться и увеличиваться время достижения состояния равновесия. Если сахара не сорбируется активным углем, то увеличение ее концентрации (СВ) приведет к снижению лишь кинетических свойств системы и не повлияет на ее сорбционные свойства. Напротив, сорбируемость сахарозы на активном угле, наряду с ухудшением кинетических свойств, приведет также и к уменьшению величины равновесной адсорбции несахаров (красящих веществ).

9.1 Определение влияния СВ сахарных растворов на кинетику адсорбции красящих веществ на активном порошкообразном угле

Принцип метода анализа - определить адсорбционную способность различных активных углей.

Принцип анализа основывается на определении времени достижения состояния равновесия (насыщения адсорбента красящими веществами) и соответствующей насыщенности величины адсорбции красящих веществ в зависимости от концентрации сахарозы. Содержание СВ растворов изменяется от 40 до 65 %.

Приборы и материалы:

- рН-метр
- водяная баня, желательна со встряхивателем;
- колбы вместимостью 250 см³ с обратным холодильником;
- фотоэлектроколориметр или цветомер;
- воронка Бюхнера;
- перлит;
- х/б вата;
- меласса;
- сахар-рафинад.

Реактивы:

- 1,0 н раствор кислоты (НС1);
- 1,0 н раствор щелочи (NaOH).

9.1.1. Подготовка опыта

1. Приготовление сахаросодержащих растворов. Около 50 свеклосахарной мелассы разбавляют 800 см³ дистиллированной водой, нагретой до 80-100°С.

Полученный раствор фильтруют через слой перлита, равномерно намытый на воронку Бюхнера. Для этого на перфорированную поверхность воронки кладут кружок из фильтровальной бумаги и слой ваты, предварительно смоченной водой. В отдельной емкости отвешивают 0,5 - 0,7 г перлита и, добавляя к нему дистиллированную воду, готовят суспензию. Суспензию наливают на фильтрующую поверхность воронки Бюхнера под небольшим разрежением, контролируя равномерность образуемого на ней слоя перлита. Намытый таким

образом фильтрующий слой осторожно промывают дистиллированной водой из расчета 100-150 см³ так, чтобы не образовывать в нем «промоин». Промывание осадка перлита ведется до исчезновения мутности в промывной воде.

Чтобы исключить повреждение фильтрующего слоя перлита, вначале заполняют воронку Бюхнера раствором мелассы, а затем подключают разрежение.

Фильтрованный раствор охлаждают, доводят 1,0 н раствором кислоты или щелочи до рН 6,5 - 7,0 и определяют в нем оптическую плотность на фотоколориметре при светофильтре λ -560 нм и длине кюветы 10 мм. Затем водой или мелассой доводят его оптическую плотность до 1,2 - 1,3.

После этого, добавляя сахар - рафинад, готовят на его основе растворы (~ 400 см³) разной концентрации по сухим веществам (СВ, %). Доводят содержание сухих веществ сахаросодержащего раствора до нужного значения, контролируя концентрацию СВ по рефрактометру.

Расчеты

Массу добавляемого сахара-рафинада рассчитывают по упрощенной формуле, полученной из материального баланса по сухим веществам

$$m = \frac{V}{100} (CB_2 d_2 - CB_1 d_1)$$

где m - масса сахара-рафинада, г;

V- объем начального раствора, см³;

СВ₁, СВ₂ - концентрация сухих веществ соответственно, исходного и конечного растворов, %.

d₁, d₂ - соответственно плотность исходного и конечного растворов, г/см³.

Приготовленные растворы являются исходными для проведения экспериментов.

2. Определение влажности активного угля

Для получения сопоставимых результатов в расчетах необходимо использовать активный уголь, высушенный до постоянной массы.

Поэтому заблаговременно необходимо определить влажность исследуемого угля.

Приборы и материалы:

- сушильный шкаф;
- аналитические весы;
- эксикатор;
- стеклянные бюксы;
- активный уголь.

При выполнении данного анализа в предварительно взвешенный стеклянный бюкс берут около 1 г активного угля. Точность взвешивания на аналитических весах составляет 0,002г. Взвешенный бюкс с углем помещают сушильный шкаф при температуре 105-110°С и сушат в течение одного часа с открытой крышкой бюкса. После чего бюкс закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Анализ для установления влажности активного угля проводят параллельно в двух бюксах.

Расчеты

Содержание влаги (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m} \cdot 100$$

где m - масса бюкса с крышкой, г;

m_1 - масса бюкса с крышкой и навеской до высушивания, г;

m_2 - масса бюкса с крышкой и навеской после высушивания, г.

Допускаемые расхождения между результатами 2-х параллельных опытов не должны превышать 0,4%.

9.1.2. Определение кинетики адсорбции красящих веществ на активном угле

Методика определения

Полученные растворы с оптической плотностью 1,2 -1,3 и разным содержанием СВ заливают в 2 колбы, вместимостью 250 см³. Объем раствора в каждой колбе составляет по 200 см³.

На бумажном фильтре с погрешностью не более 0,01 г взвешивают около 1г активного угля.

Затем 2 колбы с анализируемым раствором и снабженные обратными холодильниками помещают в водяную баню с температурой 80 - 85°С.

После чего в первую вносят навеску угля массой 1 г и засекают время. В процессе адсорбции колбы периодически встряхивают.

Через определенные промежутки времени из обеих колб одновременно отбирают по 10-15 см³ сахарсодержащего раствора, фильтруют через бумажный фильтр, охлаждают и замеряют его оптическую плотность. Замеры рекомендуется проводить через 5, 10, 20, 30, 60 мин после начала процесса, а затем через каждые 20 -30 мин до достижения состояния равновесия.

Обесцвечивание прекращают, если рассчитанные величины адсорбции двух смежных проб отличаются не более чем на 3-5%. По полученным анализам рассчитывают величину адсорбции.

Поскольку в процессе нагревания возможно образование новых красящих веществ, то при расчете величины адсорбции за D_n необходимо брать оптическую плотность раствора в колбе без адсорбента.

Экспериментальные данные и результаты вычислений записывают в табл. 9.1.

Таблица 9.1

Сорбционные свойства активного угля в зависимости от сухих веществ сахарсодержащего раствора

СВ раствора, %	Навеска угля, м, г	Время контакта сорбента с раствором, мин	Оптическая плотность D_t по истечении времени t		Текущее значение адсорбции, a_t	Равновесное значение адсорбции a	Степень завершения процесса адсорбции F
			D_{t_k}	D_{t_n}			

1	2	3	4	5	6	7	8

Рекомендуемые значения сухих веществ: 40; 45; 50; 55; 60; 65%. По полученным данным для каждого значения СВ строят графики $a_\tau = f(\tau)$ и $F = f(\tau)$.

Имея указанные графики для всех значений СВ, строят зависимости $a_\infty = f(\text{СВ})$ и $\tau_{\text{равн}} = f(\text{СВ})$, где $\tau_{\text{равн}}$ - время достижения состояния насыщения при данном СВ (время, соответствующее a_∞).

Расчеты

1. Величину адсорбции рассчитывают по формуле:

$$a_\tau = \frac{D_{\tau_H} - D_{\tau_K}}{m_c}$$

где a_τ - величина адсорбции, достигнутая к моменту времени, τ ;

D_{τ_H} - оптическая плотность раствора до адсорбции (оптическая плотность раствора без обработки активным углем по истечении $t_{\text{мин}}$ нагревания, как и в опыте с адсорбентом);

D_{τ_K} - оптическая плотность раствора, обработанного активным углем, по истечении $\tau_{\text{мин}}$ контакта сорбента с раствором;

m_c - навеска сорбента, в пересчете на сухой активный уголь, г, рассчитывают по формуле:

$$m_c = \frac{m_{\text{вл}}}{100} (100 - x)$$

где $m_{\text{вл}}$ - масса влажного сорбента, г;

x - влажность сорбента, %.

2. Степень завершения процесса адсорбции F рассчитывают по формуле:

$$F = \frac{a_\tau}{a_\infty}$$

где a_τ - текущее значение адсорбции;

a_∞ - равновесное значение адсорбции.

Контрольные вопросы

1. С какой целью используют адсорбенты в сахарном производстве?

2. Какие вещества называются адсорбентами?

3. Какие вещества называются адсорбтивами или адсорбатами?

4. Какие адсорбенты используют в производстве?
5. На каком принципе основано удаление несхаров из сахаросодержащих растворов с использованием адсорбентов?
6. Чем обусловлена сорбционная способность углеродсодержащих адсорбентов?
7. Какими стадиями обуславливается скорость процесса адсорбции?
8. Что такое кинетика адсорбции и что она определяет?
9. Что такое состояние равновесия в системе «адсорбент – адсорбат»?
10. От чего зависит активность адсорбента?
11. Что такое степень завершения процесса адсорбции и как ее рассчитывают?

работа №10

ИССЛЕДОВАНИЕ ОБМЕННОЙ ЕМКОСТИ ИОНИТОВ, ПРИМЕНЯЕМЫХ ДЛЯ ОЧИСТКИ САХАРНЫХ РАСТВОРОВ

Цель работы – определить обменную ёмкость ионитов и оценить их пригодность в технологии сахарного производства.

Теоретические сведения

Ионный обмен представляет собой стехиометрическое замещение: в обмен на каждый эквивалент одного иона, поглощенного из раствора, ионообменная смола отдает в раствор один эквивалент другого иона с зарядом того же знака. Ионный обмен является обратимым химическим процессом и осуществляется с помощью ионообменных смол.

Ионообменные смолы представляют собой адсорбенты, в которых к матрице органического полимера привиты ионообменивающие группы. Их поверхность может иметь отрицательный или положительный заряд. В первом случае иониты адсорбируют только катионы с заменой любого из них на ион водорода. Они имеют кислый характер и называются катионитами. Другие иониты, имеющие основной характер, называются анионитами.

В зависимости от химического состава и степени диссоциации катиониты делятся на сильнокислые и слабокислые, а аниониты на сильноосновные и слабоосновные. Кроме того, существуют амфотерные иониты, способные осуществлять одновременно катионный и анионный обмен.

В сахарной промышленности ионообменные смолы применяют для деионизации, обесцвечивания соков и сиропов с клеровкой перед кристаллизацией. В производственных условиях ионный обмен проводится в динамическом режиме путем пропускания сиропа через реактор, заполненный ионообменной смолой.

В инструкции по химико-техническому контролю и учету сахарного производства рекомендуется методика определения неучтенных потерь сахара на диффузионной установке ускоренным методом ВНИИСП на основе использования колонок с катионообменными смолами.

К основным показателям ионитов для очистки сахаросодержащих растворов относят их обменную емкость, влагоемкость, константы ионизации и селективности, набухание, механическую прочность и термическую устойчивость.

Обменная емкость ионитов - величина непостоянная и зависит от условий их эксплуатации и метода расчета. Различают статическую, динамическую и полную (общую) емкость ионитов.

Статическая обменная емкость характеризуется количеством ионов, поглощенных ионитом в условиях равновесия.

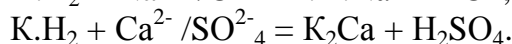
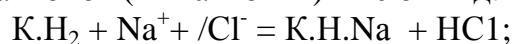
Динамическая (рабочая) обменная емкость определяется пропусканием раствора определенной концентрации с постоянной скоростью через колонку с ионитом. При этом определяют ту часть обменных ионов, которая в данных конкретных условиях принимает участие в ионном обмене.

Полная обменная емкость (Е) определяет содержание в ионите всех активных групп, при которых имеются обменные ионы. Она не зависит от природы этих групп и природы обменных ионов. Величина Е является постоянной и выражается в мг-экв на 1 г сухого ионита.

10.1. Определение полной обменной емкости катионита

Полная (общая) обменная емкость катионита определяется при нейтрализации раствором NaOH или KOH в статических или динамических условиях и выражается в эквивалентах на 1 г сухого или 1 дм³ набухшего катионита.

Реакции обмена катионов (К- катионит) имеют вид:



Вещества, не диссоциирующие в растворах, адсорбируются ионитами, как на активном угле, по законам молекулярной адсорбции.

Полная обменная емкость различных марок сильноокислотных катионитов, применяемых в сахарной промышленности, колеблется от 4 до 6 мг-экв/г. Например, отечественный катионит КУ-2-8/Н, Na ионная форма/ имеет полную обменную емкость 5,1 /Н/мг-экв/г.

Цель анализа - оценить качество катионита для очистки сахарных растворов.

Принцип метода анализа основан на титровании образовавшейся в результате реакции ионного обмена кислоты

$K.H_2 + Na^+ / Cl^- = K.H.Na + HCl$ 0,1 н. раствором NaOH в присутствии метилоранжа как индикатора.

Приборы и материалы:

- стеклянная колонка диаметром 18 мм, высотой 250см³ с оттянутым концом;
- капельная воронка;
- мерная колба вместимостью 200 см³;
- мерный цилиндр вместимостью 100 см³;
- бюретка для титрования;
- химический стакан;
- катионообменная смола.

Реактивы:

- 5%-ный раствор NaCl;
- 0,1 н раствор NaOH;
- индикатор- метилоранж.

Методика определения

5 г приготовленного для анализа катионита в Н-форме переводят в стеклянную колонку диаметром 18 мм с помощью дистиллированной воды, избыток воды спускают через резиновую трубку с зажимом, одетую на оттянутый конец нижней части колонки. Для предотвращения уноса катионита на стеклянную решетку колонки помещают тампон из стеклянной ваты.

После этого из капельной воронки, установленной над колонкой с катионитом, в течение 30 мин равномерно пропускают 100 см³ 5%-ного раствора химически чистого NaCl, поддерживая уровень раствора над слоем катионита равным 1 см. Затем катионит промывают двойным по его объему количеством воды. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу, где доводят их объем до 200 см³. Из этого объема отбирают 50 см³ в отдельный стакан и титруют 0,1 н. раствором NaOH в присутствии метилоранжа как индикатора.

Расчеты

1. Для получения сравнимых результатов обменную емкость катионита 1 выражают через миллиграмм-эквивалент ионов / или число активных групп, приходящихся на 1 г сухого ионита. Поэтому, если расход 0,1 н раствора NaOH для нейтрализации кислоты, выделенной 1 г абсолютно сухого 1 катионита, можно выразить формулой

$$\frac{V \cdot b \cdot 100}{a \cdot g / 100 - W /}$$

а в 1 см³ 1 н раствора NaOH содержится 0,1 мг-экв, то полная обменная емкость катионита может быть рассчитана по формуле:

$$E_k = \frac{V \cdot b \cdot 100}{a \cdot g / 100 - W / 10} = \frac{10 \cdot V \cdot b}{a \cdot g \cdot / 100 - W /}$$

где E_k - полная обменная емкость, в мг-экв/г абсолютно сухого катионита;

b - общее количество фильтрата, см³;

V - количество 0,1 н раствора NaOH, пошедшее на титрование фильтрата, см³;

a - количество фильтрата, отобранного для титрования, см³;

g - количество сухого катионита, взятого для определения его полной обменной емкости, г;

W - влажность катионита, %. Определяют методом высушивания в течение 3-х часов при температуре 95-100°C.

2. Обменную емкость катионита можно выразить также по натрию. В этом случае расчет ведется по формуле

$$E_k = \frac{V \cdot b \cdot 100 \cdot 0,0023 \cdot 100}{a \cdot g / 100 - W /}$$

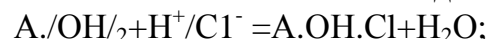
или, так как 1 см³ 0,1 н раствора NaOH содержит 0,0023 г натрия, то

$$E_k = \frac{23 \cdot V \cdot b}{a \cdot g \cdot /100 - W /}$$

10.2. Определение полной обменной емкости анионита

Полная обменная емкость анионита определяется при его нейтрализации раствором HCl или H₂SO₄ в статических или динамических условиях и выражается в эквивалентах на 1г сухого или набухшего анионита.

Реакции обмена анионов / А-анионит/ имеют вид:



Помимо обменной емкости к основным показателям пригодности анионита относят: обесцвечивающую способность, степень набухания, способность к старению, нерастворимость в воде и органических растворителях, простоту регенерации, термическую и механическую прочность.

Полная обменная емкость различных марок анионитов, используемых в сахарной промышленности, может быть 1-10 мг-экв/г. Применяемый для обесцвечивания сахарных растворов отечественный макропористый анионит АВ-17-2П имеет полную обменную емкость по 0,1 н раствору HCl 3,8 мг-экв/г, а по 0,1 н раствору NaCl - 3,4 мг-экв/г.

Цель анализа - оценить качество анионита для обесцвечивания сахарных растворов.

Принцип метода анализа основан на титровании непоглощенного анионитом раствора кислоты 0,1 н раствором NaOH.

Приборы и материалы:

- стеклянная колонка диаметром 18 мм, высотой 250 мм с оттянутым в нижней части концом, на который надевают резиновую трубку с винтовым зажимом;
- стеклянная воронка;
- мерная колба на 500 см³;
- бюретка для титрования;
- химический стакан;
- анионообменная смола.

Реактивы:

- 0,1 н растворы HCl и NaOH.

Методика определения

10 г приготовленного для анализа анионита в OH - форме переводят водой в стеклянную колонку диаметром 18 мм с тампоном из стеклянной ваты на дне, а избыток воды спускают через резиновую трубку с винтовым зажимом.

После этого через слой анионита в течение 30 мин равномерно пропускают 400 см³ 0,1 н раствора HCl, поддерживая уровень раствора над слоем анионита равным 1 см. Затем его промывают двойным по объему анионита количеством воды. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу и доводят их объем до 500 см³. Отбирают из общего объема в стакан 50 см³ и титруют 0,1 н раствором NaOH.

Расчеты

1. Для получения сравнимых результатов обменную емкость анионита выражают также, как и катионита через мг-экв/г сухого ионита.

Поэтому, если 1 г абсолютно сухого анионита поглотит

$$\frac{a \cdot V_0 - V_b}{a \cdot g} \cdot 100 - W / \text{см}^3 \text{ 0,1 н раствора HCl,}$$

а 1 см³ этого раствора содержит 0,1 мг-экв/г, то полная обменная емкость анионита E_A может быть рассчитана по формуле:

$$E_A = \frac{10(a \cdot V_0 - V_b)}{a \cdot g \cdot 100 - W},$$

где E_A - полная обменная емкость анионита, мг-экв/г абсолютно сухого ионита;

a - количество фильтрата, собранное для титрования, см³;

V_0 - количество 0,1 н раствора HCl, пропущенного через анионит, см³;

V_b - общее количество фильтрата, см³;

g - количество сухого анионита, взятого для определения его емкости, г;

W - влажность анионита, %. Определяют методом высушивания в течение 3-х часов при 95-100 °С.

2. Емкость анионита может быть выражена и в процентах по HCl. В этом случае учитывают то, что 1 см³ 0,1 н раствора HCl содержит 0,0036 г HCl.

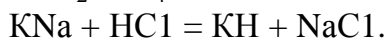
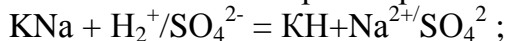
Расчет E_A ведут по формуле

$$E_A = \frac{(a \cdot V_0 - V_b) \cdot 100 \cdot 0,0036 \cdot 100}{a \cdot g \cdot 100 - W} = \frac{36 \cdot (a \cdot V_0 - V_b)}{a \cdot g \cdot 100 - W}$$

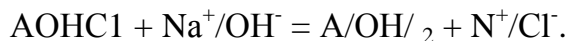
10.3. Регенерация ионообменных смол

Отработанные в рабочем цикле ионообменные смолы после их промывки водой подвергают регенерации (восстановлению).

Катиониты восстанавливают слабыми растворами HCl и H₂SO₄



Для восстановления анионитов применяются слабые растворы NaOH, KOH, NaCl и др.



В конце цикла регенерации кислотность регенерата из катионообменника или щелочность регенерата из анионообменника должны приближаться к кислотности и щелочности регенерационных растворов. Окончание регенерации устанавливают путем титрования.

Цель анализа - восстановить обменную емкость ионитов.

Принцип метода анализа основан на титровании регенерационных растворов из катионообменника 0,1 н раствора NaOH, а из анионообменника - 0,1 н раствором HCl.

Приборы и материалы:

- стеклянные колонки с катионообменной смолой и анионообменной смолой.

Реактивы:

- 5%-ный раствор HCl;
- 4%-ный раствор NaOH;
- 0,1 н раствор NaOH;
- 0,1 н раствор HCl.

Методика определения

После промывания смолы водой в колонках проводят регенерацию: катионита - 5%-ным раствором HCl, а анионита - 4%-ным раствором NaOH, пропуская их со скоростью 20 см³/мин.

Окончание регенерации катионита устанавливают титрованием его регенерационных растворов 0,1 н раствором NaOH, а анионообменника - 0,1 н раствором HCl.

После регенерации катионит отмывают водой до нейтральной или слабокислой реакции, а анионит - до нейтральной или слабощелочной реакции.

Контрольные вопросы

1. С какой целью используют иониты в сахарном производстве?
2. Что представляют собой ионообменные смолы?
3. Какие ионообменные смолы применяют в сахарном производстве?
4. Что представляет собой ионный обмен?
5. Как характеризуются статистическая и динамическая обменные емкости ионитов?
6. Что определяет полная обменная емкость ионитов?
7. В каких единицах выражается полная обменная емкость?
9. На каком принципе основано определение полной обменной емкости ионитов?
10. Для чего проводят регенерацию ионообменных смол?
11. На каком принципе основано выполнение регенерации ионитов?
12. Как определяют окончание процесса регенерации ионитов?

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Бугаенко И. Ф. Технохимический контроль сахарного производства.-М.:ВО Агропромиздат.- 1989.-215 с.
2. Бугаенко И. Ф., Якубсон М. В., Дугинова О. В., Эффективная активность извести известкового молока и её определение.
// Сахарная промышленность. – 1997. – № 2. – С. 16-17
3. ГОСТ 17421-82. Свекла сахарная для промышленной переработки. Требования при заготовках. Технические условия. М.: «Изд-во стандартов», - 1982. – 6 с.
4. Инструкция по химико-техническому контролю и учёту при переработке тростникового сахара. - М.: ВНИИСП. – 1984. – 230 с.
5. Сахар. Технические условия. Правила приемки. Методы анализа// Сборник межгосударственных стандартов. – М.: «Изд-во стандартов». – 2002. – 89 с.
6. Сапронов А. Р. Технология сахарного производства. 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Колос. – 1999. – 495 с.
7. Славянский А. А., Сапронов А. Р. Пути повышения качества продукции в сахарной промышленности. –М.: Агропромиздат. – 1985. – 38 с.
8. Таран Н. Г. Адсорбенты и иониты в пищевой промышленности. – М.: Лёгкая и пищевая промышленность. – 1983. – 248 с.
9. Чернявская Л. И., Пустоход А. П., Иволга Н. С. Технохимический контроль сахара-песка и сахара-рафинада. – М.: Колос. _1995. – 384 с.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Таблица П1

Плотность сахарных растворов, г/см³, в зависимости от содержания сухих веществ при 20/4 °С

Содержание сухих веществ, % к массе раствора	Десятые доли процента									
	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1,002	1,003	1,003	1,003	1,004	1,004	1,004	1,005	1,005	1,006
2	1,006	1,006	1,007	1,007	1,008	1,008	1,008	1,009	1,009	1,010
3	1,010	1,010	1,011	1,011	1,012	1,012	1,012	1,013	1,013	1,013
4	1,014	1,014	1,015	1,015	1,015	1,016	1,016	1,017	1,017	1,017
5	1,018	1,018	1,019	1,019	1,019	1,020	1,020	1,021	1,021	1,021
6	1,022	1,022	1,023	1,023	1,023	1,024	1,024	1,025	1,025	1,025
7	1,026	1,026	1,027	1,027	1,028	1,028	1,028	1,029	1,029	1,030
8	1,030	1,030	1,031	1,031	1,032	1,032	1,032	1,033	1,033	1,034
9	1,034	1,034	1,034	1,035	1,036	1,036	1,036	1,037	1,037	1,038
10	1,038	1,039	1,039	1,039	1,040	1,040	1,040	1,041	1,041	1,042
11	1,042	1,043	1,043	1,044	1,044	1,044	1,045	1,045	1,046	1,046
12	1,046	1,047	1,047	1,048	1,048	1,049	1,049	1,049	1,050	1,050
13	1,051	1,051	1,052	1,052	1,052	1,053	1,053	1,054	1,054	1,055
14	1,055	1,055	1,056	1,056	1,057	1,057	1,057	1,058	1,058	1,059
15	1,059	1,060	1,060	1,060	1,061	1,062	1,062	1,062	1,063	1,063
16	1,063	1,064	1,064	1,064	1,065	1,065	1,066	1,066	1,067	1,067
17	1,068	1,068	1,069	1,069	1,070	1,070	1,070	1,071	1,071	1,072
18	1,072	1,073	1,073	1,073	1,074	1,074	1,075	1,075	1,076	1,076
19	1,076	1,077	1,077	1,078	1,078	1,079	1,079	1,080	1,080	1,081
20	1,081	1,081	1,082	1,082	1,083	1,083	1,084	1,084	1,085	1,085
21	1,085	1,086	1,086	1,087	1,087	1,088	1,088	1,089	1,089	1,089
22	1,090	1,090	1,091	1,091	1,092	1,092	1,093	1,093	1,094	1,094
23	1,094	1,095	1,095	1,096	1,096	1,097	1,097	1,098	1,098	1,099
24	1,099	1,099	1,100	1,100	1,100	1,101	1,101	1,102	1,103	1,103
25	1,104	1,104	1,104	1,105	1,105	1,106	1,106	1,107	1,107	1,108
26	1,108	1,109	1,109	1,110	1,110	1,111	1,111	1,111	1,112	1,112
27	1,113	1,113	1,114	1,114	1,115	1,115	1,116	1,116	1,117	1,117
28	1,118	1,118	1,118	1,119	1,119	1,120	1,120	1,121	1,121	1,122
29	1,122	1,123	1,123	1,124	1,124	1,125	1,125	1,126	1,126	1,127
30	1,127	1,127	1,128	1,128	1,129	1,129	1,130	1,130	1,131	1,131
31	1,132	1,132	1,133	1,133	1,134	1,134	1,135	1,135	1,136	1,136
32	1,137	1,137	1,138	1,138	1,139	1,139	1,140	1,140	1,140	1,141

Продолжение таблицы П1

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
33	1,141	1,142	1,142	1,143	1,143	1,144	1,144	1,145	1,145	1,146
34	1,146	1,147	1,147	1,148	1,148	1,149	1,149	1,150	1,150	1,151
35	1,151	1,152	1,152	1,153	1,153	1,154	1,154	1,155	1,155	1,156

36	1,156	1,157	1,157	1,158	1,158	1,159	1,159	1,160	1,160	1,161
37	1,161	1,162	1,162	1,163	1,163	1,164	1,164	1,165	1,165	1,166
38	1,166	1,167	1,167	1,168	1,168	1,169	1,169	1,170	1,170	1,171
39	1,171	1,172	1,172	1,173	1,173	1,174	1,174	1,175	1,175	1,176
40	1,176	1,177	1,177	1,178	1,178	1,179	1,179	1,180	1,180	1,181
41	1,182	1,182	1,183	1,183	1,184	1,184	1,185	1,185	1,186	1,186
42	1,187	1,187	1,188	1,188	1,189	1,189	1,190	1,190	1,191	1,191
43	1,192	1,193	1,193	1,194	1,194	1,195	1,195	1,196	1,196	1,197
44	1,197	1,198	1,198	1,199	1,199	1,200	1,200	1,201	1,201	1,202
45	1,203	1,203	1,204	1,204	1,205	1,205	1,206	1,206	1,207	1,207
46	1,208	1,208	1,209	1,209	1,210	1,211	1,211	1,212	1,212	1,213
47	1,213	1,214	1,214	1,215	1,215	1,216	1,216	1,217	1,218	1,218
48	1,219	1,219	1,220	1,220	1,221	1,221	1,222	1,222	1,223	1,224
49	1,224	1,225	1,226	1,226	1,226	1,227	1,227	1,228	1,228	1,229
50	1,230	1,230	1,231	1,231	1,232	1,232	1,233	1,233	1,234	1,235
51	1,235	1,236	1,236	1,237	1,237	1,238	1,238	1,239	1,240	1,240
52	1,241	1,241	1,242	1,242	1,243	1,243	1,244	1,245	1,245	1,246
53	1,246	1,247	1,247	1,248	1,248	1,249	1,250	1,250	1,251	1,251
54	1,252	1,252	1,253	1,254	1,254	1,255	1,255	1,256	1,256	1,257
55	1,258	1,258	1,259	1,259	1,260	1,260	1,261	1,262	1,262	1,263
56	1,263	1,264	1,264	1,265	1,266	1,266	1,267	1,267	1,268	1,268
57	1,269	1,270	1,270	1,271	1,271	1,272	1,272	1,273	1,274	1,274
58	1,275	1,275	1,276	1,277	1,277	1,278	1,278	1,279	1,279	1,280
59	1,280	1,281	1,282	1,282	1,283	1,284	1,284	1,285	1,285	1,286
60	1,286	1,287	1,288	1,288	1,289	1,289	1,290	1,291	1,291	1,292
61	1,292	1,293	1,294	1,294	1,295	1,295	1,296	1,297	1,297	1,298
62	1,298	1,299	1,299	1,300	1,301	1,301	1,302	1,302	1,303	1,304
63	1,304	1,305	1,305	1,306	1,307	1,307	1,308	1,308	1,309	1,310
64	1,310	1,311	1,311	1,312	1,313	1,313	1,314	1,315	1,315	1,316
65	1,316	1,317	1,318	1,318	1,319	1,319	1,320	1,321	1,321	1,322
66	1,322	1,323	1,324	1,324	1,325	1,325	1,326	1,327	1,327	1,328
67	1,329	1,329	1,330	1,330	1,331	1,332	1,332	1,333	1,333	1,334
68	1,335	1,335	1,336	1,337	1,337	1,338	1,338	1,339	1,340	1,340
69	1,341	1,342	1,342	1,343	1,343	1,344	1,345	1,345	1,346	1,346
70	1,347	1,348	1,348	1,349	1,350	1,350	1,351	1,352	1,352	1,353

Таблица П2

Содержание СаО в известковом молоке в зависимости от его плотности

Плотность известкового молока, г/см ³	Содержание СаО в 1 дм ³ известкового молока, г	Содержание СаО, % к массе известкового молока	Плотность известкового молока, г/см ³	Содержание СаО, в 1 дм ³ известкового молока, г	Содержани е СаО, % к массе известково го молока
1,01	12	1,184	1,12	162	14,460
1,02	24	2,350	1,13	176	15,574
1,03	38	3,691	1,14	190	16,670
1,04	52	4,996	1,15	204	17,734
1,05	66	6,286	1,16	218	18,790
1,06	80	7,540	1,17	232	19,826
1,07	94	8,778	1,18	246	20,836
1,08	108	9,998	1,19	260	21,840
1,09	122	11,18	1,20	274	22,826
1,10	136	12,352	1,21	288	23,788
1,11	150	13,500	1,22	300	24,599

