

卒業論文要旨

固液分離における真空度が及ぼす氷粒子の融解抑制効果の実験的検証

システム工学群

ものづくり先端技術研究室 1230146 藤岡 泰生

1. 序論

1.1 背景

凍結濃縮法とは、水溶液を冷却し溶媒である水を氷に相変化させ、氷と濃縮液を分離することで濃縮を行う方法である。低温下で操作するため、溶質の成分変化が無く、他の濃縮法に比べて最も高品質な濃縮液を得ることができる。我々の研究グループが用いている凍結濃縮システムは、遠心分離機で固液分離を行っている。遠心分離機は、試料を回転場に置き、高速回転することで遠心力を利用して分離を行う方法である。課題として、分離操作のときに試料が空気と接触するため芳香成分の損失、氷粒子の融解などがある。

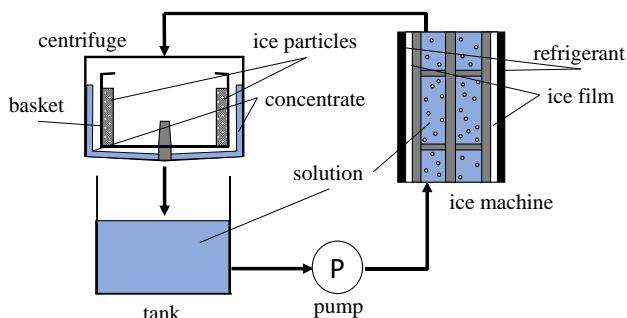


Fig.1-1 Freeze Concentrator

1.2 研究目的

一般的な遠心分離機は、伝熱や熱力学を考慮した構造の機器がほとんど見られない。したがって、スラリーアイス分離を行った際に氷粒子が融解するという課題がある。これにともない、濃縮液の濃度が低下し、凍結濃縮の操作が長時間化してしまう。

本研究では、雰囲気中の空気を真空にすることで、熱伝達率の減少から氷粒子の融解量の抑制に繋がると考え、真空度の有効性について実験的に検証する。

2. 既存遠心分離機による水の融解量の算出

2.1 実験目的

我々が研究で用いている凍結濃縮システムにて濃縮を行った際に、遠心分離機による氷の融解量が不明である。したがって、実験的に調べ、課題を明らかにする。

2.2 実験方法

凍結濃縮システムを用いて、遠心分離機の有無から、遠心分離機による氷粒子の融解量を調べた。まず、図 2-1 のように遠心分離機を介さずに、製氷機とタンク間を循環させる方法である。循環開始から 120 分間の実験を行い、10 分毎に試料を採取し塩分濃度計(ATAGO 社製、PAL-SALT)を用いて濃度を計測した。

次に図 2-2 に示すように遠心分離機を用いて固液分離を行

い、凍結濃縮実験を行った。実験方法は、上記と同様である。なお、実験条件は表 2-1 に示す。

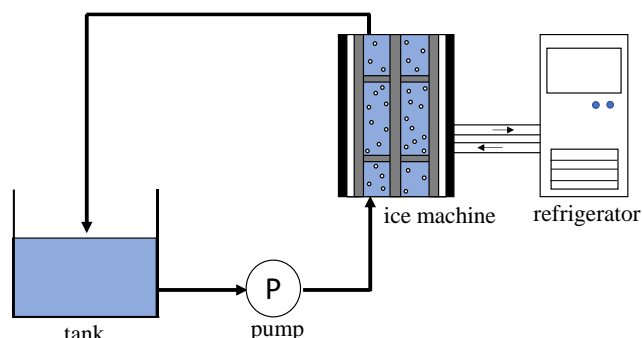


Fig.2-1 Experimental flow without centrifuge

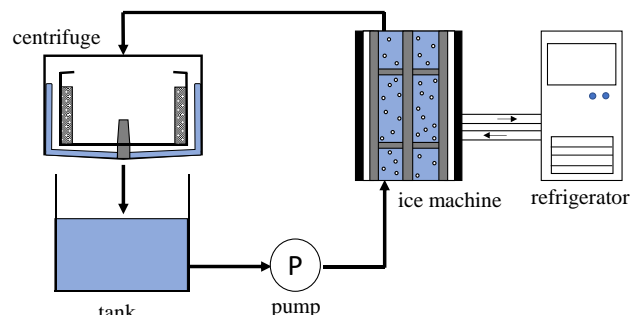


Fig.2-2 Experimental flow using a centrifuge

Table2-1 Experimental conditions

Solvent	Pure water
Amount of solvent[L]	40
Solute	sodium chloride
Concentration[wt%]	1
Centrifuge rotation speed[rpm]	105
Data acquisition cycle[s]	5
Experiment time[h]	2
Sample sampling period[min]	10

2.3 実験結果

氷充填率(Ice Packing Factor ,以上IPF)と製氷後の氷粒子の量 m_{ice} [kg]を求めるため、初期濃度 x_0 [wt%]、塩化ナトリウムの質量 a_0 [kg]、t時間後の水溶液の濃度 x_t [wt%]から、

$$m_{ice} = \frac{100a_0}{x_0} \left(1 - \frac{x_0}{x_t}\right) \quad (2.1)$$

$$IPF = 100 \left(1 - \frac{x_0}{x_t} \right) \quad (2.2)$$

を用いる。得られた値の経時変化を図 2-3 に示す。
遠心分離機を用いることで、氷粒子量は 85% 減少した。

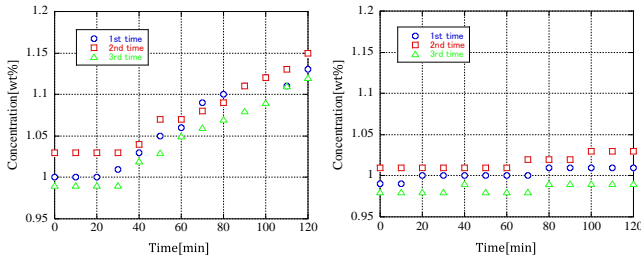


Fig.2-3 Change in concentration with or without centrifuge

2.4 考察

実験結果の図 2-3 の傾向から、濃度変化しない時間領域と、変化している時間領域に分け、遠心分離機により損失した冷却エネルギーの割合を考える。損失割合 w [%] は、遠心分離機無しときの冷却エネルギー Q_1 [kJ/s] および、遠心分離機を用いたときを Q_2 [kJ/s] とし、

$$w = 100 \left(1 - \frac{Q_2}{Q_1} \right) \quad (2.3)$$

から求める。これにより、濃度変化が無いときは冷却エネルギーの 50% が損失、また濃度が増えるときは冷却エネルギーが 78% の損失となった。

以上のことから、遠心分離機により冷却効率が大幅に低下してしまうことが明らかになった。

この対策として、分離機壁面から侵入する熱エネルギーは、分離機外部の側面に防熱材を用いることで防ぐことができる。ただし、分離機内部については防熱材を用いることは難しい。そこで、内部の空気を真空状態にすることが有効であると考えられる。

3. 真空による氷の融解抑制

3.1 実験目的

遠心分離機により氷粒子が 85% 融解することが明らかになった。分離機内に着目すると強制対流が発生しているため、氷粒子の融解を促進させると考えられる。このことから、遠心分離機内の空気を除く、すなわち真空状態にすることで、氷粒子の融解の抑制が期待できると考えられる。したがって、真空の氷融解抑制の効果について実験的に調べる。

3.2 実験方法

真空容器内のビーカーに純水を用いて製氷した氷を投入し、大気圧下で図 3-1 の状態で 10 分間維持させた。その後、融解した水を除き氷の質量を重量計 (ASONE 社製、AXA10002) で計測した。また、真空度 -0.1 MPa のときも同様の手順で行った。なお、実験条件を表 3-1 に示す。

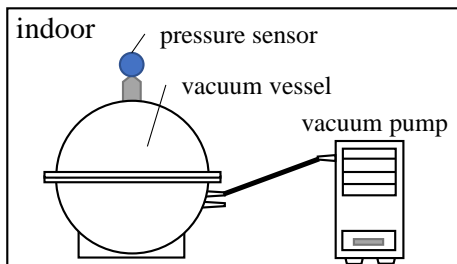


Fig.3-1 Experiment Flow

Table3-1 Experimental conditions

Ice(pure water)[g]	100
Experiment time[min]	10
Ambient temperature[°C]	24

3.3 実験結果

10 分間での大気圧下の平均融解量は 6.12g となった。また、真空圧下では 4.07g となり、真空圧下における氷粒子融解量は低減された。

3.4 考察

大気圧と真空下で氷を融解させたときの熱伝達率を比較する。氷粒子に与えられる熱エネルギーを J [kJ/s]、熱伝達率を h [W/(m²·K)]、表面積を A [m²]、温度差を ΔT [K] とし、

$$J = h\Delta TA \quad (3.1)$$

から、真空圧下での熱伝達率の値は大気圧下より 32.9% 低減していた。したがって、真空の優位性を確認した。

4. スラリーアイスを用いた真空度における融解実験

4.1 実験目的

氷粒子の融解に真空が有効であることを確認した。そこで真空度と氷の融解量の関係を実験的に検証する。

4.2 実験方法

実験フローを図 4-1 に、実験条件を表 4-1 に示す。

スラリーアイス生成装置 (泉井鉄工所製、シャキットミニ) にてスラリーアイスを生じ、真空容器内のメッシュ袋を被せたビーカー内に投入した。容器内を真空状態にし、60 分間維持させ、固液分離を行った。水溶液の濃度は真空容器に投入する前、実験終了時、また氷が全て融解した後の水溶液を、塩分濃度計 (ATAGO 社製、PAL-SALT) を用いて計測した。

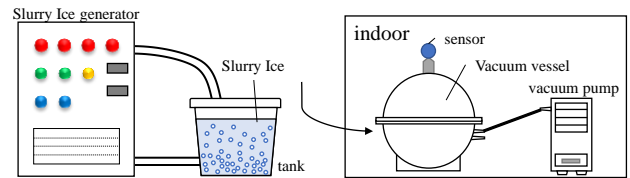


Fig.4-1 Experiment Flow

Table4-1 Experimental conditions

Solvent	city water
Solute	sodium chloride
Slurry ice concentration[wt%]	1.2 or higher
Surface area of slurry ice[m ²]	1.99 × 10 ⁻⁴
Vacuum degree[kPa]	0,-20,-40,-60,-80,-100
Indoor ambient temperature[°C]	24
Separation (experimental) time[min]	60
Data acquisition cycle[s]	5

4.3 実験結果

実験終了時の氷粒子の融解率 l [%] は、ビーカー投入前のスラリーアイス濃度 x [wt%]、氷粒子が全て溶けた後の水溶液の濃度 x_0 [wt%]、実験終了時の濃度 x_t [wt%] とすると、

$$l = 100 \frac{x_0(x - x_t)}{x_t(x - x_0)} \quad (4.1)$$

から求められる、氷粒子の融解率と真空度の関係を図 4-2 に

示す。

融解率は大気圧下のときが最大値であり、-60kPa で最低値となった。また、-60kPa よりも高真空度では融解率は上昇した。

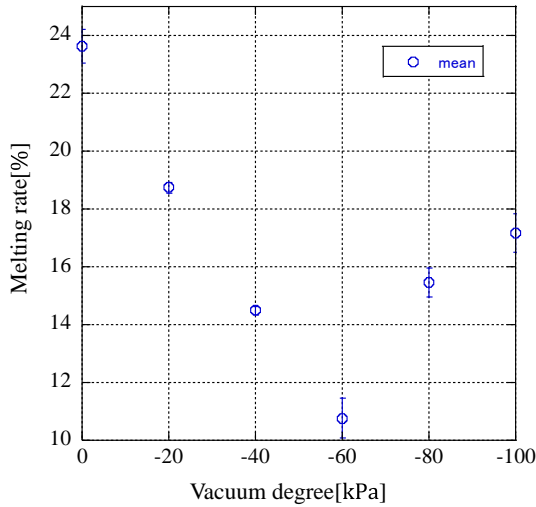


Fig.4-2 Melting rate of ice particles in vacuum

4.4 考察

真空度における熱伝達率 $h[W/(m^2 \cdot K)]$ は、氷粒子群の表面積 $A[m^2]$ 、温度差 $\Delta T[K]$ 、実験時間 $t[s]$ 、氷粒子の融解熱 $L[kJ/kg]$ 、ビーカー内に投入した氷粒子量 $m_{ice}[kg]$ 、融解率 $l[%]$ を用いると、

$$h = \frac{1}{100} \frac{m_{ice} L l}{\Delta T A t} \quad (4.2)$$

から得られる。ここで、氷粒子量 $m_{ice}[kg]$ は一定とする。表4-2に求めた値をまとめる。

Table4-2 Heat transfer rate per degree of vacuum

Degree of vacuum [kPa]	0	-20	-40	-60	-80	-100
Heat transfer coefficient [W/(m ² · K)]	45.8	37.1	29.6	22.5	31.8	34.5
	m_{ice}	m_{ice}	m_{ice}	m_{ice}	m_{ice}	m_{ice}

熱伝達率は融解率と同様の傾向がみられた。したがって、融解率が減少した要因は熱伝達率が低減したためだと考えられる。また、融解量が増した要因は、高真空での氷粒子の融点が増したためと考えられる。ただし、高真空度での融解率の上昇は顕著であり、本現象については実験方法等を踏まえ、精査する必要がある。

5. 結論

本研究では、遠心分離機による氷粒子融解の課題について検討を行い、真空を用いることで氷粒子の融解抑制への有効性を得るため実験を行った。

現在の遠心分離機での氷粒子の融解率は85%となった。これは、分離機内の壁面に濃縮液が飛散し液膜流下による侵入熱の影響と、遠心分離機内の氷粒子と空気の接触により熱エネルギーを得て、氷粒子が融解したとの方向性を見出した。このことから、氷粒子融解の抑制には真空状態を用いることが有効であると考え、角氷を用いて検証を行った。真空を用いることで熱伝達率は、大気圧下の32.9%低下することが明らかになった。したがって、氷の融解に対して真空の優位性を確認できた。

次に、スラリーアイスを用いて真空度における氷粒子の融解量を調べた。-60kPa が最も融解率が小さいことが明らかとなった。この要因は熱伝達率の減少によるものだと考えられる。融解率は-60kPa 以降上昇した。これは、高真空での氷粒子の融点が増したためだと考えられる。ただし、高真空度での融解率の上昇は顕著な現象であるため、さらに詳細な実験的検証が必要である。

文献

- (1) 高野礼:導電率を利用した氷充填率のリアルタイム測定方法の研究 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(2019), P4~5
- (2) JSME テキストシリーズ 伝熱工学 日本機械学会 P7~10
- (3) <https://ja.wikibooks.org/wiki/ファイル:水の状態図.svg>
- (4) 永谷正治:第10章分子の運動と化学反応(1973), P747~751