

遠心分離機を利用したスラリーアイス固液分離効率の定量的評価

Quantitative Evaluation of Solid-liquid Separation Efficiency of Slurry Ice Using Centrifuge

知能機械工学コース

ものづくり先端技術研究室

1245032 渡邊 耀丈

1. 緒言

凍結濃縮は、水溶液中の純水を固相へと相変化させ、固液分離操作にて濃縮液を得る。本濃縮は、低温下で行われ、成分の変化がほばないため、高品質の濃縮液が得られる面で非常に優れている⁽¹⁾。

本研究室で取り組んでいるシステムでは、製氷機にて水溶液中に微細な氷粒子を懸濁させる。なお、この懸濁液をスラリーアイスという。遠心分離機にて水溶液と氷粒子を分離し、濃縮液を得る。固液分離の際、粘性力や毛管力の影響で氷粒子間に濃縮液が保持され、回収率が低下する。したがって、分離工程は非常に重要である。回収率向上のために、高速回転での遠心分離を行うと、氷粒子の融解を誘発し、時間効率を低下させる要因となりうる。そこで、スラリーアスを固液分離する際の現象を実験的に捉え、特に水溶液の粘度が固液分離効率に及ぼす影響を定量的に評価した。

2. スラリーアスの分離実験

2.1 実験目的

1.0 wt%の NaCl 水溶液から生成したスラリーアスをを用いて遠心分離機による固液分離を行い、氷充填層の濃縮液の保持量や融解現象について調べた。

2.2 実験方法

実験フローを図 1 に示す。実験手順は、まず製氷機(泉井鉄工所、シャキットミニ)と 100 L のタンクに 1.0 wt% の NaCl 水溶液を循環させ、氷充填率 10 wt% 以上のスラリーアスを生成した。タンクより 6 kg から 10 kg のスラリーアスを取り出し、遠心分離機(コクサン、H-122)にて 3 分間の固液分離を行った。分離操作は 5 °C に雰囲気管理された恒温室内で行い、バスケット内壁面における遠心効果の条件は 429 G、605 G、812 G および 1048 G とした。遠心分離機に投入するスラリーアイス、融解させた氷充填層および透過液の塩分濃度を塩分濃度計(アタゴ、PAL-SALT)により計測し、質量については台はかり(クボタ、KL-100NX)にて計測を行った。

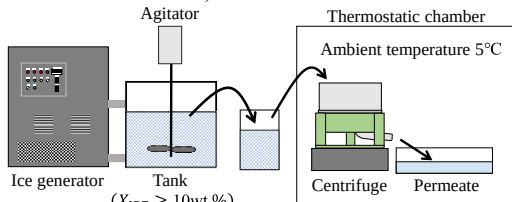


Fig. 1 Flow of experiments①

2.3 実験結果および考察

遠心分離機に投入する前のスラリーアイスに含まれる氷粒子の量と氷充填層内の保持液量の関係を図 2 に、融解水の透過量を図 3 に示す。保持液量は氷粒子の量との間に相関がみられた。さらに、勾配に相当する単位質量の氷粒子群に保持される水溶液の割合(以下、損失割合)は、氷粒子の量によらず一定となった。したがって、損失割合での評価により製氷量

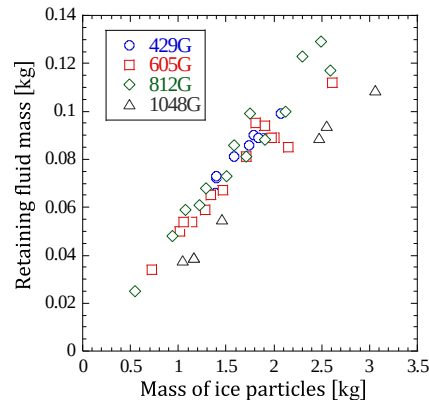


Fig. 2 Retaining fluid mass

の差を無視した評価が可能であるといえる。

次に、遠心効果 1048 G において、融解水の透過量は氷粒子の量の増加にしたがい上昇した。しかし、429 G、605 G および 812 G では減少した。その要因に、氷充填層内を透過する水溶液の流速低下が考えられ、融解水が透過せず氷充填層内に残留したことが推測される。氷充填層内を透過する水溶液の流速 u [m/s] は Kozeny-Carman の式

$$u = \frac{\varepsilon^3}{5.0S^2(1-\varepsilon)^2} \cdot \frac{\Delta P}{\mu\delta} \quad (1)$$

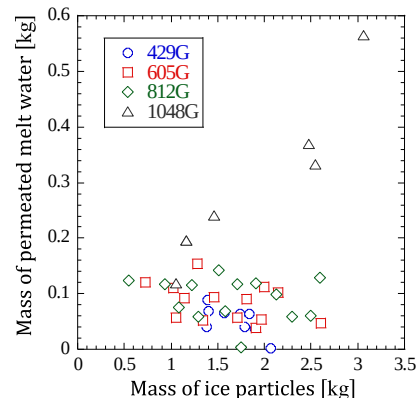


Fig. 3 Mass of permeated melt water

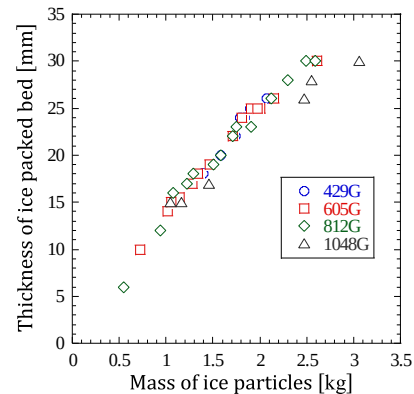


Fig. 4 Thickness of ice packed bed

の差を無視した評価が可能であるといえる。

次に、遠心効果 1048 G において、融解水の透過量は氷粒子の量の増加にしたがい上昇した。しかし、429 G、605 G および 812 G では減少した。その要因に、氷充填層内を透過する水溶液の流速低下が考えられ、融解水が透過せず氷充填層内に残留したことが推測される。氷充填層内を透過する水溶液の流速 u [m/s] は Kozeny-Carman の式

で与えられる⁽²⁾。なお、 ε [-] は空隙率、 ΔP [Pa] は圧力勾配、 S [m⁻¹] は比表面積であり、 μ [Pa·s] は粘度、 δ [m] は氷充填層の厚みである。本式により、空隙率が低下し、氷充填層の厚みが増加すると流速は低下するといえる。ここで、遠心分離機に投入したスラリーアイス内の氷粒子の量が増加すると、空隙率は低下し、氷充填層の厚みは増加した(図 4、図 5)。このため、式(1)より求まる流速が氷粒子の量の増加とともに低下し、融解水の透過を抑制したと考えられる。さらに、流速の低下は遠心効果が小さいほど顕著であると推測

Mass of ice particles [kg]	429G (%)	605G (%)	812G (%)	1048G (%)
0.6	-	0.55	0.48	-
1.0	-	0.51	0.49	0.53
1.2	-	0.48	0.47	0.51
1.4	0.43	0.45	0.44	0.45
1.6	0.42	0.42	0.41	0.41
1.8	0.43	0.44	0.41	0.41
2.0	0.37	0.40	0.39	0.38
2.2	0.38	0.38	0.37	0.38
2.4	0.36	0.36	0.35	0.36
2.6	0.34	0.31	0.34	0.35
2.8	-	-	-	0.37
3.1	-	-	-	0.33

Concentration [wt%]	HEC [mPa · s]	CMC [mPa · s]	NaCl + CMC [mPa · s]
0.1	2	5	3
0.2	3	8	4
0.3	4	10	5
0.4	5	12	6
0.5	6	15	8
0.6	8	18	10
0.7	10	22	12
0.8	12	28	15
0.9	15	35	18
1.0	18	45	22
1.1	22	55	28
1.2	28	65	35
1.3	35	85	45
1.4	45	105	55
1.5	55	120	65
2.0	80	-	-
2.5	100	-	-

Figure 1 is a plot of Shear stress [Pa] versus Shear velocity [s^{-1}]. The y-axis ranges from 0 to 40 Pa, and the x-axis ranges from 0 to 300 s^{-1} . Four data series are shown:

- HEC 5.0wt% (Red solid line with triangles): Shows the highest shear stress, reaching approximately 36 Pa at 70 s^{-1} .
- CMC 2.5wt% (Orange dashed line with triangles): Reaches approximately 28 Pa at 80 s^{-1} .
- CMC 2.0wt% (Green solid line with diamonds): Reaches approximately 19 Pa at 150 s^{-1} .
- CMC 1.5wt% (Blue dashed line with circles): Shows the lowest shear stress, reaching approximately 13 Pa at 270 s^{-1} .

All series exhibit a linear relationship between shear stress and shear velocity, indicating a Newtonian fluid behavior.

Fig. 9 Relationship between $\bar{\mu}$ and η_{loss}

して短い。これは、各水溶液の比熱の差により生じたと考えられる。また、 $\bar{\mu}$ の上昇にともない、 v_{ice} は低下した。したがって、5 kg の製氷に要する時間は粘度が高いほど長い。10 mPa・sにおける各水溶液の製氷時間の差は 20 分であり、60 mPa・sでは 60 分に及ぶ。したがって、溶質による製氷時間の差と、それにともなう水洗効果が本結果をもたらしたと示唆される。

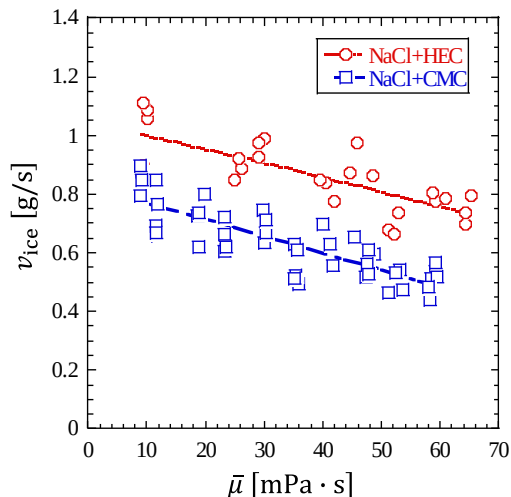


Fig. 10 Relationship between $\bar{\mu}$ and v_{ice}

4. 濃縮倍率と回収率の関係

4.1 概要

製氷前後の見かけ粘度の平均値が $\bar{\mu}$ のときに、濃縮倍率 α [-]がどの程度であれば、回収率 η_r [%]以上が得られるかについての試算式

$$\eta_r = 100\{1 - (\alpha - 1)\eta_{loss}\} \quad (3)$$

を求めた。本式をユズ果汁の実験に適用し、実験値と試算値の比較により有効性について調べた。

4.2 ユズ果汁の凍結濃縮実験への適用

4.2.1 実験方法

実験フローは図 8 と同様である。実験手順は、まずタンクにユズ果汁を投入し、マグネットポンプ(三相, PMH-1511B2M)にて製氷機および遠心脱水機(岩月機械製作所, YDS-18S)間を 15 L/min で循環させた。掻き取り刃の回転数は 282 min^{-1} とし、冷媒に使用した 60 wt% のエチレングリコール水溶液の温度は -20°C とした。製氷中は遠心脱水機の回転シリンダーを遠心効果 6 G から 8 G で回転させ、氷充填層の回収前に遠心効果 571 G での分離を 5 分間行った。製氷と分離は複数回に分けて行い、濃縮倍率は 3 倍以上を目標とした。また、本実験は 5°C に雰囲気管理された恒温室内で行った。

4.2.2 実験結果および考察

式(3)にて回収率を試算すると 91 % となった。ただし、本試算は氷充填層からの回収率であり、装置内部に残留する濃縮液は考慮していない。また、本実験にて得られた装置内に残留する濃縮液を無視した回収率は 94 % となり、試算により得られた回収率が 3 % 低い。3.3 節の実験での分離時間 3 分に対し、本実験での分離時間は 5 分であった。したがって、水洗効果に差が生じ、実験値の回収率が試算値の回収率よりも高い結果を得たと推測される。分離時間による影響が示唆されたが、装置全体に残留する濃縮液を無視した回収率の試算には十分に適用できる。また、装置全体での回収率は 86 % と低い。したがって、氷充填層の保持量を減少させ、配管内部や製氷機内部およびタンク内からの回収率も向上させる必要がある。

4.3 回収率向上のための条件

ユズ果汁の凍結濃縮実験より式(3)による試算の有効性が示唆された。そこで、スクロース水溶液の初期濃度 10 wt% における濃縮倍率と回収率の関係を調べ、結果を図 11 に示す。

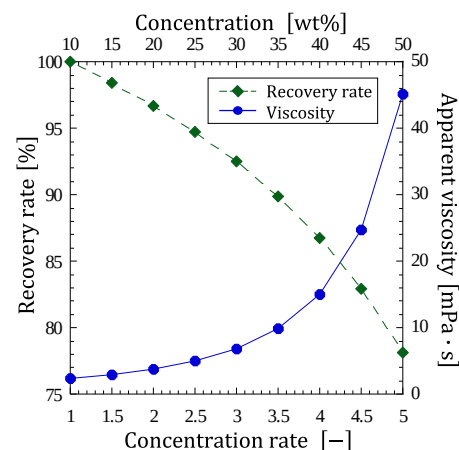


Fig. 11 Relationship between concentration ratio and Recovery

スクロース水溶液を 5 倍濃縮した際に 90 % 以上の回収率を得るための遠心効果および氷粒子径の条件を式(1)と式(3)および 3 章の実験結果より求め、得られた関係を図 12 に示す。10 wt% の

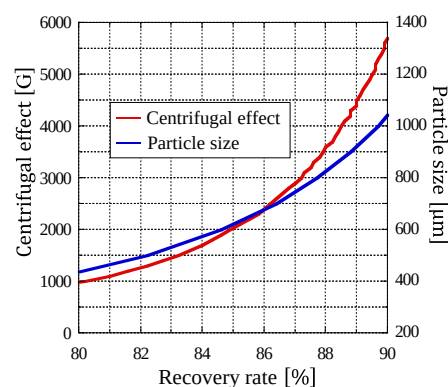


Fig. 12 Conditions of obtaining a recovery rate of 90% or more

スクロース水溶液を 5 倍濃縮した場合に回収率 90 % を得るためには、遠心効果を約 6000 G まで大きくするか、氷粒子径を約 $1100 \mu\text{m}$ に増大させる必要がある。遠心効果の上限は装置性能に左右されるため 6000 G での遠心分離は容易ではない。また、氷粒子径の増大操作は再結晶缶を利用したオストワルド熟成により可能である。したがって、高濃度への濃縮を行う場合は、氷粒子径を増大させる操作が回収率向上に有効である。

5. 結言

単位質量の氷粒子群に保持される水溶液の割合を損失割合と定義し、製氷前後の粘度の平均値にて評価することの有効性が見出された。これにより、粘度のパラメータにて濃縮を行う際の回収率を試算できる。さらに、任意の回収率を得るための遠心効果および氷粒子径の条件を決定でき、高濃度の濃縮における回収率の向上にも貢献できる。

水洗効果については検討の必要があるが、種々の水溶液および操作条件にて、本評価を行うことで、有効性および精度の向上が期待できる。

参考文献

- (1) 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, p.102, 2020
- (2) 松野隆一, 中村厚三, 古田武, 多門肇, “濃縮と乾燥,” 光琳, p.115, 1989