

卒業論文要旨

スラリーアイス生成時の濃度と氷粒子径の関係評価

システム工学群

ものづくり先端技術研究室 1240058 橋田 一輝

1. 序論

凍結濃縮の一つの方法である懸濁結晶法は、水溶液中に氷結晶が混在した懸濁液(以下、スラリーアイスと呼ぶ。)を用いた濃縮方法である。懸濁結晶法は水溶液中の溶質を取り込まないで純度の高い氷結晶を発生させることができる。しかし、分離工程において、水溶液の一部が毛管現象によって、氷結晶表面に付着し、氷結晶間に保持されることによる濃縮液の回収率の低下が問題となっている。回収率向上のため、毛管現象のパラメータの一つである氷結晶の粒子径(以下、氷粒子径と呼ぶ。)の把握が重要である。そこで、スラリーアイス生成時の氷粒子径を定量的に調べることを研究目的とした。

2. 水溶液濃度と氷粒子径の定量的評価

2.1 実験目的

スラリーアイス生成時の水溶液濃度と氷粒子径の関係において、先行研究⁽¹⁾から定性的な関係は知られているものの、装置設計に使用できる定量的関係は未解明である。そこで液状食品の代表的な溶質であるスクロース($C_{12}H_{22}O_{11}$)と食塩(NaCl)をサンプルに実験的検証を行った。

2.2 実験方法

実験フローを図1、実験条件を表1に示す。本実験では、純水生成装置(ADVANTEC 製, RFP841AA)で生成した純水にスクロース($C_{12}H_{22}O_{11}$)または食塩(NaCl)を溶解させた水溶液を用いた。まず、挿入タンクに水溶液を注ぎ、マグネットポンプ(三相電機製, PMD-331B6C)を用いて、製氷機及び貯蓄タンクに水溶液を循環させた。ここで製氷機内を氷膜のできる温度にするためにサーモチラー(SMC 製, HRZ002-L1DY, HRSH90-AN-20)を使用し、冷却を行った。データロガー(KEYENCE 製, NR-TH08, NR-500)を使用し、製氷機の入り口温度と出口温度を計測した。また貯蓄タンク内に外部からの侵入熱が加わることを防ぐために、貯蓄タンク表面に断熱材を貼ると共に、サーモチラー(ヤマト科学製, CLH610)を使用し、冷却を行った。攪拌機(IKA 製, EUROSTR20digital)を使用し、スラリーアスを攪拌させ、貯蓄タンク上部で氷結晶が凝集することを防いだ。貯蓄タンク内に氷結晶が発生したタイミングでスラリーアスを粒子径測定装置(Malvern Instruments Ltd 製, Spraytec)で観察できるように、マグネットポンプ(三相電機製, PMD-121B6J)を使用し、スラリーアスを観察部まで送液した。氷結晶発生直後の測定を初期値とし、3分毎に計5回計測を行った。この5回の計測を各濃度で3回ずつ実施した。

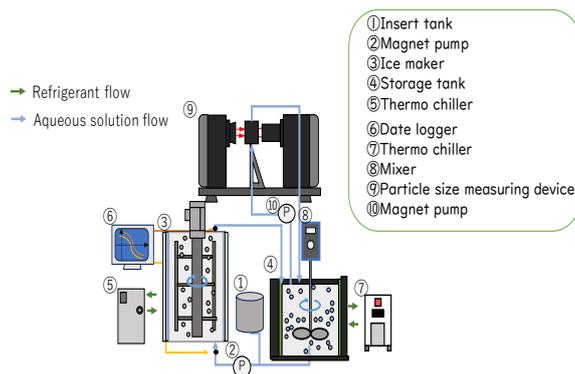


Fig.1 Experiment flow

Table1 Experimental conditions

Solute	$C_{12}H_{22}O_{11}$, (NaCl)
Aqueous solution amount [L]	9.3
Atmosphere temperature [°C]	15
Concentration [°Brix, (wt%)]	10,15,20,25,30, (0.93, 1.46, 2.05, 2.69, 3.41)
Solution flow rate [L/m]	10
Refrigerant temperature (ice maker)[°C]	-10
Refrigerant temperature (storagetank)[°C]	-1
Mixer rotation speed [min^{-1}]	447
Measured particle size [μm]	$D_{10}, D_{50}, D_{90}, D_{32}$

2.3 実験結果

2.3.1 各水溶液の氷粒子径の経時変化に関する結果

スクロース濃度 10°Brix と NaCl 濃度 0.931wt%での氷粒子径の経時変化を図2に示す。プロットは計測データの平均を示し、エラーバーは計測データの最大最小誤差の範囲を示した。

図2 a)について、開始0分時に D_{10} が50 μm 、 D_{50} が120 μm 、 D_{90} が380 μm 、 D_{32} が100 μm となった。その後時間の経過とともに、 D_{10} は50 μm 付近を推移、 D_{50} は100 μm から200 μm の間を変動、 D_{90} は400 μm から500 μm の間を緩やかに増加、 D_{32} はおよそ100 μm で一定となった。

図2 b)について、開始0分時に D_{10} が100 μm 、 D_{50} が350 μm 、 D_{90} が690 μm 、 D_{32} が210 μm となった。その後時間の経過とともに、 D_{10} は100 μm 付近を推移、 D_{50} は350 μm から400 μm の間で、 D_{90} は680 μm から720 μm の間で開始6分がピークとなり、 D_{32} はおよそ200 μm で一定となった。

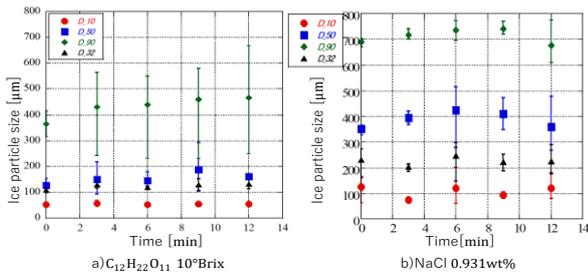


Fig.2 Ice particle diameter and change over time in each aqueous solution with a mass molarity of 0.325 mol/kg

スクロース濃度 15°Brix と NaCl 濃度 1.479wt%での氷粒子径の経時変化を図 3 に示す。

図 3 c) について、開始 0 分時に D_{10} が 50 μm 、 D_{50} が 150 μm 、 D_{90} が 310 μm 、 D_{32} が 100 μm となった。その後時間の経過とともに、 D_{10} は 50 μm 付近を推移、 D_{50} は 150 μm から 170 μm の間を変動、 D_{90} は 300 μm から 400 μm の間で開始 6 分がピークとなり、 D_{32} はおよそ 100 μm で一定となった。

図 3 d) について、開始 0 分時に D_{10} が 100 μm 、 D_{50} が 320 μm 、 D_{90} が 610 μm 、 D_{32} が 200 μm となった。その後時間の経過とともに、 D_{10} は 100 μm 付近を推移、 D_{50} は 320 μm から 410 μm の間を変動、 D_{90} は 610 μm から 710 μm の間で開始 3 分がピークとなり、 D_{32} はおよそ 200 μm で一定となった。

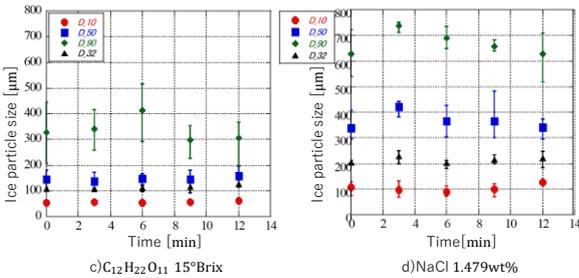


Fig.3 Ice particle diameter and change over time in each aqueous solution with a mass molarity of 0.516 mol/kg

スクロース濃度 20°Brix と NaCl 濃度 2.096wt%での氷粒子径の経時変化を図 4 に示す。

図 4 e) について、開始 0 分時に D_{10} が 50 μm 、 D_{50} が 90 μm 、 D_{90} が 120 μm 、 D_{32} が 90 μm となった。その後時間の経過とともに、 D_{10} は 50 μm 付近を推移、 D_{50} は 100 μm 付近を推移、 D_{90} は 120 μm から 400 μm の間を直線的に増加、 D_{32} はおよそ 90 μm で一定となった。

図 4 f) について、開始 0 分時に D_{10} が 100 μm 、 D_{50} が 290 μm 、 D_{90} が 500 μm 、 D_{32} が 190 μm となった。その後時間の経過とともに、 D_{10} は 100 μm 付近を推移、 D_{50} は 200 μm から 300 μm の間を変動、 D_{90} は 500 μm から 600 μm の間を変動、 D_{32} はおよそ 190 μm 付近で一定となった。

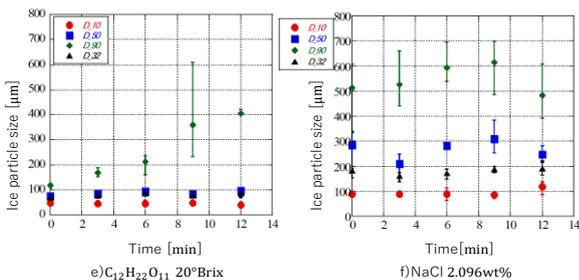


Fig.4 Ice particle diameter and change over time in each aqueous solution with a mass molarity of 0.731 mol/kg

スクロース濃度 25°Brix と NaCl 濃度 2.794wt%での氷粒子径の経時変化を図 5 に示す。

図 5 g) について、開始 0 分時に D_{10} が 40 μm 、 D_{50} が 80 μm 、 D_{90} が 110 μm 、 D_{32} が 80 μm となった。その後時間の経過とともに、 D_{10} は 40 μm 付近を推移、 D_{50} は 80 μm から 100 μm の間を変動、 D_{90} は 400 μm から 500 μm の間を緩やかに増加、 D_{32} はおよそ 80 μm で一定となった。

図 5 h) について、開始 0 分時に D_{10} が 90 μm 、 D_{50} が 200 μm 、 D_{90} が 400 μm 、 D_{32} が 120 μm となった。その後時間の経過とともに、 D_{10} は 70 μm から 90 μm の間を緩やかに減少、 D_{50} は 150 μm から 300 μm の間を変動、 D_{90} は 400 μm から 500 μm の間を変動、 D_{32} はおよそ 120 μm で一定となった。

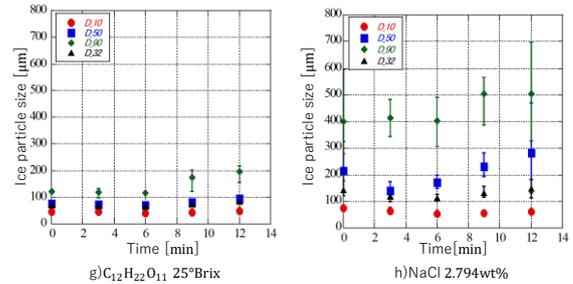


Fig.5 Ice particle diameter and change over time in each aqueous solution with a mass molarity of 0.974 mol/kg

スクロース濃度 30°Brix と NaCl 濃度 3.592wt%での氷粒子径の経時変化を図 6 に示す。

図 6 i) について、開始 0 分時に D_{10} が 30 μm 、 D_{50} が 80 μm 、 D_{90} が 110 μm 、 D_{32} が 80 μm となった。その後時間の経過とともに、 D_{10} は 30 μm 付近を推移、 D_{50} は 80 μm 付近を推移、 D_{90} は 110 μm 付近を推移、 D_{32} はおよそ 80 μm で一定となった。

図 6 j) について、開始 0 分時に D_{10} が 80 μm 、 D_{50} が 200 μm 、 D_{90} が 400 μm 、 D_{32} が 120 μm となった。その後時間の経過とともに、 D_{10} は 80 μm 付近を推移、 D_{50} は 100 μm から 200 μm の間を変動、 D_{90} は 280 μm から 480 μm の間を変動、 D_{32} はおよそ 120 μm で一定となった。

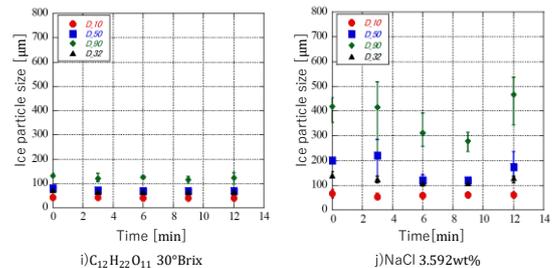


Fig.6 Ice particle diameter and change over time in each aqueous solution with a mass molarity of 1.253 mol/kg

2.3.2 各水溶液の氷粒子径と濃度変化に関する結果

各水溶液の氷粒子径の経時変化に関する実験結果から、製氷開始 0 分でのスクロースと NaCl での氷粒子径と濃度の関係を図 7 に示す。

図 7 A) について、濃度の上昇に伴い、 D_{10} は 50 μm 付近を緩やかに変動、 D_{50} は 80 μm から 140 μm の間で変動、 D_{90} は 15°Brix から 20°Brix の間で 360 μm から 100 μm にステップ的に減少、 D_{32} はおよそ 100 μm で一定であった。

図 7 B) について、濃度の上昇に伴い、 D_{10} は 110 μm から 60 μm の間を減少、 D_{50} は 350 μm から 200 μm を減少、 D_{90} は 700 μm から 400 μm の間を減少、 D_{32} は 220 μm から 150 μm の間を減少した。

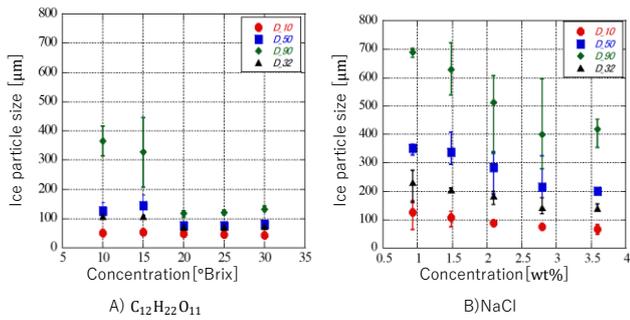


Fig.7 Relationship between concentration change and ice particle size in each aqueous solution

2.4 考察

高濃度ほど粒子径が微小化し、さらに均一になることは濃度変化による氷膜形状の変化が影響していると考察できる。スラリーアイスを生成するために用いる水溶液の濃度と製氷により伝熱面に形成される氷膜の関係は、水溶液の濃度が高くなるに従い、氷膜の形状は針状氷になることがこれまでの研究報告でわかっている⁽²⁾。

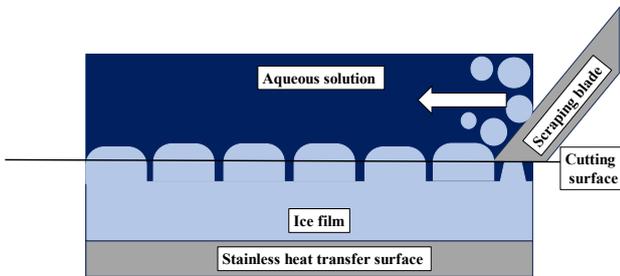


Fig.8 Low concentration ice film shape

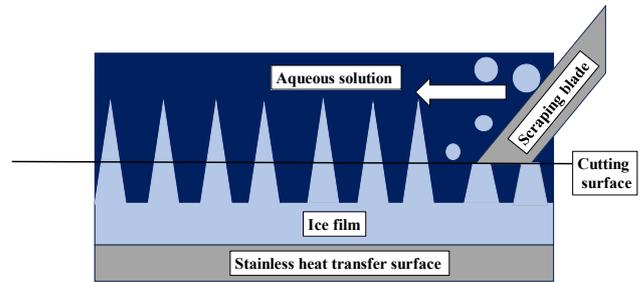


Fig. 9 High concentration ice film shape

高濃度のとき、氷膜が針状氷に変化することで、掻き取り刃で切削する部分が小さくなるため、微小で均一な氷結晶が得られると考察できる。

3. 結論

液状食品の代表的な溶質であるスクロース ($C_{12}H_{22}O_{11}$) と食塩 ($NaCl$) をサンプルに、スラリーアイス生成時の濃度と氷粒子径の定量的な関係を示した。その結果から高濃度になるにつれて氷粒子径が微小化することを得た。その結果の考察として、高濃度になるにつれて氷粒子径が微小化することは濃度変化による氷膜の変化が影響していることを示した。

参考文献

- (1) 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(2016), p30-52
- (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知能機械工学コース(2021), pp.49-51