

卒業論文要旨

再結晶缶を用いたスラリーアイスの氷粒子径増大法の検討

システム工学群

ものづくり先端技術研究室 1220166 矢羽田 萌乃

1. 序論

1.1 凍結濃縮

食品分野において濃縮は、溶質の特性をより引き出す効果が見込め、機能性の強化などの目的で、広く用いられている。その操作の1つに凍結濃縮がある。最も低温での濃縮操作として位置付けられ、芳香性や高温に脆弱な成分が含有する液状食品に最適である⁽¹⁾。本研究室で取り組む凍結濃縮の方法は、製氷機で水溶液中に氷粒子を析出させ、遠心分離機で氷粒子と水溶液に分離することで濃縮を行う。なお、氷粒子と水溶液が混在した懸濁液についてはスラリーアイスと言い、高い氷充填率を目指した製氷機の開発も進めている。

1.2 研究目的

凍結濃縮法は、相変化により固相が生じるため、分離が必要となる。その際、氷粒子集合体の空隙に濃縮液が保持されるため、濃縮液の損失が発生してしまうことが問題となっている。その解決策の1つが氷粒子を増大させることである。そこで、再結晶缶を用いた操作が産業界で採用されているものの、缶内の氷量を減少させないことを考慮したオストワルド熟成方法の研究報告はほとんど見られない。

本研究では、液状食品の多くに含有している成分の1つであるスクロース水溶液を用いた実験により、再結晶缶でのオストワルド熟成の最適操作条件を調べた。なお、操作条件として、①冷却、②滞留時間、③粒度分布、④攪拌が挙げられる。まずは、①冷却操作の条件に着目して実験的に検証した。

2. 再結晶缶の内壁面温度と凝固点の関係の実験

2.1 実験目的

再結晶缶内の氷粒子はオストワルド熟成により成長する。しかし、攪拌機的主要動力に相当する熱の発生や周囲からの侵入熱といったオストワルド熟成の防げになる要因がある。そこで、これらの要因を考慮したうえで、氷粒子が融解せずに成長していく再結晶缶内壁面の温度と凝固点の関係について明らかにした。

2.2 実験方法

実験フローを図1に示す。本実験ではスクロース($C_{12}H_{22}O_{11}$) (ナカライテクス製, Code 30403-84)を溶質とし、純水生成装置(ADVANTEC製, RFP841AA)にて生成した純水を溶媒とするスクロース水溶液を用いて実験を行った。濃度条件は、10°Brix、20°Brix、30°Brixとした。

まず、タンク内に投入したスクロース水溶液を、マグネットポンプ(三相電機製, PMD-331B6C)により、製氷機と再結晶缶に送液した。再結晶缶が満液に達したのち、タンクからの送液をバルブにより停止し、再結晶缶と製氷機間を流量10L/minにて循環させた。製氷機の掻き取り刃を360min⁻¹で回転させた。60wt%のエチレングリコール水溶液を冷媒に用い、サーモチラー(SMC製, HRZ002-L1-DY, HRSH90-AN-

20)により温度-10°Cに冷却した。再結晶缶は447min⁻¹で攪拌し、外部開放型のチラー(ヤマト科学製, CLH610)により、冷媒を10°Brixでは-1.6°C、20°Brixでは-3.0°C、30°Brixでは-4.5°Cに冷却をした。また、再結晶缶上面には、断熱材を装着した。氷発生から15分後、再結晶缶と製氷機間の循環を停止した。その後、再結晶缶で120分間氷の熟成を行った。水溶液の濃度のサンプリングは15分間隔で行い、デジタル屈折計(アタゴ製, RX-5000i-Plus)を用いて濃度を測定した。また、氷粒子径の測定は粒度分布測定装置(Malvern Instruments Ltd製, Spraytec)により行った。測定条件は、周波数2.5kHz、サンプリング時間10秒とし、本測定を15分間隔で行った。また、再結晶缶の伝熱面には、熱流束センサ(日置電機製, Z2012)1枚と温度センサ(東亜電気製, MF-O-T)3枚を設置し、熱流束および表面温度のデータ収集を行った。本実験は雰囲気温度15°Cに保たれた恒温室内で行った。

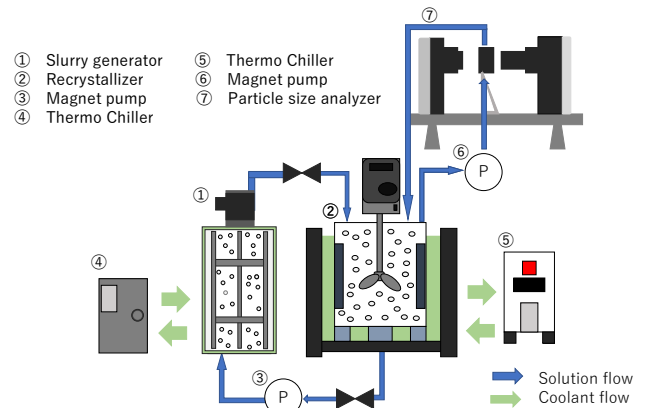


Fig.1 Flow of experiments

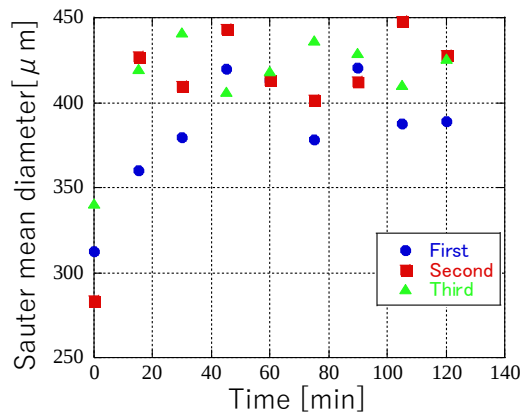
2.3 実験結果

各濃度における447min⁻¹の主要動力を表1に示す。

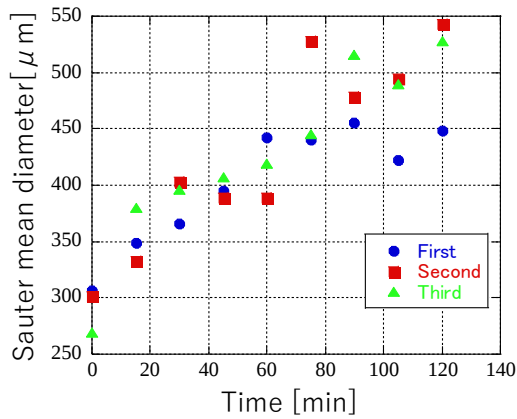
Table 1 Main power by each density

	10°Brix	20°Brix	30°Brix
Main power[W]	6.59	4.50	4.50

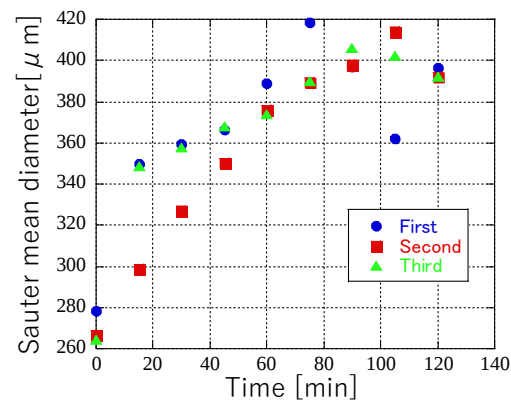
濃度におけるザウター平均粒子径と時間の関係を図2に示す。時系列は熟成開始時(氷発生から15分後)が初期時間0minである。各濃度とも0minのときよりも氷粒子径が増大した。10°Brixに関しては粒子径が増大、縮小を繰り返す傾向がみられた。



(a) 10°Brix



(b) 20°Brix



(c) 30°Brix

Fig.2 The relation between Sauter mean diameter and Time

各濃度における IPF と時間の関係を図3に示す。 IPF [wt%]は氷充填率を示している。 IPF は、

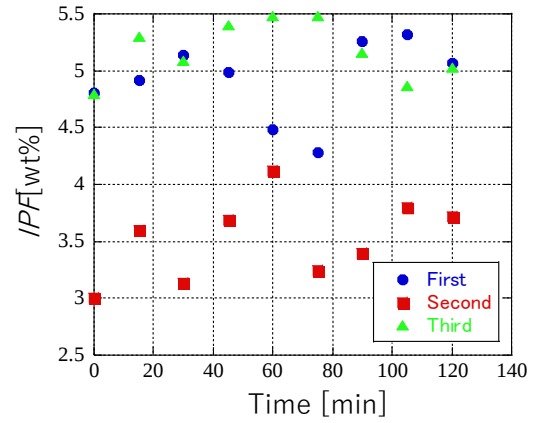
$$IPF = 100(1 - \alpha^*/\alpha) \quad (1)$$

IPF : 氷充填率[wt%]

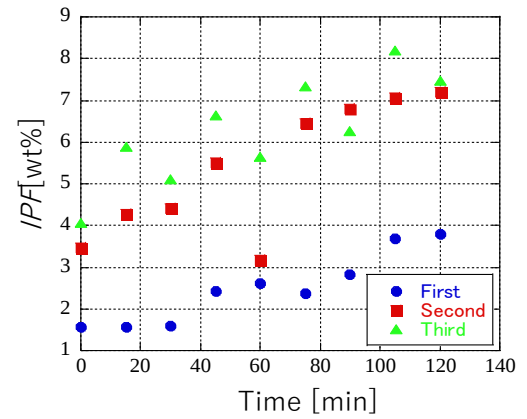
α^* : 初期濃度[%]

α : 製氷後の濃度[%]

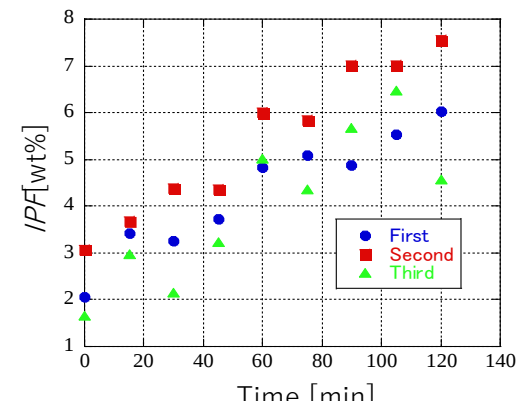
から求められる。20°Brix, 30°Brixは時間の経過とともに、 IPF が上昇した。10°Brixに関しては、 IPF が上昇、低下を繰り返す結果となった。



(a) 10°Brix



(b) 20°Brix



(c) 30°Brix

Fig.3 The relation between IPF and Time

濃度における再結晶缶内の水溶液の平均温度[°C], 水溶液側の伝熱面平均温度[°C], 伝熱量[W]を表2に示す。10°Brix, 20°Brixでは水溶液の温度と伝熱面温度の差が約0.1°Cのとき IPF が低下せず, 30°Brixは水溶液の温度と伝熱面温度の差が約0.2°Cのとき IPF が低下しない結果となった。また, 凝固点と再結晶缶の内壁面温度の差はとても小さい。

Table 2 The average temperature of water solution, the heat transfer side average temperature of the water solution and heat transfer rate

10°Brix	First	Second	Third	Average
The average temperature of water solution[°C]	-0.62	-0.66	-0.65	-0.64
The heat transfer side average temperature of the water solution[°C]	-0.71	-0.71	-0.70	-0.71
Heat transfer rate[W]	15.1	11.0	15.6	13.9

20°Brix	First	Second	Third	Average
The average temperature of water solution[°C]	-1.58	-1.65	-1.67	-1.63
The heat transfer side average temperature of the water solution[°C]	-1.67	-1.76	-1.70	-1.71
Heat transfer rate[W]	22.6	23.0	22.1	22.6

30°Brix	First	Second	Third	Average
The average temperature of water solution[°C]	-2.90	-2.91	-2.88	-2.90
The heat transfer side average temperature of the water solution[°C]	-3.13	-3.12	-3.12	-3.12
Heat transfer rate[W]	24.9	25.2	24.8	25.0

2.4 考察

何れの濃度も初期状態に対して氷粒子径が増大したことから、オストワルド熟成が行われ、氷粒子径は成長したといえる。また、*IPF*も低下せずに一定また上昇することから、熱エネルギーの機械的操作により、*IPF*が減少することなく、氷粒子径を増大させることが可能である。したがって、本実験で行った水溶液の凝固点を基準に再結晶缶の内壁面温度をコントロールすることが有効である。実験結果から、10°Brix、20°Brixでは凝固点と再結晶缶の内壁面温度が約0.1°C、30°Brixでは凝固点と再結晶缶の内壁面温度が約0.2°Cの温度差が必要である。したがって、凝固点と再結晶缶の内壁面温度の温度差を保つことで、1次核発生を抑制し、オストワルド熟成による氷粒子径の増大が支配的になると考えられる。また、凝固点と再結晶缶の内壁面温度の差は非常に小さいが、30°Brixの方が温度差が大きい。熱流束 q は、

$$q = h\Delta t \quad (2)$$

q : 熱流束[W/m²]

h : 熱伝達率[W/(m²・°C)]

Δt : 温度差[°C]

と表せる。これにより熱流束 q が一定であると仮定すると、濃度の上昇に伴い温度差 Δt が大きくなり、熱伝達率 h は低下する。この要因は、粘度 μ であると考えられる。円管内の熱伝達に関する無次元数のヌセルト数 N_u は、

$$N_u = \frac{(f/2)(Re - 1000)Pr}{1 + 12.7\sqrt{f/2}\left(Pr^{\frac{2}{3}} - 1\right)} \quad (3)$$

N_u : ヌセルト数[-]

f : 管摩擦係数[-]

Pr : プラントル数[-]

Re : レイノルズ数[-]

と表せ、これを参考にする⁽²⁾。0°Cのときの各濃度での粘度を表3に示す⁽³⁾。濃度が上昇するにしたがい粘度 μ が高くなる。レイノルズ数 Re は、

$$Re = \frac{UL}{\nu} = \frac{\rho UL}{\mu} \quad (4)$$

U : 速度[m/s]

L : 長さ[m]

ν : 動粘度[m²/s]

ρ : 密度[Kg/m³]

μ : 粘度[Pa・s]

と表せる。粘度 μ が高くなるとレイノルズ数 Re は小さくなるため、式(3)よりヌセルト数 N_u が小さくなるため、熱伝達率 h は低下する。したがって、濃度の上昇にしたがい粘度 μ の増大が温度差に影響したと考えられる、粘度 μ が高くなるため、温度差 Δt が大きくなったのではないかと考えられる。

Table 3 Viscosity by each density

	0°C		
	10°Brix	20°Brix	30°Brix
Viscosity [mPa・s]	2.49	3.80	6.60

3. 結論

単成分スクロース水溶液を用いて、氷粒子が融解すること無くオストワルド熟成により成長する再結晶缶内壁面の温度と凝固点の関係について明らかにする実験を行った。熱エネルギーの機械的操作により、*IPF*が減少することなく、氷粒子径を増大させることが可能であった。条件として、凝固点よりも再結晶缶の内壁面温度が低いことである。具体的には10°Brix、20°Brixでは凝固点と再結晶缶の内壁面温度が約0.1°C、30°Brixでは凝固点と再結晶缶の内壁面温度が約0.2°Cの温度差を保つ必要である。したがって、凝固点と再結晶缶の内壁面温度の温度差を保つことで、1次核発生を抑制し、オストワルド熟成が行われ氷粒子径増大を支配的に行える。また、濃度が上がるにつれ、温度差が大きくなったのは、スクロース水溶液の粘度が関係していると考えられる。温度差が大きくなると、熱流束が一定であると熱伝達率が小さくなる。一方で、粘度が大きくなるとレイノルズ数が小さくなるので、熱伝達率も小さくなるといえる。したがって、濃度が上昇するにつれ、粘度が大きくなったため、温度差が大きくなったと考えられる。

本研究ではスクロース水溶液を用いて熱エネルギーの機械的操作により、*IPF*が減少させることなく、氷粒子径を増大が行えた。今後は、実験試料などの実験条件を変えた場合での実験を行い、氷粒子径を増大のパラメータおよび予測法を明らかにする必要がある。

参考文献

- (1) 松野隆一、濃縮と乾燥、第一版（光琳、東京）pp.113-122、1989
- (2) 日本機械学会、伝熱工学資料、第五版、丸善出版株式会社、pp.45、2009
- (3) 日本食品工学会、食品製造に役立つ食品工学事典、恒星社厚生閣、pp.281、2020