凍結濃縮法における粘度と氷粒子径の検討

システム工学群

# ものづくり先端技術研究室 1210062 清武 照平

## 1. 序論

社会環境の変化に伴い,我々の食生活は著しい変化を遂げており,加工食品抜きでは食生活が成り立たないのが現状である.嗜好性や利便性等が追求された様々な加工食品が製造され,市場に広く流通している<sup>(1)</sup>.

食品加工法の一つである凍結濃縮は、低温下での操作により成分の劣化抑制が可能であり<sup>(2)</sup>、食品の高付加価値化に寄与する濃縮法といえる.凍結濃縮は図1に示すように、水溶液中に微小な氷粒子の生成と固液分離操作により濃縮液を得る.本操作では可能な限り大粒径の氷粒子を生成し、濃縮液の回収率を向上させることが重要であるが、中村の研究<sup>(3)</sup>では、濃度上昇とともに氷粒子径が微小化すると報告されている.但し、濃度上昇とともに高粘度となり、氷粒子の微小化を支配する因子は明らかになっていない.そこで本研究では、粘度に着目して質量モル濃度が一定の条件下における粘度と生成される氷粒子径の関係を明らかにすることを目的とした.



# 2. 水溶液の粘度と氷粒子径の関係

### 2.1 実験目的

質量モル濃度が一定の条件下で、水溶液の粘度を変化させたとき、生成される氷粒子径に与える影響を明らかにすることとした.

### 2.2 実験方法

実験装置を図2,実験試料を表1,実験条件を表2に示す. 本実験では、純水生成装置(ADVANTEC製, RFP841AA)にて 生成された純水にNaCl及びHECを溶解させ、表1に示す粘 度に調整した.また、使用した製氷機及び再結晶缶は二重円 筒構造となっており、内円筒内側に水溶液、内外円筒の間に 冷媒を循環させた.

まず,製氷機内及び再結晶缶内を合計 9.3L の水溶液で満 たし,ダイヤフラムポンプ(IWAKI製, TCS15HB)にて水溶液 を循環させた.冷媒には,濃度 60wt%のエチレングリコール を使用し,サーモチラー(SMC製, HRZ002-L1DY, HRSH90AN-20)にて製氷機内の水溶液を-11℃で冷却した.更に,再結 晶缶内部への侵入熱を抑制するため,再結晶缶の外側にサー モチラー(ヤマト科学,CLH610)を使用し,冷媒にて-1℃で冷 却を行った.製氷機内では水溶液の伝熱面において氷膜が形 成され,内部を回転する掻き取り刃にて氷膜を切削し,氷粒 子を水溶液中に懸濁させた.また,再結晶缶内では,氷粒子 の凝集を抑制するため,撹拌機(IKA 製, EUROSTAR20digital) による撹拌を行った.

目視により再結晶缶内での氷粒子の存在を確認した後,氷 粒子径の測定を開始し、3分毎に計11回の測定を行った.懸 濁液の粒度分布測定装置(Malvern Instruments Ltd 製, Spraytec)への送液にはギアポンプ(アズワン製,変速耐薬ギ アポンプ,AWT-40W)を使用し,測定の際は測定部であるガ ラス面の結露を防ぐため,圧縮空気をパージした.

実験は雰囲気温度 15℃の環境下にて,各水溶液毎に3回ず つ行い,実験結果を平均して評価を行った.



Fig.2 Experimental flow

#### Table.1 Experimental sample

Solvent		Water
Solute	NaCl concentration to solvent [wt%]	1.0
	HEC concentration	0.00 / 1.31 / 1.85
	to solvent [wt%]	2.17 / 2.41 / 2.60
Viscosity [mPa·s]		1.81 / 20 / 40 / 60 / 80 / 100

Table.2 Experimental conditions

	Solution volume [L]	9.3
	Solution quantity of flow [L/min]	10
Slurry generator	Coolant temperature [°C]	-11
8	Coolant quantity of flow [L/min]	35
	Scraper rotation speed [min <sup>-1</sup> ]	360
D (11)	Coolant temperature [°C]	-1
Recrystallizer	Agitator rotation speed [min <sup>-1</sup> ]	450

# 2.3 実験結果

各水溶液の実験結果を図3に示す.氷粒子径の経時変化に 着目すると、すべての水溶液において氷粒子径が増大する傾 向を示した.粘度が1.81,20mParsの水溶液では、測定開始の 9分後より測定が可能であった.これに対して、40mPars以 上の水溶液では、18分後より氷粒子径の測定が可能となっ た.



Fig.3 Temporal change of sauter mean diameter

次に, 測定時間 18 分, 21 分, 24 分における粘度と氷粒子 径の関係それぞれ図 4~6 に示す. すべての結果において粘度 が 1.81mPars から 40 mPars に上昇すると, 氷粒子径が微小化 する傾向が得られた. しかし, 40 mPars 以降に関しては, そ の傾向はみられなかった.



Fig.4 Relationship between viscosity and sauter mean diameter at 18minutes



Fig.6 Relationship between viscosity and sauter mean diameter at 24minutes

## 2.4 考察

本実験では、粘度と氷粒子径の明確な関係は得られなかった。その理由は、まず図3より、すべての水溶液において時間の経過とともに氷粒子径が増大していることで、オストワルドライプニング現象<sup>(4)</sup>の発生が考えられる。しかし、本実験は最初に測定された時間が水溶液すなわち粘度により異なり、オストワルドライプニング現象の影響を考慮できていない。また、氷粒子が再結晶缶に発生しているにも関わらず測定が行えなかった時間領域が存在する。これは、粒度分布測定装置の検知可能粒子数を満足していなかったためといえる。1.81,20mParsの水溶液と40mPars以上の水溶液では測定が可能となるまでに9分のタイムラグが生じた。本結果より、粘度の上昇とともに製氷効率が低下しているといえる。ここで、図7に示す各水溶液における製氷機出口の水溶液温度の経時変化に着目する。1.81,20mParsの水溶液は測定開始

1 分後に-0.6℃を下回っており,時間の経過による温度変化も ほとんどみられない. 一方,40 mPas以上の水溶液では,測 定開始1 分後の出口温度が-0.4℃付近と高く,時間の経過と ともに温度低下がみられる.本実験は,質量モル濃度が一定 の条件下で実験を行っているため,凝固点温度も一定である といえる.このような結果となった要因として,水溶液の粘 度が上昇するとともに流動性の低下が起こり製氷機内で温 度分布が生じていると考えられる.



Fig.7 Temporal change of Slurry generator outlet temperature

製氷機内での伝熱現象を1次元定常状態の対流伝熱でモ デル化すると、図8のように表される.局所伝熱量は、

> $Q_{R heta} = dAh_{R heta}(T_s - T_c)$  $Q_{R heta}$ :局所伝熱量[W] dA:伝熱面積[m<sup>2</sup>]  $h_{R heta}$ :局所熱伝達率[W/(m<sup>2</sup>·K)]  $T_s$ :水溶液温度[K]  $T_c$ :冷媒温度[K]

から求められる.このとき、伝熱面積、冷媒温度は一定であ るため、局所伝熱量は局所熱伝達率、水溶液温度によって決 定される.

なお、円筒座標系の局所熱伝達率(5)は、

 $h_{R\theta} = 0.332 Re_{R\theta}^{\frac{1}{2}} P r^{\frac{1}{3}} \frac{\lambda}{R\theta}$ (2)  $h_{R\theta}: 局所熱伝達率[W/(m^2 \cdot K)]$   $Re_{R\theta}: 局所レイノルズ数[-]$  Pr: プラントル数[-]  $\lambda: 熱伝導率[W/(m \cdot K)]$  $R\theta: 円周方向距離[m]$ 

から求めることができる.このことから,水溶液の粘度上昇 が局所レイノルズ数の低下につながったため,伝熱量が減少 し,製氷量の低下がみられた.

以上のことから、粘度と氷粒子径の関係をより精査するに は、測定開始時間及び製氷効率を同様にする実験系を構築す るため、局所熱伝達率が一定の条件を得られるようにしなけ ればならない.



Fig.8 Heat transfer model

## 3. 結論

本研究では、凍結濃縮法における粘度と生成される氷粒子 径の関係を明らかにすることを目的とした.実験方法として 質量モル濃度が一定の条件下で水溶液の粘度のみ変化させ、 氷粒子径の測定を行った.その結果、粘度と氷粒子径の明確 な関係は得られなかった.その要因は、オストワルドライプ ニング現象による影響、粘度上昇からの局所熱伝達率の低下 及び製氷量の減少が挙げられる.今後は、局所熱伝達率が一 定となる実験系を構築し、データの蓄積を行う必要がある.

### 文献

(1)

- (1) 森孝夫:新食品・栄養科学シリーズ食品加工学(2003)
- (2) 松野隆一,中村厚三,古田武,多門肇:濃縮と乾燥,光 琳(1989), p113-122
- (3) 中村泰介:スラリーアイス技術を用いた凍結濃縮装置 により生成される氷粒子の粒径評価,高知工科大学大 学院工学研究科基盤工学専攻知能機械システム工学コ ース修士論文
- (4) 化学工学会:化学工学便覧,丸善(1999), p492
- (5) 望月貞也,村田章:伝熱工学の基礎,日新出版株式会社 (1996), p83