

卒業論文要旨

スクロースと NaCl の 2 成分水溶液における氷膜熱伝導率評価

システム工学群

ものづくり先端技術研究室 1230079 塩見 理乃

1. 緒論

凍結濃縮法は加熱蒸発法や膜濃縮に比べ、低温下での操作であるため、成分の変質や香り成分の損失を抑え、高品質な濃縮液を得ることができる。しかし、製氷過程において伝熱面に形成された氷膜に溶質が取り込まれることで氷膜の熱物性値が変化してしまい、製氷能力、製氷時間の試算が困難となる。本研究は、スクロースと NaCl を混合させた 2 成分水溶液における熱伝導率の傾向を調べる。これにより、先行研究⁽¹⁾⁽²⁾より報告された単成分水溶液によるデータと比較することで、成分の相互作用について明らかにする。

2. 2 成分水溶液の各成分濃度測定方法確立

2.1 実験目的

スクロースと NaCl が混合した水溶液にて各々の濃度を精度良く計測することが難しい。そこで得られたデータから濃度を算出する方法を検討した。

2.2 実験方法

(a) 屈折率

屈折率計 (ATAGO 製, RX-5000i-Plus) を用いて、スクロース濃度 0~40wt% に、NaCl 濃度 0, 1, 3wt% を混在させて屈折率を測定した。

(b) 電気伝導率

マルチ水質計 (東亜 DKK 製, MM-60R) を用いて、電気伝導率を測定した。図 1 に電気伝導率測定の概要を示す。

NaCl 水溶液 400ml を 500ml のビーカーに入れ、攪拌棒を用いて 300min^{-1} で攪拌させる。ホットプレートスターラーを 25°C にセットし、NaCl 水溶液温度が安定した後、電気伝導率を測定した。そして、さらにスクロースを 4g 加え同様に電気伝導率の測定を行った。この一連操作を繰り返し行い、データを収集した。サンプルの濃度範囲は NaCl 濃度 0, 0.94, 2, 3wt%, スクロース濃度 0 ~ 2.91wt%, 30wt% とした。

2.3 実験結果

屈折率測定の測定結果を図 2 に示す。スクロース濃度が増加するに従い、屈折率も上昇した。また、NaCl 濃度の増加に伴い、スクロース

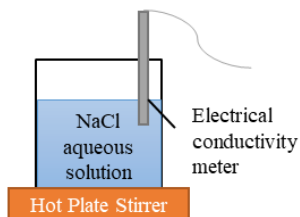


Fig.1 Measurement of electrical conductivity

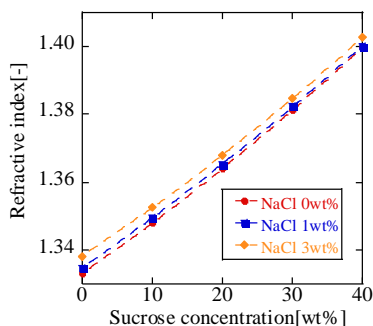


Fig.2 Relationship of sucrose concentration and refractive index

成分のときよりも屈折率が上昇した。

電気伝導率の測定結果を図 3 に示す。スクロース濃度が高くなるに伴い、電気伝導率は線形的に低下した。また、NaCl 濃度が高いほど、導電率の減少率が高くなった。

2.4 考察

2.4.1 算出方法

図 2 より、スクロースと NaCl の濃度と屈折率の実験式(2-1)を得た。

$$x = (4.6715 \times 10^{-7} C_N^2 - 1.3506 \times 10^{-6} C_N + 6.2405 \times 10^{-6}) C_S + (-1.2717 \times 10^{-5} C_N^2 + 1.6617 \times 10^{-5} C_N + 0.0014206) C_S + 0.0017380 C_N + 1.3330 \quad (2-1)$$

x : 屈折率[-]
 C_S : スクロース濃度[wt%]
 C_N : NaCl 濃度[wt%]

また、図 3 より、スクロースと NaCl の濃度と電気伝導率の関係となる

$$y = (0.0028208 C_N^2 - 0.038616 C_N - 1.9714 \times 10^{-5}) C_S - 0.10647 C_N^2 + 1.819 C_N + 0.0036593 \quad (2-2)$$

y : 電気伝導率[S/m]

を得た。この 2 式に屈折率と電気伝導率の測定値を代入し、連立することで各濃度を求める。

2.4.2 計測法の有効性確認

スクロース濃度 2.91wt%, 30wt%, NaCl 濃度 0.94, 2, 3wt% を組み合わせた 6 種類の混合水溶液をサンプルとして検証を行った。サンプル濃度における屈折率と導電率の測定値を式(2-1), (2-2)に代入し、各成分濃度を求めた。誤差割合は、スクロース濃度は 2.06%, NaCl 濃度は 1.39% となり、本方式の濃度算出の有効性を得た。

3. 2 成分水溶液における氷膜熱伝導率算出実験

3.1 目的

スクロースと NaCl の 2 成分水溶液における氷膜の熱伝導率を実験的に求める。実験に用いたサンプルの初期濃度と攪拌状態をパラメータに氷膜の評価を行う。得られたデータについては先行研究の単成分水溶液を用いた研究データと比較を行い、他溶質が混合したことによる影響を検証する。

3.2 実験方法

3.2.1 熱収支モデル

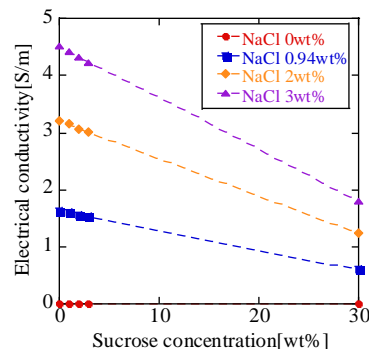


Fig.3 Relationship of sucrose concentration and electrical conductivity

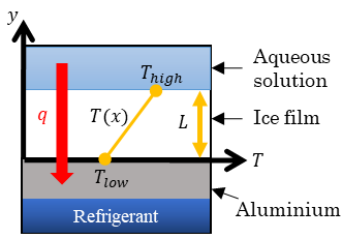


Fig.4 Heat balance model

実験では、氷膜間の熱流束、氷膜厚さ、水-氷界面温度、伝熱面温度を測定した。

3.2.2 実験装置

本実験では、先行研究により有効性が確認された装置³⁾を使用する。図5に実験装置フローを示す。2つのアクリル円筒容器の間に厚さ10mmのアルミ板(材質 A5052, 熱伝導率 137W/(m・K))で仕切り、上部は冷却部となっており、アルミ板上面を伝熱面とする。下部に冷媒(エチレングリコール 60%)を-20°Cで循環させ冷却する。冷却部側面に固液界面温度測定のため、φ1.0mmのシース熱電対(CHINO製, 1HTF011)をアルミ板の上面から4mmの位置、それ以上の高さについては3mm間隔で合計8本挿入した。さらに、表面温度センサ(アズワン製, MF-SP-T)をアルミ板の両面に接着し、熱流センサ(HIOKI製, Z2012-01)をアルミ板上面の3箇所接着することで伝熱面の両面温度と熱流束を計測した。

冷媒の冷却にはサーモチラー(EYELA製, CAE-1020A)を使用した。温度はシース熱電対および表面温度センサをデータロガー(キーエンス製, NR-TH08, NR-500)に接続し、熱流束は熱流センサをワイヤレス熱流ロガー(HIOKI製, LR8510, LR8416)に接続することで測定を行った。

氷膜厚さは、カメラ(Canon製, EOS Kiss X4)とリモートコントローラー(ロワジャパン製, Timing Remote Switch TC-2001)によって冷却装置側面の窓から氷膜を撮影し、画像処理ソフトウェア ImageJ を用いて内円筒側面に貼付した幅10mmのテープを基準にして求めた。

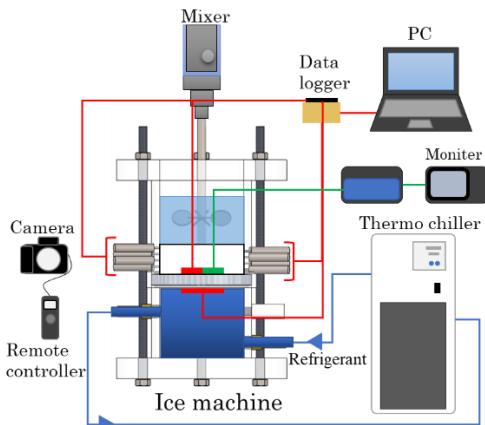


Fig.5 Experimental Equipment Flow

3.2.3 実験に用いる水溶液濃度の決定

先行研究では、スクロース水溶液の濃度10, 20, 30wt%で実験を行っている。また、NaCl水溶液では電離を考慮したうえで、スクロース水溶液の質量モル濃度と同等の0.94wt%, 2.09wt%, 3.53wt%で実験が行われている。そこで本実験では、各溶質の高濃度のサンプルを除き、スクロース濃度10, 20wt%, NaCl濃度0.94wt%, 2.09wt%を組み合わせた4種類の濃度で実

験を行った。

3.2.4 実験時の攪拌回転数の決定

攪拌レイノルズ数 $Re_r = 0, 1000, 3000, 5000$ で実験を行った。攪拌レイノルズ数と攪拌翼の回転数の関係は、

$$N_r = \frac{60Re_r\mu}{\rho d^2} \quad (3-3)$$

Re_r : 攪拌レイノルズ数[-] ρ : 密度[kg/m³]

N_r : 回転数[min^{-1}] μ : 粘度[Pa・s]

d : 攪拌翼径[m]

であるため、各水溶液において密度、凝固点の粘度を求め、攪拌回転数を算出した。

3.2.5 実験手順

冷却部を2成分水溶液300mLで満たし、攪拌しながら冷却した。温度、熱流束の測定は、サンプリング周期1sとした。過冷却の影響を無くすため、凝固点より1°C高いとき1mlの種氷を投入した。伝熱面に氷が生成されると取り出し、サンプリング周期1minで氷膜厚さをカメラで撮影した。

3.3 実験結果と考察

NaCl水溶液、またNaCl水溶液にスクロースが10wt%および20wt%となるよう混合させたサンプルを用いて製氷実験を行い、得られた氷膜の熱伝導率とNaCl濃度の関係を図6に示す。なお、図中の(a)~(d)については、攪拌レイノルズ数 $Re_r = 0, 1000, 3000, 5000$ で水溶液を流動化させた実験条件で分けている。

全ての実験においてサンプルのスクロース濃度が高くなるに従い、氷膜の熱伝導率が小さくなる傾向となった。また、NaCl濃度に着目すると、濃度上昇に伴い氷膜熱伝導率は低下した。実験条件で低い攪拌レイノルズ数となる図3(a), (b)では、スクロース濃度によらずNaCl濃度が上昇すると氷膜の熱伝導率が減少するものの、その減少傾向は収束する挙動を示し、非線形となった。一方で、高い攪拌レイノルズ数の図3(c), (d)では、スクロース濃度によらずNaCl濃度が上昇すると氷膜の熱伝導率は線形的に減少する傾向が得られた。

したがって、攪拌レイノルズ数がある一定以上の値になると、氷膜の熱伝導率と攪拌レイノルズ数に特定の現象を生じることが示唆された。

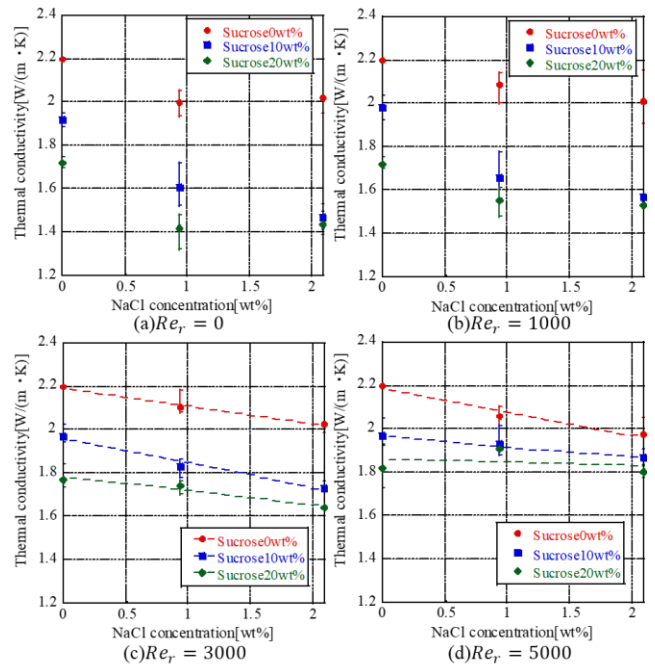


Fig.6 Relationship of NaCl concentration and Thermal conductivity in each stirring Reynolds number

次に、田村¹⁾、片岡²⁾らは、それぞれの研究にてスクロース水溶液および NaCl 水溶液の製氷実験を行い、氷膜の熱伝導率と攪拌レイノルズ数の関係を報告している。このことから、単成分水溶液をサンプルに得られた氷膜の熱伝導率にて、多成分混合水溶液の熱伝導率を試算することが可能であるかを検討する。この計算が可能になれば、液状食品に含まれる成分をそれぞれ単成分水溶液として生成し、これをサンプルに氷膜の熱伝導率と攪拌レイノルズ数の関係のデータ蓄積を行うことで、多成分混合水溶液で製氷する際に、氷膜の熱伝導率の予測が可能となる。

純水から生成された氷の熱伝導率 $2.2\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ を基準とし、研究報告から得られたスクロース水溶液と NaCl 水溶液の熱伝導率の差分を求める。両差分値の和が 2 成分混合水溶液の熱伝導率の減少値とし、本研究で得られた減少値との誤差割合を求めた (表 1)。その結果、最大で 18.1% という誤差割合が見られるものの、非常に精度の良い結果も得られている。攪拌レイノルズ数 $Re_r = 3000$ については、全ての実験データでの誤差割合が 5% 未満であった。このことから、実験方法および実験条件等を見直し、単成分水溶液から製氷したときに形成される氷膜の熱伝導率のデータ蓄積により、多成分混合水溶液の熱伝導率を予測する見通しが得られた。

Table 1 Comparison of experimental and calculated results

Sample concentration (Sucrose/NaCl)	Stirring Reynolds number [-]	Thermal conductivity $[\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})]$		Error [%]
		Experimental results	Calculation results	
10wt% 0.94wt%	0	1.61	1.71	6.69
	1000	1.66	1.87	12.6
	3000	1.83	1.88	2.60
	5000	1.93	1.94	0.27
10wt% 2.09wt%	0	1.47	1.74	18.1
	1000	1.57	1.79	14.4
	3000	1.73	1.80	3.68
	5000	1.87	1.86	0.59
20wt% 0.94wt%	0	1.42	1.52	7.03
	1000	1.55	1.61	4.10
	3000	1.74	1.67	3.98
	5000	1.91	1.73	9.32
20wt% 2.09wt%	0	1.44	1.54	7.03
	1000	1.53	1.53	0.07
	3000	1.64	1.59	2.86
	5000	1.80	1.65	8.08

4. 結論

NaCl とスクロースの混合溶液をサンプルに、伝熱面に形成した氷膜の熱伝導率と、水溶液の流動状態を表す攪拌レイノルズ数の関係を調べた。その結果、製氷の際に水溶液がある一定以上の流動状態になると、氷膜の熱伝導率と製氷に用いる水溶液の濃度には相関が見られ、製氷条件により氷膜の熱伝導率を試算する可能性が得られた。また、NaCl 水溶液およびスクロース水溶液での単成分水溶液をサンプルに氷膜の熱伝導率を求めた研究報告と、本研究結果を比較したところ、単成分水溶液のデータから多成分混合水溶液の熱伝導率を予測する見通しが得られた。

文献

- (1) 田村健太, 水溶液を用いた氷膜の熱伝導現象に関する研究, 高知工科大学大学院修士論文 (2019)
- (2) 片岡遥渚, 単成分水溶液を用いた氷膜物性値の評価, 高知工科大学大学院修士論文 (2021)
- (3) 岡田眞美: エタノール水溶液を用いた氷膜熱伝導率の評価, 高知工科大学システム工学群卒業論文(2021)