

スラリーアイス生成技術を用いた氷粒子径コントロールの研究

システム工学群

ものづくり先端技術研究室 1180078 島田 惇平

1. 序論

凍結濃縮法は、液体中の純水を氷として析出させ、氷と液体を分離することで濃縮を行う方法である。他の濃縮法と比べ、低温下での操作となるため成分の変質が少なく、食品分野において高品質の濃縮液が得られるといった長所がある。本研究では、スラリーアイス生成技術を用いた凍結濃縮システムの構築を目指している。具体的には、製氷部の伝熱面に成長した氷膜を掻き取り、微小な氷粒子を生成し、遠心分離を行うことで濃縮を行う方法である。本システムの課題として、氷粒子が小さいほど分離の際に濃縮液が氷粒子群に保持されやすくなり、濃縮液の回収率低下に繋がるのが挙げられる。しかし、製氷による氷粒子径のコントロール法についての研究はほとんどされていない。分離操作を容易にし、濃縮液の損失を少なくするには、大粒径の氷粒子を生成することが必要であり、氷粒子径と操作条件との関係を明らかにすることが最も重要である⁽¹⁾。そのため、製氷の際の氷粒子径を定量的に測定し、氷粒子径に影響するパラメータの解明を目的とした。

2. 管内レイノルズ数と氷粒子径との関係性の検討

2.1. 実験方法

先行研究では、製氷部での管内レイノルズ数を考慮していない⁽²⁾ため、生成された氷粒子径を正確に測定できていない可能性がある。そのため、管内レイノルズ数による氷粒子径への影響を確認し、新たな測定手法の構築を行った。実験フローを図1に示す。タンク内にスクロース水溶液 700 ml を投入し、ポンプ(テックワールド製, AWT-40W)により循環を行う。冷媒はチラー(ヤマト科学製, CF301)により冷却され、内円筒側に送液される。次に攪拌機(IKA 製, EUROSTAR 20)で掻き取り刃を回転させ、氷粒子を生成する。その後、製氷部にて生成された氷粒子を粒度分布測定装置(Malvern Instruments Ltd 製, Spraytec)によりサンプリング周期 1 kHz で 5 秒間の測定を行った。この際、測定部に圧縮空気をパージして結露を防いでいる。

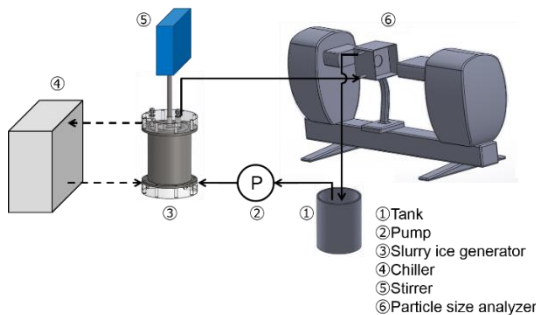


Fig. 1 Schematic of experimental equipment.

溶液は果汁などに含まれている代表的な糖分としてスクロース($C_{12}H_{22}O_{11}$)を用い、ゆずや文旦のスクロース含有量が 9~11°Brix 程度であることから、スクロース水溶液の濃度は

10°Brix とした。本実験では、製氷部内の攪拌レイノルズ数 Re_r と管内レイノルズ数 Re_o の二つのパラメータを用いた。攪拌レイノルズ数は $Re_r = 2000$ で一定とし、管内レイノルズ数 $Re_o = 54, 90, 135, 180$ にて実験を行った。

2.2. 実験結果及び考察

粒度分布とザウター平均径それぞれを図2, 図3に示す。管内レイノルズ数の違いによりモード径に変化は見られなかった。しかし、管内レイノルズ数が上昇するとモード径の個数頻度割合が増加する傾向を示し、粒の大きさがより均一化する。ただし、 $Re_o = 135$ と $Re_o = 180$ では差がほとんど見られなかった。ザウター平均径は、管内レイノルズ数が上昇すると減少する傾向が見られた。これは、測定部内での氷粒子の分散性が上昇し、氷が凝集する現象が生じにくくなるためと考えられる。また、管内レイノルズ数が上昇したことにより、氷粒子の製氷部滞留時間が減少し、ここでも凝集現象が抑制されたものと考えられる。

本実験の結果と、流速の上昇でモーターからの侵入熱が増加し、配管での熱交換効率が上昇してしまうことを鑑み、管内レイノルズ数を $Re_o = 135$ に決定した。

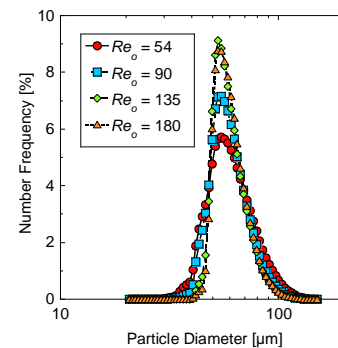


Fig. 2 Particle size distribution of each ordinary Reynolds number.

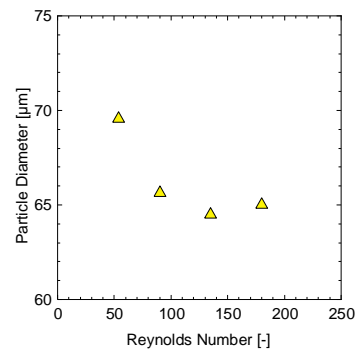


Fig. 3 Sauter mean diameter at each ordinary Reynolds number.

3. 攪拌レイノルズ数と氷粒子径との関係性の検討

3.1. 実験方法

本実験装置は図1に示した装置と同様とし、管内レイノルズ数 $Re_o = 135$ にて攪拌レイノルズ数 $Re_r = 2000 \sim 6000$ の領域において1000間隔で計測を行った。試料は食品分野における代表的な成分とし、糖類のスクロース($C_{12}H_{22}O_{11}$)、電解質である塩化ナトリウム($NaCl$)、アルコール類のエタノール(C_2H_6O)を用いた。また、各溶液の濃度はスクロース 10°Brixの質量モル濃度 0.325 mol/kg を基準に、塩化ナトリウムは 1.93wt%、エタノールは 1.83vol% とした。

3.2. 実験結果及び考察

各溶液における粒度分布の実験結果を図4～図6に示す。スクロースと塩化ナトリウムでは攪拌レイノルズ数による粒度分布への影響がほとんど見られず、モード径についても50～60 μm 付近に見られる。エタノールの粒度分布では、挙動が異なり氷粒子の分布幅が広く、モード径に対して非対称な分布となった。

次に、氷粒子径の変化を詳細に検討するため、各溶液におけるザウター平均径 D_{32} を算出した結果を図7に示す。 D_{32} では、全ての攪拌レイノルズ数においてエタノール、塩化ナトリウム、スクロースの順で粒子径が大きく、エタノールと塩化ナトリウムのピークが $Re_r = 4000$ に位置し、傾向も類似している結果となった。

ザウター平均径が増加したのは、Ostwald Ripening が起きているためだと考えられる。攪拌レイノルズ数の上昇により、氷粒子の運動エネルギーが増加し、これにより生じた熱エネルギーが相対的に微小な氷粒子の融解を促し、発生した潜熱がより大きな氷粒子の成長に用いられたものと考えられる。また、ザウター平均径が $Re_r > 4000$ で攪拌レイノルズ数の増加とともに減少している理由については、2次核発生により粒径の小さい氷粒子が生成されているためだと考えられる。この現象は、結晶が攪拌翼との衝突などの機械的衝撃を受けたときに起こる2次核発生⁽³⁾で、攪拌レイノルズ数が増加するとContact Nucleationの頻度が上昇し、氷粒子径が小さくなる。加えて、ザウター平均径の溶質による違いについては、分子量が関係している可能性が示唆された。分子量を比較すると、エタノールが46.07、塩化ナトリウムが58.44、スクロースが342.3であり、分子量が小さい順にザウター平均径が大きいため、何らかの要因があると考えられる。しかし、分子量の影響を述べるには、更に異なる溶液でデータ蓄積を行う必要がある。

本研究により、Ostwald Ripening と Contact Nucleation が粒子径に大きく関係していることが得られた。

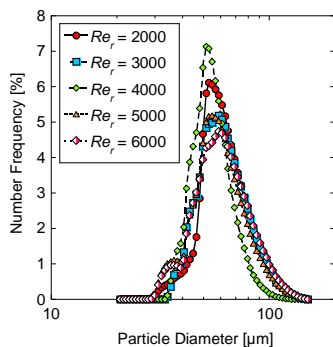


Fig. 4 Particle size distribution of Sucrose.

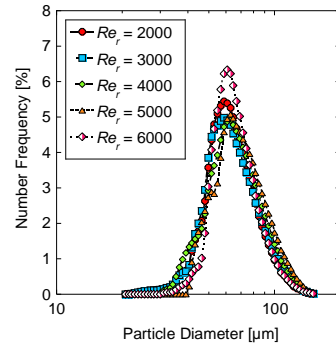


Fig. 5 Particle size distribution of Sodium chloride.

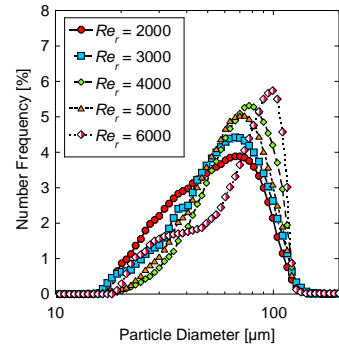


Fig. 6 Particle size distribution of Ethanol.

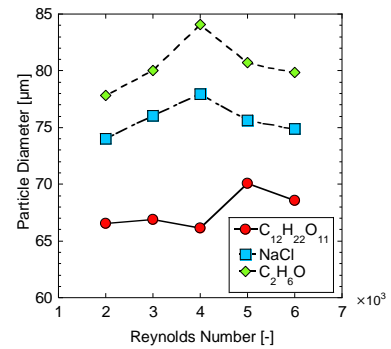


Fig. 7 Changes in Sauter mean diameter in each solution.

4. 結論

本研究では、管内レイノルズ数と攪拌レイノルズ数が氷粒子径に与える影響について検討を行った。管内レイノルズ数が増大すると、測定部内での氷粒子の分散性が上昇し、氷粒子の凝集が減少することで、精度良く氷粒子径の計測が行える実験条件を構築した。攪拌レイノルズ数の影響により、全ての溶液においてOstwald Ripeningによる氷粒子の成長が見られ、ある一定以上の高攪拌レイノルズ数になるとContact Nucleationによる2次核発生の影響が表れてくる傾向が得られた。また、溶質の違いについては分子量が関係している可能性が示唆された。今後は、異なる単成分溶液や多成分混合溶液を用いた氷粒子径測定を行う必要がある。

参考文献

- (1) 松野隆一, 濃縮と乾燥, 第一版(光琳, 東京), pp.114, 1989
- (2) 岡林憲哉, 凍結濃縮システム製水部にて生成される氷粒子径の評価, 高知工科大学 卒業論文, 2016年度
- (3) 久保田徳昭, 溶液晶析における2次核発生と結晶成長, Gypsum & Lime, No.242, 1993