

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

Investigation of ice particle size increase method for slurry ice using recrystallizer

知能機械工学コース

ものづくり先端技術研究室 1265021 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。凍結濃縮法は、水溶液中の溶媒である水を氷として析出させ、氷と水溶液に分離することにより濃縮を行う方法である。そのため、高濃度の濃縮ができる。凍結濃縮法は、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。その解決策として回転速度を大きくする方法や氷粒子径を増大させる方法がある。回転速度を大きくする方法では、遠心加速度の増加に伴い、装置内部の気流や圧縮により氷粒子の融解が生じてしまう。そのため、濃縮効率を低下させてしまうので望ましくない。したがって、本研究では氷粒子を増大させる方式に着目した。本研究では、再結晶缶を用いて氷粒子を増大させることにした。再結晶缶を用いた氷粒子の操作が産業界で採用されているものの、缶内の水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。したがって、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撹拌での操作条件を確立することにした。本研究では、③撹拌での操作条件を確立することにした。

2. 撹拌による最も氷粒子径が増大する回転数の関係

2.1 実験目的

凝固点と再結晶缶内壁面の温度差を10°Brix、20°Brixでは約0.1°C、30°Brixでは約0.2°Cに保つことで氷粒子が融解しない。しかし、再結晶缶内での撹拌の影響によって、氷粒子径が増大する度合いは明らかになってい。したがって、10°Brix、20°Brixでは0.1°C、30°Brixでは0.2°Cに保ちながら撹拌機などの回転数で最も氷粒子が成長するのかを調べることを目的とする。

2.2 実験方法

実験フローを Fig. 1 に示す。

本実験ではスクロース($C_{12}H_{22}O_{11}$) (ナカライテスク製、

Code 30403-84) を溶質とし、純水生成装置 (ヤマト科学製, WG222) 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 360rpm で回転させ、冷媒はサーモチラー (SMC 製, HRZ002-L1-DY, HRSH90-AN-20) により温度 -10°C にて冷却を行った。再結晶缶の冷媒は外部開放型のチラー (ヤマト科学製, CLH610) により、温度を 10°Brix では -1.6°C、20°Brix では -3.0°C、30°Brix では -4.5°C で冷却を行った。さらに、再結晶缶は撹拌機 (IKA 製, EUROSTAR20 digital) を用いて、再結晶缶内を撹拌した。再結晶缶の撹拌は 300, 400, 500, 600, 700, 800rpm の 6 パターンで行った。また、再結晶缶上面からの熱の侵入を抑制するために、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を 15 分間隔で行い、デジタル屈折計 (アタゴ製, RX-5000i-Plus) を用いて行った。水溶液と氷粒子の懸濁液をマグネットポンプ (三相電機製, PMD-121B6J) にて粒度分布測定装置 (Malvern Instruments Ltd 製, Spraytec) に送液した。1 回の測定で、周波数 2.5kHz、サンプリング時間 10 秒での測定を行い、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) と温度センサ (東亜電気製, MF-O-T) 3 枚を設置した、データロガー (日置電機製, LR8416) に熱流束のデータ収集し、またデータロガー (KEYENCE 製, NR-TH08, NR-500) をパソコンに接続し、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。

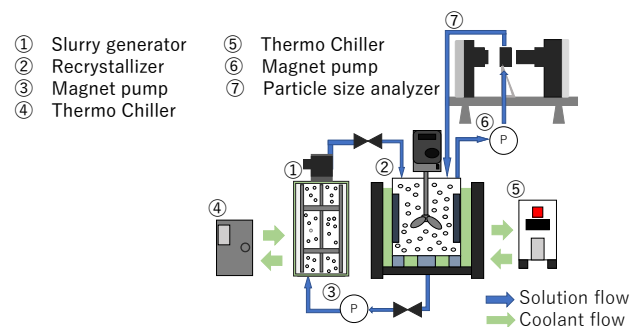


Fig.1 Flow of experiments

2.3 実験結果

各濃度でのザウター平均粒子径と時間の関係を Fig. 2 に示す。時系列は熟成開始時として（氷発生から 15 分後）が初期時間 0min である。各濃度において、0 分から 45 分の間に氷粒子の成長が見られたが、45 分以降は徐々に氷粒子径が成長していった。10°Brix では、300~600rpm で氷粒子径が増大した。20°Brix では、300~700rpm で氷粒子径が増大した。30°Brix では、300~700rpm で氷粒子径が増大した。

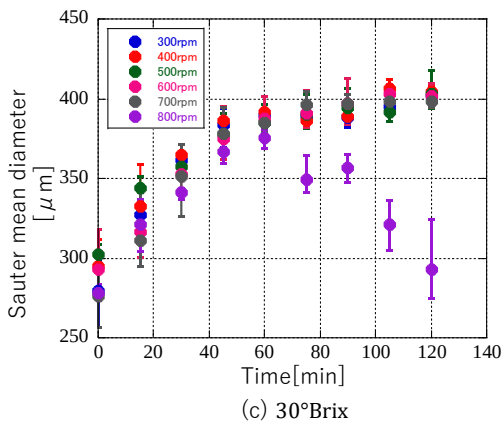
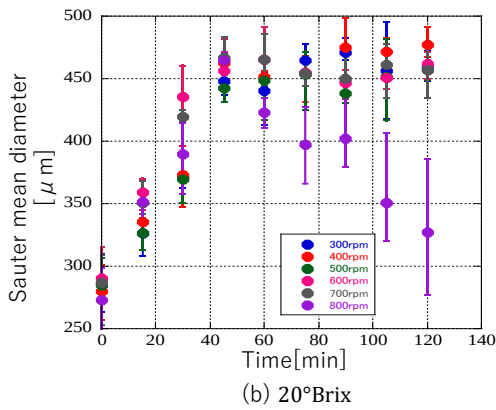
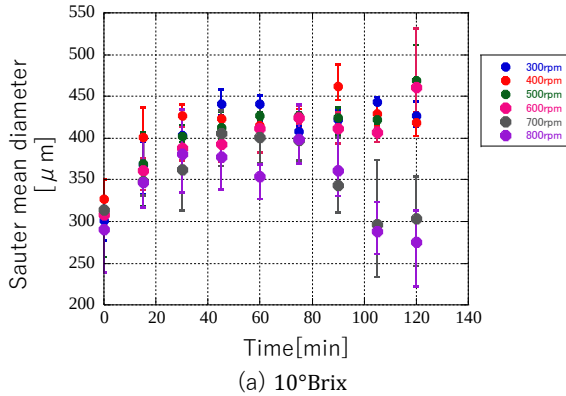


Fig.2 The relation between Sauter mean diameter and Time

各濃度における IPF と時間の関係を Fig. 3 に示す。 $IPF[\text{wt}\%]$ 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。各濃度における IPF と時間の関係を Fig. 3 に示す。各濃度において時間が経つとともに IPF が上昇した。10°Brix では 300~500rpm では、 IPF が上昇した。20°Brix, 30°Brix では 300~700rpm では、 IPF が上昇した。

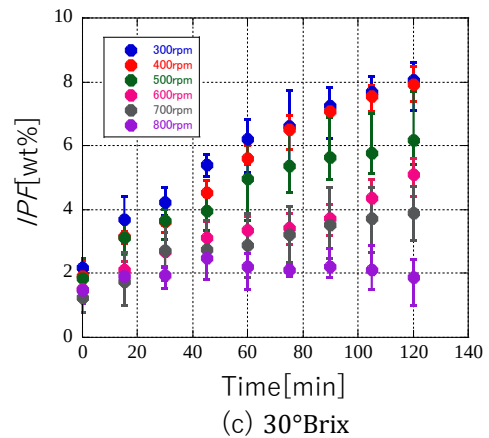
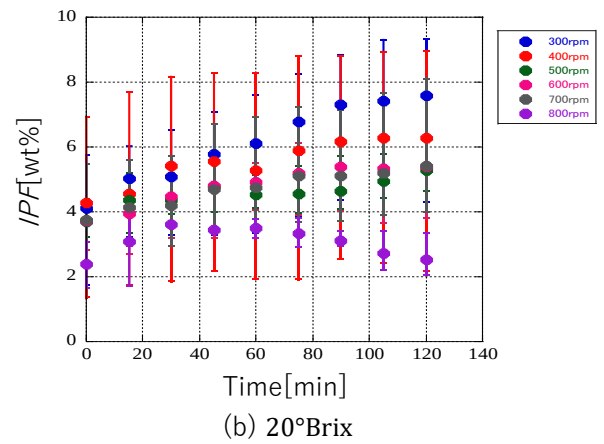
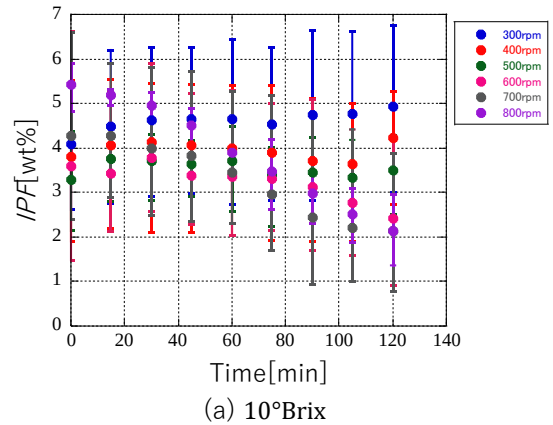


Fig.3 The relation between IPF and Time

2.4 考察

氷粒子径が増大したのはオストワルド熟成によるものである。オストワルド熟成とは、氷の再結晶化の機構である。オストワルド熟成での氷粒子の凝固点とは、

$$T_e = T_i^* \left(1 - \frac{2\sigma}{r\rho_i L} \right) \quad (2)$$

T_e : 半径 r の凝固点[K]

T_i^* : 溶液の凝固点[K]

σ : 界面張力[J/m²]

r : 氷粒子半径[m]

ρ_i : 氷の密度[Kg/m³]

L : 氷の融解熱[J/Kg]

と表せる．氷粒子の粒径が様々混合している状態では，水溶液の平衡温度よりも微細な氷粒子の凝固点温度は低いので，微細な氷粒子は融解しまう．その融解潜熱を用いて大粒径の氷粒子に成長していく．したがって，スクロース水溶液の溶媒である水が氷粒子に流入したため，粒子径が増大した．また，オストワルド熟成での氷粒子の成長⁽²⁾は，

$$D = Kt^{1/2} \quad (3)$$

D : 粒子径[m]

K : 成長係数[m/s^{1/2}]

t : 時間[s]

と表せる．したがって，氷粒子の熟成時間が長くなるほど氷粒子の成長は緩やかになっていく．また，成長係数 K は，

$$K = A \exp \left(- \frac{Q_g}{RT} \right) \quad (4)$$

A : 頻度因子[m/s^{1/2}]

Q_g : 活性化エネルギー[J]

R : 気体定数[J/(kg · mol)]

T : 温度[K]

と表せる．さらに，式(2)，式(3)と式(4)より，攪拌によるパラメータは存在しないため，攪拌は氷粒子の成長には影響はない．したがって，攪拌は微細な氷粒子の融解を促進するためのものである．

また，式(2)よりスクロース水溶液の凝固点が上昇するので，より多くの溶媒である水が冷却され再結晶したため IPF が上昇した．

さらに，回転数を小さいほど IPF が上昇した．攪拌機の所要動力 $P[W]$ の式は，

$$P = \frac{2\pi N \cdot T}{60} \quad (5)$$

P : 主要動力[W]

N : 回転数[rpm]

T : トルク[N · m]

となる．攪拌機の回転数が上昇すると，所要動力も上昇する．なので，攪拌機の回転数が上昇するほど再結晶缶に侵入する主要動力の熱は大きくなる．したがって，攪拌機の回転数が上昇するほど氷粒子を融解するので，回転数が上昇するほど IPF の上昇傾向が小さくなる．

また，10°Brixでは600~800rpm，20°Brix，30°Brixでは800rpmで IPF が減少したのは，再結晶缶内壁面と凝固点の温度差の関係を保つことが不可能になり， IPF が減少していった．

3. 結論

本研究では単成分スクロース水溶液を用いて，再結晶缶でのオストワルド熟成の最適操作条件を確立することにした．操作条件として，①冷却，②滞留時間，③攪拌である．

攪拌による最も氷粒子径が増大する回転数の関係を明らかにした．氷粒子は時間の1/2乗でオストワルド熟成が行われるため，氷粒子の熟成時間が長くなるほど氷粒子の成長は緩やかになっていった．また，攪拌行っても氷粒子の成長には影響はない．したがって，攪拌は微細な氷粒子の融解を促進するためのものである．今後は，実験試料などを変えた場合での実験を行い， IPF が上昇し，氷粒子径を増大させることが可能である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) 鈴木重簡，氷の微結晶に関する研究(I)，低温科学 物理篇，pp.61-64，1970