

PCM结晶监测系统用于木糖和木糖醇的结晶过程的实时监控

1.应用背景

木糖和木糖醇在医药、食品等行业中有重要的用途。木糖是一种戊糖，天然D-木糖是以多糖的形态存在于植物中。在农产品的废弃部分（例如：玉米的穗轴、秸秆、棉桃的外皮）中，木糖的含量很高，所以近年来人们的研究和利用兴趣也越来越浓。

木糖醇（化学分子式： $C_5H_{12}O_5$ ）是木糖加氢后的产物，也可通过生物发酵的方式获得。木糖醇原产于芬兰，是从白桦树、橡树、玉米芯、甘蔗渣等植物原料中提取出来的一种天然甜味剂。木糖醇在自然界的分布范围很广，广泛存在于各种水果、蔬菜、谷类之中，但含量很低。对于人体来说，木糖醇也不是一种“舶来品”，它本就是人们身体正常糖类代谢的中间体。木糖醇的甜度与蔗糖相当，溶于水时可吸收大量热量，是所有糖醇甜味剂中吸热量最大的，从而以固体形式食用时，会在口中产生愉快的清凉感。木糖醇不致龋且有防龋齿的作用。代谢不受胰岛素调节，在人体内代谢完全，热值为10kJ/g，可作为糖尿病人的热能源。我国是农业大国，玉米芯、甘蔗渣等木糖和木糖醇的生产原料极为丰富，近年来木糖和木糖醇行业的发展也非常快速。

木糖和木糖醇的生产都要经过结晶过程，最终结晶产品的颗粒大小及颗粒均匀程度既是产品品质的重要指标，又是结晶工艺过程的难

点，直接影响产品的市场价格。木糖和木糖醇均为高附加值的糖类产品，价格差异对于其市场竞争力及企业利润均有大幅影响，所以如何获得高质量的木糖和木糖醇晶体受到了糖醇企业的重点关注。出于收率方面的考虑，木糖和木糖醇目前仍以蒸发结晶工艺居多。随着蒸发结晶的进行，糖浆粘度不断增大，使得晶体物料扩散受粘度阻碍，体系中容易发生二次成核现象，导致最终产品的颗粒度分布大、细粉多，大量的二次成核现象又导致体系粘度快速上升，进一步阻碍了结晶物料向晶面的扩散，使得体系中的小晶核进一步增加，粘度进一步增大，最终导致产品收率也会降低。基于以上难点，木糖和木糖醇的结晶工艺控制尤为重要，好的控制工艺可以使得晶体产品颗粒均匀、颗粒尺寸大、产品收率高、结晶时间缩短，甚至可以根据客户需求，调控工艺，实现定制生产。

PCM结晶监测系统能够实现对木糖和木糖醇的结晶过程的实时监控、并可根据监控结果实时调整过程工艺，实现获得高质量晶体产品的目的，是快速实现定制颗粒度的晶体产品的有效手段。本文就PCM结晶监测系统用于对木糖和木糖醇的结晶过程进行的监控结果进行了讨论。

2.实验装置

实验在工业生产用的蒸发结晶釜中进行：结晶釜的进料、放料、蒸汽流量控制、温度控制、真空度控制等均为全自动控制，无需手动操作。采用芬兰Pixact公司生产的PCM结晶监测系统对木糖和木糖醇的结晶过程进行实时监控，并根据监控结果调整结晶工艺。

PCM结晶监测系统探头从结晶釜侧壁插入结晶釜，并进行密封。实验过程中结晶釜在真空条件下低温蒸发糖浆中的水，实现糖浆浓缩结晶。



图1 PCM安装位置图



图2 PCM结晶监测系统实物图

3.实验结果及讨论

3.1木糖醇结晶过程

结晶初始阶段，木糖醇糖浆浓度较低，图像中无晶体，PCM结晶监测系统可用于监控糖浆中的杂质颗粒含量；随着真空蒸发结晶的进行，糖浆浓度逐渐提高，在达到析晶浓度时加入晶种，PCM结晶监测系统在加晶种阶段可用于判断加晶种的时间点及监控晶种数量是否合适；而后晶体逐渐生长，直至结晶结束。晶体生长

阶段，PCM结晶监测系统可用于监控晶体的颗粒度变化及二次成核情况；结晶后期，PCM结晶监测系统可用于判断最终晶体尺寸及晶浆流动性。

PCM结晶监测系统在线获取的木糖醇结晶过程图像如图3所示。

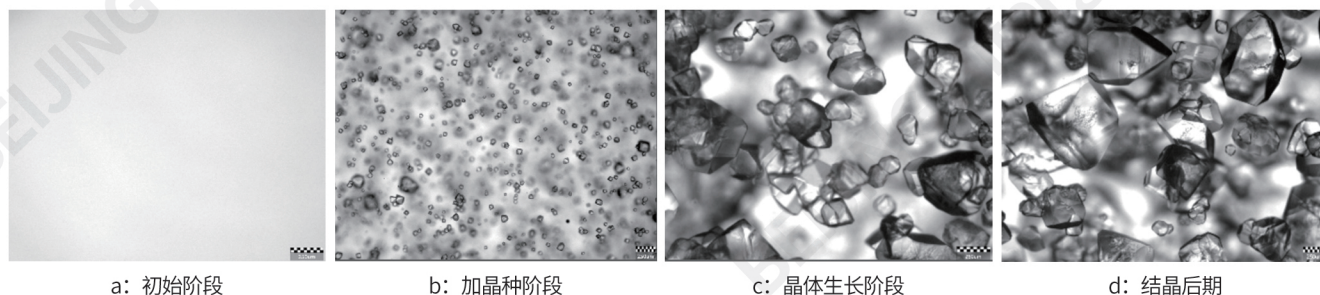


图3 PCM结晶监测系统在线获取的木糖醇结晶过程图像

3.2木糖醇结晶过程的加晶种时间点的判断

加晶种的时间点对于木糖醇的结晶过程是非常重要的。加晶种过早，晶种会部分溶化或全部溶化；加晶种过晚，晶浆中会自发生成大量晶核，不利于批次之间晶核数量的稳定。传统方法是通过测定糖浆浓度来判定加晶种的时间点，但是由于测试糖浆浓度需要时间，而且析晶点除了跟浓度有关外，还与温度有关，所以传统方法加晶种经常出现早加或晚加的情况，造成批次间差异。PCM结晶监测系统可以实时监测晶体数量的变化曲线，如图4所示。蓝色曲线是大于20 μm 的晶体数量的变化趋势图，红色曲线

是小于20 μm 的晶体数量的变化趋势图。当体系中的晶体数量明显升高，也就是到达图4的蓝色曲线的A点时加入晶种，加入的晶种既不会溶解，又可以保证批次之间的加晶种数量的一致性。

PCM结晶监测系统可以实时给出晶体数量，很容易判断加入晶种的时间点，方便、快速、有效。结晶器如果有自动加晶种装置，则可以通过自动采集PCM结晶监测系统的晶体数量信号实现自动触发加晶种。

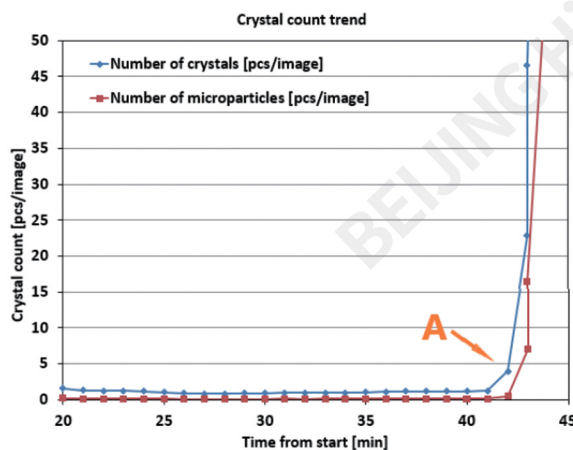


图4 PCM结晶监测系统实时监测的晶体数量的变化曲线

3.3 木糖醇结晶过程的晶体生长阶段的二次成核分析

避免二次成核对于木糖醇的结晶过程也尤为重要。随着蒸发结晶的进行，体系中的晶体浓度越来越高，体系粘度也随之增加，这增加了木糖醇扩散到晶体表面的难度；局部的高过饱和度容易产生二次晶核，二次晶核会导致最终产品的颗粒尺寸分布宽，且大量的二次小晶核会很快提高体系粘度，对结晶过程不利，要尽量避免。

图5和图6显示的是PCM结晶监测系统捕捉的无二次成核结晶过程和有二次成核结晶过程的图像及晶体数量趋势图。图中，蓝色曲线是大于20 μm 的晶体数量的变化趋势图，红色曲线是小于20 μm 的晶体数量的变化趋势图。其它尺寸区间的晶体数量也可在PCM结晶监测系统中获得。

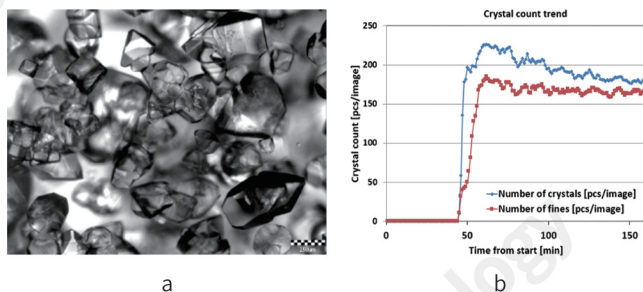


图5 PCM结晶监测系统捕捉的无二次成核过程的图像及晶体数量趋势图

从图5a中可以看出，晶体大小比较均匀，无明显小晶体。从图5b的颗粒数量趋势图可以看出，加入晶种后，晶体数量达到最大值后基本保持稳定。从图6a中可以看出，体系中明显存在大晶体和小晶核，大晶体为初始加入晶种长大后的晶体，小晶体是在体系后期粘度变大自发生成的二次晶核。从图6b中可以看出，加入晶种后，晶体数量第一次快速上升；二次成核后，体系中的晶体数量再次快速上升。

木糖醇的结晶过程中处于封闭的不锈钢结晶釜中，不便于通过常规手段实时监控二次成核。PCM结晶监测系统可以实时监测结晶过程的图像和晶体数量曲线，发现有二次成核现象后可以及时改变工艺条件，避免二次成核或消除二次成核。

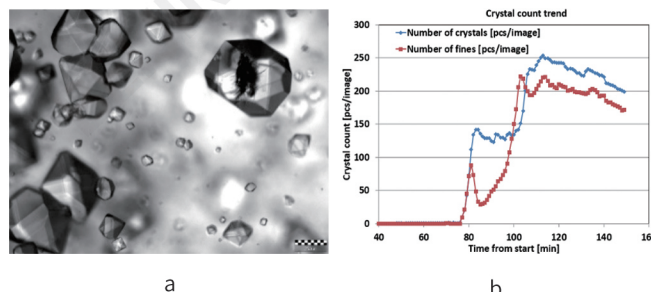


图6 PCM结晶监测系统捕捉的有二次成核过程的图像及晶体数量趋势图

3.4 木糖醇结晶过程的晶体颗粒度监控

木糖醇晶体的颗粒度及分布是木糖醇生产的关键产品指标。图7显示了PCM结晶监测系统记录的结晶过程的颗粒度趋势图。图中，蓝色曲线为Dv10，绿色曲线为Dv50，紫色曲线为Dv90，红色曲线为体积加权平均尺寸。

加入晶种后，木糖醇晶体持续生长，整个结晶过程的颗粒度被实

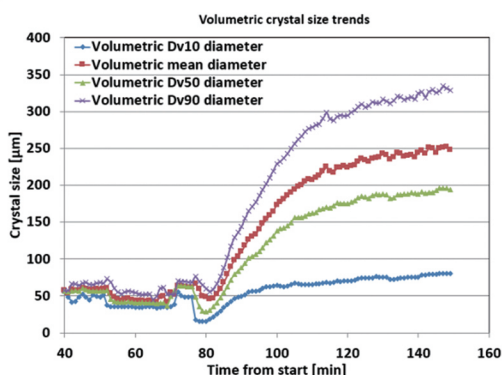


图7 PCM结晶监测系统记录的结晶过程的颗粒度趋势图

时记录；且，批次间的颗粒度可用于对比分析。颗粒度数据可用于判断结晶过程是否符合晶体尺寸要求，用于工艺调整及调整效果快速判断。

除了结晶过程的晶体颗粒度趋势图外，PCM结晶监测系统也可以给出实时的晶体尺寸分布图，如图8所示。

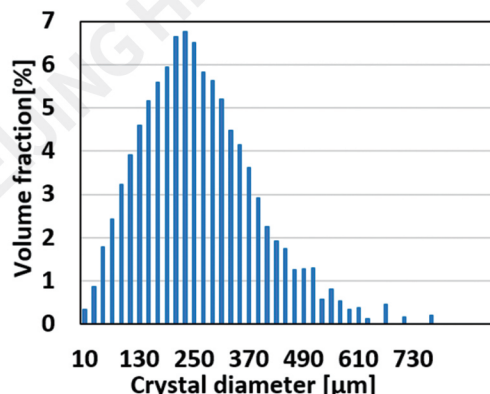


图8 木糖醇结晶后期的晶体颗粒尺寸分布图

3.5 木糖结晶过程

木糖结晶过程跟木糖醇类似，也是大多采用蒸发结晶方式。结晶过程可加晶种或不加晶种，如果不加晶种，更要严格控制自发成核的晶体数量，以保证最终的木糖晶体的颗粒度。

本实验采用自发成核方式结晶，木糖的成核速率比木糖醇快，所以在析晶阶段可以产生足够的晶核，可以不用加晶种。但，如果希望控制最终的木糖晶体产品的颗粒度，那么需要严格控制自发

成核的晶核数量，这是不加晶种方式结晶的关键点。

值得注意的是，木糖结晶过程很容易出现二次成核，使得最终的木糖晶体产品的颗粒度较小。PCM结晶监测系统在线获取的木糖结晶过程图像如图9所示，从图9可以看出：木糖晶体呈长柱状体，结晶过程中通过工艺控制，没有产生二次成核现象；晶体颗粒度较大，且尺寸均匀。

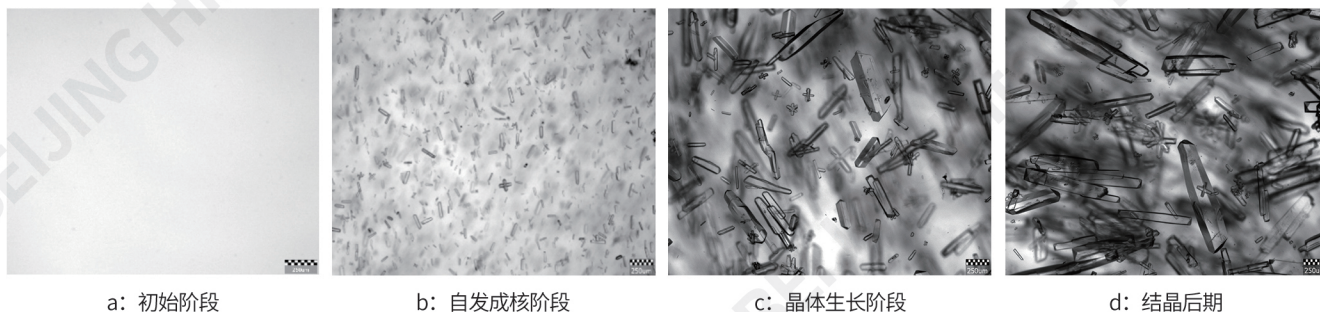


图9 PCM结晶监测系统在线获取的木糖结晶过程图像

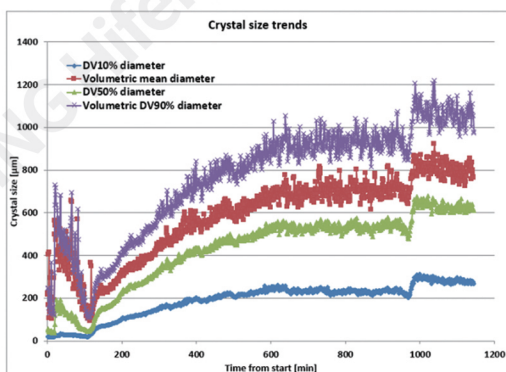
3.6 木糖结晶过程的晶体颗粒度监控

木糖结晶过程的颗粒度尺寸监控十分重要，借助PCM结晶监测系统可以及时发现二次成核现象并采取控制手段。图10显示了PCM结晶监测系统记录的木糖结晶过程的颗粒度趋势图。

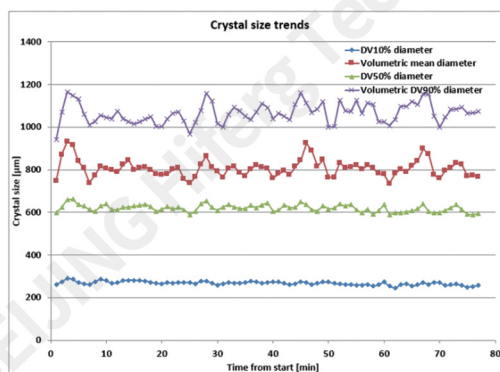
图10a显示了木糖结晶过程的颗粒度趋势图，图10b显示了木糖结晶最后阶段的颗粒度趋势图。图10a和图10b中，蓝色曲线为Dv10，绿色曲线为Dv50，紫色曲线为Dv90，红色曲线为体积加

权平均尺寸。

从图10a可以看出，从木糖析晶到结晶后期，晶体尺寸持续增大；到结晶最后阶段，晶体尺寸保持稳定，此时由于体系粘度很大，水分蒸发很难，所以晶体尺寸不再明显增加。从图10b可以明显看出，木糖晶体尺寸在最后阶段保持稳定。



a



b

图10 PCM结晶监测系统实时监测的晶体数量的变化曲线



4.实验结论

PCM结晶监测系统可以很好地监控木糖和木糖醇的结晶过程。实时的结晶图像可以给出结晶釜中晶体形态的直观信息，有助于理解结晶机理、优化结晶工艺、及时发现二次成核、并进行工艺调整。实时的晶体数量曲线可以实时监控晶浆中的晶体数量，此信息对于晶种的加入时机判断、晶种数量的确定非常有帮助；在不加晶种的情况下，PCM结晶监测系统给出的自发成核晶体数量可以用于判断自发成核结束控制点，这对于最终的晶体产品颗粒度有至关重要的作用。实时的晶体数量趋势图，可以用于判断过程的二次成核情况，用于调整过程控制参数以及批次之间进行比较。PCM结晶监测系统实时给出的晶体颗粒度信息，可以帮助我们判断晶体的生长情况、晶体尺寸是否满足生产要求、还可以帮助我们判断出料时间点。

PCM结晶监测系统可用于优化木糖和木糖醇的结晶过程，速度快，效率高，便于快速发现和快速解决工艺问题，有助于提高产品质量的稳定性。同时，PCM结晶监测系统还可用于监控原料中的杂质、优化加晶种方案、控制二次成核、确定补料时间、监控晶体颗粒度分布宽度、调整晶体颗粒度、判定出料时间等。功能性糖醇制造行业的多个国际领跑者都是我们的客户。

北京海菲尔格科技有限公司是芬兰Pixact、美国Remspec、德国ITA INSTRUMENTS、德国TEWS ELEKTRONIK、德国HENTSCHEL、德国proMtec Theisen等品牌在中国市场的授权代理，从事国内的市场推广、应用指导、安装调试、技术支持和售后服务等，在最大程度上满足不同客户和应用的需求。

北京海菲尔格科技有限公司

北京市朝阳区南磨房路37号华腾北塘商务大厦1008室

山东省济南市市中区中海国际公馆7号楼1单元2902室

联系电话：010-53779530，0531-82977799

联系人：孙经理，13716489005，13305315691

邮箱：nina.sun@hiferg.com

