

平成 26 年度 懸濁結晶法による凍結濃縮システムの開発

(戦略的基盤技術高度化支援事業)

研究開発成果等報告書

平成 27 年 3 月

委託者：四国経済産業局

受託者：公益財団法人高知県産業振興センター

事業報告書

事業管理者：高知県産業振興センター

目次

第1章 研究開発の概要.....	4
【1-1】研究開発の背景・研究目的及び目標.....	4
【1-2】研究体制.....	4
【1-3】成果概要.....	10
【1-4】当該研究開発の連絡窓口.....	10
第2章 本論.....	11
【2】液状食品に対応した製氷部課題への対応.....	11
【2-1】実験用製氷部の設計製作.....	11
【2-2】実験用製氷部での評価.....	11
【2-2-1】掻き取り構造が可視化可能な製氷部での評価.....	11
1. はじめに.....	11
2. 製氷部内容液中の氷粒子の掻き取り刃による流動挙動.....	11
2. 1. 実験装置および方法.....	11
2. 2. 可視化実験の結果および考察.....	13
2. 2. 1. 流れの相似性.....	13
2. 2. 2. 掻き取り刃とアンカー翼の比較.....	20
2. 2. 3. 水平面における攪拌レイノルズ数の影響.....	22
2. 2. 4. 垂直面における攪拌レイノルズ数の影響.....	25
3. 氷の切削を伴わない製氷部の所要動力.....	28
3. 1. 実験装置および方法.....	28
3. 2. 動力実験の結果および考察.....	28
3. 2. 1. 掻き取り刃の所要動力.....	28
3. 2. 2. 掻き取り刃の流動抵抗による所要動力.....	29
3. 2. 3. メカニカルシールやすべり軸受けの摩擦抵抗による所要動力.....	32
3. 2. 4. 掻き取り刃の所要動力の近似式.....	34
4. スクロース水溶液における最適回転数と所要動力.....	35
5. おわりに.....	36
【2-2-2】製氷可能な実験装置での評価.....	38
1. はじめに.....	38
2. 1. 製氷による濃度と氷粒子径の関係.....	38
2. 2. 実験方法.....	38
2. 2. 1. サーモチラーの組み込み.....	38
2. 3. 実験結果と考察.....	42
3. 1. ジェネレーター内部に生成される氷膜の性状についての検討.....	44
3. 2. 実験の概要.....	44

3. 3. 実験方法.....	45
3. 4. 実験結果の評価方法.....	46
3. 5. 実験結果と考察.....	49
4. おわりに.....	52
【3】遠心分離機での濃縮液の高回収課題への対応.....	53
【3-1】遠心分離機での固液分離方法の検討.....	53
1. 製作した遠心分離機の検証.....	53
1. 1. はじめに.....	53
1. 2. 実験結果.....	53
2. フィルターについて.....	54
2. 1. 回転数の算出.....	54
3. 回転数別実験.....	60
3. 1. 給液運転.....	60
3. 2. 脱水運転.....	61
4. 排出機構について.....	62
5. おわりに.....	63
【4】凍結濃縮の自動化課題への対応.....	64
【4-1】製氷部と遠心分離機を組み合わせた自動濃縮システムの構築.....	64
1. はじめに.....	64
2. 運転操作と制御プログラム.....	64
3. 自動濃縮システムを用いた濃縮実験.....	66
3. 1. スクロース水溶液3倍濃縮実験.....	66
3. 2. 文旦果汁3倍濃縮実験.....	68
3. 3. ブルーベリー濃縮実験.....	70
4. 考察.....	72
5. おわりに.....	73
【5】凍結濃縮による農水畜産物含有成分の安定濃縮課題への対応.....	74
【5-1】濃縮物の成分組成変化解析による装置の実証性評価.....	74
1. はじめに.....	74
2. ナシ果汁濃縮実験.....	74
2. 1 試料.....	74
2. 2 濃縮実験.....	74
2. 3 分析方法.....	74
2. 4 実験結果.....	75
3. トマト果汁濃縮実験.....	77
3. 1 試料.....	77
3. 2 濃縮実験.....	77
3. 3 分析方法.....	77
3. 4 実験結果.....	77

4. ブルーベリー果汁濃縮実験	78
4. 1 試料	78
4. 2 濃縮実験	78
4. 3 分析方法	78
4. 4 実験結果	79
5. おわりに	81
6. 参考文献	81
最終章 全体総括	83

第1章 研究開発の概要

食品産業界では農水産物を1次加工にて液状食品にした食品素材を採用するとき、商品に価値を付与させるために、如何により良い素材を選択するかが重要な要素の1つとなる。本研究開発では、1次加工の際に液状食品の品質を向上させるため、農水産物に含有する特有の味や香りという有用成分を損なうことなく濃縮が可能な凍結濃縮システムの開発を行う。これにより、農水産物の加工の高品質化を図り、冷凍空調技術の高度化に寄与する。

【1-1】研究開発の背景・研究目的及び目標

農水産物の品質を高める手法として、川上の農業では生産の際の高品質化技術、水産では漁獲直後の鮮度保持技術などがある。しかし、国内における農水産物の収穫または水揚げ後に用いられている技術のほとんどは、鮮度を維持した状態で保存するための冷凍・冷蔵によるストック技術であるといえる。この技術は近年、諸外国にも差異なく浸透していることから、国内ではより安価な輸入農水産品が市場を占める割合が増加しており、それが今後も進むことは否めない。そこで、最近では農水産物に高付加価値を付与できる1次加工技術の確立が必要であると言われている。すなわち、農水産物を収穫または漁獲したときの状態で保存するだけでなく、果物や野菜であれば搾汁に、水産物であれば出汁や魚肉エキスのように液状食品にすることが求められている。これにより、川下産業である食品業界で様々な商品に採用することが可能となる。

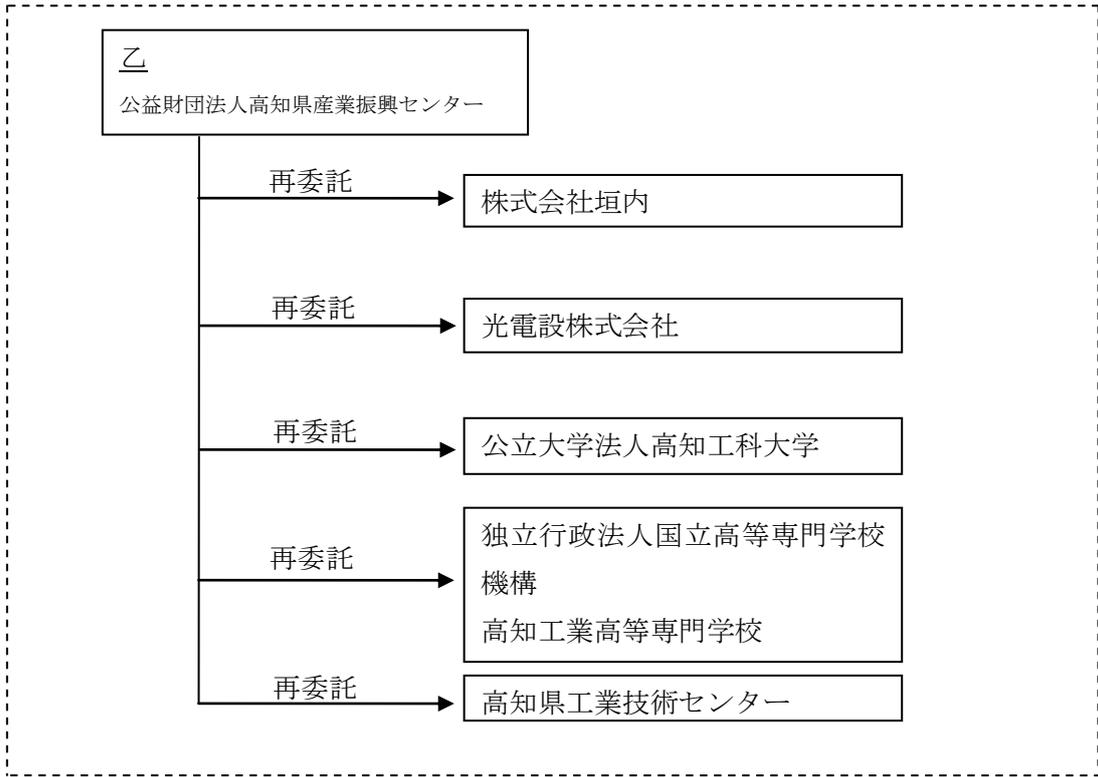
農水産物を液状食品にした際に品質を向上させる一つに濃縮技術がある。その理由は、平明に言えば川下産業で液状食品を自社商品の食品添加として用いる場合に、その液状食品の濃度が高いと薄めて使用することは容易であるが、濃くすることはほぼ不可能である。また、濃い液状食品ほど、商品開発の際に添加量を変えたサンプル商品のパターンが増すため、川下産業の需要が高くなる。ただし、川下産業が最も望む液状食品は、農水産物特有の香りや含有する成分のバランスが損なうことなく濃縮されたものである。

そこで、本研究開発では、液状食品を加熱することなく最も低温で濃縮が行えるとされている凍結濃縮システムの確立を目指す。装置の能力では濃縮倍率が3倍以上、濃縮液の回収率が90%以上を目標に開発を進める。

【1-2】研究体制

(1) 研究組織及び管理体制

1) 研究組織（全体）

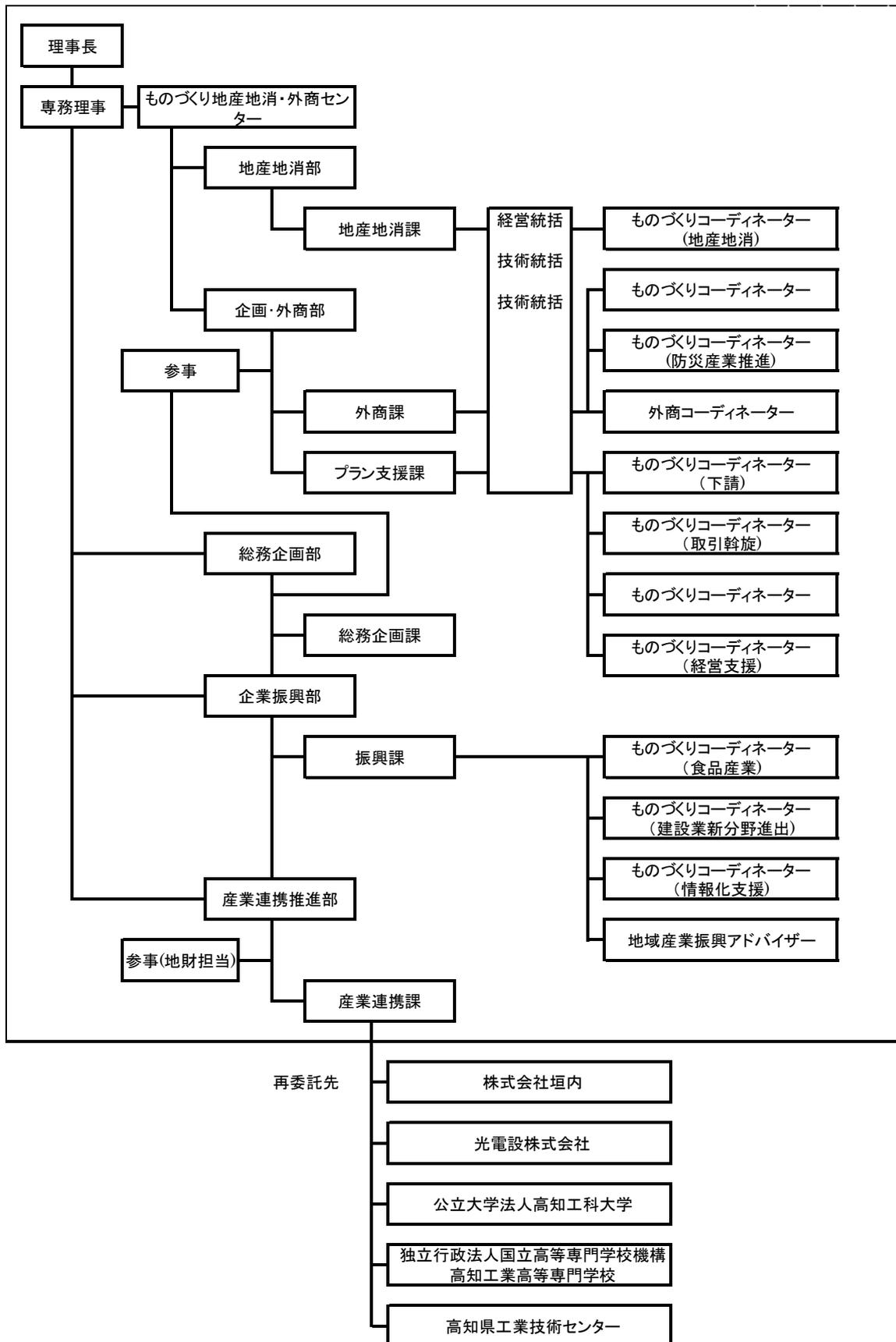


総括研究代表者（P L）
 株式会社垣内
 取締役 営業部長
 製造部 開発部 参与
 第十 覚

総括研究代表者（S L）
 公立大学法人高知工科大学
 准教授
 松本 泰典

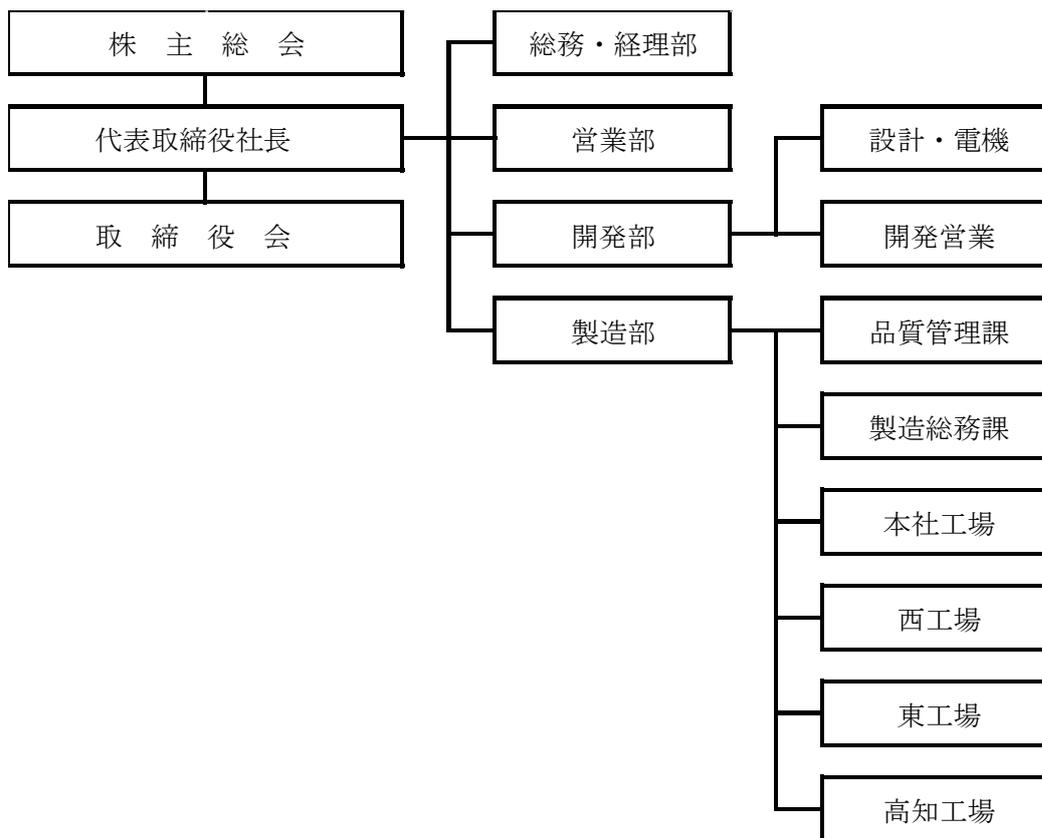
2) 管理体制

①事業管理者 [公益財団法人高知県産業振興センター]

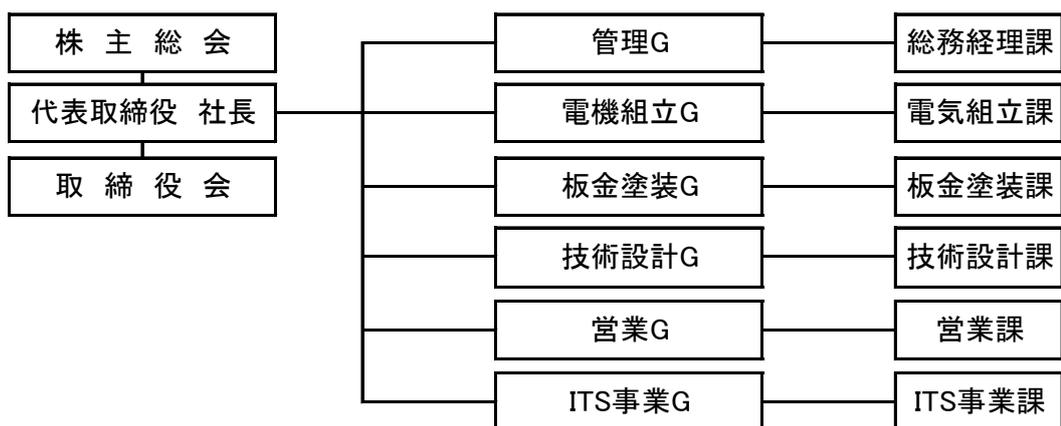


② (再委託先)

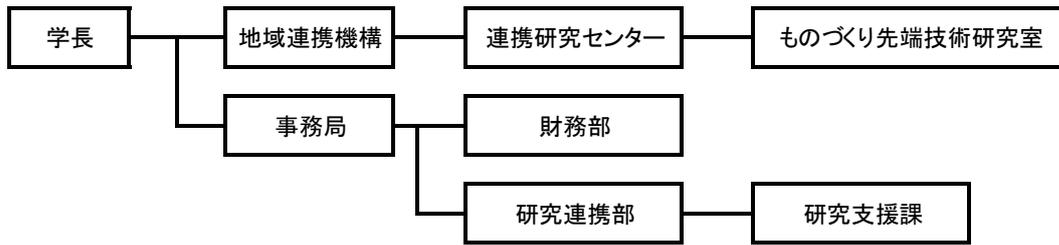
[株式会社 垣内]



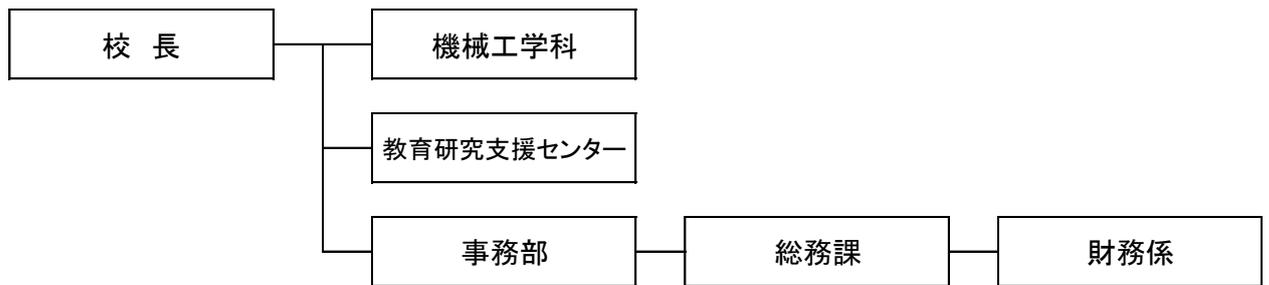
[光電設株式会社]



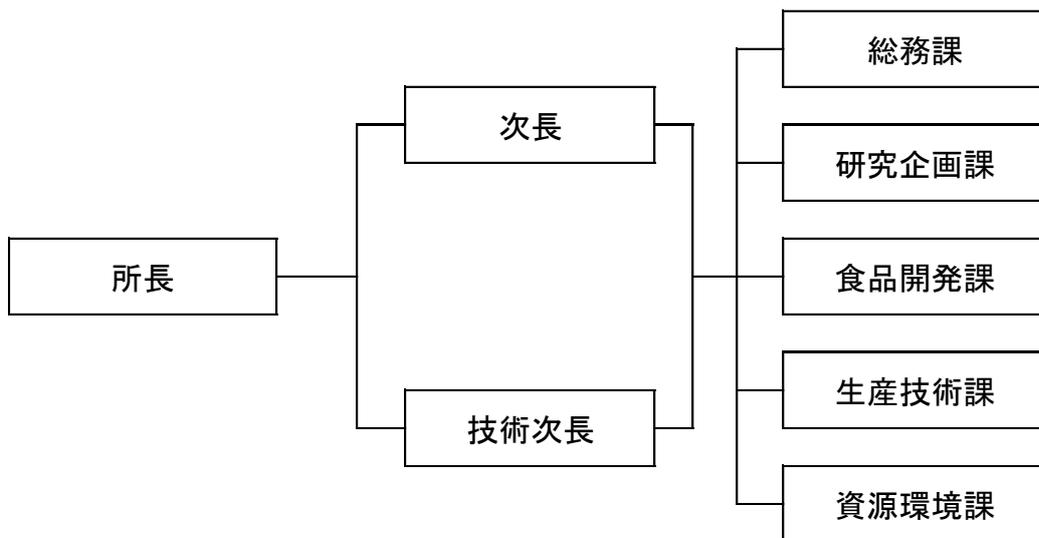
[公立大学法人 高知工科大学]



[独立行政法人国立高等専門学校機構 高知工業高等専門学校]



[高知県工業技術センター]



(3) 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

(事業管理者)

公益財団法人高知県産業振興センター

(経理担当者) 産業連携推進部 産業連携課 チーフ 三宮 英嗣

(業務管理者) 産業連携推進部 産業連携課長 田村 義之

(再委託先)

株式会社垣内

(経理担当者) 総務経理部 主任 公文 智香子

(業務管理者) 代表取締役 安岡 和彦

光電設株式会社

(経理担当者) 総務経理課 経理係 山本 絵美

(業務管理者) 取締役 営業部長 森澤 秀次

公立大学法人高知工科大学

(経理担当者) 研究支援課 主査 石田 達矢

(業務管理者) 地域連携機構 准教授 松本 泰典

独立行政法人国立高等専門学校機構高知工業高等専門学校

(経理担当者) 総務課 財務係長 弘内 日出雄

(業務管理者) 機械工学科教授 竹島 敬志

高知県工業技術センター

(経理担当者) 次長 兼 総務課長 橋本 雅彦

(業務管理者) 食品開発課チーフ 森山 洋憲

【1-3】 成果概要

本年度は、本研究開発事業の最終目標であった自動濃縮システムが完成した。これまでに製作・改造を行ってきた実験用装置を用いて本試作を行うのに必要となる、①製氷部でのサンプル液の粘性を考慮した必要回転数と所要動力、②製氷部の製氷能力を試算するためのサンプル水溶液の濃度と伝熱面に生成した氷膜厚さの関係、③遠心分離機で氷粒子と濃縮液を分離するフィルター選定のためにサンプル水溶液の濃度と氷粒子径の関係、を果汁の代表的な糖類であるスクロース水溶液をサンプルに調べたデータを参考に、自動濃縮システムの各機器の構造を見直した。これにより、前年度に製作を行った自動濃縮システムの改造を施した。実験用装置の成果、また改造した自動濃縮システムを用いた濃縮実験については、以下に示す通りである。

製氷部でのサンプル液の粘性を考慮した必要回転数と所要動力を計測した実験では、攪拌レイノルズ数を指標に製氷部内の流動状態を評価できることを濃度 3～70〇Brix のスクロース水溶液で確認した。この攪拌レイノルズ数が 6000 以上になると、氷粒子が製氷部内で一様に分布することを明らかにし、攪拌に必要な回転数を求める条件を決定した。更に所要動力を求める手法としては、掻き取り刃の回転数の範囲を 0～100min⁻¹ と 100～300min⁻¹ に分け、攪拌レイノルズ数、回転数および粘性から所要動力を推算する実験式を得た。また、製氷部の氷粒子を生成する能力を試算するため、サンプル水溶液の濃度と伝熱面に生成した氷膜厚さの関係を調べた実験では、濃度 0～20〇Brix のスクロース水溶液にて濃度が高くなるにしたがい氷膜の熱伝導率が低下する値を得た。氷膜が 1mm と 1.5mm のときの熱伝導率も調べ、厚さの違いから氷膜の性状が異なることが得られ、製氷能力を試算する氷膜の物理特性を確認した。

遠心分離機で氷粒子と濃縮液を分離するフィルター選定のためにサンプル水溶液の濃度と氷粒子の粒径の関係を調べた。その結果、濃度 10、15、20、25、30〇Brix のスクロース水溶液の粒子は 10～75 μ m で分布しており、10 μ m の粒子径を考慮した遠心分離機のフィルター選定を行った。

以上の結果を踏まえ、自動濃縮システムの改造を施した後、スクロース水溶液、文旦果汁およびブルーベリー果汁の 3 種類の水溶液をサンプルに自動濃縮の実験を行った。文旦果汁については、果汁内の果肉等の固形物の影響で濃縮液の回収率が目標の 90%以上に及ばず 88.7%であったものの、その他の水溶液はいずれも目標を満足しており、自動濃縮システムの基本的構成は達成できた。

【1-4】 当該研究開発の連絡窓口

公益財団法人高知県産業振興センター 産業連携推進部 産業連携課

三宮 英嗣

電話 :088-845-6600

E-mail :sannnomiya@joho-kochi.or.jp

第2章 本論

【2】液状食品に対応した製氷部課題への対応

【2-1】実験用製氷部の設計製作

本項は平成24年度に終了した。

【2-2】実験用製氷部での評価

【2-2-1】掻き取り構造が可視化可能な製氷部での評価

(株式会社垣内、光電設株式会社、高知工業高等専門学校、高知工科大学)

1. はじめに

懸濁結晶法を用いた凍結濃縮法は、製氷部の伝熱面に生成された氷膜を機械的に削り取ることで、果汁などの溶液中の水分を取り除く方法である。削り取った氷粒子は溶液の品質を保つ役割を担っており、低温維持のためには製氷部内に均一に分布させる必要がある。また、氷粒子は粒子間で凝集し易く、掻き取り刃の回転停止、配管の閉塞、伝熱の妨げの原因となる。そのため、濃縮の効率化を図る上で掻き取り刃は氷膜を削り取るだけでなく、氷粒子を溶液中に掻き上げ、製氷部内に均一に分散させ、スムーズに製氷部から排出させることが重要である。凍結濃縮システムの対象となる市場は、液状食品関連であることから様々な溶液の濃縮が想定され、掻き取り刃の形状が溶液中の氷粒子の流動挙動にどのような影響を与えるかについて未だに知られていない。

そこで、製氷部内溶液中の氷粒子が掻き取り刃によってどのように流動しているかを明らかにするため、PIV計測法を用いて流動状態を可視化した。種々の粘度の水あめ水溶液を用いて、回転数を変化させた製氷部内の水平断面と垂直断面の流れについて可視化実験を行った。その結果より掻き取り刃の最適回転数を求めた。また、氷の切削を伴わない装置の所要動力についても実験を行い、所要動力を推定する近似式を求めた。

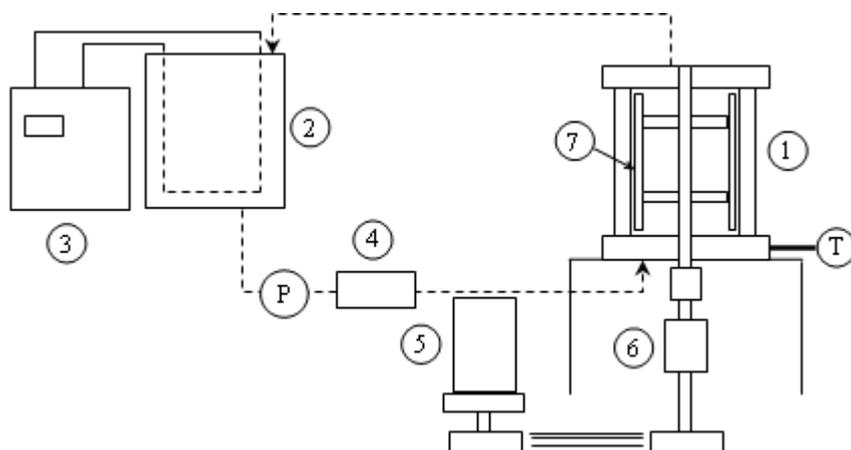
2. 製氷部内溶液中の氷粒子の掻き取り刃による流動挙動

2. 1. 実験装置および方法

実験には本事業の参画機関である株垣内、光電設が製作した装置を用いた。実験装置の構成を図1に示す。タンク②に貯めた水溶液は冷却水循環装置(東京理科製、CCA-1301)③にて水温 $15 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ に調整し、ロータリーポンプ(ナカキン製、UJMU16T-EP-C2、圧力1MPa、吐出し量60L/min)によって可視化製氷部(内径124mm×高さ230mm)①へと送液される。可視化製氷部への流入量はインバータ(三菱電機製、FREQROL-D700)で調節して電磁式流量計(三菱電機製、FD-M10AT)④で計測した。掻き取り刃(直径 $d=123\text{mm}$ 、刃高さ220mm)⑦はモータ(三菱電機製、GW-SF、0.2kW、三相200V、1/5)⑤よりベルト駆動にて回転を与えられ、回転数はインバータ(三菱電機製、FREQROL-A700)で調節する。掻き取り刃⑦にかかるトルクはトルク計測器(日本特殊測器製、TCR-20N)⑥にて計測が可能である。図2は掻き取り刃とアンカー翼の主要寸法を示す。

可視化実験装置の概略を図3、図4に示す。PIV計測するために、ハイスピードカメラ(ノビテック製、PhantomV7.3)とレーザーライトシート(カトウ光研製、50mWまたは4W、波長532nm、シート厚さ2~3mm)を製氷部の周りに設置し、レーザーライトシートの屈折を軽減するためのウォータージャケットを製氷部に取り付けてある。実験に用いた水溶液はニュートン流体である水あめ(物産フードサイエンス製、エスイー30)で、水と混合することで種々の粘度(1、3、7、17、50、99、198、273mPa・s)に調整した。水あめ水溶液の粘度と密度は、ブリックス計(アズワン製、IPR-201α)でブリックス濃度を測定し、濃度から近似式を用い

て算出した。トレーサー粒子には氷粒子(比重 0.917)を模した粉末ポリエチレン(住友精化製、フローセンUF20S、中位粒度 $20\mu\text{m}$ 、比重 0.918)を使用し、水溶液質量の 0.01%程度水溶液に混合させた。撮影は垂直面と水平面の 2 平面について行い、図 3 に示すように、製氷部垂直面は製氷部の真横に設置したレーザーライトシートを用いて、片側の面のみに照射して撮影した。製氷部水平面は図 4 に示すように、レーザーライトシートを水平に照射し、高速度カメラを製氷部の真上から鉛直方向に設置して撮影を行った。撮影した画像から流体画像計測ソフト(カウ光研製、FlowExpert)を用いて製氷部内の流動状態を解析した。水平面の解析範囲は製氷部直径 124mm について行い、計測点は 36×36 点の 1296 点とした。検査領域は 30×30 ピクセル、探査領域は回転数によって $34\times 34\sim 40\times 40$ ピクセルに設定した。垂直面の解析範囲は製氷部の片側半分の面であり、計測点は縦 21×41 点の 840 点について行った。検査領域は 26×26 ピクセル、探査領域は 30×30 ピクセルに設定した。掻き取り刃回転数 N は 3、25、50、75、100、150、200、250、 300min^{-1} と変化させた。なお、掻き取り刃の回転のみの流動状態を調べるために、ポンプを停止させ流量 $0[\text{L}/\text{min}]$ を確認後撮影は行った。



①可視化製氷部 ②タンク ③冷却水循環装置 ④流量計 ⑤モーター ⑥トルク計測器 ⑦掻き取り刃

図 1 製氷部可視化用実験装置の概略図

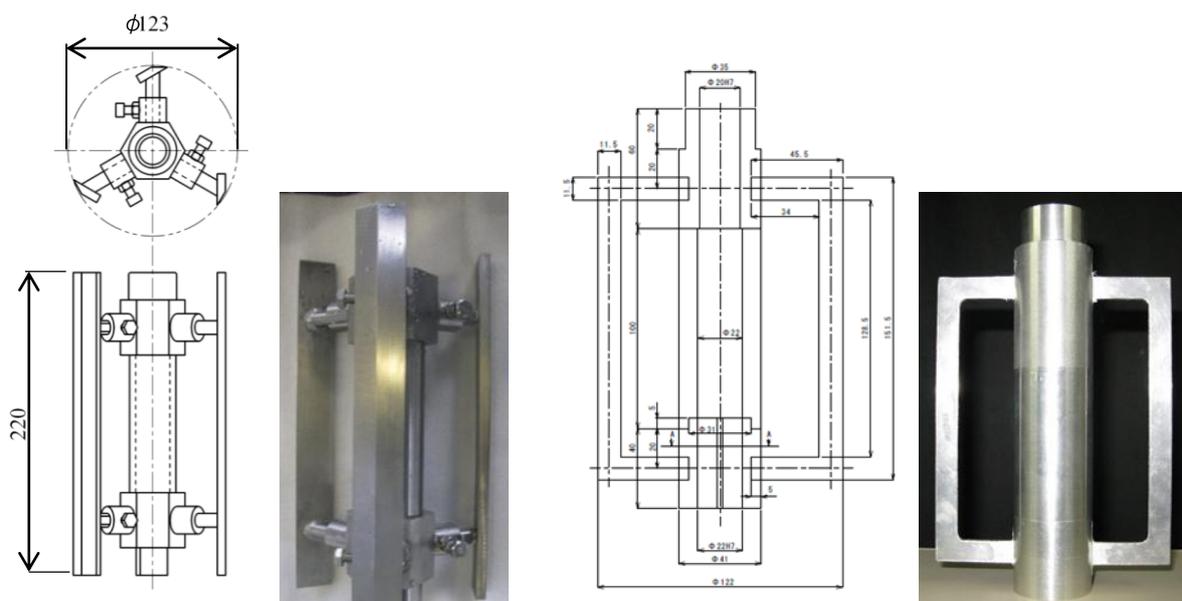
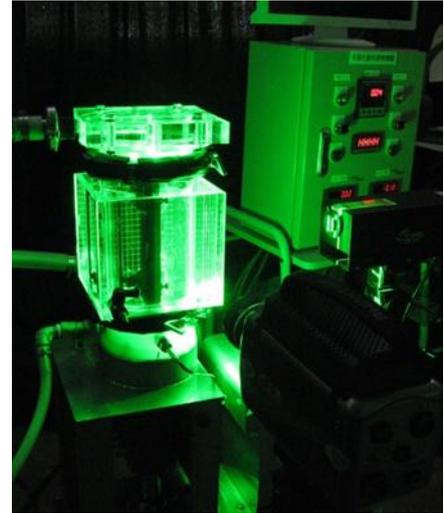
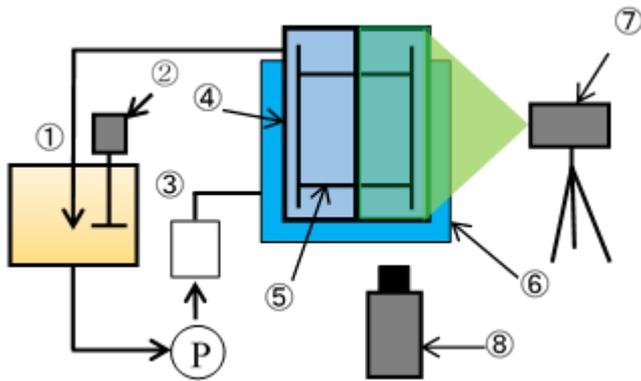
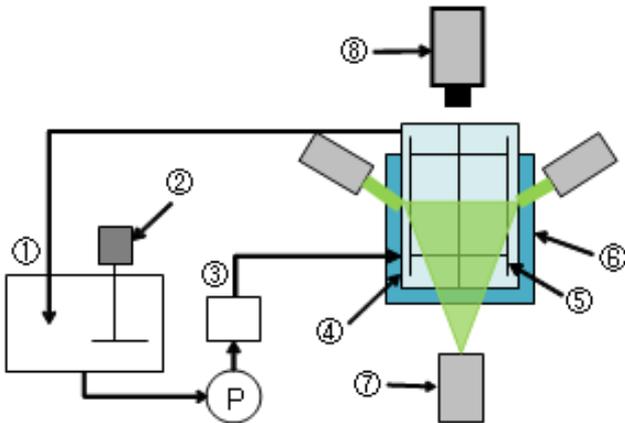


図 2 掻き取り刃とアンカー翼の主要寸法



①タンク ②攪拌機 ③流量計 ④製氷部 ⑤掻き取り刃
⑥ウォータージャケット ⑦レーザーライトシート ⑧ 高速度カメラ

図3 垂直面の撮影実験装置



①タンク ②攪拌機 ③流量計 ④製氷部 ⑤掻き取り刃
⑥ウォータージャケット ⑦レーザーライトシート ⑧高速度カメラ

図4 水平面の撮影実験装置

2. 2 可視化実験の結果および考察

2. 2. 1. 流れの相似性

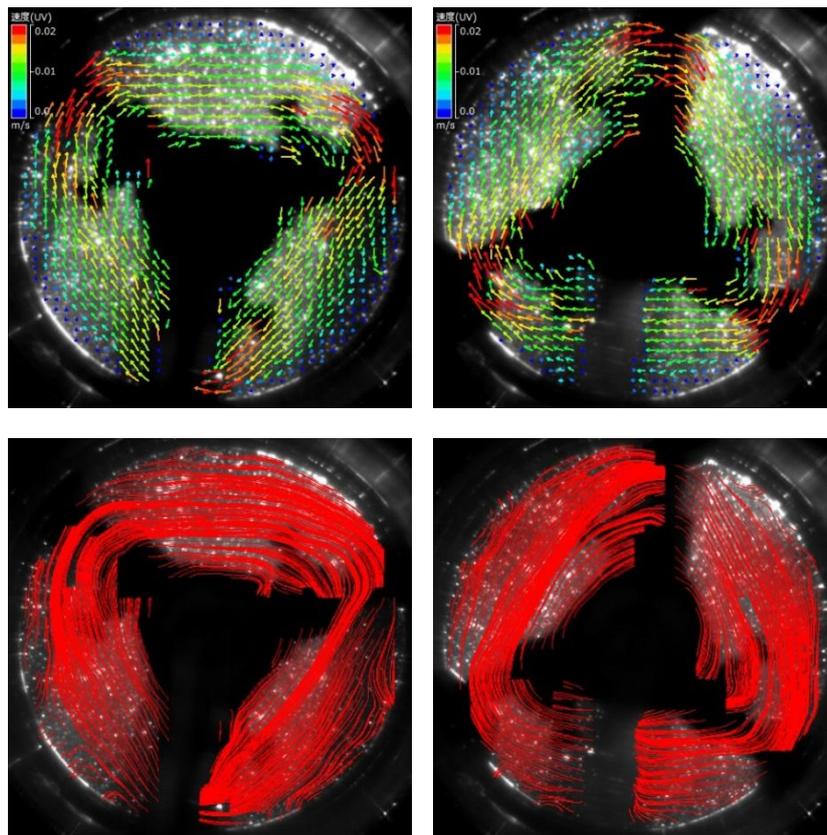
製氷部内の流動状態は、水溶液の粘度や密度、掻き取り刃の回転数によって変化する。一般に攪拌の分野においては、内部の流動状態は攪拌レイノルズ数によって表され、攪拌レイノルズ数 Re は次式で表される。

$$Re = \frac{\rho n d^2}{\mu} \dots (1)$$

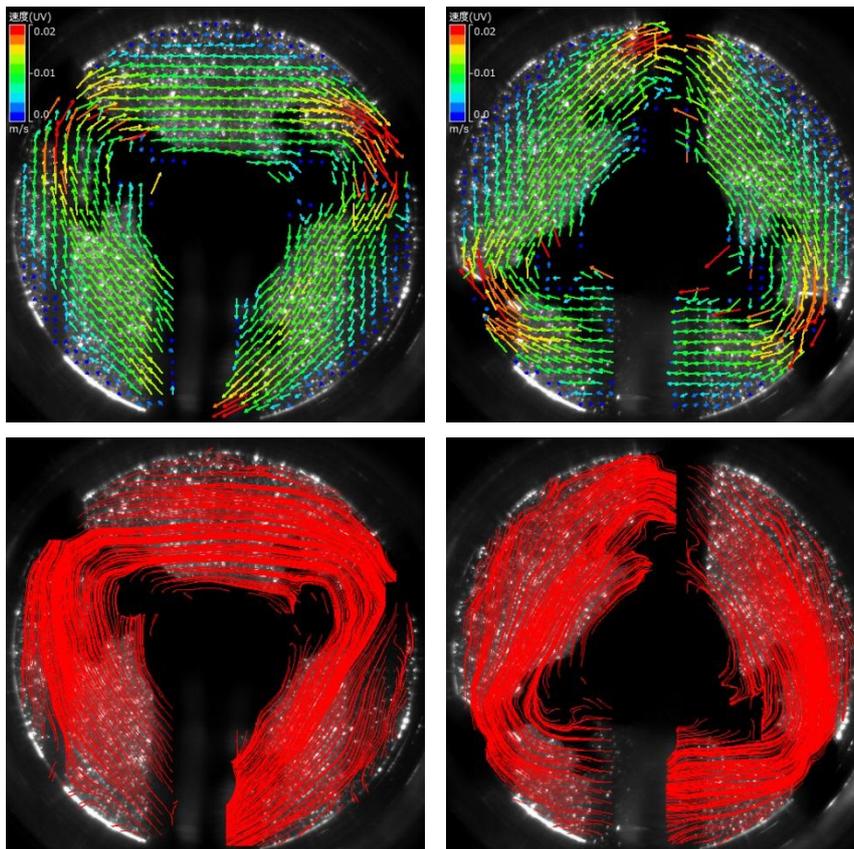
ここで、 ρ :水溶液密度[kg/m³]、 μ :水溶液粘度[Pa・s]、 n :掻き取り刃の回転数[s⁻¹]、 d :掻き取り刃の直径[m]である。

攪拌レイノルズ数により、層流域($Re < 50$)、遷移域($50 \leq Re \leq 500$)、乱流域($Re > 500$)に分類できるといわれている¹⁾。そこでまず、運転条件(水溶液の粘度や密度、掻き取り刃の回転数)は異なるが、攪拌レイノルズ数が近い流動状態の比較を行い、流れの相似性を確認した。

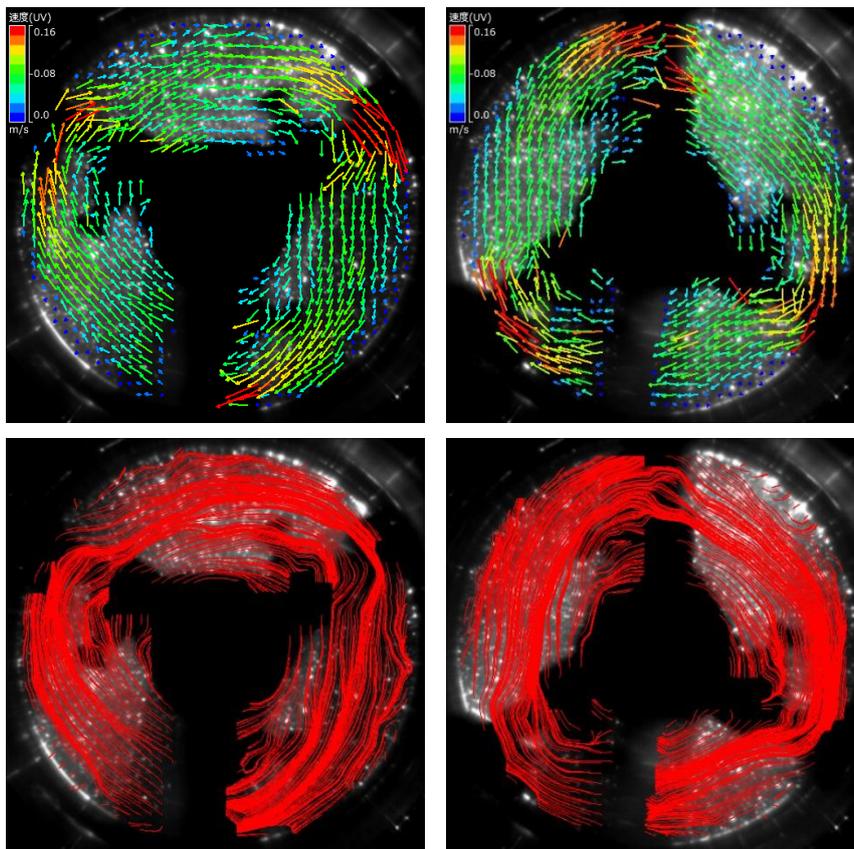
図5は各攪拌レイノルズ数 Re における流動状態である。左側の図は掻き取り刃が0度の位置、右側の図は60度回転後を表しており、下の図は流線である。掻き取り刃の回転による流れは旋回流れであり、この旋回流れについて相似性を比較した。(a)や(b)のように攪拌レイノルズ数 Re が小さいと流線は三角形形状の流れとなった。刃と刃の間は直線的になっていることが流れの特徴である。攪拌レイノルズ数 Re が30~40になると、(c)、(d)のように三角形が崩れはじめ円周方向に向かって流動するようになる。この攪拌レイノルズ数でも刃と刃の間は直線的である。この特徴は(e)、(f)の攪拌レイノルズ数 $Re=120$ 程度でも見られる。さらに攪拌レイノルズ数 Re が大きくなると、円状に流動することが(g)、(h)でわかる。攪拌レイノルズ数 $Re=1800$ 以上になると、(i)、(j)や(k)、(l)のように変形の少ない旋回流れとなる。これより、運転条件によらず攪拌レイノルズ数 Re が同じであれば、速度の大きさは違いますが流動状態は相似であると考えられる。



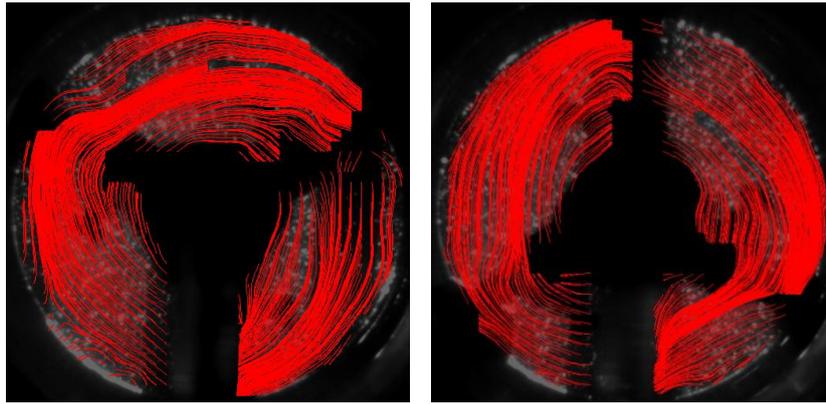
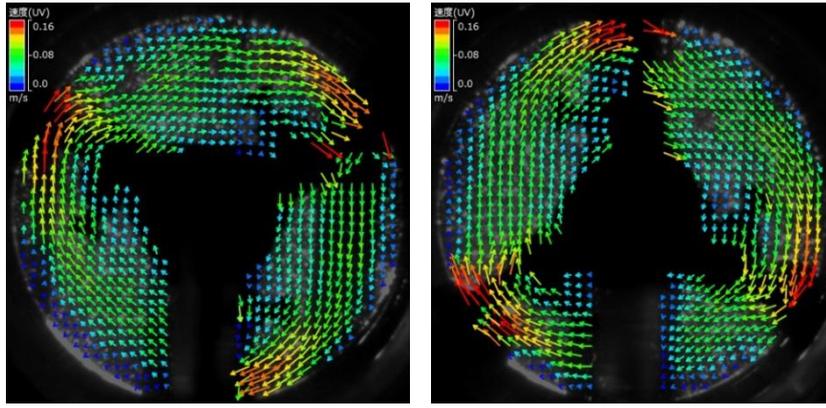
(a) $Re = 4$ (273mPa・s, 3min⁻¹)



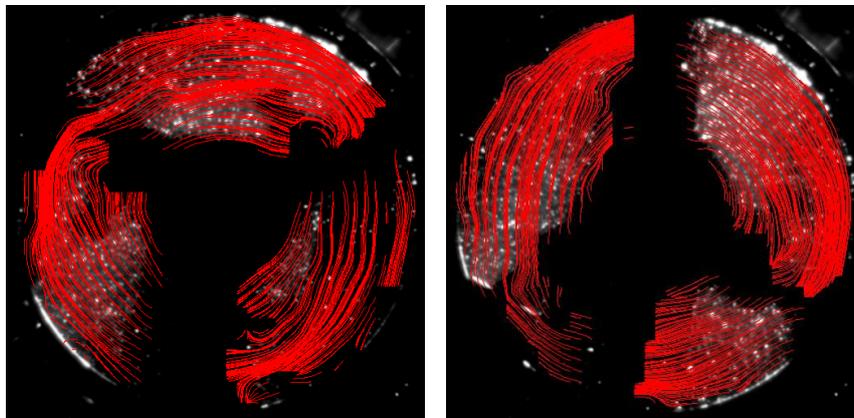
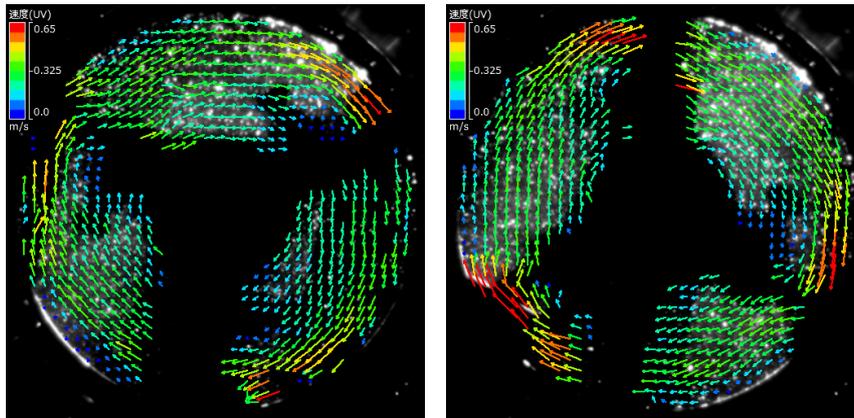
(b) $Re = 5$ ($198\text{mPa} \cdot \text{s}$, 3min^{-1})



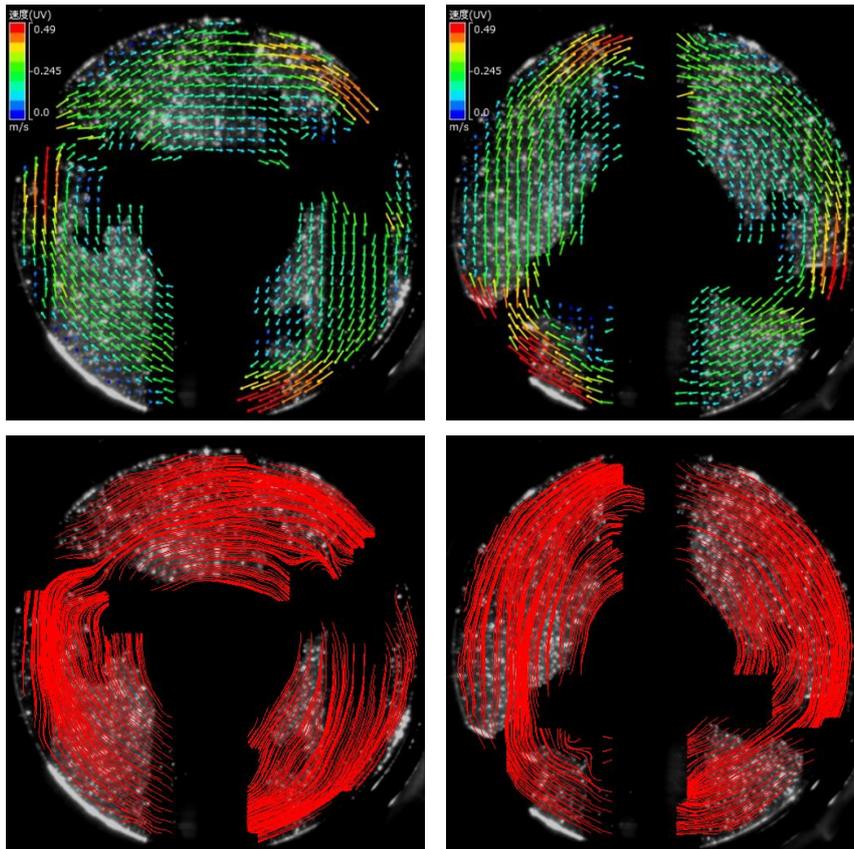
(c) $Re = 30$ ($273\text{mPa} \cdot \text{s}$, 25min^{-1})



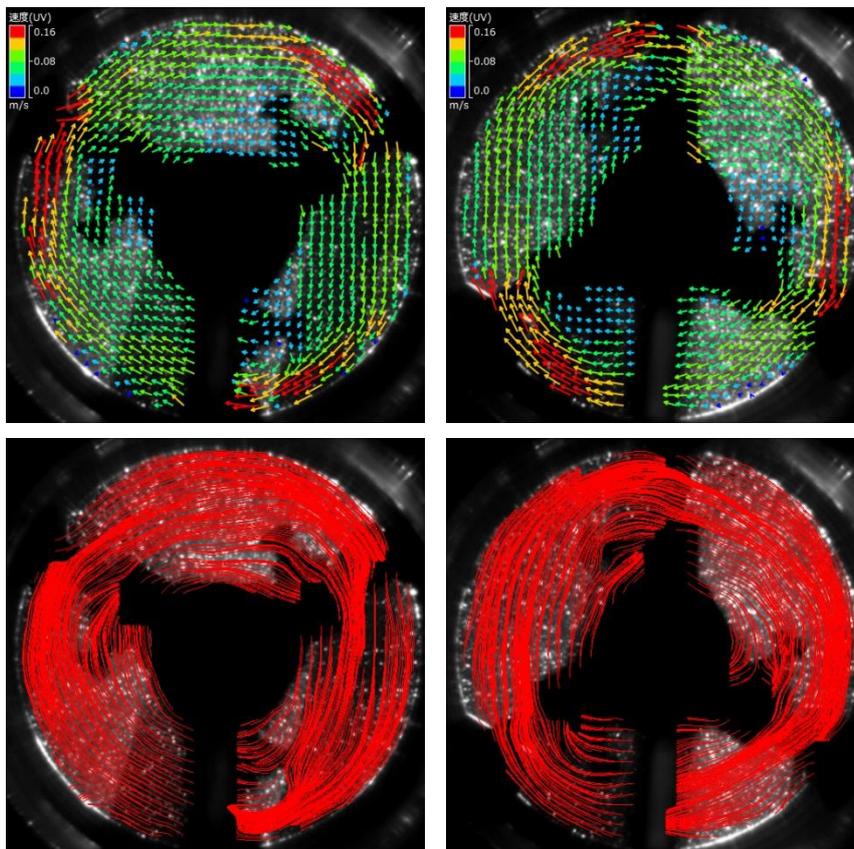
(d) $Re = 41$ ($198\text{mPa} \cdot \text{s}$, 25min^{-1})



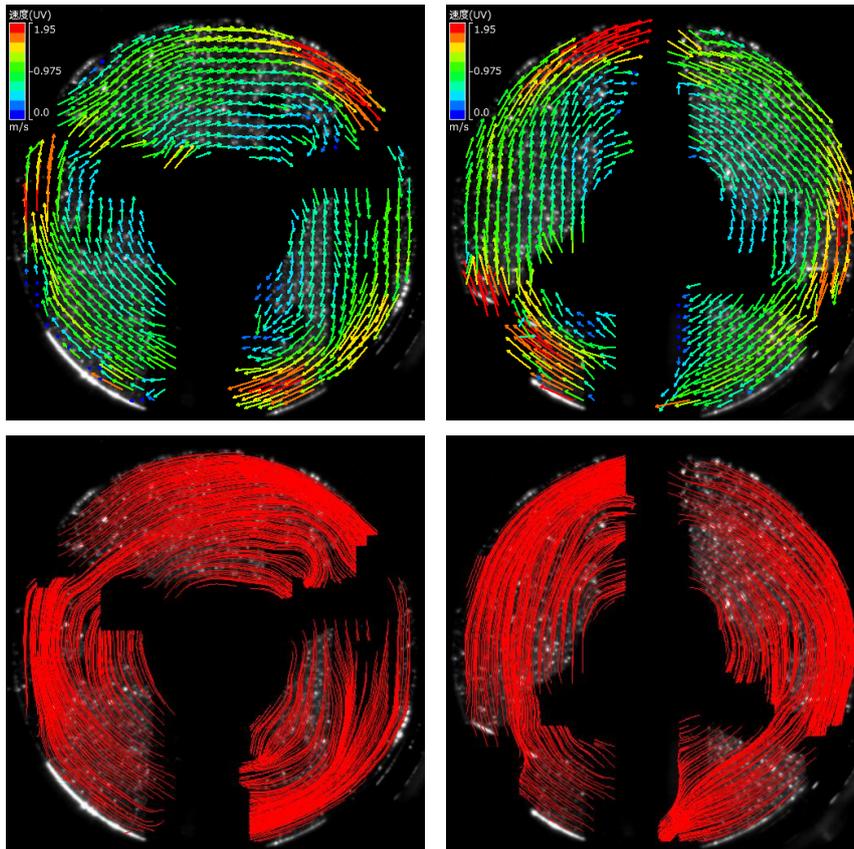
(e) $Re = 120$ ($273\text{mPa} \cdot \text{s}$, 100min^{-1})



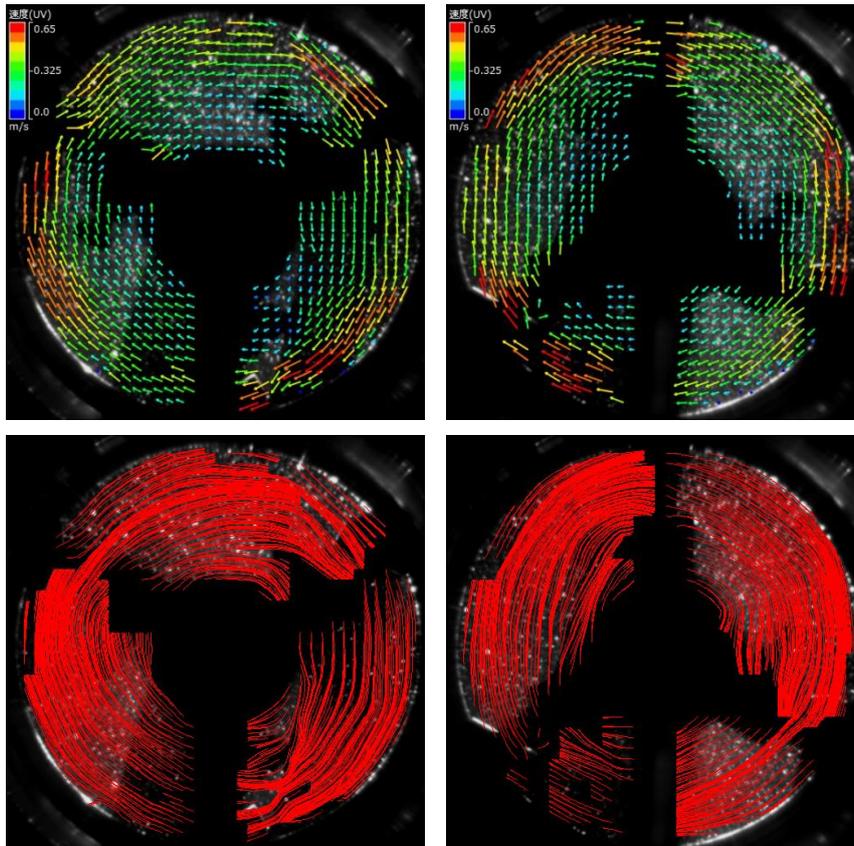
(f) $Re = 123$ ($198\text{mPa} \cdot \text{s}$, 75min^{-1})



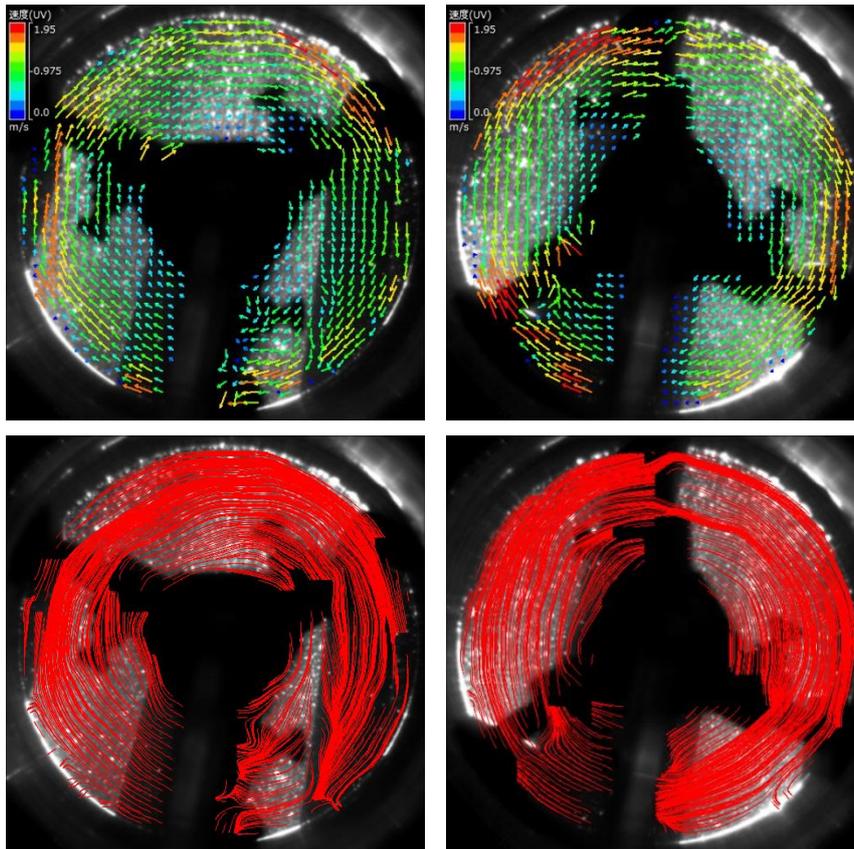
(g) $Re = 454$ ($17\text{mPa} \cdot \text{s}$, 25min^{-1})



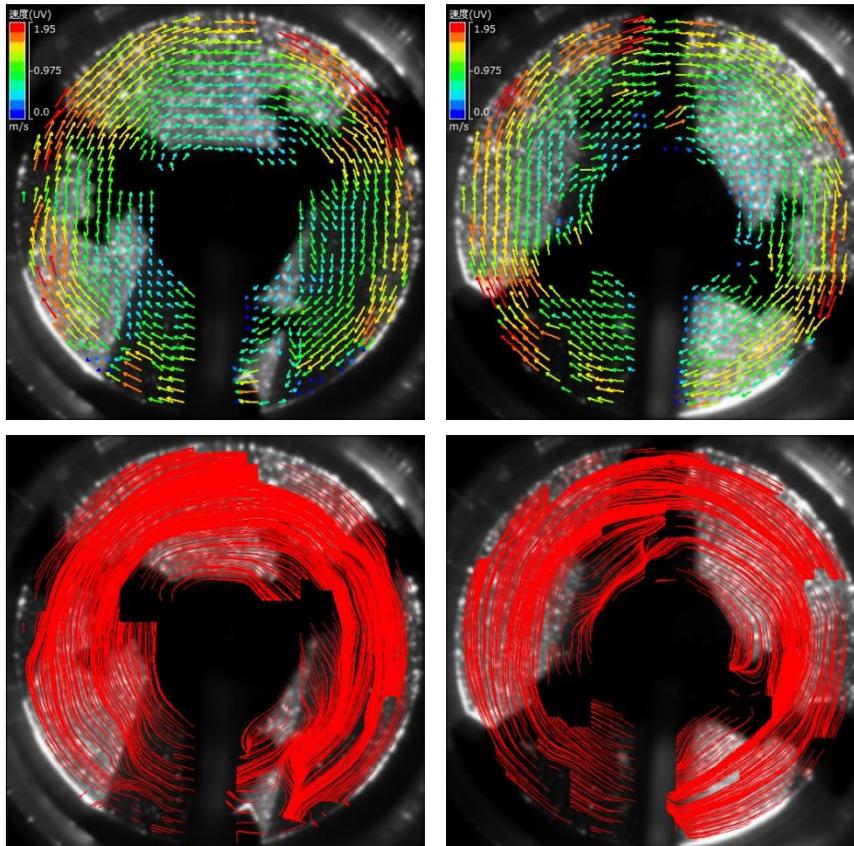
(h) $Re = 493$ (198 mPa · s, 300 min⁻¹)



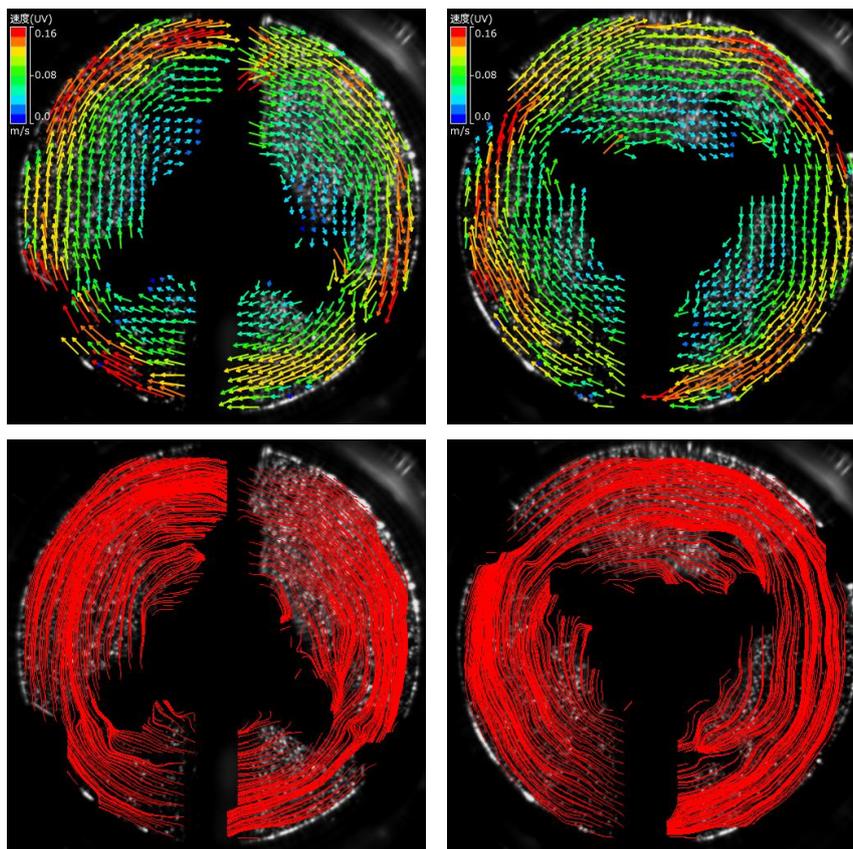
(i) $Re = 1817$ (16.6 mPa · s, 100 min⁻¹)



(j) $Re = 1881$ ($50\text{mPa} \cdot \text{s}$, 300min^{-1})



(k) $Re = 5452$ ($17\text{mPa} \cdot \text{s}$, 300min^{-1})



(I) $Re = 5628$ ($1\text{mPa} \cdot \text{s}$, 25min^{-1})

図5 水平面における攪拌レイノルズ数の比較

2. 2. 2. 掻き取り刃とアンカー翼の比較

掻き取り刃による製氷部内の流れの状態を明らかにするために、掻き取り刃と形状が類似で、流れの状態が知られているアンカー翼でも同様の実験を行い参考にした。アンカー翼の流動状態は円周方向の流れが主流となり、上下循環流が乏しいため混合が劣るといわれている²⁾。主に層流域で使用されるため、層流域で掻き取り刃とアンカー翼の流動状態を比較した。

掻き取り刃とアンカー翼の製氷部水平面の流動状態を図 6(a)、(b) に示す。攪拌レイノルズ数 $Re=41$ である。円筒中心の黒丸部分は軸、真下の黒い部分は吐出口であり、白線は刃の位置を示している。アンカー翼、掻き取り刃ともに旋回流れを示した。アンカー翼では、ベクトルが一部で湾曲しているが円周方向に流れており、一般的に知られるアンカー翼と同様な流動状態になることが確認できた。一方、掻き取り刃もアンカー翼と同様に円周方向に向いて流れている。アンカー翼と掻き取り刃ともに刃の周りには速度の速い流れとなっているが、刃から離れるほど壁面付近の流れが遅くなる傾向が見られた。

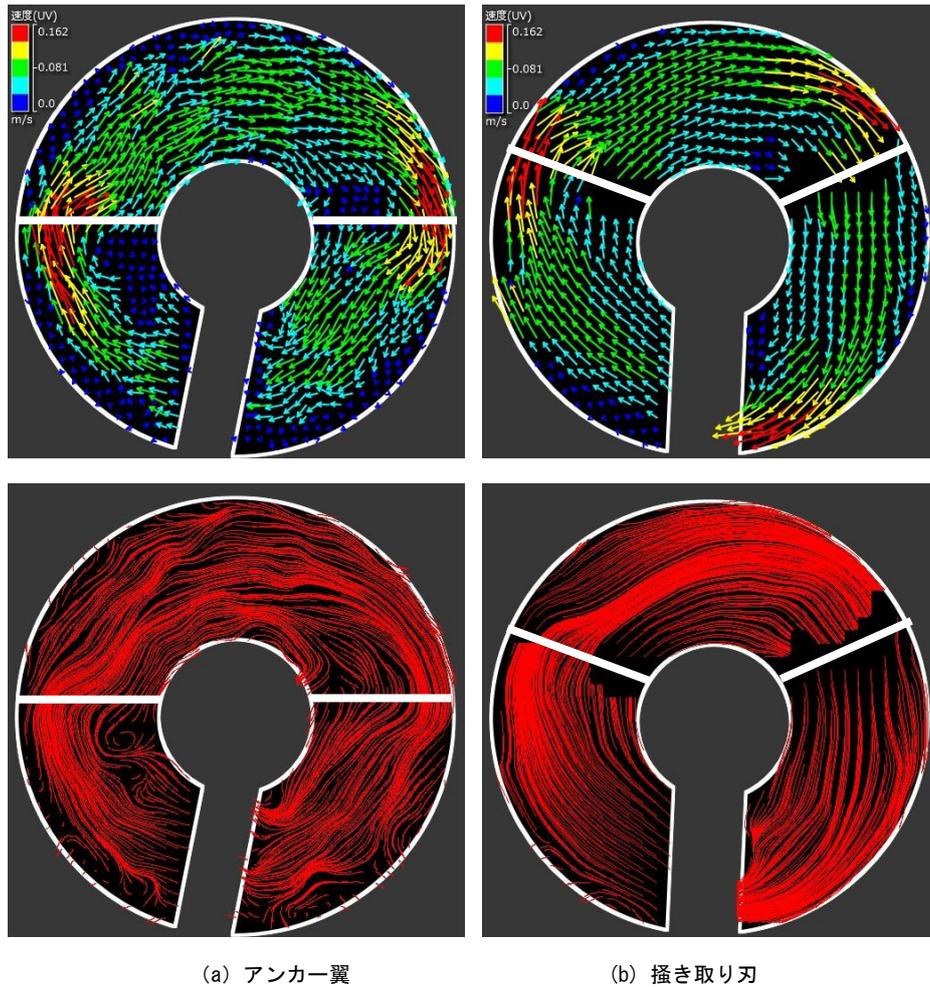


図6 水平面の流動状態

製氷部垂直面のアンカー翼と掻き取り刃の流動状態を図7 (a)、(b) に示す。図中の左側の黒い部分は軸を表している。左図は刃が通り過ぎる直前の流動状態、右図は刃が通り過ぎた後の流動状態を表している。(a)のアンカー翼を見ると、刃が通り過ぎる直前(左図)の流れは、上部は主に上昇流、下部は下降流と分かれている。刃が通り過ぎた後(右図)の軸付近は、上部に下降流が、下部に上昇流が発生し、上部と下部それぞれで循環している。下部から上部にかけて一巡する流れ、すなわち上下循環流が見られず、製氷部内全体を粒子が循環していないことが分かる。これから上下循環流が乏しく、一般的に知られるアンカー翼と同様な流動状態になることが確認できた。(b)の掻き取り刃でもアンカー翼と同様な流動状態となっている。掻き取り刃とアンカー翼ともに円周方向の速度に比べて上下方向の速度は小さく、旋回流が主流となっている。

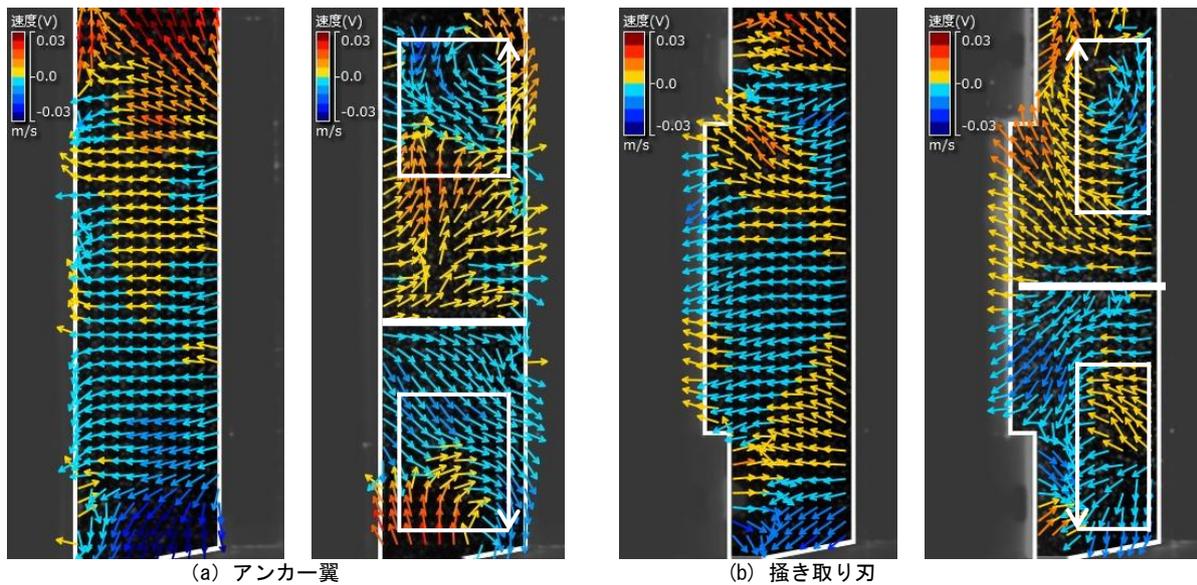
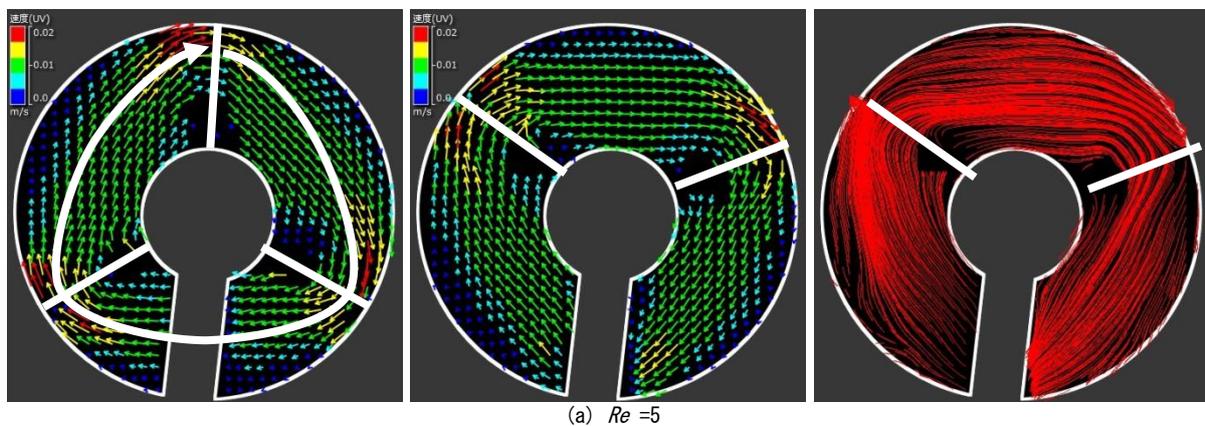
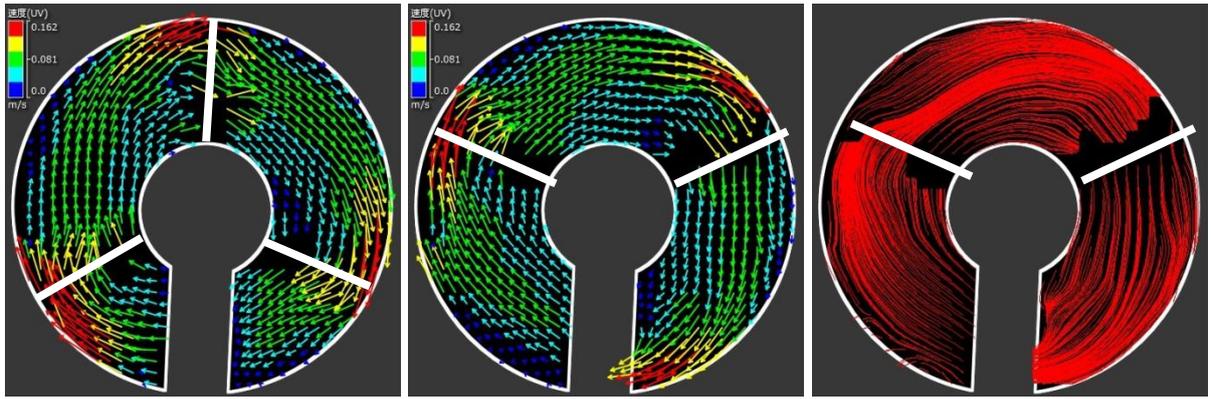


図7 垂直面の流動状態

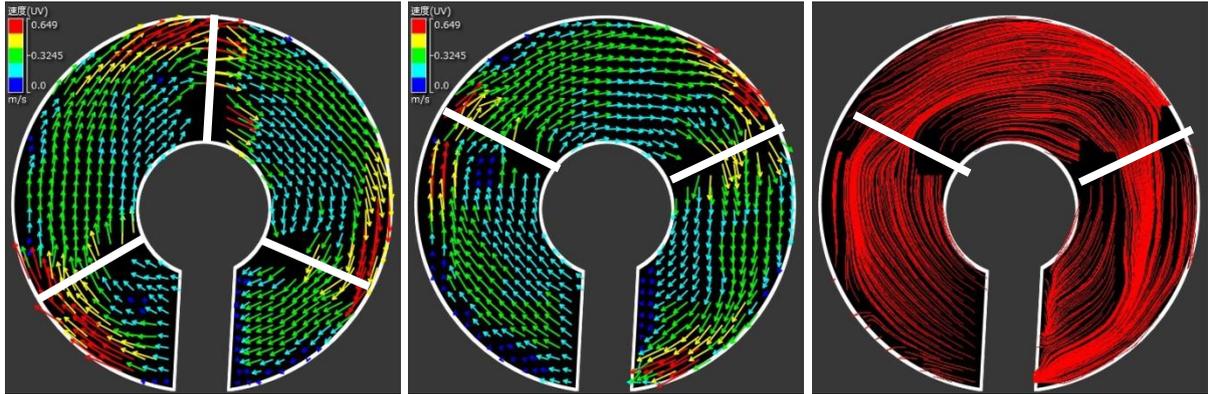
2. 2. 3. 水平面における攪拌レイノルズ数の影響

一般に旋回流は混合効果が低い、流れの軌跡を示す流線が複雑に折りたたまれることで、物質間の伝熱などが促進されるといわれている³⁾。層流域から乱流域へと攪拌レイノルズ数 Re が上がるにつれて流れにどのような影響を及ぼすのかについて調べた。攪拌レイノルズ数 Re の変化による製氷部水平面の流動状態を図8に示す。左図、中央はベクトル、右図は流線を表している。攪拌レイノルズ数 Re が小さい層流域・遷移域では、大きく湾曲した流れが見られ、乱流域 $Re=3072$ 以下でも一部分に湾曲が見られる。一方、攪拌レイノルズ数 $Re=6072$ からは湾曲が小さい円状の旋回流となり、攪拌レイノルズ数が最も大きい $Re=22512$ ではほぼ湾曲が見られない。攪拌レイノルズ数 Re が小さいと刃から離れた壁面付近は急激に速度が小さくなっているが、攪拌レイノルズ数 Re が大きくなるほど刃から離れた壁面付近でも速度が大きくなっている。また、掻き取り刃の背後に後流ができていくことが分かる。この後流と軸中心付近の速度差は攪拌レイノルズ数 Re が小さい程大きく、掻き取り刃によって削り取られた氷粒子が再度壁面へと引き込まれることで、伝熱効率の低下や壁面に再付着することなどにより氷粒子の粗大化の原因になることが考えられる。

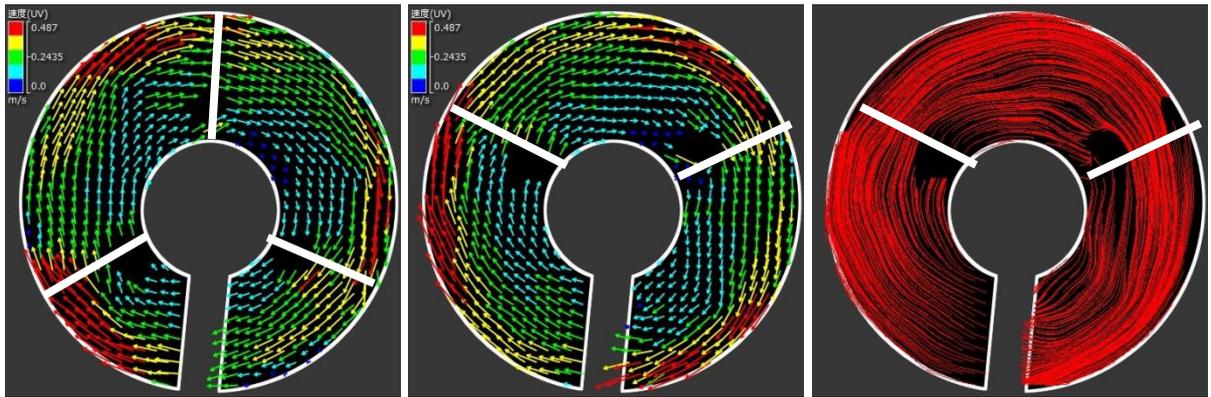




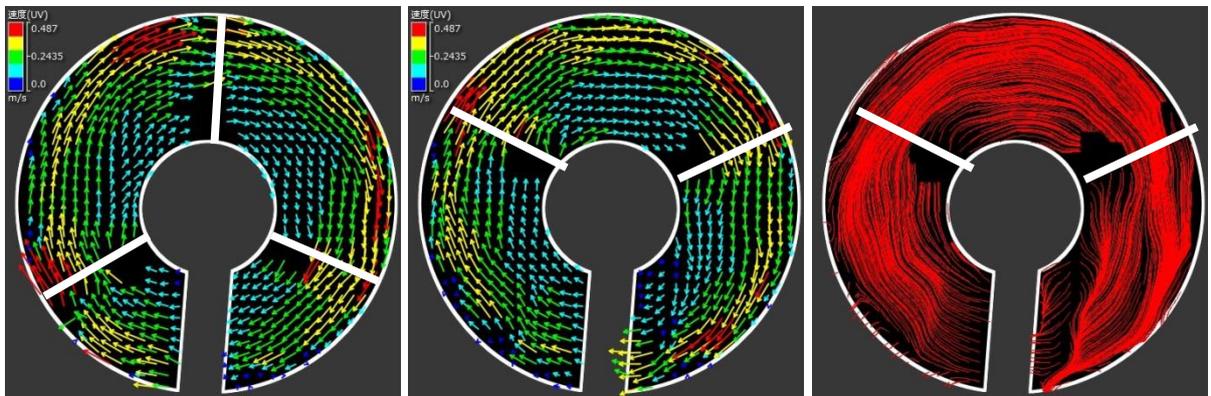
(b) $Re = 41$



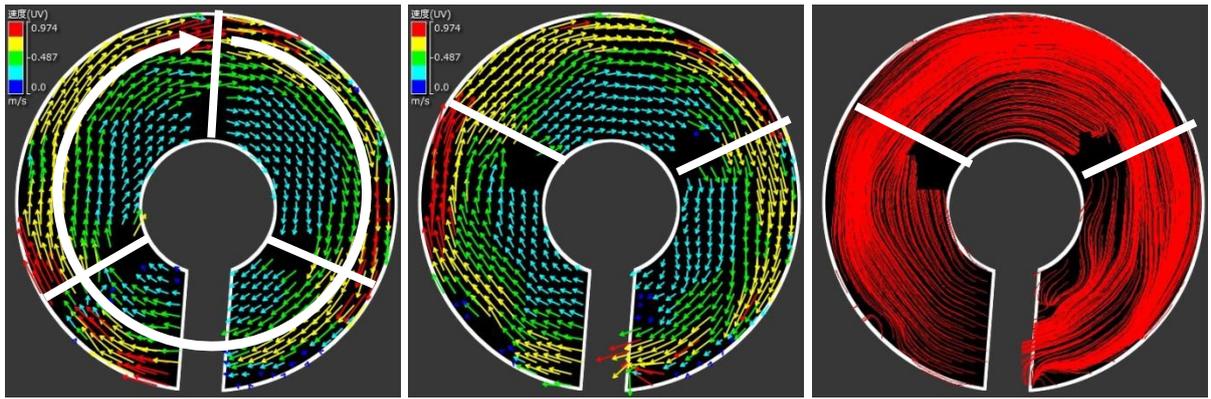
(c) $Re = 164$



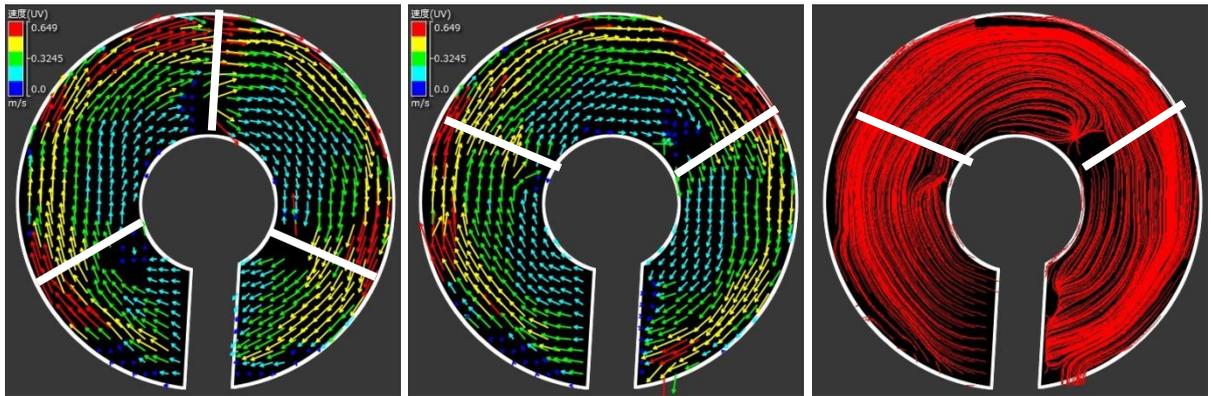
(d) $Re = 1363$



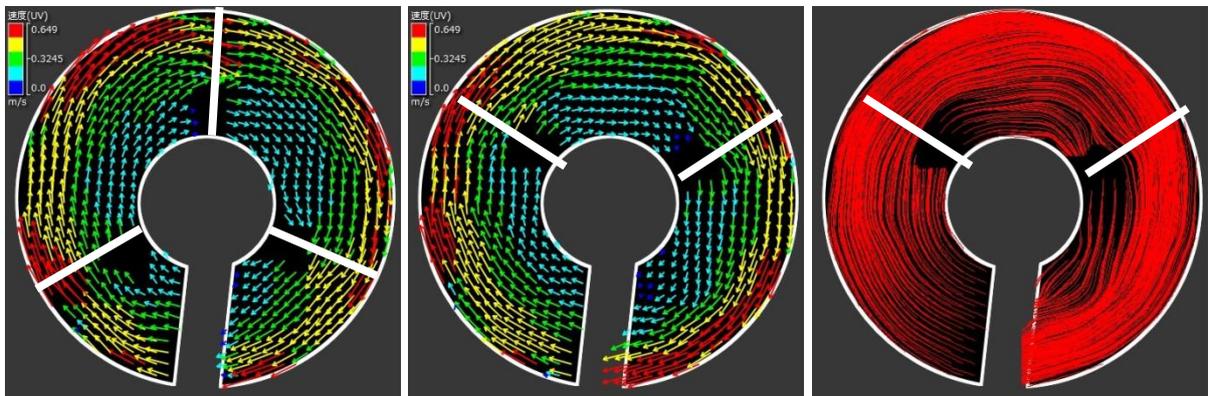
(e) $Re = 3072$



(f) $Re = 6144$



(g) $Re = 9500$

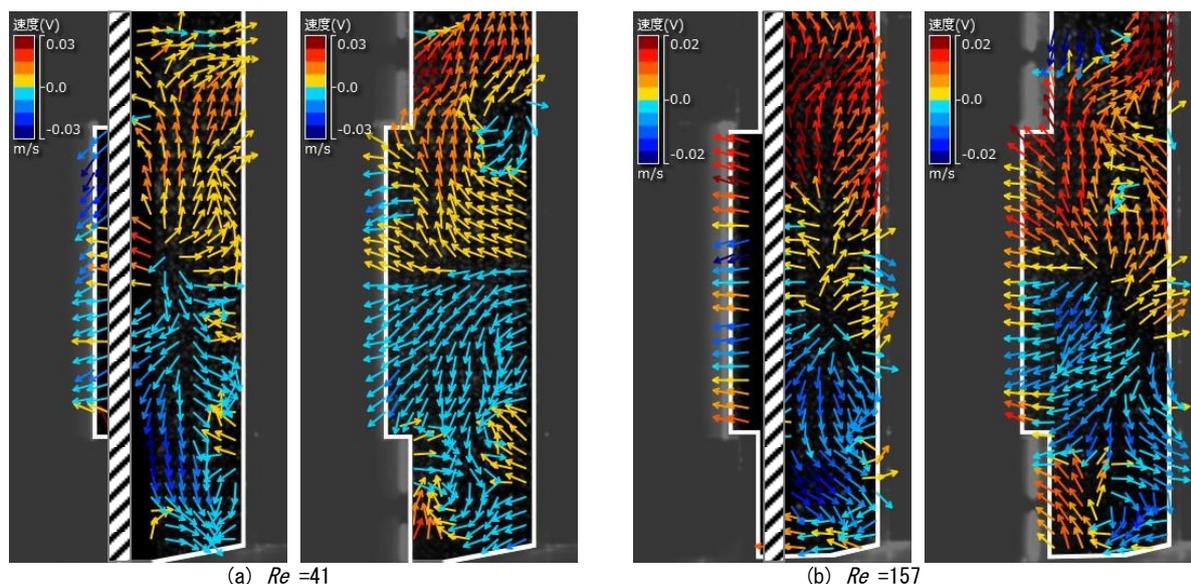


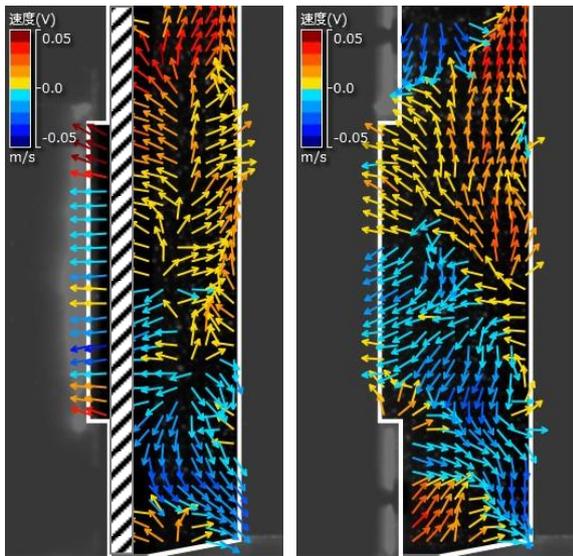
(h) $Re = 22512$

図8 水平面における攪拌レイノルズ数の影響

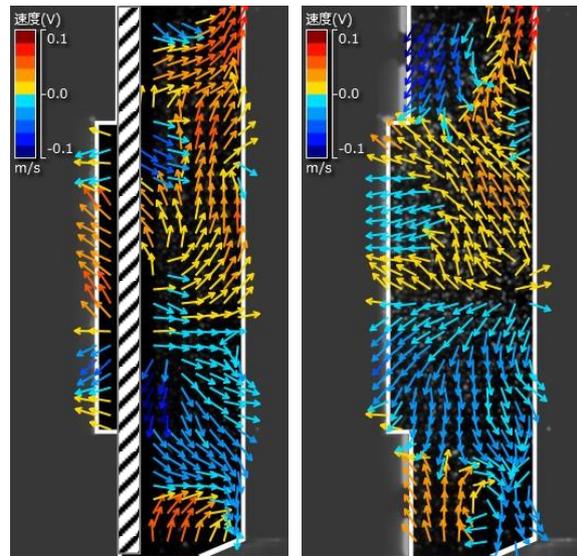
2. 2. 4. 垂直面における攪拌レイノルズ数の影響

均一混合に有効な流動状態は軸に平行な方向の流れである上下循環流であり、製氷部内全体の流体の循環、入れ替わりに寄与するとされている²⁾。掻き取り刃の攪拌レイノルズ数変化による製氷部垂直面の流動状態を図9に示す。左図は掻き取り刃が正面0度の位置、右図は60度回転後の主な流動状態を示しており、120度回転後、掻き取り刃は再び元の位置0度に戻ってくる。左図の掻き取り刃の位置をハッチングで示している。掻き取り刃の回転の影響が大きい左図の流動状態は、圧力差によって上部は上昇流、下部は下降流が形成され、層流域から乱流域にわたって全ての攪拌レイノルズ数に同様な流動状態が見られた。掻き取り刃の回転の影響が小さい右図の層流・遷移域では、上部と下部で流れが分離し、上部では主に上昇流、下部では下降流となっている。そのため、下部で滞留が起こり、下部から上部あるいは上部から下部にかけての循環が行われておらず、上部からの氷粒子の排出に悪い影響を及ぼすと考えられる。攪拌レイノルズ数 Re が小さい程上部の軸付近からの下降流が小さく、狭い範囲で流れが循環していることが分かる。攪拌レイノルズ数 $Re=411$ から上部から下部にかけて下降流が見られ始めたが、壁面付近の上昇流は上部のみでしか見られないため上部のみでしか循環がなされていない。攪拌レイノルズ数 $Re=6144$ から下部から上部にかけて下降流、上昇流が見られ、全体を大きく循環する流れが見られた。この上下循環流が形成されることによって、氷粒子はより全体へ均一に分散され、スムーズな吐出しが行えると考えられる。よって、この掻き取り刃では上下循環流が発生する攪拌レイノルズ数 $Re=6000$ 以上になる回転数を選ぶことが必要であると考えられる。

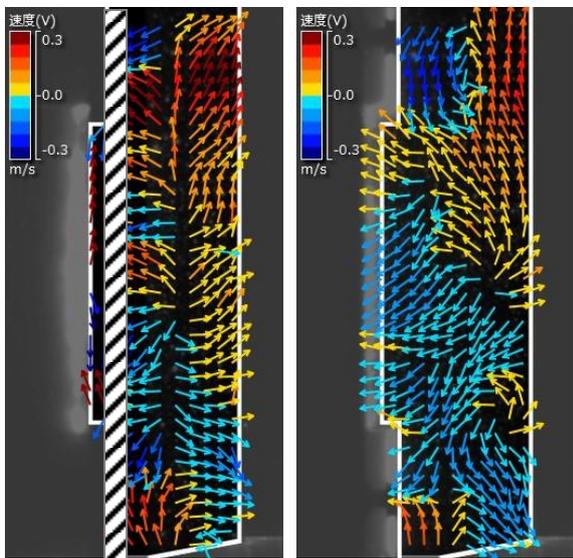




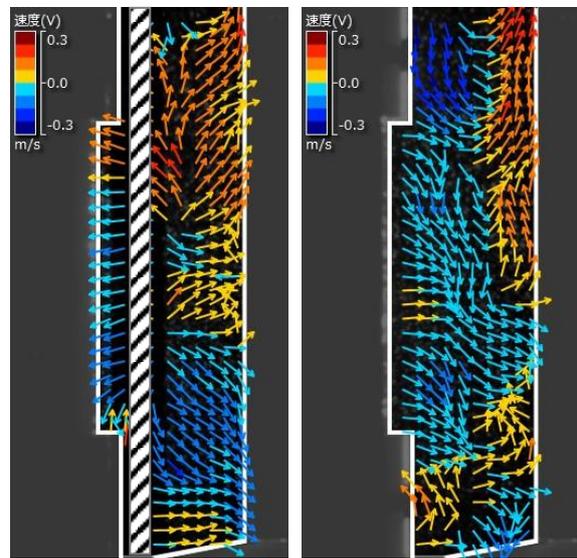
(c) $Re = 179$



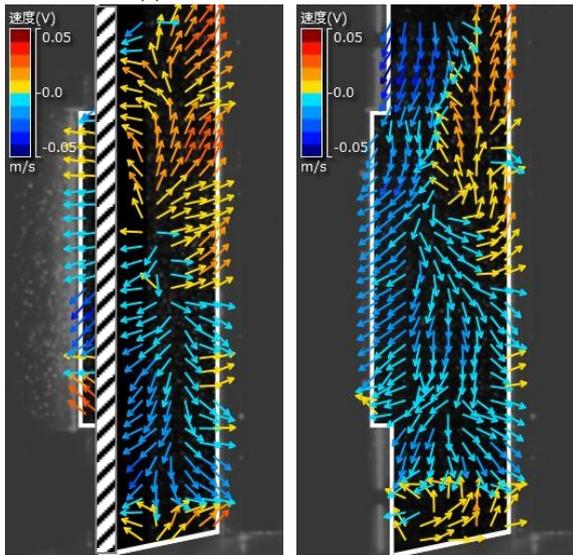
(d) $Re = 243$



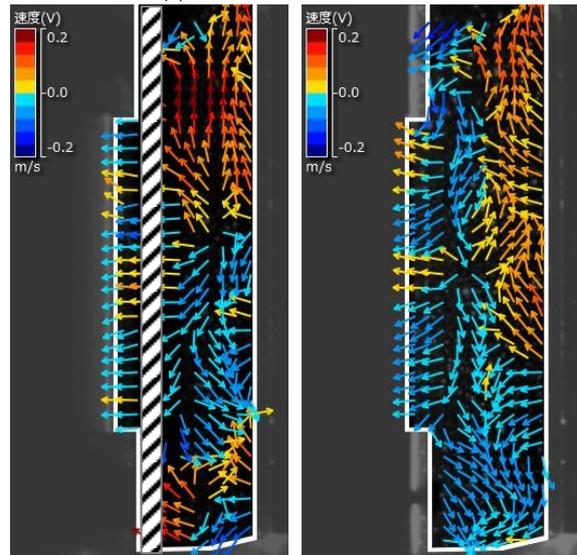
(e) $Re = 359$



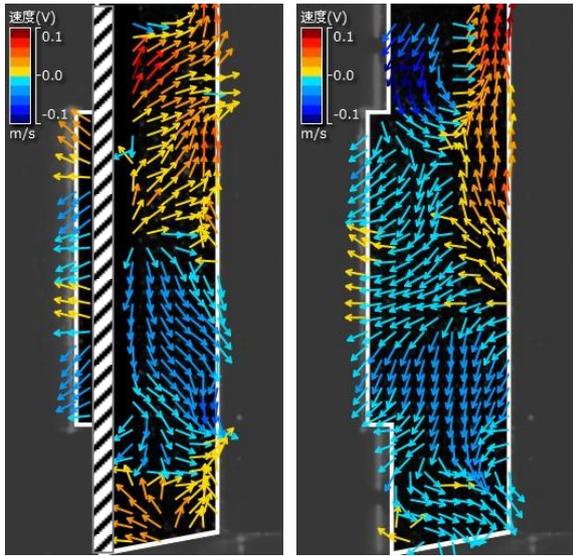
(f) $Re = 411$



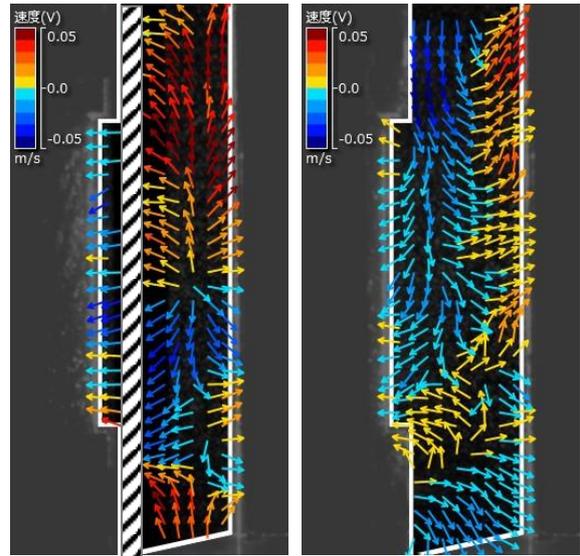
(g) $Re = 1024$



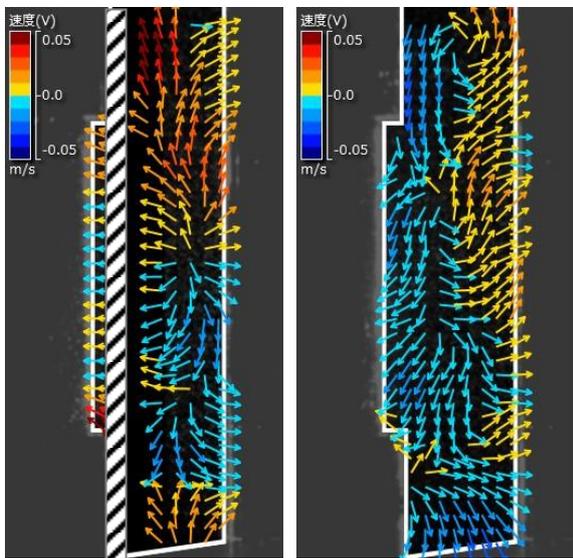
(h) $Re = 1254$



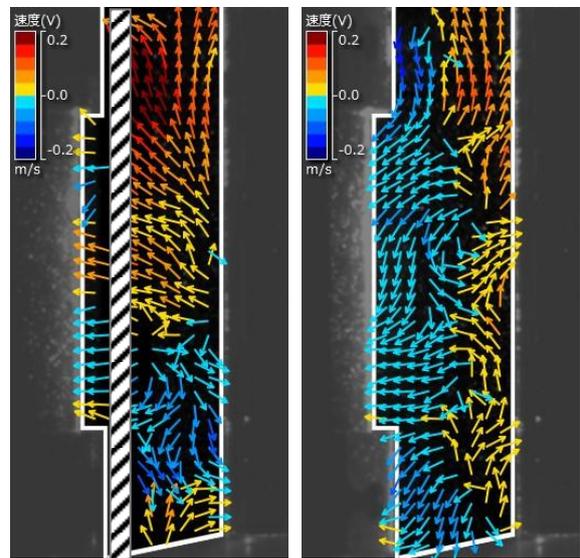
(i) $Re = 3072$



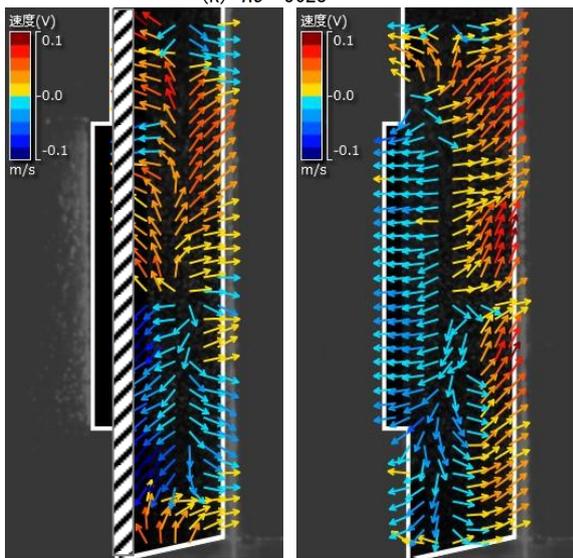
(j) $Re = 4750$



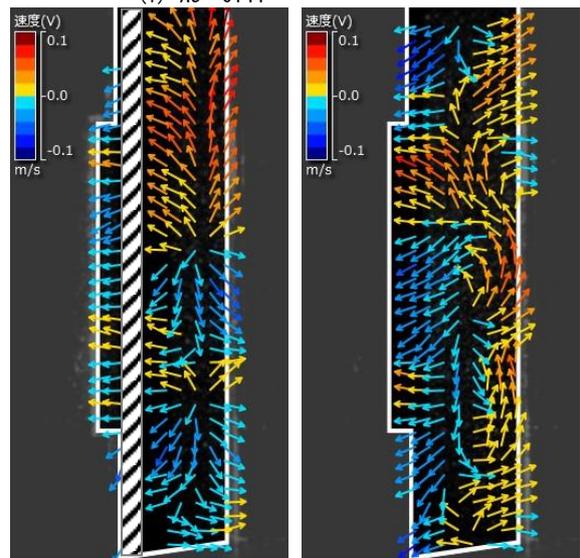
(k) $Re = 5628$



(l) $Re = 6144$



(m) $Re = 9500$



(n) $Re = 16884$

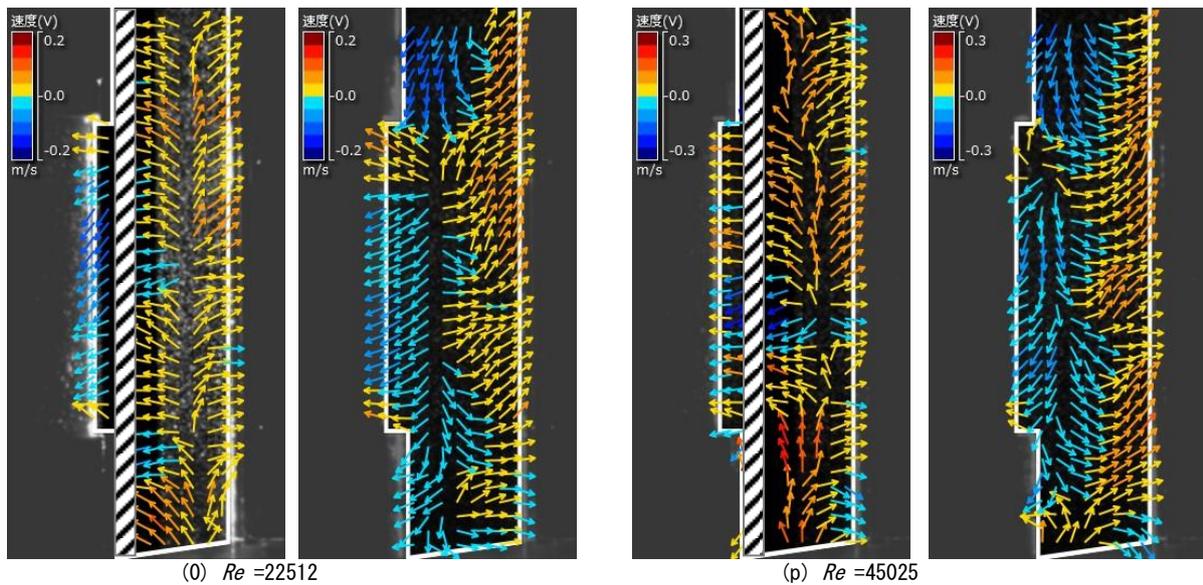


図9 垂直面における攪拌レイノルズ数の影響

3. 氷の切削を伴わない製氷部の所要動力

3. 1. 実験装置および方法

動力実験装置の構成は図1と同じである。

実験に用いた水溶液は、種々の粘度(1、3、5、7、10、15、21、30、54、74、99、151、201、251、278mPa・s)に調整した水あめ水溶液である。掻き取り刃回転数 N は 25min^{-1} ごとに $25\sim 300\text{min}^{-1}$ まで変化させた。

3. 2. 動力実験の結果および考察

3. 2. 1. 掻き取り刃の所要動力

所要動力 P は測定値の1分間の平均値を用いて、回転数 $n[\text{s}^{-1}]$ 、平均トルク $T [\text{N}\cdot\text{m}]$ から $P=2\pi nT$ で計算した。所要動力の測定結果を図10に示す。所要動力は $25、50、75\text{min}^{-1}$ では粘度の影響をあまり受けず、ほぼ一定値であり平均で $0.7\text{W}、1.2\text{W}、1.9\text{W}$ を示した。一方 100min^{-1} 以上になると徐々に粘度の影響が現れ、回転数が高いほどその影響が大きくなった。これより、水溶液の物性値が同じでも、回転数によって所要動力は大きく変化し、 $\mu=278\text{mPa}\cdot\text{s}$ の時、 25min^{-1} と 300min^{-1} では約45倍の違いがある。それぞれの回転数における所要動力は、最小二乗法による近似式を求めれば可能であるが、任意の回転数における所要動力は推定できない。そこで、実験結果より所要動力の近似式を求める。

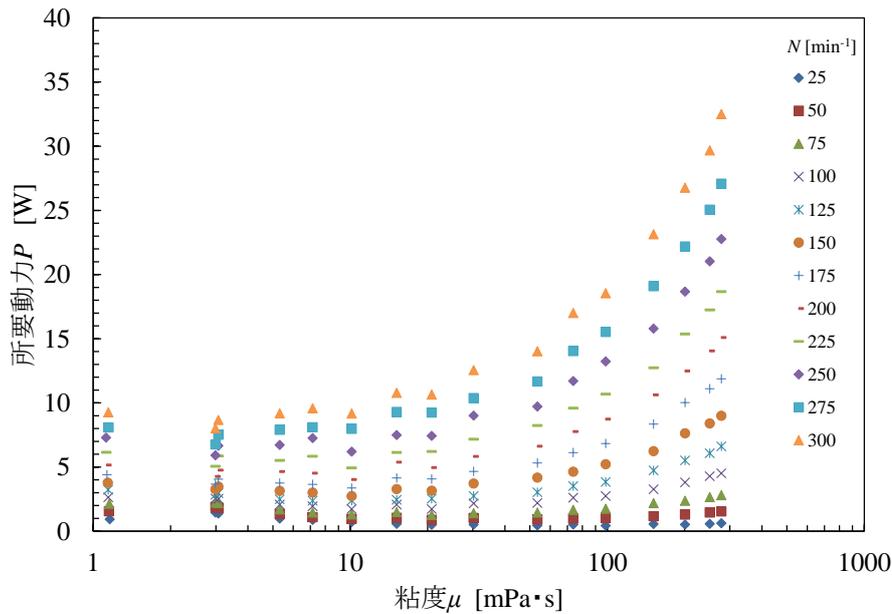


図 10 所要動力と粘度

3. 2. 2. 掻き取り刃の流動抵抗による所要動力

所要動力は掻き取り刃の流動抵抗とメカニカルシールやすべり軸受けによる摩擦抵抗が考えられる。掻き取り刃の流動抵抗を調べるために、掻き取り刃を取り付けずに運転させトルク測定実験を行った。その時の動力が摩擦抵抗によるものと考え、掻き取り刃を取り付けたデータから減算することで掻き取り刃の流動抵抗を求めた。一般に回転翼の動力は、動力数 N_p と攪拌レイノルズ数 Re に相関があると言われている。動力数 N_p は次式で表される。

$$N_p = \frac{P}{\rho n^3 d^5} \cdots (2)$$

ここで、 P : 所要動力[W]、 ρ : 水溶液密度[kg/m³]、 n : 掻き取り刃の回転数[s⁻¹]、 d : 掻き取り刃の直径[m]である。

それらを用いて整理した結果を図 11 に示す。100min⁻¹以上の回転数では攪拌レイノルズ数 Re が大きくなるにしたがい動力数 N_p も小さくなり、少し変動のあるものの動力数 N_p は回転数 N に影響されないことがわかる。攪拌レイノルズ数 Re は流れの乱雑さを示す数値であり、水溶液の物性値や回転数が異なっても、攪拌レイノルズ数 Re が同じであれば相似な流れとみなすことができる。動力数 N_p は攪拌槽内円周方向の掻き取り刃の抗力係数を示しており、相似な流れ場であれば回転数によらず任意の値となる。しかし、25、50、75min⁻¹はそれぞれ異なる値となり、回転数による何らかの要因で動力数 N_p が大きく保たれていると考えられる。

実線は攪拌翼の動力数を精度良く推定できる亀井らの式^{4),5)}であるが、掻き取り刃の実験値とは一致しなかった。

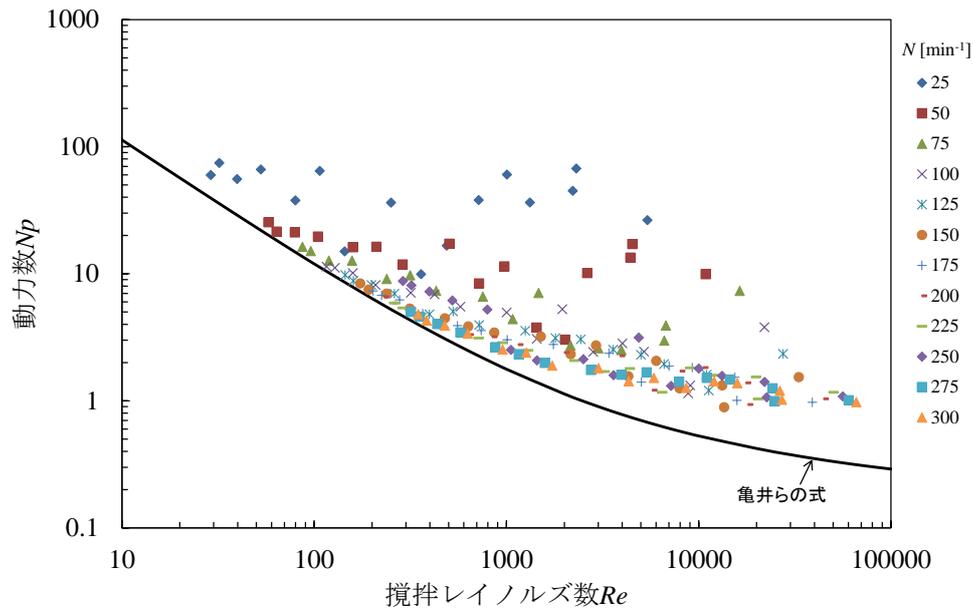


図 11 掻き取り刃の動力数

前項 3.2.1 で 25、50、75 min^{-1} の所要動力はほぼ一定値となることが分かったので、ここでは相関が高いと考えられる 100 min^{-1} 以上について近似式を求める。図 12 は 100~300 min^{-1} の動力数 Np と Re^{-1} の関係を示したものである。図中の実線は多項式回帰曲線である。これより動力数 Np は次式で表すことができる。ただし、 $100\text{min}^{-1} \leq N \leq 300\text{min}^{-1}$ 、 $100 < Re < 70000$ である。

$$Np = -51679 \frac{1}{Re^2} + 1561.9 \frac{1}{Re} + 1.493 \quad \dots (3)$$

(3) 式を用いてプロットしたものが図 13 である。実線は近似式であり、回転数 100 min^{-1} 以上、攪拌レイノルズ数 Re が 100~70000 の範囲であれば Np を近似できることがわかる。以上より、掻き取り刃の流動抵抗による所要動力を P_1 とすると P_1 は (2) 式の関係から (4) 式より求めることができる。

$$P_1 = \rho n^3 d^5 \left(-51679 \frac{1}{Re^2} + 1561.9 \frac{1}{Re} + 1.493 \right) \quad \dots (4)$$

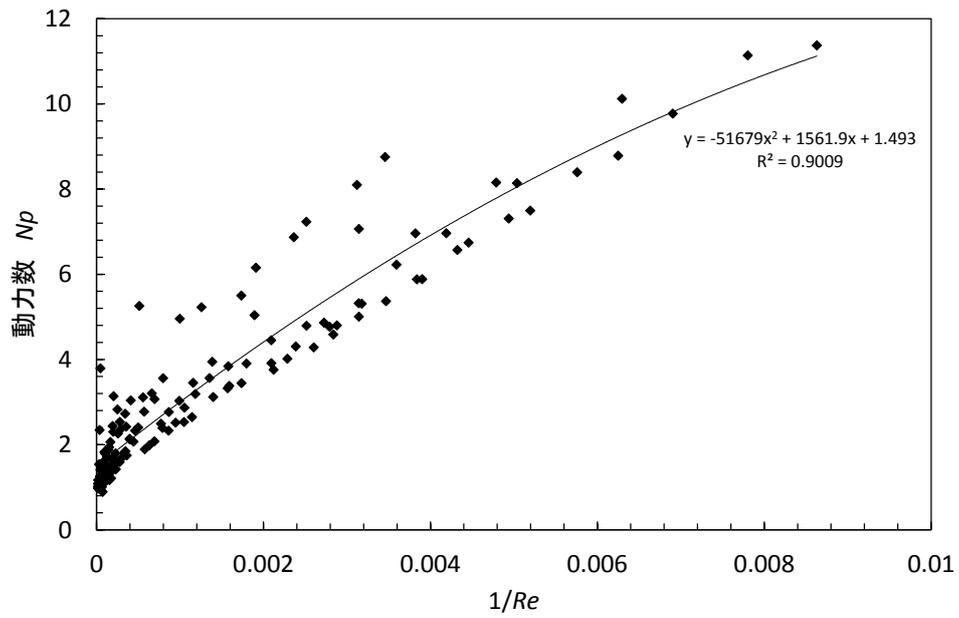


図 12 動力数と $1/Re$

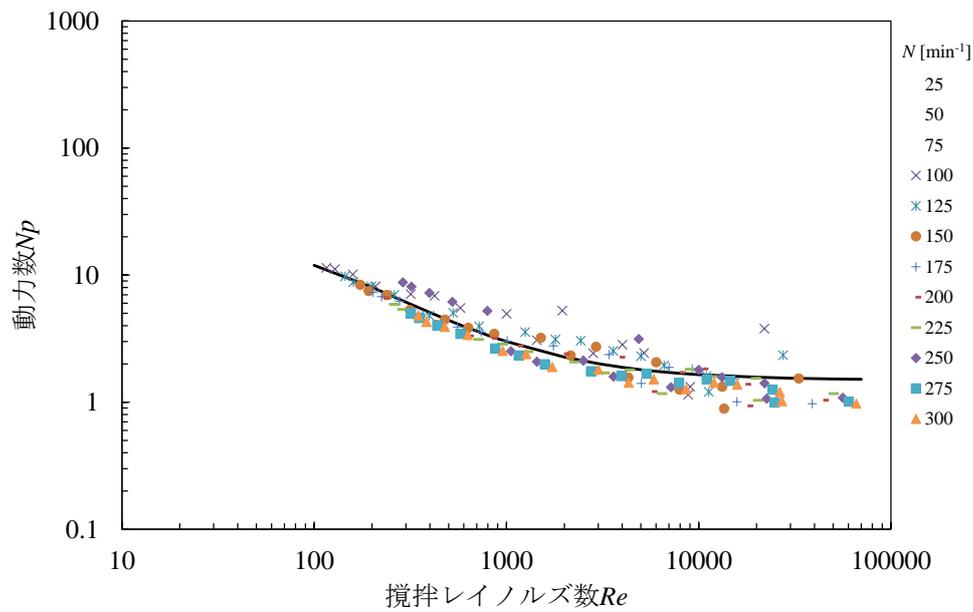


図 13 動力数の近似

3. 2. 3. メカニカルシールやすべり軸受けの摩擦抵抗による所要動力

図 14 は掻き取り刃を取り付けずにトルク測定実験を行い、メカニカルシールとすべり軸受けの摩擦抵抗による所要動力 P_2 を求めた結果である。粘度が高くなると所要動力 P_2 は増加し、また回転数 N が高いほどその影響も大きくなる傾向が見られた。しかし、粘度が高いと必ず所要動力 P_2 が増加する訳ではなく 25、50、75 min^{-1} において所要動力 P_2 は 1~3 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ の範囲で増加し、その後 30 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ まで緩やかに減少、再び増加した。100 min^{-1} 以上では所要動力 P_2 は 1~7 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ の範囲で減少し、以降増加した。

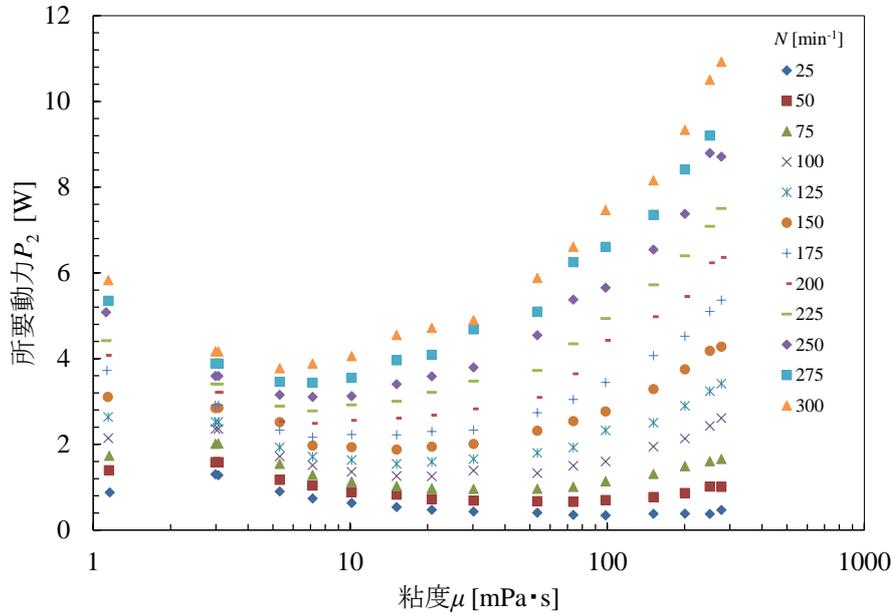


図 14 メカニカルシールと軸受けによる所要動力 P_2

その原因について考察する。本実験装置ではメカニカルシールとすべり軸受けは水溶液に浸されており、水溶液の粘度、回転数によって摩擦トルクが変化したと考えられる。図 15 はメカニカルシールと軸受けの摩擦トルク T_2 と粘度 μ の関係を示したものである。摩擦トルク T_2 は回転数 N が低いと 30 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ までは減少する傾向が見られ、回転数 N が高いほど摩擦トルク T_2 は小さくなった。しかし、30 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ より大きくなると、25 min^{-1} 以外の回転数 N では増加した。回転数 N が高いほど摩擦トルク T_2 が減少する理由は、メカニカルシール摺動面に塗布してあるワセリンが温度上昇によって粘度が低下したためと考えられる。また、水溶液粘度が高くなると安定した膜厚が得られ摩擦トルク T_2 は減少するが、ある値以上になると粘性による抵抗が大きくなり増加したと考えられる。

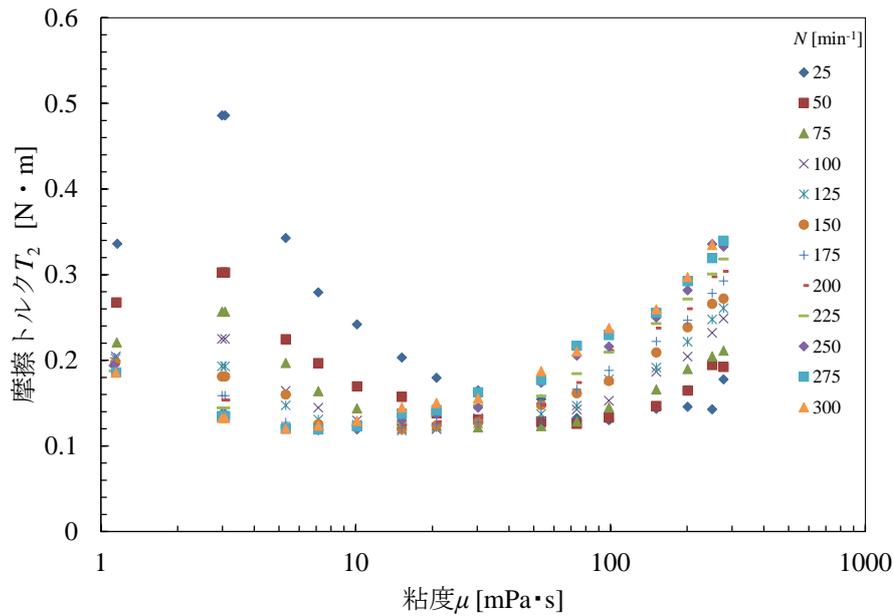


図 15 摩擦トルク T_2

次に、 100min^{-1} 以上で適用可能な所要動力 P_2 の近似式を算出する。これまでに、摩擦トルク T_2 は粘度、回転数に影響を受けることが分かった。そこで摩擦トルク T_2 は、

$$T_2 = C_1(\mu n)^2 + C_2(\mu n) + C_3$$

で表されるとする。ここで C_1 、 C_2 、 C_3 :定数、 n :回転数 $[\text{s}^{-1}]$ である。図 16 に摩擦トルク T_2 と μn の関係を示す。 100min^{-1} 以上における摩擦トルク T_2 は、 $1\sim 7\text{mPa}\cdot\text{s}$ の範囲(図中青)では減少傾向、 $10\sim 278\text{mPa}\cdot\text{s}$ (図中赤)では増加傾向を示したので、それぞれの範囲で近似式(5)、(6)を算出した。

$$T_2 = 176.14(\mu n)^2 + 9.1639(\mu n) + 0.2327 \quad (1\text{mPa}\cdot\text{s} \leq \mu \leq 7\text{mPa}\cdot\text{s}) \quad \dots (5)$$

$$T_2 = -0.0917(\mu n)^2 + 0.2919(\mu n) + 0.1121 \quad (10\text{mPa}\cdot\text{s} \leq \mu \leq 278\text{mPa}\cdot\text{s}) \quad \dots (6)$$

よって、摩擦抵抗による所要動力 P_2 $[\text{W}]$ は $100\text{min}^{-1} \leq N \leq 300\text{min}^{-1}$ 範囲で、

$$P_2 = 2\pi n\{176.14(\mu n)^2 + 9.1639(\mu n) + 0.2327\} \quad (1\text{mPa}\cdot\text{s} \leq \mu \leq 7\text{mPa}\cdot\text{s}) \quad \dots (7)$$

$$P_2 = 2\pi n\{-0.0917(\mu n)^2 + 0.2919(\mu n) + 0.1121\} \quad (10\text{mPa}\cdot\text{s} \leq \mu \leq 278\text{mPa}\cdot\text{s}) \quad \dots (8)$$

から求めることができる。

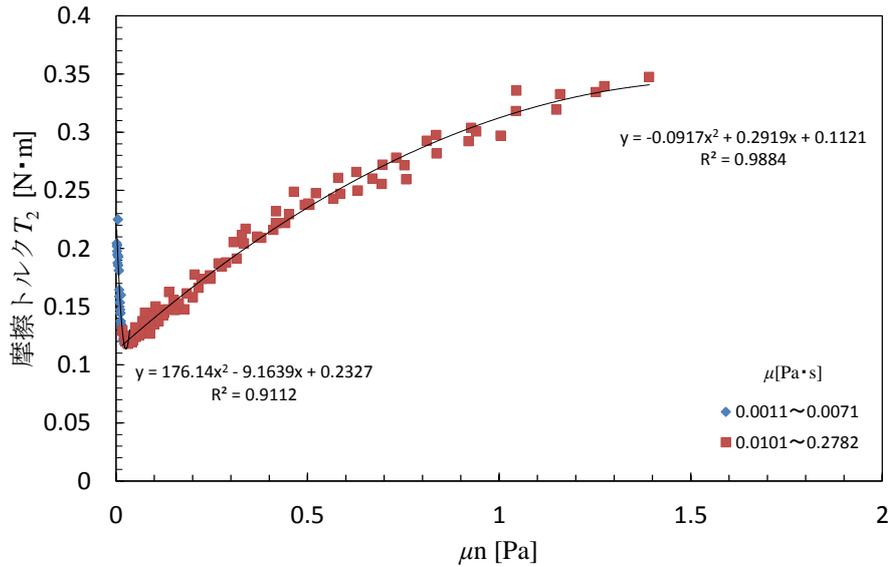


図 16 摩擦トルク T_2 と μn

3. 2. 4. 掻き取り刃の所要動力の近似式

以上より、氷の切削を伴わない所要動力 P は以下の (9) ~ (11) 式で求めることができる。25~75 min^{-1} までは粘度 μ によらずほぼ一定値となったことから、100 min^{-1} 未満までの所要動力は回転数 $n[\text{s}^{-1}]$ に対して簡単な 1 次式で表した。

$$P = 1.44n + 0.0667 \quad (0\text{min}^{-1} < N < 100\text{min}^{-1}) \quad \dots (9)$$

$P = P_1 + P_2$ より、100 $\text{min}^{-1} \leq N \leq 300\text{min}^{-1}$ の範囲かつ $1\text{mPa}\cdot\text{s} \leq \mu \leq 7\text{mPa}\cdot\text{s}$ の範囲で、

$$P = \rho n^3 d^5 \left(-51679 \frac{1}{Re^2} + 1561.9 \frac{1}{Re} + 1.493 \right) + 2\pi n \{ 176.14(\mu n)^2 - 9.1639(\mu n) + 0.2327 \} \quad \dots (10)$$

$7\text{mPa}\cdot\text{s} < \mu \leq 278\text{mPa}\cdot\text{s}$ では、

$$P = \rho n^3 d^5 \left(-51679 \frac{1}{Re^2} + 1561.9 \frac{1}{Re} + 1.493 \right) + 2\pi n \{ -0.0917(\mu n)^2 + 0.2919(\mu n) + 0.1121 \} \quad \dots (11)$$

これらの式を用いてプロットしたものが図 17 である。実験値に対して 100 min^{-1} 以下の回転数では、 $\pm 50\%$ 、100~300 min^{-1} では $-30 \sim 20\%$ 程度の誤差で所要動力 P を算出できた。

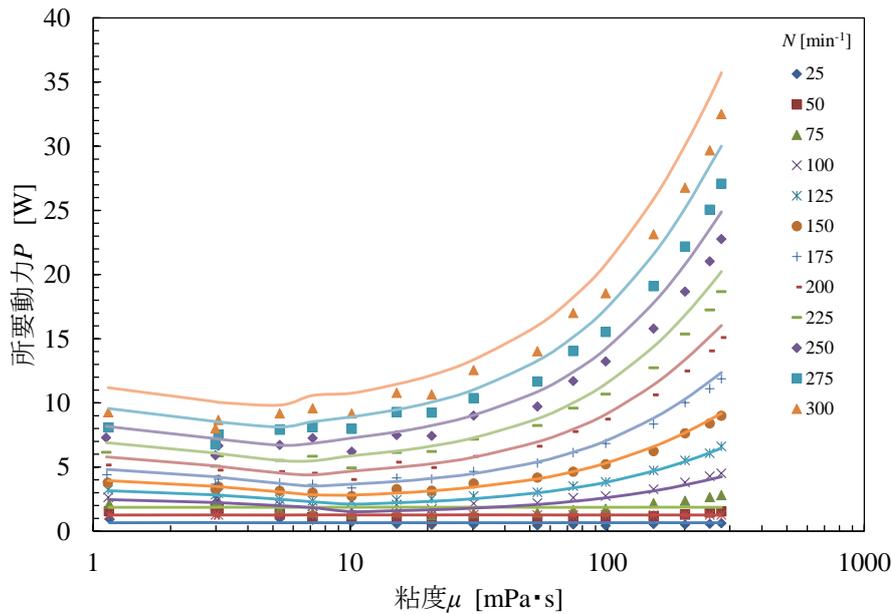


図 17 所要動力の近似結果

4. スクローズ水溶液における最適回転数と所要動力

PIV 計測結果より、掻き取り刃の攪拌混合に最適な攪拌レイノルズ数は $Re=6000$ 以上であることが分かった。そこで、製氷実験に用いられているスクローズ水溶液の最適回転数を求める。昨年度スクローズ水溶液の凝固点における粘度 μ および密度 ρ の測定は行っており、その測定結果を用いる。しかし、濃度 40°Brix 以上の粘度・密度については測定を行っておらず、それ以上の値については近似式を用いる。その近似式を図 18 に示し、粘度 μ 、密度 ρ と濃度との関係から求めた。これより、粘度 $\mu[\text{Pa}\cdot\text{s}]$ と密度 $\rho[\text{kg}/\text{m}^3]$ はそれぞれ (12)、(13) 式で求めることができる。

$$\mu = 0.0008x^2 + 0.00199x - 6.2362 \quad \dots(12)$$

$$\rho = 4.6272x + 998.84 \quad \dots(13)$$

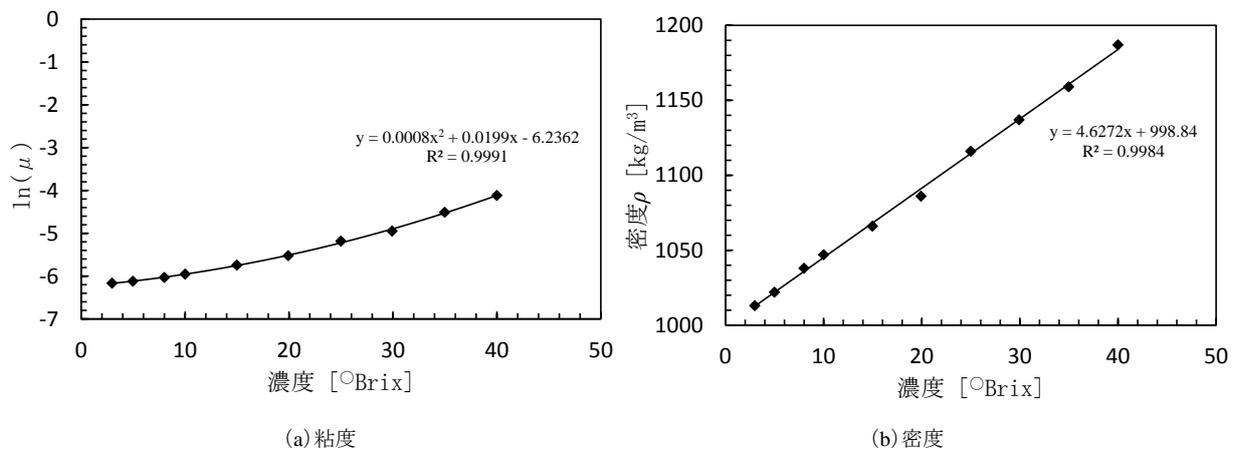


図 18 粘度・密度と濃度の関係

最適回転数 $N[\text{min}^{-1}]$ は攪拌レイノルズ数 Re の計算式を用いて、

$$N = \frac{\mu Re}{\rho d^2} \times 60 \cdots (14)$$

より計算した。所要動力 P は(9)～(11)式を適用した。40°Brix 以上については(11)式は適用外であるが参考値と計算した。

表 1 に各濃度におけるスクロース水溶液の最適回転数と所要動力を示す。最適回転数は粘度が高くなるにつれて上昇し、濃度 40°Brix から装置の許容回転数を超過してしまうことが分かる。

表 1 スクロース水溶液の最適回転数 N と所要動力 P ($Re = 6000$)

濃度 [°Brix]	粘度 μ [mPa·s]	密度 ρ [kg/m ³]	回転数 N [min ⁻¹]	所要動力 P [W]
3	2.1	1013	49	1.3
5	2.2	1022	51	1.3
8	2.4	1038	55	1.4
10	2.6	1047	59	1.5
15	3.2	1066	71	1.8
20	4.0	1086	88	2.2
25	5.6	1116	119	2.3
30	7.1	1137	149	2.7
35	11.0	1159	226	6.0
40	16.3	1187	327	14.1 [※]
45	24.2	1207	477	35.6 [※]
50	39.1	1230	757	130.6 [※]
55	65.8	1253	1249	571.7 [※]
60	115.1	1276	2145	2902.2 [※]
65	209.6	1299	3837	16810.4 [※]
67.9	302.2	1313.03	5477	49313.0 [※]

※参考値

5. おわりに

掻き取り構造が可視化可能な製氷部での本年度の取り組み以下にまとめる。

- (1) 製氷部内溶液中の氷粒子の流動状態は、水溶液の粘度 μ や密度 ρ 、運転回転数 N に関する攪拌レイノルズ数 Re によって評価できることが分かった。
- (2) 掻き取り刃はアンカー翼と同様に旋回流であり、上下循環流は乏しくなる。
- (3) 攪拌レイノルズ数 $Re=6000$ 程度から折りたたみの少ない旋回流となり、上下循環流が発生する。これより、攪拌レイノルズ数 $Re=6000$ 以上になるよう回転数 N を選ぶ必要がある。
- (4) 所要動力 P の算出式を求め、100min⁻¹ 未満では±50%、100～300min⁻¹ では-30～20%程度の誤差で所要動力 P の算出式を求めた。

0min⁻¹ < N < 100min⁻¹ において、

$$P = 1.44n + 0.0667$$

100min⁻¹ ≤ N ≤ 300min⁻¹ かつ 1mPa·s ≤ μ ≤ 7mPa·s かつ 100 < Re < 70000 の範囲で、

$$P = \rho n^3 d^5 \left(-51679 \frac{1}{Re^2} + 1561.9 \frac{1}{Re} + 1.493 \right) + 2\pi n \{ 176.14(\mu n)^2 - 9.1639(\mu n) + 0.2327 \}$$

$100\text{min}^{-1} \leq N \leq 300\text{min}^{-1}$ かつ $7\text{mPa}\cdot\text{s} < \mu \leq 278\text{mPa}\cdot\text{s}$ かつ $100 < Re < 70000$ の範囲では、

$$P = \rho n^3 d^5 \left(-51679 \frac{1}{Re^2} + 1561.9 \frac{1}{Re} + 1.493 \right) + 2\pi n \{ -0.0917(\mu n)^2 + 0.2919(\mu n) + 0.1121 \}$$

(5) スクロース水溶液の最適回転数 N と所要動力 P を推定できた。

参考文献

- 1) 高田一貴、伊藤久善、菊池雅彦、岡本幸道、2 段ワイドパドル翼付き攪拌槽内の流動・混合特性、化学工学論文集 **25**(1999)、pp.253-258.
- 2) 高橋幸司、層流域で操作される攪拌槽の物質および熱移動に関する研究、東北大学博士論文(1981)。
- 3) 井上義郎、高岡大、岡田文太郎、岩網和也・橋本俊輔・平田雄志、流脈線に基づく攪拌槽内の混合機構の解析、化学工学論文集 **35**(2009)、pp.265-273.
- 4) 加藤禎人、平岡節郎、亀井登、多田豊、攪拌層の設計・操作における攪拌所要動力の重要性、化学工学論文集 **35**(2009)、pp.211-215.
- 5) 加藤禎人、亀井登、多田豊ほか、広いレイノルズ数領域におけるアンカー翼の攪拌所要動力、化学工学論文集 **37**(2011)、pp.19-21.

【2-2-2】製氷可能な実験装置での評価

1. はじめに

本凍結濃縮装置の製氷部は、二重円筒の外筒に冷媒を循環させ、内筒に水溶液を循環させることで、内筒内壁に薄い氷の膜（以下、氷膜）を作り、その氷膜表面に生成された氷を掻き取り刃で掻き取ることで微細な氷粒子と水溶液の混合状態をつくる。この混合物から遠心分離機を使用し、氷粒子を取り除くことで濃縮を行うものである。この懸濁結晶法による凍結濃縮法において、氷と水溶液との分離効率、また、装置の製氷効率は重要なファクターである。本事業では、氷と水溶液の分離効率に影響が大きな氷粒子径について、冷却機器にサーモチラーを使用し、水溶液の濃度変化による氷粒子径の違いを調べた。また、製氷効率については、これまでの研究から掻き取る際の氷膜が数百 μm の厚さの違いで製氷効率に影響を及ぼすことが明らかになっている。そこで、氷膜の熱伝導率を調べるため、水溶液濃度や氷膜厚さをパラメータにして、氷膜の性状に関する評価を行った。

2. 1. 製氷による濃度と氷粒子径の関係

懸濁結晶法による凍結濃縮装置の操作において、水溶液と氷粒子の分離効率は非常に重要な要素である。現在、水溶液と氷粒子の分離を行う際に、遠心分離機内部のバスケットにフィルターを取り付けることにより氷粒子のみを遠心分離機内に残留させることで水溶液と氷粒子の分離を行っている。しかし、フィルターへの水溶液の浸透や、氷粒子表面への水溶液の付着から、水溶液の回収率が低下してしまうことが問題点として挙げられる。我々は水溶液の回収率 90%以上を目標として装置の検討を行っており、分離効率の向上には氷粒子の形状、粒径を知ることが求められる。なぜなら、1つの理由として氷粒子の大きさの把握が可能となれば、氷粒子の回収が良く、なおかつ水溶液の分離に適するフィルターの選定が行え、回収率の向上に繋がるためである。しかし、懸濁結晶法により生成された氷粒子の大きさと水溶液の種類と濃度の関係を明らかにした報告はほとんど見られず、生成された氷について、その画像を掲載されたものがほとんどである。そこで、懸濁結晶法により生成した氷粒子を撮影し、氷粒子径を計測することで、濃度変化による氷粒子特性の評価を行った。

2. 2. 実験方法

2. 2. 1. サーモチラーの組み込み

凍結濃縮装置の製氷部では、液状食品などの水溶液と冷媒の熱交換を行うことで伝熱面に氷膜を発生させ、氷膜表面に生成された氷を掻き取り刃で掻き取ることで氷粒子を生成させている。そこで、製氷部の二重円筒の外筒に流入する冷媒が最も製氷に適する温度を調べなければならない。

一般に用いられる冷却は、図1に示す冷凍装置サイクルが用いられている。これに冷媒としてフルオロカーボン冷媒 R404A を使用し、冷凍装置内にある、膨張弁の開度を変えることにより冷媒の温度調節を行う。フルオロカーボン冷媒は製氷部の二重円筒の外筒に霧状にした冷媒を送り込み、これが蒸発することで、潜熱により冷却を行っている。しかし、製氷部で熱交換が十分に行われないと液体の冷媒が冷凍装置の圧縮機に入ってしまう、冷凍装置が故障する原因となる。

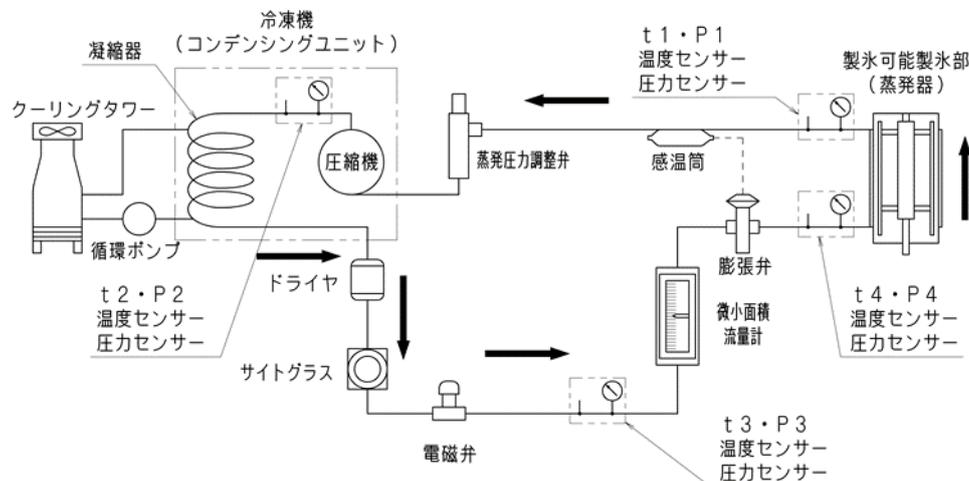


図1 冷凍サイクル

そこで、実験にはサーモチラーを使用することで冷却温度を一定で製氷を行い、冷却温度を安定させた状態、すなわち冷媒と水溶液の温度差をできるだけ一定にさせた状態にて生成される氷粒子径を計測することにした。この二次冷媒には、不凍液である60%エチレングリコールを使用し、冷凍機 HRZ(SMC社、HRZ002-L1-DY)内のフルオロカーボン冷媒 (R404A) により不凍液を冷却し、この不凍液を製氷機に送ることで、不凍液の顕熱により水溶液の冷却を行う。サーモチラーでは不凍液を -20°C まで設定することができ、フルオロカーボン冷媒を使用したときに近い冷却温度が得られる。

サーモチラーのフローを図2,3に示す。

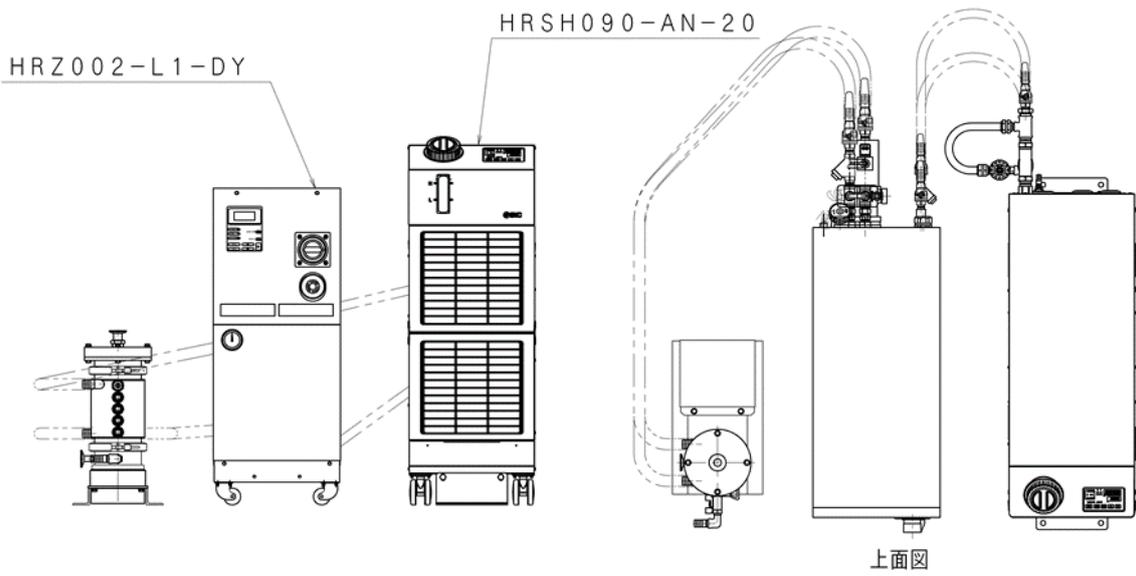


図2 サーチラー

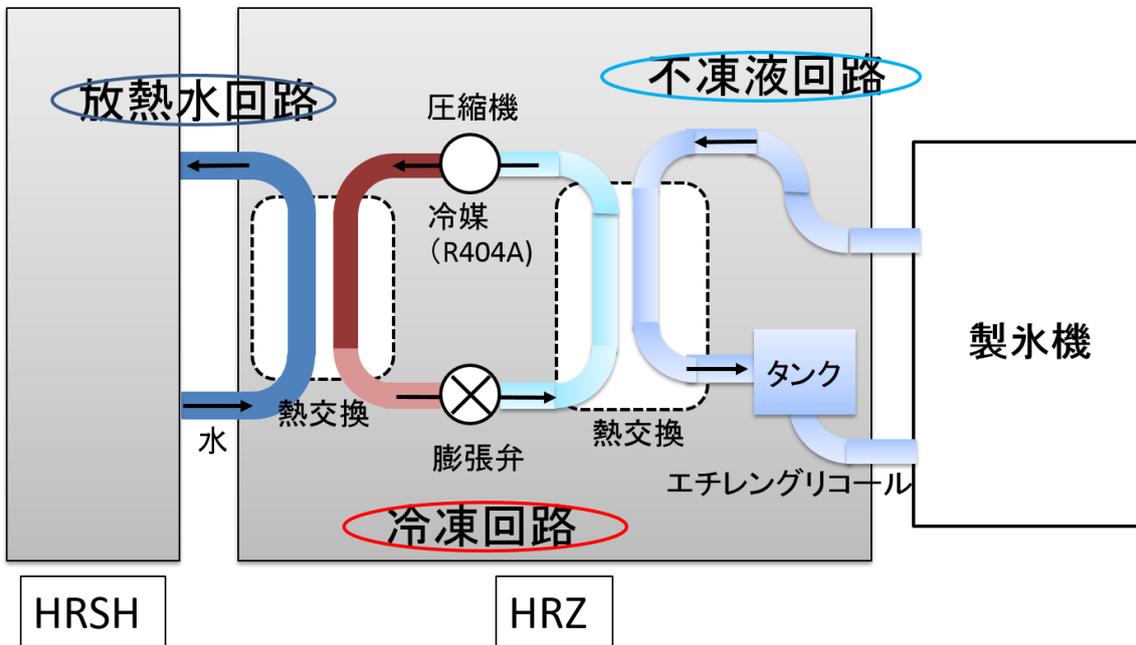


図3 サーチラーフロー

サーモチラーによって温度調節された不凍液を製氷部の二重円筒の間に下部より流入させ、その顕熱により二重円筒の内筒内壁に氷膜を形成させ、氷膜表面に出来た氷を掻き取り刃で削り取ることで製氷を行う。また、掻き取り刃回転速度については、インバータ（三菱製、FR-D720-0.4K）により変更可能である。図4に本実験で使用した製氷装置を示す。

実験では図4のように製氷部上部に亚克力製（内径φ124mm、高さ450mm）の円筒を製氷機上部に取り付け、円筒内部に水溶液を入れることで製氷を行った。温度センサー（チノー製、T型熱伝対）により、恒温室内の雰囲気温度及び溶液温度を測定し、ブリックス計（アタゴ社製、RX-5000α-Plus）により水溶液濃度を3回測定した。氷粒子の撮影については、デジタルマイクロスコープ（キーエンス製、VHX-500F）を使用し撮影、粒子径の計測を行った。

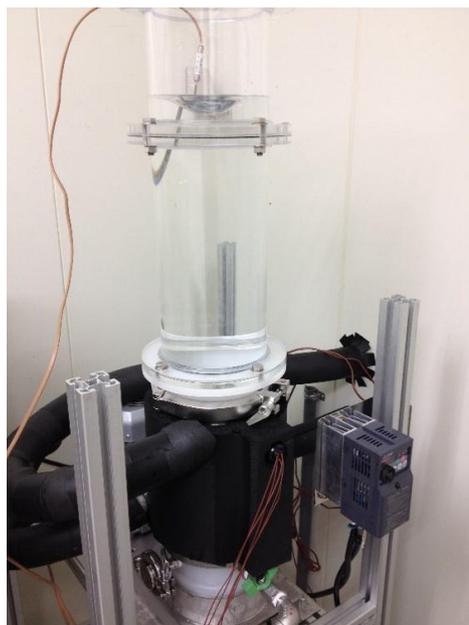


図4 製氷機及び亚克力円筒

2. 2. 2. 実験手順

実験には果汁などの濃縮を想定し、果汁に含まれる代表的な糖類である、スクロース（ $C_{12}H_{22}O_{11}$ 、分子量 342.3g/mol）を水に溶解させて使用した。実験条件としては表1の通りである。

表1 実験条件

室温[°C]	15
掻き取り刃回転数[min^{-1}]	200
クリアランス[mm]	0.75
不凍液温度[°C]	-20

クリアランスとは、製氷部二重円筒の内筒壁面と、掻き取り刃との距離である。また、不凍液温度はサーモチラーにより調節を行った。

スクロース水溶液量と濃度の設定について、表2の条件にて実験を行った。

表2 実験に用いたスクロース水溶液の濃度

目標濃度[°Brix]	10	15	20	25	30
サンプル濃度[°Brix]	10.06	14.93	19.98	24.90	29.99
水[kg]	6.30	5.95	5.60	5.25	4.90
スクロース[kg]	0.70	1.05	1.40	1.75	2.10
スクロース水溶液[kg]	7	7	7	7	7

この実験では、スクロース水溶液の目標濃度の設定を10から30°Brixとし、濃縮倍率の目標値である、3倍濃縮の値での実験とした。

製氷部内にスクロース水溶液を投入し、表1の実験条件下で製氷を行った。濃度によって粒子径が違ってしまふ影響を考慮して、濃度が0.5%上昇後に、製氷を停止した。次に氷粒子の表面に

付着する水溶液を取り除き、直接氷粒子の撮影を行うために、小型の遠心脱水機（ケーズウェーブ製、 2800min^{-1} ）で2分間脱水し、氷粒子表面の水溶液を取り除いた。その氷粒子をシャーレ（ $\phi 85\text{mm}$ ）上に乗せ、下からライトを当てながらマイクロスコープで氷粒子の撮影を行った。なお、下からライトを当てることで、撮影側の氷粒子の融解を抑制させた。また、撮影倍率は200倍で行った。

図5の様に、マイクロスコープの撮影画面上に縦 $1106\mu\text{m}$ 、横 $1524\mu\text{m}$ の範囲が映し出されるため、その範囲における氷粒子径の計測を行った。代表径は円相当径を使用した。

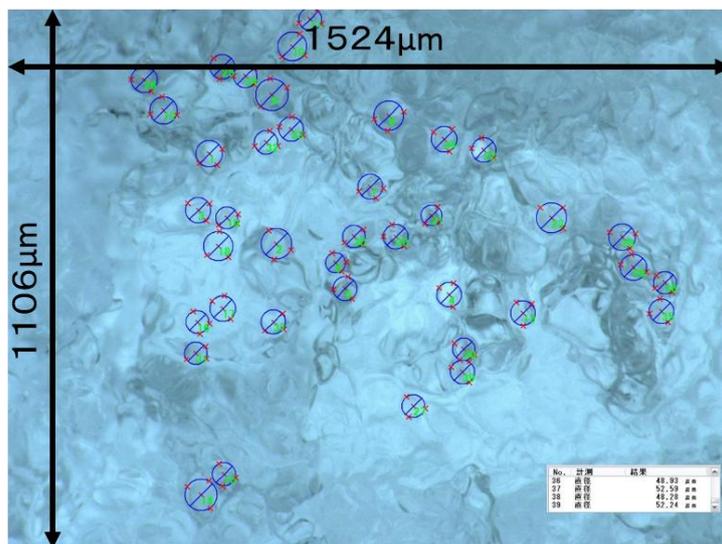


図5 マイクロスコープによる氷粒子の撮影画像

2. 3. 実験結果と考察

氷粒子径を円相当径により測定し、個数基準頻度分布として、全体に対するそれぞれの径の氷粒子が存在している割合を表すと、以下の図6から図10ようになる。それぞれスクロース水溶液濃度が10、15、20、25、 30°Brix の頻度分布を示している。粒子それぞれの円相当径を計測すると、 $10\sim 75\mu\text{m}$ の範囲で分布しているという結果が得られた。また、モード径で比較すると、3倍濃縮値である 10°Brix と 30°Brix では、濃度の上昇によって粒子径が $1/2$ 程度まで小さくなることが確認できた。先行研究において、冷却温度と凝固点の僅かな差によって氷粒子径が変化するというのは分かっているが、今回の実験結果より、濃度が増加するに従って、粒子径が小さくなるのが新たに確認できた。つまり、濃度が上昇するという事は、水溶液粘度が上昇し、氷粒子への水溶液の残留が増大するだけでなく、氷粒子径が小さくなる事により、同体積辺りの表面積が増大する。このため、氷粒子表面に溶液が付着する割合が増大し、水溶液と氷との分離効率を低下させてしまう事につながる。

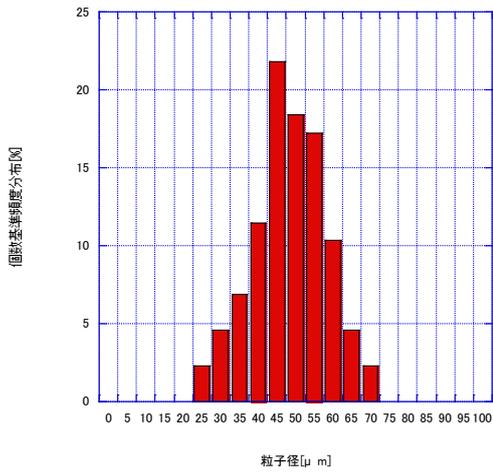


図6 スクロース 10°Brix 時の粒子径

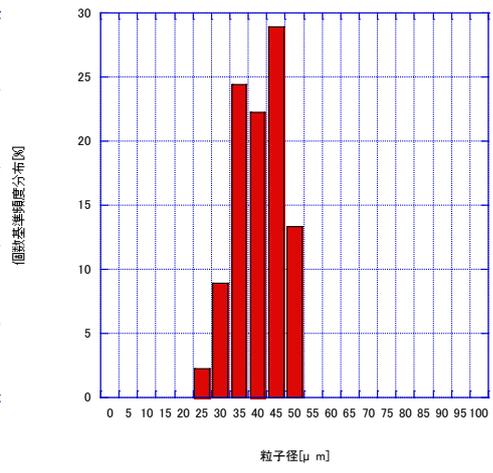


図7 スクロース 15°Brix 時の粒子径

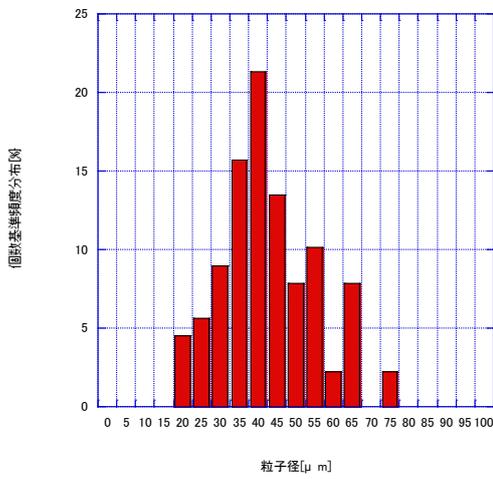


図8 スクロース 20°Brix 時の粒子径

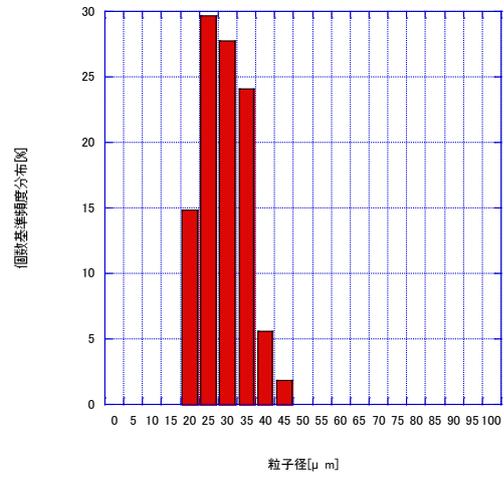


図9 スクロース 25°Brix 時の粒子径

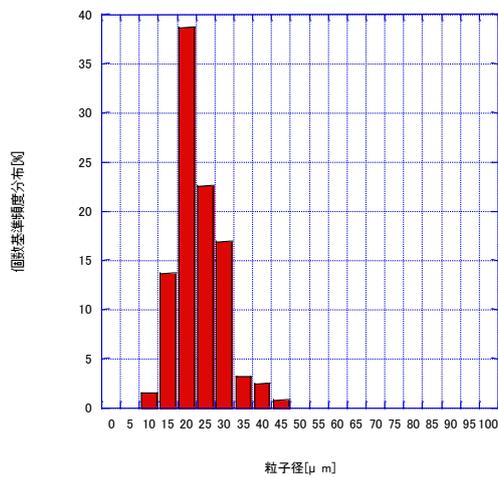


図10 スクロース 30°Brix 時の粒子径

通常の冷却ではフルオロカーボン冷媒を使用し、蒸発するときの潜熱により冷却を行うため、安定した冷却温度が得られなかった。しかし、本実験ではサーモチラーを使用し、冷却温度を一定の状態で製氷を行っている。そのため、冷却温度の影響ではなく、濃度変化が粒子径の変化に影響を与えていると判断できる。これは水溶液濃度が上昇したことで水溶液の粘度が上昇し、円筒内壁に付着する溶液の滞在時間が増大したため、水溶液の熱の交換がより多くされたことで、急速に冷却され、粒子径が小さくなったと考えられる。

参考文献

- 1) 下山田真、柴田正人、石川敬一、浅沼幸治、渡邊乾二、凍結濃縮系における溶液と冷媒の温度差制御による大粒径氷晶の調製、Nippon Shokuhin Kagaku Kogaku Kaishi Vol.44, No.1, 59~61(1997)

3. 1. ジェネレーター内部に生成される氷膜の性状についての検討

製氷部の製氷方法は、内筒壁面に形成させた氷膜を、攪拌機能を兼ね備えた掻き取り刃で掻き取るものである。本方式によるメリットは、伝熱面と掻き取り刃が非接触であることから、掻き取り刃の摩耗が少なく、それに伴い液状食品に異物が混入してしまうという問題が軽減される点である。デメリットとしては、氷膜が冷媒と水溶液の熱交換に悪影響を及ぼすことである。すなわち、氷膜が厚くなるにしたがい製氷効率が低下してしまう。昨年度の取り組みでは、数百 μm という微小な氷膜厚さの変化が製氷効率に大きく影響することが明らかとなり、これを定量的評価に示した。しかし、依然として氷膜の熱物性や性状などが明らかにされていないため、最適な製氷部の設計条件を決定するに至っていない。本報告では、昨年度に引き続き氷膜の影響を明らかにするため、氷膜の熱伝導率についての検証を行った。

3. 2. 実験の概要

伝熱面に形成される氷膜の厚さと、スクロース水溶液の濃度の違いによる氷膜の熱伝導率への影響を調べた。氷膜の熱伝導率を明らかにするためには冷媒とステンレスの間の熱伝達率 h_s とスクロース水溶液と氷膜の間の熱伝達率 h_i の値が必要となるが、本実験ではこれらを個別に求めるのではなく、見かけの熱伝達率として算出することとした。実験1では 0°Brix のスクロース水溶液（真水）を用いて製氷部の見かけの熱伝達率の値を導き、実験2では実験1から得られた見かけの熱伝達率を用いて、スクロース水溶液（ 5°Brix , 10°Brix , 20°Brix ）の濃縮の際に生成される氷膜の熱伝導率の算出を行った。図1に本実験で用いた実験装置の製氷部の写真、図2に製氷部の概略図を示す。

3. 3. 実験方法

①実験 1

まず図 1 中に示す製氷部内の伝熱面と掻き取り刃の隙間(以下、クリアランス)が 0.5mm、1.0mm、1.5mm となる 3 種類の掻き取り刃を順次装着した。次に、各クリアランスにつき市水 6kg を製氷部に投入した。そして製氷運転を開始し、製氷を行った。その際の実験条件は、掻き取り刃の回転数 200min^{-1} 、恒温室の室温 15°C とし、実験時間は過冷却解放から 1 分経過するまでと定めた。また、製氷実験はそれぞれのクリアランスにつき 5 回ずつ行い、データロガー(キーエンス製、NR500 TH-08) を用いて 1 秒毎のデータを収集した。収集したデータの項目を表 1 に示す。



図 1 製氷部の写真

②実験 2

実験方法は実験 1 と同様、3 種類のクリアランスを図 1 中に示す製氷部に順次装着し、 10°Brix のスクロース水溶液 6kg を投入した。スクロース水溶液の調整にはナカライテスク製のスクロースを市水に溶解させ、ブリックス計(アタゴ製、RX-5000 α -Plus) により調整したスクロース水溶液の糖度を確認した。そして製氷運転を開始し、製氷を行った。また、 5°Brix 、 20°Brix のスクロース水溶液も同様に調整、糖度の確認を実施し、3 種類の掻き取り刃を用いて製氷実験を行った。実験条件は実験 1 と同様、掻き取り刃の回転数 200min^{-1} 、恒温室の室温 15°C であり、実験時間は過冷却解放から 1 分経過するまでとした。また、それぞれのクリアランスにつき 5 回ずつ製氷実験を行い、データロガーを用いて 1 秒毎のデータを収集した。収集したデータ項目は実験 1 と同様、表 1 に示したものである。

No.	項目名
1	トルク(N・m)
2	冷媒循環流量(kg/h)
3	恒温室温度($^{\circ}\text{C}$)
4	スクロース水溶液温度($^{\circ}\text{C}$)
5	冷媒の過熱温度($^{\circ}\text{C}$)
6	冷媒の圧縮後温度($^{\circ}\text{C}$)
7	冷媒の凝縮後温度($^{\circ}\text{C}$)
8	冷媒の膨張弁出口温度($^{\circ}\text{C}$)
9	冷媒の蒸発後圧力(MPa)
10	冷媒の圧縮後圧力(MPa)
11	冷媒の凝縮後圧力(MPa)
12	冷媒の膨張弁出口圧力(MPa)

表 1 データロガーで収集したデータ項目

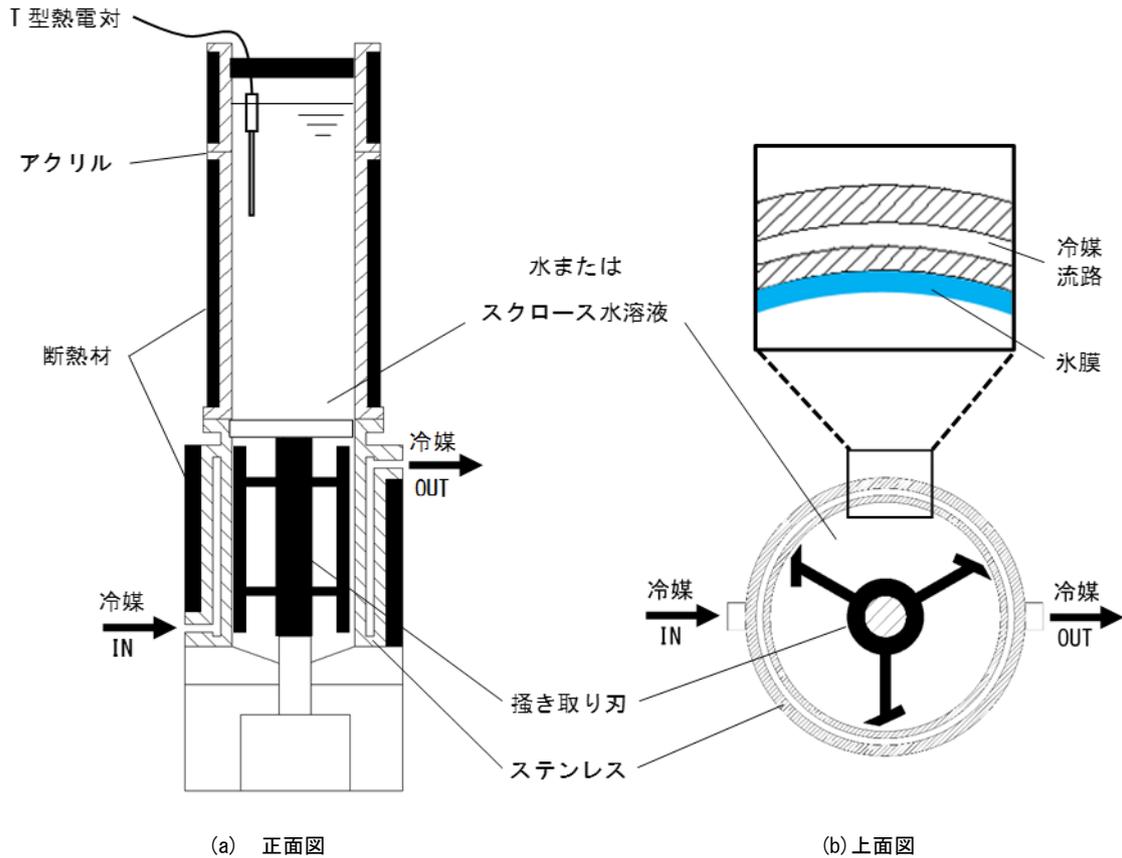


図2 製氷部外略図

3. 4. 実験結果の評価方法

本項では、スクロース水溶液の濃縮中に生成する氷膜の熱伝導率を算出する。そのために用いる関係式は

$$Q = \frac{2\pi l(T_A - T_B)}{\frac{1}{h_i r_1} + \frac{\ln \frac{r_2}{r_1}}{\lambda_i} + \frac{\ln \frac{r_3}{r_2}}{\lambda_s} + \frac{1}{h_s r_3}} \quad \dots (1)$$

である。ここで Q は水溶液から冷媒への伝熱量[W]、 l は伝熱面の高さ[m]、 T_A は水溶液の温度[°C]、 T_B は冷媒の温度[°C]、 r_1 は製氷部中心から氷膜までの距離[m]、 r_2 は製氷部中心からステンレス氷膜側壁面までの距離[m]、 r_3 は製氷部中心からステンレス冷媒側壁面までの距離[m]、 h_i は水溶液と氷膜の間の熱伝達率[W/(m²·K)]、 h_s はステンレスと冷媒の間の熱伝達率[W/(m²·K)]、 λ_i は氷膜の熱伝導率[W/(m·K)]、 λ_s はステンレスの熱伝導率[W/(m·K)]である (図3参照)。さらに式(1)を変形すると、

$$\lambda_i = \frac{\ln \frac{r_2}{r_1}}{\frac{2\pi l(T_A - T_B)}{Q} - \frac{\ln \frac{r_3}{r_2}}{\lambda_s} - \frac{1}{h_i r_1} - \frac{1}{h_s r_3}} \quad \dots (2)$$

となる。このとき、式(2)の分子にある熱伝達率 h_i と h_s を含む項を見かけの熱伝達率 X として一まとめにすると

$$X = \frac{1}{h_i r_1} + \frac{1}{h_s r_3}$$

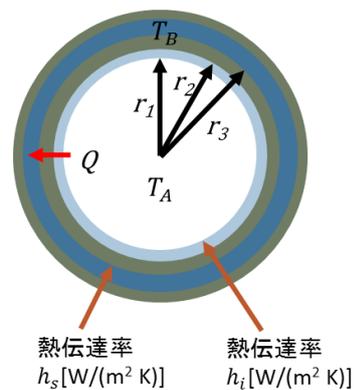
$$= \frac{2\pi l(T_A - T_B)}{Q} - \frac{\ln \frac{r_2}{r_1}}{\lambda_i} - \frac{\ln \frac{r_3}{r_2}}{\lambda_s} \quad \dots (3)$$

と表される。ここで式(1)~(3)の Q の値は、冷媒のもつ冷凍能力 ϕ_0 が全て水溶液の冷却に消費されたとして算出する。冷凍能力の算出には汎用ソフトのExcelを用いた。ここで冷凍能力とは、製氷可能製氷部が単位時間あたりに水溶液から奪う熱量のことである。したがって、伝熱量 Q は

$$Q = \phi_0 = q_{mr} \cdot \omega_r$$

$$= q_{mr}(h_1 - h_4) \quad \dots (4)$$

で求められる。このとき q_{mr} は冷媒循環流量[kg/s]を表しており、本実験では氷が発生した瞬間から実験終了までの時間領域で平均した値を用いた。また、 ω_r は冷凍効果[kJ/kg]を表しており、これは冷媒 1kg が製氷可能製氷部にて水溶液から得るエネルギー量を意味する。冷凍効果の算出には日本冷凍空調学会の冷凍サイクル計算プログラムソフト（フルオロカーボン）Ver.2を用いた。本ソフトを用いて冷凍効果を算出する方法はまず、冷媒流路内4点の温度センサーと圧力センサーから得たデータを、氷が発生した瞬間から実験終了までの時間領域で平均する。次に、それらの値を冷凍サイクル計算プログラムソフトに入力することで、図4に示す $p-h$ 線図上に冷凍サイクルを描き、図中に記述している点1と点4の比エンタルピーの差から冷凍効果を求める。これにより伝熱量 Q が求められるので、以下に見かけの熱伝達率 X とスクロース水溶液の濃縮の際に生成する氷膜の熱伝導率 λ_i の算出方法について説明する。



- ・ 伝熱量 Q [W]
- ・ ステンレスの熱伝導率 λ_s [W/(m·K)]
- ・ 氷膜の熱伝導率 λ_i [W/(m·K)]
- ・ 円筒の長さ l [m]

図3 製氷部におけるパラメータ

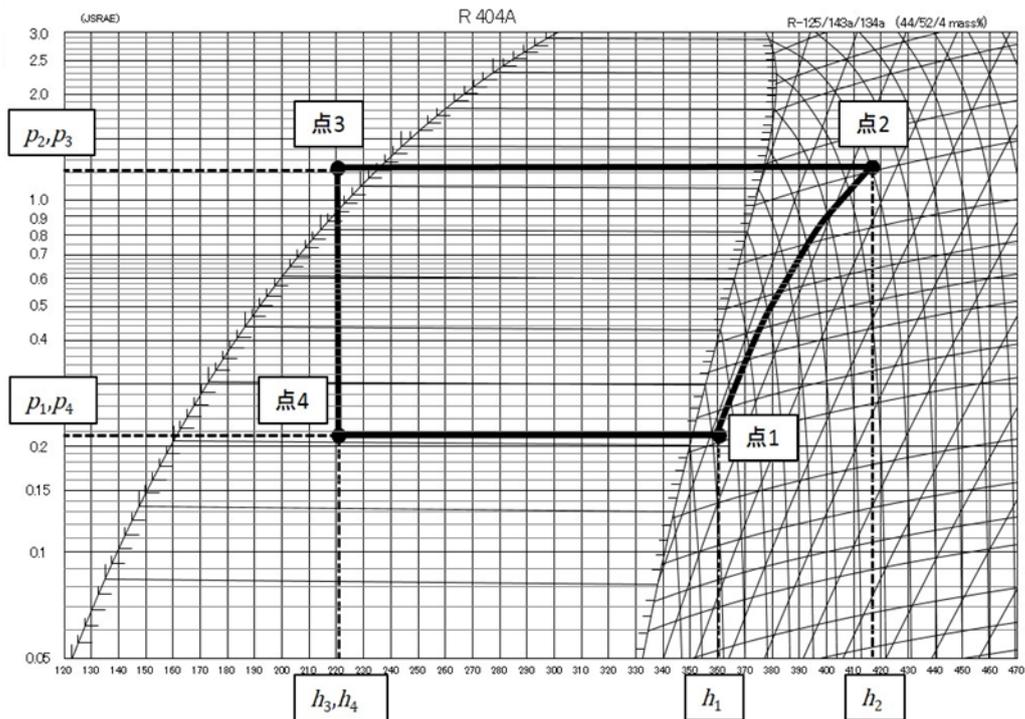


図4 p-h線図と冷凍サイクル

①見かけの熱伝達率 X の算出方法

真水を用いた実験1により生成する氷膜は、気泡や不純物をほとんど含まない透明な氷からなる。よって、式(3)の λ_i には氷の熱伝導率 $2.2\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ を代入することができる。さらに、実験から得られた温度と圧力の数値を冷凍サイクル計算プログラムにより整理し、式(4)に代入することで伝熱量 $Q[\text{W}]$ が求まる。式(3)中の他の変数はすべて物性値、幾何学的数値、そして実験から得られる数値であるため見かけの熱伝達率 X を算出することができる。

②スクロース水溶液の濃縮の際に生成する氷膜の熱伝導率 λ_i の算出方法

スクロース水溶液を用いた実験2から取得した温度と圧力の数値を冷凍サイクル計算プログラムにより整理し、式(4)に代入することで伝熱量 $Q[\text{W}]$ を求める。さらに、上記の方法で求めた X と伝熱量 Q を式(2)に代入し、スクロース水溶液の濃縮の際に生成する氷膜の熱伝導率 λ_i を算出することができる。

3. 5. 実験結果と考察

実験1から真水を用いて製氷した際の見かけの熱伝達率 X を算出した。図5にその結果を示す。クリアランスが0.5mmのとき、他のクリアランスと比較して5回の実験で X の値に大きなばらつきが見られた。これはクリアランス小さすぎたため、刃の回転が氷膜の成長速度に追い付かず、掻き取りが不安定であったためであると考えられる。次に、実験2からスクロース水溶液の濃縮の際に生成する氷膜の熱伝導率 λ_i を求めた。実験1から得られた X を式(2)に当てはめることで算出している。本報告では製氷が安定していたクリアランス1.0mmと1.5mmについての実験結果を図6に示す。スクロース水溶液の濃度が高くなるに従い、氷膜の熱伝導率は小さくなるという結果が得られた。また、クリアランスが大きくなるほど氷膜の熱伝導率も大きくなる傾向が見られた。

上述のとおり、純粋な氷の熱伝導率は $2.2\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ であることが分かっている。さらに、スクロース水溶液の熱伝導率もRiedelにより実験的に求められている³⁾。図7に 0°C のときのスクロース水溶液の熱伝導率を示す。これらのことから、スクロース水溶液の濃縮の際に生成する氷膜は純粋な氷とスクロース水溶液の混合状態として存在していると考えられる。図8にその模式図を示す。また、スクロース水溶液の濃度の違いにより生成する氷膜の熱伝導率が変化することから、生成する氷膜中の純粋な氷とスクロース水溶液の混合比率は濃度の違いによる影響を受けると言える。そこで、 10°Brix スクロース水溶液の濃縮実験中に製氷運転を続けたまま製氷部から溶液のみを排出することで、伝熱面に生成した氷膜を採取して観察を行った。図9にマイクロSCOPEで撮影した氷膜の拡大図を示す。氷膜の水部分は粒子状の形をしている

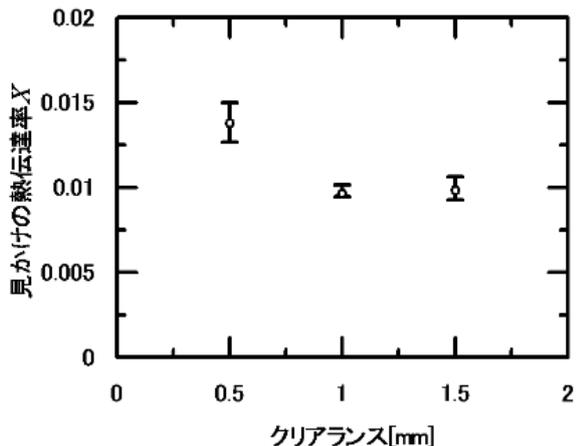


図5 クリアランスと見かけの熱伝達率の関係

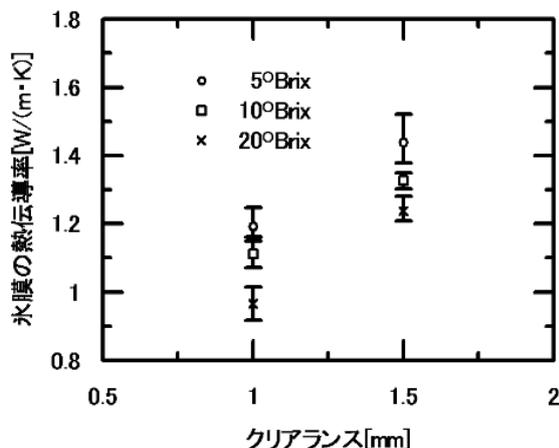


図6 クリアランスと氷膜の熱伝導率の関係

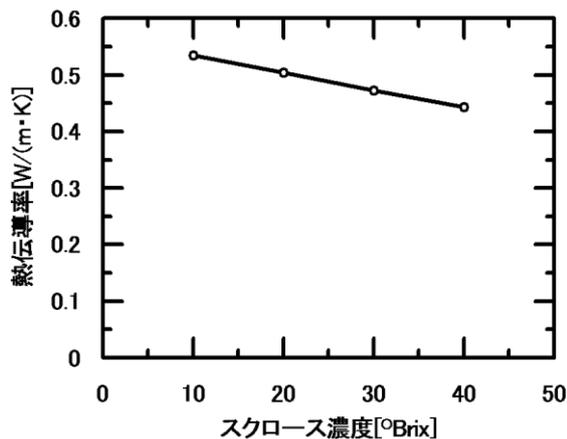


図7 0°C のスクロース水溶液の熱伝導率

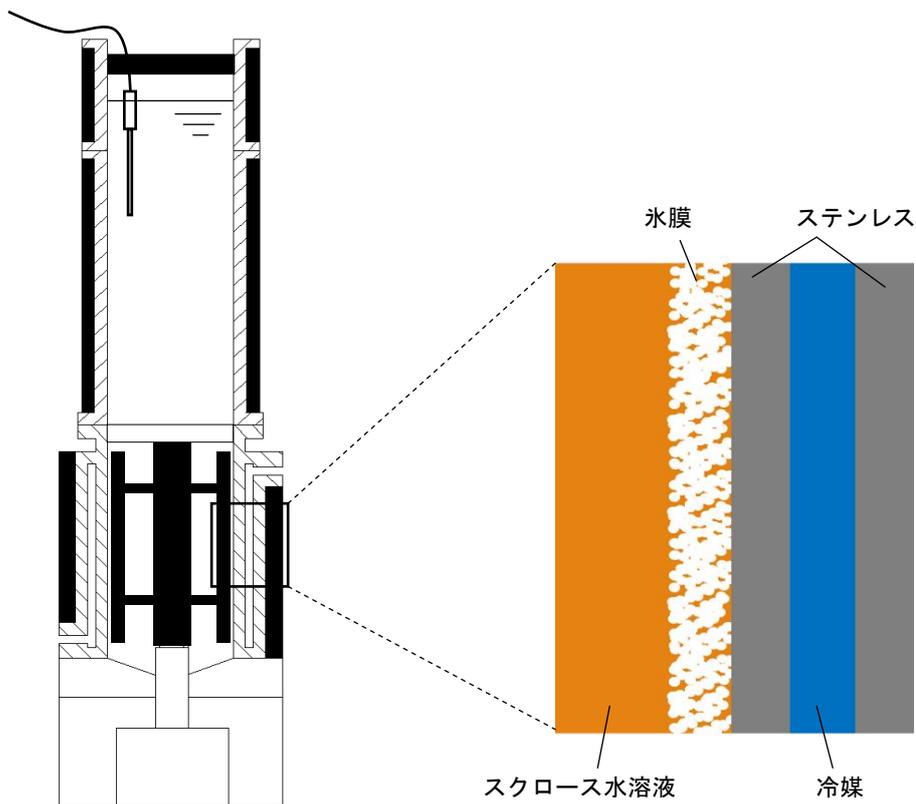


図8 氷膜の模式図

ことが見てとれる。このことから、スクロース水溶液の濃度の違いにより生成する氷膜中の氷粒子の径が変化することから、隙間に入り込むスクロース水溶液の比率が変動することで、氷膜の熱伝導率がスクロース水溶液の濃度ごとに異なる値を示すということが考えられる。また、濃度が同じでもクリアランスの違いによって熱伝導率が異なることから、氷膜の性状は伝熱面からの距離に影響されることも考えられる。表2に文献から得たスクロース水溶液の熱伝導率を、表3に各濃度で濃縮実験した際に伝熱面に形成される氷膜の熱伝導率を示す。さらに、これを基にして、5°Brix スクロース水溶液の濃縮実験を行ったときの氷膜の熱伝導率モデル図を図10に示す。氷膜の熱伝導率は伝熱面からの距離が長くなるにしたがい線形的に低下し、最終的に掻き取り面ではスクロース水溶液の熱伝導率を示すと仮定する。

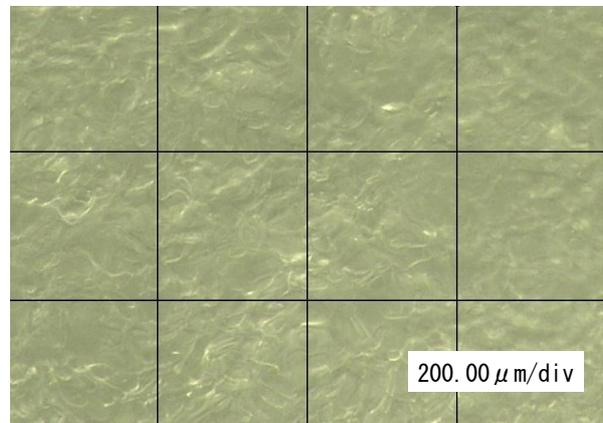


図9 氷膜の拡大図

表2 スクロース水溶液の熱伝導率

糖度[°Brix]	スクロース水溶液の熱伝導率[W/(m·K)] (0°C)
0°Brix(真水)	0.562
5°Brix	0.550
10°Brix	0.535
20°Brix	0.504

表3 各濃度における氷膜の熱伝導率

糖度[°Brix]	氷膜の熱伝導率[W/(m·K)]	
	クリアランス 1.0mm	クリアランス 1.5mm
0°Brix(透明氷)	2.2	
5°Brix	1.193	1.439
10°Brix	1.113	1.327
20°Brix	0.967	1.239

すると、氷膜の中間点においてその氷膜の平均の熱伝導率をとる。1.0mmの氷膜について熱伝導率を考えると、掻き取り面で0.550W/(m·K)、掻き取り面から0.5mm内側で1.193W/(m·K)、伝熱面では1.836W/(m·K)となる。これにより氷膜中の熱伝導率の傾きが求まるため、1.5mmについても熱伝導率が同様の傾きで変化すると考えると、伝熱面での熱伝導率は2.479W/(m·K)と算出される。しかし、氷膜の熱伝導率は最大でも透明氷の熱伝導率2.2W/(m·K)であるため、ある点から透明氷の層が存在するものと考えられる。また、伝熱面から0.75mmの点で熱伝導率は1.515W/(m·K)をとるが、実験から得られた値はそれよりも低い1.439W/(m·K)となることから、平均の熱伝導率は氷膜の中間点よりも溶液側に移動していることが分かる。このことから、伝熱面側には透明氷の層が存在していると考えられる。以上より、氷膜の性状は数百μmオーダーで変化し、氷膜の厚さにより、その性状が変化する傾向が得られた。

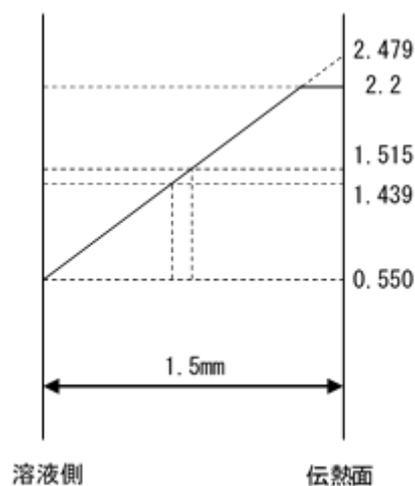
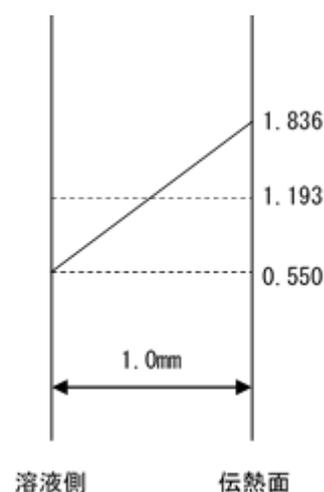


図10 氷膜の熱伝導率モデル図 (5°Brix)

参考文献

- 1) 堀部明彦、稲葉英男、春木直人、田中邦明、日本機械学会講演論文集 No.085-2、pp.237-238(2008)
- 2) 坂爪伸二、関信弘、日本機械学会 44 卷 382 号、pp.2059-2069(1978)
- 3) Riedel,L、Chemie Ingeni

4. おわりに

- (1)懸濁結晶法による凍結濃縮において、製氷効率と、氷と水溶液の分離効率に重要となる、氷膜の熱伝導率と、製氷された氷粒子の径を調べ、氷膜性状の検討を行った。
- (2)サーモチラーを導入することで、冷却温度を一定の状態に保つことが可能となり、濃度変化による氷粒子径の傾向を得た。
- (3)氷粒子表面に付着する水溶液を脱水後、氷粒子をマイクロスコープで撮影し、粒子径の計測を行ったことで、水溶液濃度が上昇することで、3 倍濃縮の場合、氷粒子径が 1/2 程度まで小さくなることが分かった。
- (4)氷膜の熱伝導率を調べるために、見かけの熱伝導率を定めた。氷膜の熱伝導率は濃度の上昇にしたがって小さくなる傾向が得られた。また、クリアランスが小さいほど熱伝導率が小さくなるという結果も得られた。
- (5)氷膜の熱伝導率の実験値と、真水の熱伝導率の値から、伝熱面と掻き取り刃との距離による氷膜の熱伝導率の違いを推定した。
- (6)前項から、スクロース水溶液の製氷において、伝熱面側には透明氷の層が存在しているという見通しが得られた。

【3】遠心分離機での濃縮液の高回収課題への対応

【3-1】遠心分離機での固液分離方法の検討

1. 製作した遠心分離機の検証

1. 1. はじめに

遠心分離機は製氷機から氷粒子を含んだ水溶液を供給しつつバスケットを回転する給液運転と、懸濁液の供給を停止し堆積した氷粒子から水溶液を分離する脱水運転を行う。このうち給液運転では氷粒子と濃縮液の効率よい分離を連続で行う必要がある。そこで氷粒子の発生を確認してから40分間の給液運転を行い、バスケット内に堆積した脱水運転前の氷粒子を回収した。

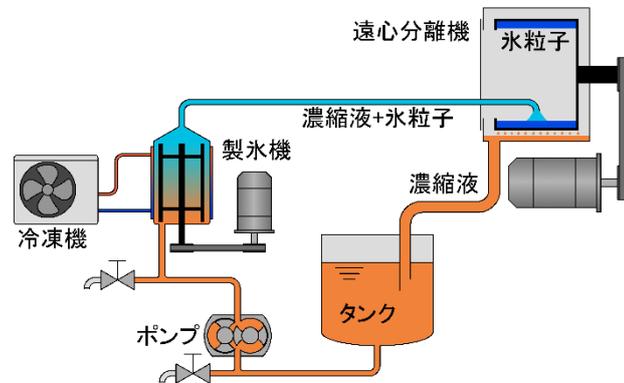


図1 自動濃縮システムフロー図

氷粒子は純粋な水であるため、脱水前の氷粒子を溶かした水溶液のスクロース濃度が高いほど、氷粒子と濃縮液の分離が行えていないことになる。この実験を回転数毎に行った。

1. 2. 実験結果

表1 回転数別実験

遠心分離機 回転数 [min ⁻¹]	停止時の 水溶液濃度 [°Brix]	遠心分離機バスケット内 脱水前の氷粒子			
		回収量[kg]	濃度[°Brix]	氷粒子 1 kg中の 水溶液量[kg]	氷粒子に含まれる 水溶液の割合[%]
100	11.5	2.04	6.3	0.548	54.8
200	12.3	2.04	7.5	0.61	61
300	12.6	2.02	7.4	0.588	58.8
400	12.3	1.64	5.6	0.456	45.6
500	11.8	-	-	-	-

表1の実験結果のうち100min⁻¹に関しては早い段階でバスケット内が満杯になったため、40分が経過する前に装置を停止した。500min⁻¹では40分経過しても氷粒子がバスケット内に殆ど無かったため、解析をするための氷粒子が得られなかった。

全ての回転数でタンク内に氷粒子が流れ出ており、バスケットに使用しているパンチングメタルをすり抜けたと思われる。この氷粒子は回転数が大きくなるごとにその量が増えていた。200から400min⁻¹では回転数が上がるごとにバスケットに残った氷粒子に対する水溶液の割合が減り、分離効率が向上している。しかし、100min⁻¹と200min⁻¹で逆転しているのは回転数上昇によって遠心力が増し100min⁻¹より多くパンチングメタルから氷粒子が抜け出てしまったためと考える。500min⁻¹のときに氷粒子が殆ど堆積しなかったのも、遠心力が増したことが原因と思われる。これらから現在の遠心分離機に使用しているパンチングメタルの穴径0.5mmでは氷粒子が抜けてしまうことがわかった。



写真1 100min⁻¹



写真4 400min⁻¹



写真2 200min⁻¹



写真5 500min⁻¹



写真3 300min⁻¹

実験結果より遠心分離機のパンチングメタルの穴径を小さなものに変更するため、パンチングメタルメーカーの株式会社パシフィックソーワに見積もりを依頼したが、遠心分離機に使用するサイズで穴の直径 0.15mm のものが一枚当たり 80 万円、0.3mm のものが一枚当たり 57 万円と非常に高額になった。また発注からの納期が長く、パンチングメタルが破れたときなどに交換を容易に行えない。そのため価格が安く種類の多いろ布フィルターを用いることにした。

2. フィルターについて

前項の実験結果よりパンチングメタルから、ろ布フィルターを用いた遠心分離機への変更を行い、氷粒子の回収が良く水溶液の排出に適したフィルターの選定を行った。

2. 1. 回転数の算出

計測結果の圧力を遠心分離機の遠心力に置き換え回転数をもとめるため、以下の計算式を立てた。

パラメータ

D : 測定部の直径[m] = 0.02[m]

r_1 : 遠心分離機のバスケット半径[m] = 0.225[m]

h_1 : 遠心分離機のバスケット幅[m] = 0.3[m]

A_1 : 遠心分離機のバスケット面積[m²]

A_2 : 測定部の面積[m²]

L_1 : 遠心分離機への流量[m³/s] = 20[l/min] ÷ 60000

L_3 : 測定面積あたりの流量[m³/s]

m : 測定面積あたりの水の質量[kg]

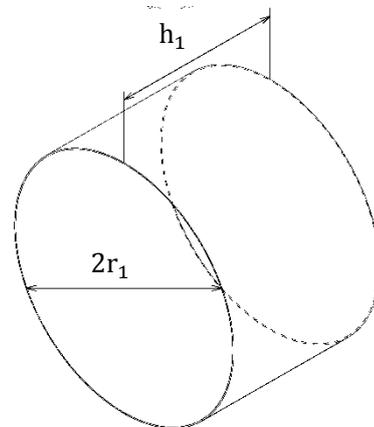
P : L_3 を流すために必要な圧力[N/m²] = 表 2

図 3 バスケット寸法

v : バスケットの周速度[m/s]

ρ : 水の密度[kg/m³]

N : バスケットの回転数[min^{-1}]



遠心力を求める式。

$$F = m \frac{v^2}{r_1} \text{ [N]} \dots \textcircled{1}$$

面積あたりの必要な力を求める式。

$$F = PA_2 \text{ [N]} \dots \textcircled{2}$$

測定面積あたりの流量。

$$\begin{aligned} L_3 &= L_1 \times \frac{A_2}{A_1} \text{ [m}^3\text{/s]} \\ &= \frac{L_1 D^2}{8r_1 h_1} \text{ [m}^3\text{/s]} \dots \textcircled{3} \end{aligned}$$

測定面積あたりの水の質量。

$$\begin{aligned} m &= \frac{60L_3\rho}{(\text{回転数})} \\ &= \frac{60 \times L_3 \times \rho \times 2\pi r_1}{v \times 60} \\ &= \frac{2\pi r_1 L_3 \rho}{v} \text{ [kg]} \dots \textcircled{4} \end{aligned}$$

①と②を合成する。

$$\begin{aligned} PA_2 &= m \frac{v^2}{r_1} \\ v &= \sqrt{\frac{PA_2 r_1}{m}} \\ &= \sqrt{\frac{\pi D^2 P r_1}{4m}} \text{ [m/s]} \dots \textcircled{5} \end{aligned}$$

⑤に④を代入する。

$$\begin{aligned} v &= \sqrt{\frac{\pi D^2 P r_1 \times v}{4 \times 2\pi r_1 L_3 \rho}} \\ &= \frac{D^2 P}{8L_3 \rho} \text{ [m/s]} \dots \textcircled{6} \end{aligned}$$

⑥に③を代入する。

$$\begin{aligned} v &= \frac{D^2 P \times 8r_1 h_1}{8\rho \times L_1 D^2} \\ &= \frac{Pr_1 h_1}{\rho L_1} \text{ [m/s]} \dots \textcircled{7} \end{aligned}$$

回転数を求める式に⑦を代入する。

$$\begin{aligned}
 N &= \frac{v \times 60}{2\pi r_1} \\
 &= \frac{Pr_1 h_1 \times 60}{\rho L_1 \times 2\pi r_1} \\
 &= \frac{30Ph_1}{\pi \rho L_1} [\text{min}^{-1}]
 \end{aligned}$$

まず遠心分離機内のバスケットに流れる流量は 20l/min である。その流量を計測器での測定結果とあわせるため、バスケット内のフィルターの面積と測定器の内径 20mm の比を出し、③式より面積あたりの水溶液流量を計算した。

$$\begin{aligned}
 L_3 &= \frac{L_1 D^2}{8r_1 h_1} \\
 &= \frac{(20 \div 60000) \times 0.02^2}{8 \times 0.225 \times 0.300} \\
 &= 2.469135802 \times 10^{-7} [\text{m}^3/\text{s}] \cong 0.0148 [\text{l}/\text{min}]
 \end{aligned}$$

計算の結果面積の比は 1000 倍以上であり、フィルター内の直径 20 mm の面積への流量は 0.0148l/min と小さくなった。今回の実験では 2.5l/min～15l/min の範囲で測定したためデータはないが、0.0148l/min を流すための圧力は小さくなると思われる。圧力センサーの最小表示が 0.002MPa であるため測定は行えない。今回の実験の最小値である 0.002MPa を使用して回転数を求めた。

$$\begin{aligned}
 N &= \frac{30Ph_1}{\pi \rho L_1} \\
 &= \frac{30 \times 0.002 \times 10^6 \times 0.3}{\pi \times 1000 \times 20 \div 60000} \\
 &\cong 17188 [\text{min}^{-1}]
 \end{aligned}$$

この式はバスケットに入った水溶液が、バスケットが一回転する間に全て抜けきる遠心力の回転数であるため、17188min⁻¹ と非常に大きな回転数になった。

そこで、バスケット内に残った水溶液があれば重量により遠心力を増すことが出来ると考えた。例えば図 3 のようにバスケット内に 5mm 程度水溶液が溜まった状態で、供給される水溶液と同じ量がフィルターから抜ける場合は回転数がいくらになるか計算した。

今回は後述する改造後の遠心分離機をモデルとして考えた。バスケットの構造については後述する。改造後の遠心分離機では羽根があるためにフィルターの面積が少なくなっており、それを考慮した面積とした。

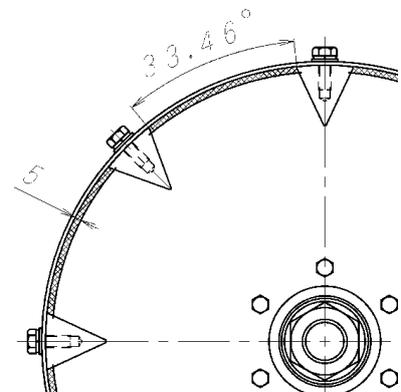


図 4 バスケット

羽根の間のフィルター面積を求める式。

$$\begin{aligned} A_1 &= 2\pi r_1 \times \frac{\theta}{360} \\ &= \frac{\pi r_1 h_1 \theta}{180} [\text{m}^2] \dots \textcircled{8} \end{aligned}$$

θ : フィルターの角度[°]

測定面積あたりの水溶液の重量を求める式。

$$m = m_a \times \frac{\pi D^2}{4A} [\text{kg}] \dots \textcircled{9}$$

m_a : バスケット内の水溶液量[kg]

測定面積あたりの流量を求める式。

$$\begin{aligned} L_3 &= L_1 \times \frac{A_2}{8A_1} \\ &= L_1 \times \frac{\pi D^2}{4} \div 8 \div \frac{\pi r_1 h_1 \theta}{180} \\ &= \frac{45L_1 D^2}{8r_1 h_1 \theta} [\text{m}^3/\text{s}] \dots \textcircled{10} \end{aligned}$$

⑨に⑧を代入する。

$$\begin{aligned} m &= m_a \times \frac{\pi D^2 \times 180}{4 \times \pi r_1 h_1 \theta} \\ &= \frac{45m_a D^2}{r_1 h_1 \theta} [\text{kg}] \dots \textcircled{11} \end{aligned}$$

⑤に⑪を代入する。

$$\begin{aligned} v &= \sqrt{\frac{\pi D^2 P r_1}{4m}} \\ &= \sqrt{\frac{\pi D^2 P r_1 \times r_1 h_1 \theta}{4 \times 45m_a D^2}} \\ &= r_1 \sqrt{\frac{\pi P h_1 \theta}{180m_a}} [\text{m/s}] \dots \textcircled{12} \end{aligned}$$

回転数を求める式に⑫を代入する。

$$\begin{aligned} N &= \frac{v \times 60}{2\pi r_1} \\ &= \frac{60 \times r_1}{2\pi r_1} \sqrt{\frac{\pi P h_1 \theta}{180m_a}} \end{aligned}$$

$$= \frac{30}{\pi} \sqrt{\frac{\pi P h_1 \theta}{180 m_a}} [\text{min}^{-1}] \dots \textcircled{13}$$

バスケットの内部は羽根によって 8 つの部屋に仕切られており、内径から 5mm まで水溶液が溜まったときの一つの部屋の水溶液の重量 m_a は 0.196kg となる。この数値は設計ソフトの体積計算で求めた。⑫の式にそれぞれのパラメータを代入する。式⑩より流量を求める。

$$\begin{aligned} L_3 &= \frac{45L_1D^2}{r_1h_1\theta} \\ &= \frac{45 \times 0.02 \div 60000 \times 0.02^2}{0.225 \times 0.3 \times 33.46} \\ &\cong 3.3207146 \times 10^{-7} [\text{m}^3/\text{s}] = 0.0199 [\text{l}/\text{min}] \end{aligned}$$

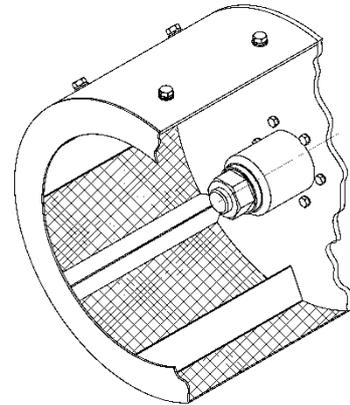


図5 バスケット断面

前の計算式と同じく非常に小さな数値となり、表 2 の計測値より 0.002MPa を使用し式⑬で計算を行った。

$$\begin{aligned} N &= \frac{30}{\pi} \sqrt{\frac{\pi P h_1 \theta}{180 m_a}} \\ &= \frac{30}{\pi} \sqrt{\frac{\pi \times 0.002 \times 10^6 \times 0.3 \times 33.46}{180 \times 0.196}} \\ &\cong 403.757 [\text{min}^{-1}] \end{aligned}$$

計算結果よりバスケット内に 5mm 程度の液を溜めながらであれば、 400min^{-1} で流量 $20\text{l}/\text{min}$ の水溶液が処理できることがわかった。ただしフィルターの抵抗に加え、氷粒子が溜まることによって抵抗が大きくなることが考えられる。これは実験で検証することにした。

3. 回転数別実験

3. 1. 給液運転

100kg の水溶液を 3 倍に濃縮するとき氷粒子は約 67kg 排出されるため、一回にバスケット内に 4kg の氷粒子を溜めると氷粒子の排出回数は約 17 回になり、その回数脱水運転と排出の時間がかかる。より多くの氷粒子を溜められれば脱水と排出の回数を減らし運転時間を短縮することができる。

バスケット内の容積は 15147711mm³ある。これは氷の重量にすると約 15kg の氷粒子を溜められることになるが、実際には氷粒子には隙間が出来るため、これ以下の量になる。容量以上に氷が入ると図 6 のように、つばの部分から氷粒子があふれタンクに流れ出るか、氷粒子を排出する排出口から脱水前の濃縮液を含んだ氷粒子がこぼれてしまう。

給液運転の回転数を変更し目標の氷粒子量と回転数別に実験を行い、脱水前の氷粒子がこぼれない回転数を実験で調べた。実験結果は以下のとおりである。

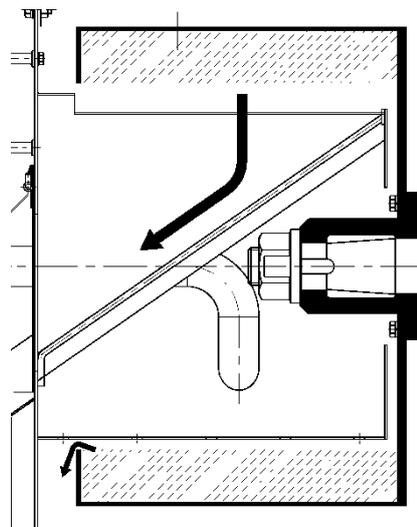


図 6 バスケットからのこぼれ

表 3 給液運転実験

目標氷粒子量	回転数(min ⁻¹)	合否	
8kg	300	×	排出口より氷粒子が落下した。
8kg	600	×	排出口より氷粒子が落下した。
8kg	1200	×	300、600min ⁻¹ よりは軽減されたが落下した。
5kg	300	×	排出口より氷粒子が落下した。
5kg	400	×	排出口より氷粒子が落下した。
5kg	500	○	落下はなく、脱水まで行えた。
5kg	600	○	落下はなく、脱水まで行えた。

回転数別 温度比較

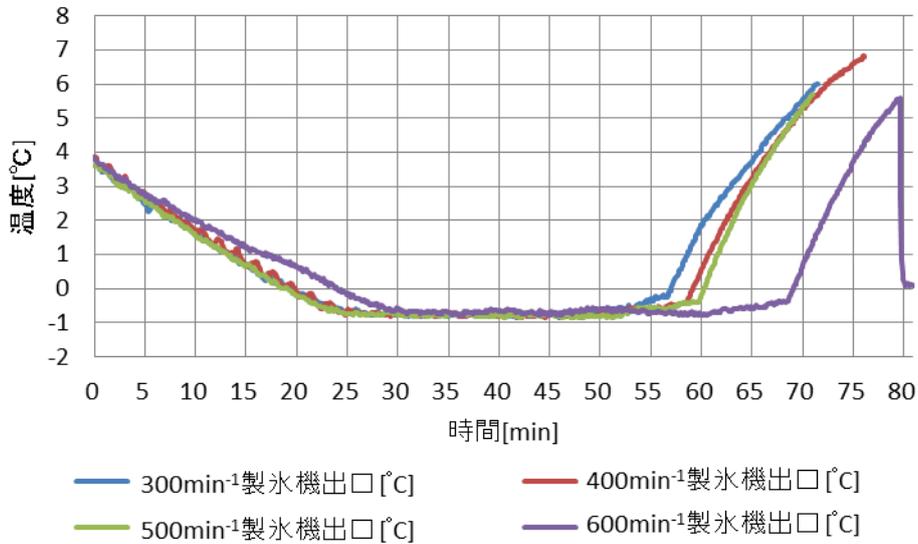


図7 回転数別温度比較

ろ布フィルターに交換したことで、パンチングメタルのように氷粒子がフィルターを抜け、タンクに流れ出すことはなくなったが、氷粒子が溜ることでバスケットの内径が減り、内側の氷粒子にかかる遠心力が小さくなる。8kgでは1200min⁻¹の回転を加えても氷粒子が排出口から落下した。5kgであれば溜めることができ、500min⁻¹であればこぼれることもなく300min⁻¹、400min⁻¹と変わらない時間で5kgまで溜めることが出来た。

3. 2. 脱水運転

バスケット内に堆積した氷粒子が満杯になったとき、水溶液の供給をストップして脱水運転に切り替え高速回転を加え氷粒子から濃縮液を分離する。この時の回転数と運転時間を変更し、氷粒子にどれだけの濃縮液が残るか確認した。

回転数は岩月機械製遠心分離機で、10分間400×gを加える脱水運転を基にした。本遠心分離機で400×gを加える回転数は以下の計算で求められる。

$$N = \sqrt{\frac{RCF}{1118r_1 \times 10^{-9}}} [\text{min}^{-1}]$$

r_1 : バスケット半径 [mm]

RCF : 遠心力 [× g]



写真14 排出された氷粒子

この式に遠心分離機の数値を入れると、以下の回転数が求められた。

$$N = \sqrt{\frac{RCF}{1118r_1 \times 10^{-9}}} [\text{min}^{-1}]$$

$$= \sqrt{\frac{400}{1118 \times 225 \times 10^{-9}}}$$

$$\approx 1261[\text{min}^{-1}]$$

400G を加える回転数は約 1250 min^{-1} であった。そして遠心分離機の最大回転数が 1600 min^{-1} であるため、最大回転数に設定すると遠心力は以下の数値となる。

$$\begin{aligned} \text{RCF} &= 1118 \times r_1 \times N^2 \times 10^{-9} \\ &= 1118 \times 225 \times 1600^2 \times 10^{-9} \\ &= 643[\times \text{g}] \end{aligned}$$

$643 \times \text{g}$ に遠心力を増加すれば、 $400 \times \text{g}$ で 10 分間行う脱水運転時間を短縮することが出来な
いか、回転数と運転時間別で脱水を行い、排出された氷粒子を溶かした水溶液の濃度を濃度計で
測定した。実験結果は以下である。

表 4 脱水運転実験

回転数 (min^{-1})	運転時間 (min)	氷粒子回収量 (kg)	氷粒子を溶かした水溶液の濃度 ($^{\circ}\text{Brix}$)
1250	10	5.44	0.4
1250	10	5.46	0.5
1600	5	4.9	0.5
1600	6	5.62	0.4
1600	6	5.62	0.5

1250 min^{-1} で 10 分間の分離を行ったとき、氷粒子を溶かした水溶液の濃度は 0.4 から 0.5°Brix であった。 1600 min^{-1} の 5 分間では水溶液濃度は 0.5°Brix だった。6 分間回転させると濃度は 0.4 から 0.5°Brix になった。これらから、 1600 min^{-1} で 6 分間の運転を行えば 1250 min^{-1} で 10 分間運転した場合と同じ数値が得られることが分かった。

4. 排出機構について

バスケット内に堆積した氷粒子は脱水運転が終わると塊になっており、自然には落下しない。開発した遠心分離機では外側から氷粒子を叩くことにより氷粒子を落下させる方法をとった。昨年度製作した遠心分離機は図 8 のようにパンチングメタルを外側から撓ませることによって、氷粒子を押し出すようにしていた。氷粒子は羽根によって仕切られており、一つの大きな塊にしないことで排出しやすい構造にしている。

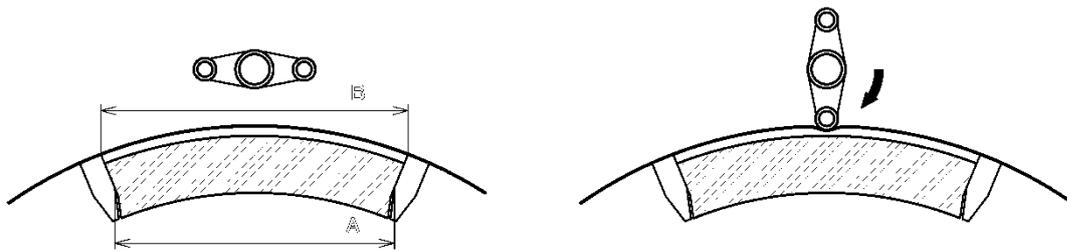


図 8 氷粒子排出機構

しかし羽根の間の寸法 B よりも A が小さいために、氷粒子が塊のまま詰まってしまう落下しなかった。そこでろ布フィルターへの変更と同時に、外側からピンで押す方式に変更した。羽根の形状を 3 角形にすることで中心に近づくにしたがって広がり、氷粒子が落下しやすい形状とした。実験の結果確実に排出することが出来た。

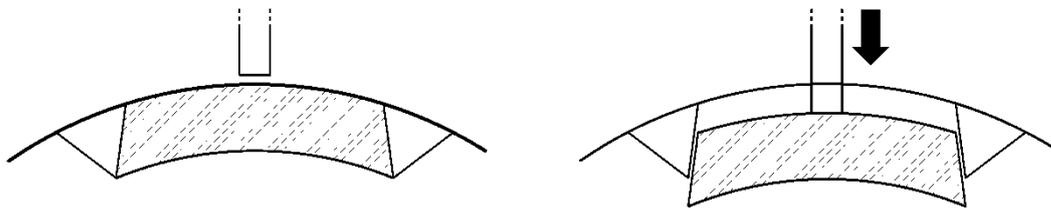


図 9 氷粒子排出機構(改造後)

5. おわりに

- (1) パンチングメタルから、ろ布フィルターを用いた構造に変更を行った。
- (2) 給液運転の回転数を 500min^{-1} にし、脱水までに 5kg の氷粒子を溜め込むことが出来た。
- (3) 脱水運転の回転数 1600min^{-1} ($643\times\text{g}$) 6 分間の脱水時間で、 1250min^{-1} ($400\times\text{g}$) 10 分間と同等の分離が出来た。
- (4) 排出機構をピンで押し出す方式にするとともに、氷粒子を区切る羽根の形状を変更し、良好な排出が行えた。

給液、脱水運転の回転数や運転時間は実際の食品水溶液では果肉などが含まれているため、今回の実験通りには分離できない可能性があり、実際の食品水溶液ごとに最適な回転数を検証する必要がある。

【4】凍結濃縮の自動化課題への対応

【4-1】製氷部と遠心分離機を組み合わせた自動濃縮システムの構築

1. はじめに

本年度の最終目標となる自動濃縮システムの試作機に改造を施し、水溶液を3倍に濃縮したときの回収率等について調べた。

対象とした水溶液は、スクロース水溶液、文旦果汁、ブルーベリー果汁である。

2. 運転操作と制御プログラム

試作したシステムは自動でポンプや製氷機、遠心分離機の動作の切り替えを可能にし、遠心分離機に氷粒子がある一定以上蓄積されると、これを自動的に検知して排出を行うまでの制御プログラムの作成を行った。

本システムは以下の画面で運転制御が行える。操作は全てタッチパネルで、作業者は濃縮前の水溶液の計量を入力した後にタンクに水溶液を投入するだけで、目標の濃度まで自動で運転が行える。また、安全装置として遠心分離機、操作パネル、制御盤にはそれぞれ非常停止ボタンがあり、トラブル時にはそれを押せば全ての動作が停止する。

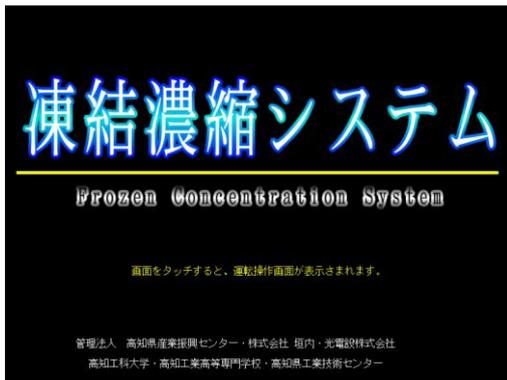


写真1 タイトル画面

タイトル画面

電源を投入すると表示される。



写真2 運転画面1

運転画面1

初期量（水溶液の投入量）、目標濃度、運転モードを設定する。連動運転を開始すると目標濃度まで濃縮運転を行う。運転中の装置は赤いランプで表示され、現在濃度と、現在濃度から計算される製氷量、そして現在量（現時点の水溶液量）が表示される。



写真 3 運転画面 2

運転画面 2

ポンプや製氷機、遠心分離機の単独での運転を行う。装置の洗浄や試運転のときに使用する。



写真 4 トレンドグラフ画面

トレンドグラフ画面

プロセス屈折計で計測した数値をグラフにし、表示することが出来る。このデータは USB フラッシュメモリに取り出し保存でき、水溶液温度と濃度のサンプルごとの実験データを管理できる。

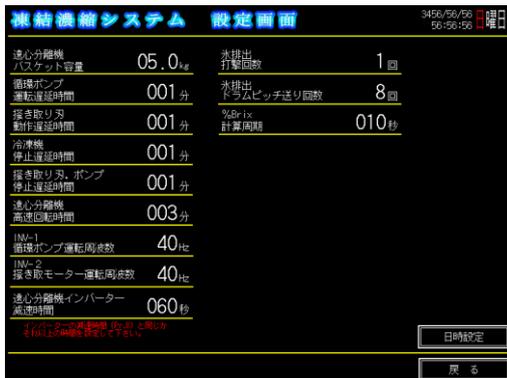


写真 5 設定画面

設定画面

バスケットの満杯量やポンプや製氷機、遠心分離機作動のタイミングなど細かい設定を行う。

具体的操作方法は、まず、運転画面 1 で初期量 $A[\text{kg}]$ と、目標濃度 $B_{\text{max}}[^\circ\text{Brix}]$ を設定する。後は[連動運転]ボタンを押すことで目標濃度まで自動で運転を行う。氷粒子の自動排出のため、プロセス屈折計の計測する濃度 $B_1[^\circ\text{Brix}]$ をもとに製氷量 $I[\text{kg}]$ を計算し、遠心分離機のバスケット容量 $I_{\text{limit}}[\text{kg}]$ に達したとき自動で脱水運転、排出運転に移行する。計算式は以下である。

$$\text{製氷量 } I = A - A \times \frac{B_0}{B_1} [\text{kg}] \dots \textcircled{1}$$

その後、目標濃度に達していない場合は再度製氷、給液運転を始め目標濃度に達するまでサイクルを繰り返す。

3. 自動濃縮システムを用いた濃縮実験

3. 1. スクロース水溶液 3 倍濃縮実験

10°Brix のスクロース水溶液 100kg を 3 倍濃縮する実験を行った。

実験結果

濃度を 28.9°Brix まで濃縮し、2.89 倍に濃縮するに要した時間は 12 時間 27 分であった。実験後、回収できた濃縮液は 32.06kg であった。

回収率が 100% の場合、水溶液量は計算上以下の数値となる。

$$\begin{aligned} \text{計算上の水溶液量} &= 100[\text{kg}] \times \frac{10}{28.9} \\ &\approx 34.6[\text{kg}] \end{aligned}$$

回収した水溶液は 32.06kg だったため、回収率は以下の式で求められる。

$$\begin{aligned} \text{回収率} &= \frac{32.06}{34.6} \times 100 \\ &\approx 92.7[\%] \end{aligned}$$

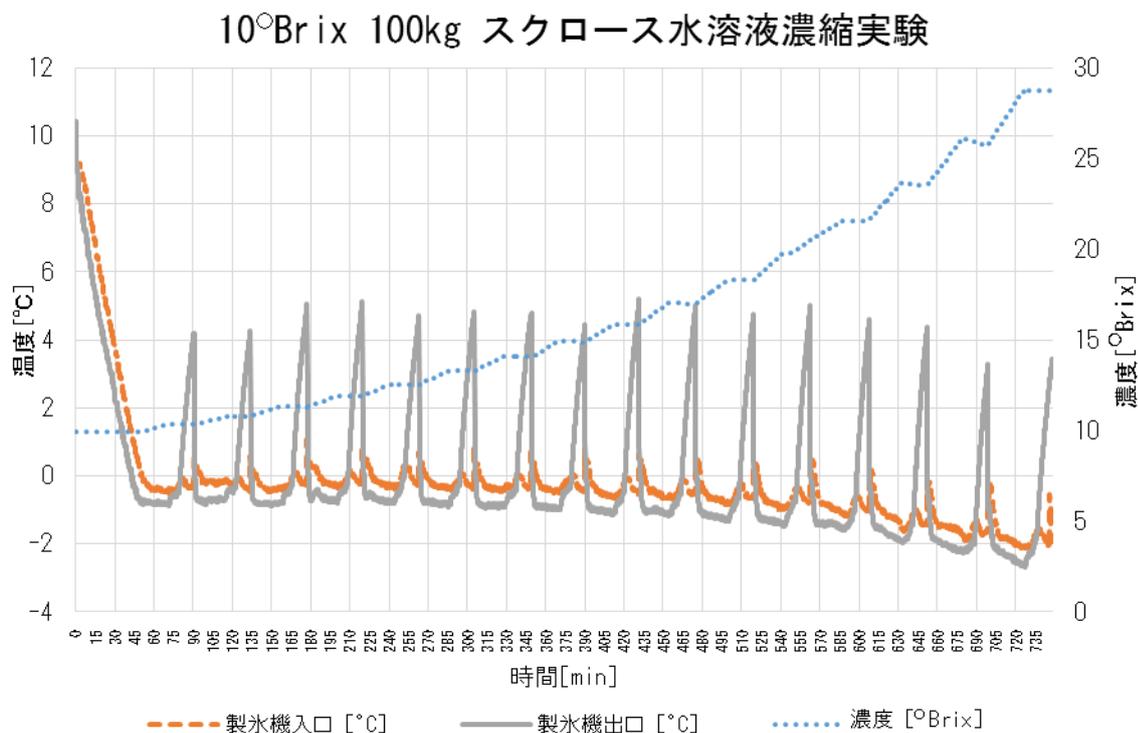


図2 スクロース濃縮実験

表1 スクロース水溶液濃縮実験

	実測水溶液量[kg]	氷粒子排出量[kg]	回収量[kg]	濃度[°Brix]	計算上の水溶液量[kg]
スクロース水溶液初期量	100			10	
1回目脱水	95.44	4.56			
2回目脱水	91.24	4.2			
3回目脱水	86.82	4.42			
4回目脱水	82.58	4.24			
5回目脱水	78.08	4.5			
6回目脱水	73.8	4.28			
7回目脱水	69.28	4.52			
8回目脱水	65.24	4.04			
9回目脱水	61.32	3.92			
10回目脱水	57.04	4.28			
11回目脱水	52.62	4.42			
12回目脱水	48.5	4.12			
13回目脱水	44.34	4.16			
14回目脱水	40.66	3.68			
15回目脱水	36.82	3.84			
16回目脱水	32.68	4.14			
2.89倍サンプル			32.06	28.9	34.60208

3. 2. 文旦果汁 3 倍濃縮実験

文旦果汁 120kg の濃縮実験を行った。濃縮前の果汁の濃度は 11°Brix であった。

文旦果汁は中に果実の皮の成分などの固形物が多く含まれていた。

実験結果

表 1 では自動濃縮システムに表示された水溶液量と実際に回収した氷粒子、及びサンプル量、そして計算上回収できる水溶液量を示している。実験後、回収した水溶液量は 31.58kg、回収率 100%だと回収できる水溶液量は 35.6kg である。



写真 6 氷粒子に含まれた固形物

$$\text{回収率} = \frac{31.58}{35.6} \times 100$$

$$\approx 88.7[\%]$$

回収率は 88.7%であった。濃縮にかかった時間は 3 倍濃縮までに 14 時間 23 分であった。途中プログラムの修正等で 46 分間中断した。

文旦濃縮実験結果

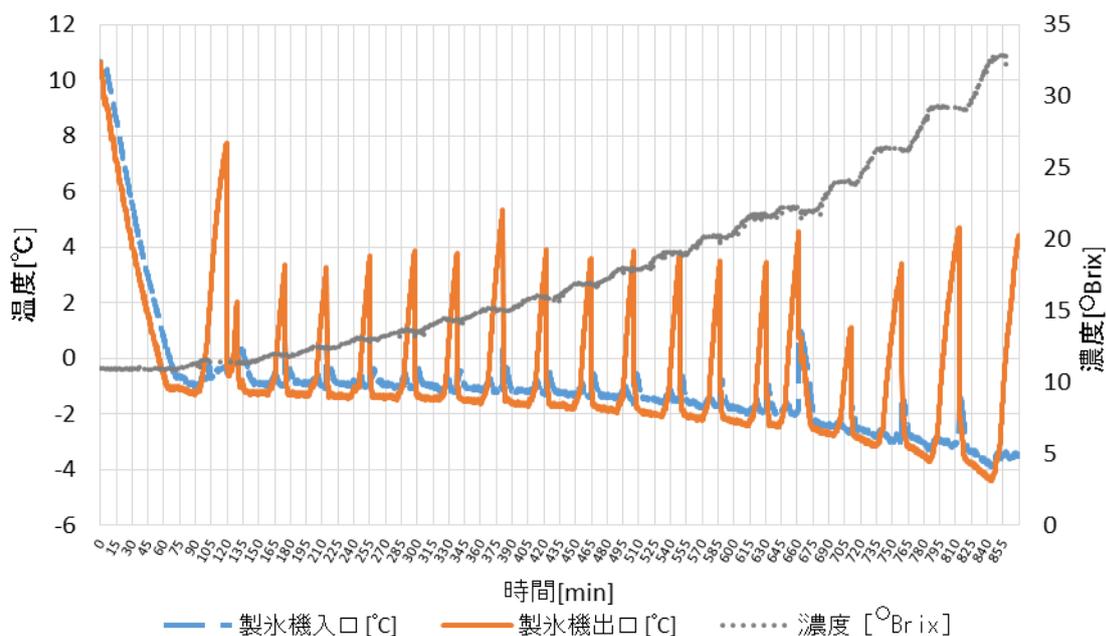


図 3 文旦濃縮実験

表2 文旦果汁濃縮実験

	実測水溶液量[kg]	氷粒子排出量[kg]	サンプル回収量[kg]	濃度[°Brix]	計算上の水溶液量[kg]
文旦果汁全体量	120.18				
濃縮前サンプル	119.02		1.16	11	
1回目脱水	113.18	5.84			
2回目脱水	108.58	4.6			
3回目脱水	103.9	4.68			
4回目脱水	98.85	5.05			
5回目脱水	93.61	5.24			
6回目脱水	89.01	4.6			
7回目脱水	84.45	4.56			
8回目脱水	80.01	4.44			
9回目脱水	75.27	4.74			
10回目脱水	70.85	4.42			
11回目脱水	66.17	4.68			
12回目脱水	62.67	3.5			
13回目脱水	57.89	4.78			
14回目脱水	56.65	1.24			59.51
2倍サンプル	50.54		6.11	22	53.4
15回目脱水	46.32	4.22			
16回目脱水	41.86	4.46			
17回目脱水	37.4	4.46			
18回目脱水	32.78	4.62			
3倍サンプル			31.58	33	35.6

3. 3. ブルーベリー濃縮実験

ブルーベリーの果汁 85kg を濃縮した。濃縮前の果汁の濃度は 6.6°Brix であった。今回は氷粒子排出のたびに果汁のサンプルを採取したため、正確な回収率は得られなかった。ブルーベリー果汁は柚子や文旦に比べると固形分が少なかった。

実験結果

6.6°Brix を 13.5°Brix に 2.05 倍濃縮を達成した。タンクから溢れるほどではないが果汁が泡立っていた。

実験は氷排出のたびに果汁のサンプルをとりながら行った。最終的に回収したサンプルは 37.54kg で、最初のブルーベリー全体量から排出された氷とサンプルの量を引いた数値は 38.48kg だった。回収率は以下の式で求めた。今回は氷粒子の排出のたびにサンプルを回収したため、脱水した氷粒子に残った果汁は考慮しない。

$$\text{回収率} = \frac{37.54}{38.48} \times 100$$

$$\approx 97.6[\%]$$

濃縮液の回収率は 97.6%、2 倍濃縮に要した時間は 7 時間 22 分となった。



写真7 ブルーベリー発泡



写真8 ブルーベリー氷粒子

ブルーベリー濃縮実験

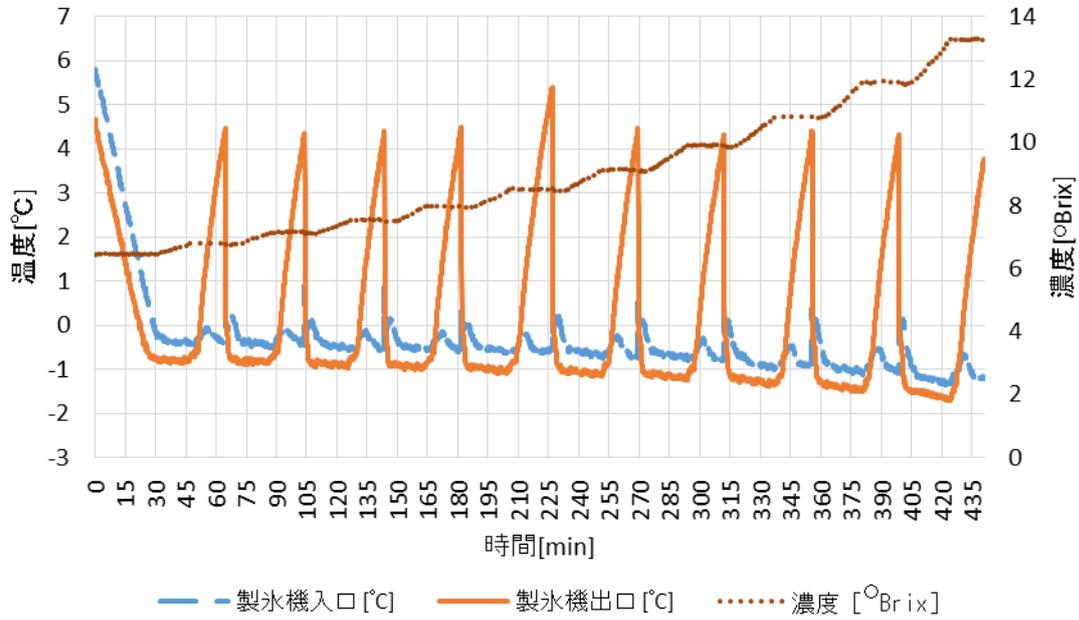


図4 ブルーベリー果汁濃縮実験

表3 ブルーベリー果汁濃縮実験

	実測水溶液量[kg]	氷粒子排出量[kg]	サンプル回収量[kg]	濃度[°Brix]
ブルーベリー果汁初期量	86.96			
濃縮前サンプル	85.84		1.12	6.6
1回目脱水	81.34	4	0.5	
2回目脱水	76.78	4.04	0.52	
3回目脱水	72.18	4.12	0.48	
4回目脱水	67.94	3.76	0.48	
5回目脱水	62.86	4.56	0.52	
6回目脱水	57.82	4.56	0.48	
7回目脱水	52.72	4.6	0.5	
8回目脱水	47.66	4.54	0.52	
9回目脱水	42.68	4.48	0.5	
10回目脱水	38.48	4.2		
終了			37.54	13.5

4. 考察

スクロース水溶液 100kg の濃縮実験は、プロセス屈折計で計測した濃度から製水量を計算し、自動での運転切り替え氷粒子の排出を行うことができた。配管内に空気が入り込んだためプロセス屈折計が正常に濃度を計測できず運転を停止した。現在のタンク形状は底が広く、液量が 30 kg 近くなると配管内に空気を巻き込んでしまうためと思われ、濃縮後のタンクに 40 kg 程度の水溶液が必要である。

文旦の濃縮実験では 120kg の果汁を 3 倍濃縮することができた。ブルーベリーの濃縮実験では 85kg の果汁を 2 倍濃縮することができた。回収率が文旦 88.7% に対しブルーベリー 97.6% となったのは、果汁に含まれている果実の皮などの成分の固形物がフィルターなどに付着し網目を塞いだことで、分離がうまく行えなかったとみられる。また、文旦濃縮実験の一回目の氷粒子の排出で、排出用のピンが氷粒子を押し切れず氷粒子が出てこなかった。1 回目の氷粒子は大量の固形物が付着していたが、2 回目の排出からは問題なく行うことができ固形物が少なかったことから、固形物が糊のようにフィルターと氷粒子をつないでいたのではないかと考えられる。ブルーベリーは濃縮の前に固形物を分離していたため、氷粒子に残る成分が少なかったとみられる。以上から効率的な濃縮のためには固形物を取り除く工程を加えることも一つの手法である。

氷の自動排出、文旦果汁では 3 倍の濃縮、1 日での濃縮を達成することができた。遠心分離機を 2 台にして交互に給液脱水運転することで製氷機の停止時間を減らすことや、遠心分離機を大型化しより氷粒子を今よりも多く溜められればより時間は短縮できるため、さらなる効率化が可能である。

濃縮実験後の洗浄は継ぎ手部分を食品機械用のヘルール継ぎ手で製作することで、完全に分解することができ洗浄ができた。ただし、現状では未だ部品点数が多いためより簡単に洗浄が行えるよう設計を見直し部品点数を減らす。さらにモータやそれにつながる配線などを防水仕様のものを使用すれば装置を丸ごと洗浄できるようになるため、変更を加えたい。

株式会社垣内では工場内に自社製食品機械のサービスルームを建築中であり、4 月には凍結濃縮装置を移転する予定である。自社製品の柑橘類搾汁装置と合わせて、サンプルの作成に活用する予定である。



写真9 垣内 サービスルーム



写真10 垣内 サービスルーム

5. おわりに

- (1) スクロース水溶液は実験に用いた水溶液量が少なかったため、2.89倍濃縮であったが、文旦果汁の3倍濃縮を達成した。本装置では濃縮用の液量が120kg以上あれば3倍濃縮が可能である。
- (2) スクロース水溶液100kgを1日で濃縮する目標を達成できた。遠心分離機を2台にするか大型化すれば、製氷機の停止時間を減らせ更に時間の短縮が図れる。
- (3) 濃縮液の回収率を90%以上にする目標は、スクロース水溶液で達成できた。実際の果汁によっては下回ったものもあるため、果汁に含まれる固形物を先に取り除く工程を加えるなどの手順が必要となる。
- (4) 氷粒子の自動排出を行うことができ、目標濃度までの濃縮を自動で行うことができた。
- (5) 濃縮運転後の洗浄を簡単に行えるよう、設計を見直し部品点数を減らし丸ごと洗浄できるような防水の装置にすることは今後の課題である。

【5】凍結濃縮による農水畜産物含有成分の安定濃縮課題への対応

【5-1】濃縮物の成分組成変化解析による装置の実証性評価

(高知県工業技術センター、高知工科大学)

1. はじめに

H24年度は農畜産物由来の試料を用いた各濃縮試験により、凍結濃縮システムがこれら試料の濃縮に有効であることを確認した。ブント果汁、牛乳、ショウガ汁の凍結濃縮において、各種成分組成を安定的に濃縮できることを報告した。H25年度は、水産物由来の試料であるだし汁への凍結濃縮システムの適用性を検証し、旨味及び出汁成分濃縮への有効性を確認した。

本年度は柑橘類果汁とはタイプの異なる2種類の果汁を調製し、本システムを用いた濃縮試験を行った。そのひとつは仁果類であるナシの果汁であり、もうひとつは液果類であるブルーベリーの果汁である。ブント果汁と同様に、高速液体クロマトグラフ (HPLC) 装置等を用いた解析により、風味成分の濃縮に対する本システムの有効性を検討した。また野菜汁であるトマト果汁についても同様の検討を行った。

2. ナシ果汁濃縮実験

2. 1 試料

高知県産の新高ナシを入手し、工技センター内で搾汁した後、濃縮実験まで冷凍保管した。

2. 2 濃縮実験

冷凍試料を解凍後、凍結濃縮システムに供し、2倍濃縮実験を行った。濃縮前の果汁及び濃縮後の果汁を採取し、分析用のサンプルとした。

2. 3 分析方法

2. 3. 1 理化学分析

糖度は分析用サンプルをろ紙ろ過後、デジタル屈折計 (ATAGO 製 RX-500i-Plus) を用いて測定した。pH測定については卓上型 pHメーター (HORIBA 製 D-74) を使用し、分析用サンプルに直接電極を挿入して測定した。粘度の測定にはアナログ型粘度計 (東機産業製 BⅡ形) を使用した。液色測定については、分析用サンプルをポアサイズ 0.45 μ m のフィルターでろ過後、分光光度計 (JASCO 製 V-630) を用いて測定した。

2. 3. 2 HPLC分析

総アスコルビン酸、遊離糖 (フルクトース、グルコース、スクロース、ソルビトール)、有機酸 (クエン酸、リンゴ酸) の分析については HPLC 装置を用いた。HPLC 分析は既報 1) と同様に行った。

2. 3. 3 微生物試験

分析用サンプルの微生物試験は乾式簡易培地 (日水製コンパクトドライ) を使用した。

2. 4 実験結果

2. 4. 1 理化学分析結果

濃縮前のナシ果汁は 14.0 °Brix の糖度を示した (表 1)。この果汁を凍結濃縮システムに供したところ、濃縮前果汁の 2 倍の糖度 28.0 °Brix を示す果汁が得られた。濃縮前後の果汁の pH はほぼ同等であり、濃縮前は 5.21、濃縮後は 5.11 であった。一方、粘度は糖度と同様に、濃縮後果汁は原液の 2 倍の粘度を示した。

表 1 ナシ果汁の理化学分析結果

	糖度 (°Brix)	pH	粘度 (mPa·s)	液色		
				L*	a*	b*
濃縮前果汁	14.0	5.21	3.6	76.47	3.95	24.39
濃縮後果汁	28.0	5.11	6.1	63.06	10.19	37.66

濃縮前のナシ果汁について液色を調べたところ、L* 値 76.47、a* 値 63.06、b* 値 24.39 であった。濃縮後の果汁の液色を調べたところ、濃縮前に比べて濃縮後は L* 値が低くなること、a* 値と b* 値は高くなることが分かった。L* 値の低下は色の濃色化、a* 値と b* 値の増加は橙黄色度が強くなったことを示している。したがって、ナシ果汁は 2 倍濃縮によって褐色に変化したことが分かった。平成 24~25 年度の濃縮実験に供したブントタン果汁、ユズ果汁、牛乳、ショウガ汁は、実験前後の液色 (L*、a*、b*) 変化が明確ではなく、目視や機器測定によって濃縮経過を判断することが難しい試料であった。一方、昨年度の液体だしの濃縮実験では、濃縮経過と液色の変化との間に関連があり、この液色を指標とした濃縮操作が可能であることを報告した。ナシ果汁は濃縮によって液色の変化が明確であり、機器測定可能であることから、液体だしと同様に濃縮操作の指標に液色を用いることができると判断した。

2. 4. 2 HPLC 分析結果

濃縮前後のナシ果汁に含まれている総アスコルビン酸量を調べた (図 1)。総アスコルビン酸量は、濃縮前 1.90 mg/100mL、濃縮後 3.63 mg/100mL であった。濃縮前後で、試料中の総アスコルビン酸量は約 1.9 倍に増加しており、糖度と同様の濃縮率を示すことを確認した。

ナシ果汁の主要な遊離糖であるフルクトース、グルコース、スクロース、ソルビトールについて、試料の濃縮前後の含量を調べた (図 2)。濃縮前試料の含量は、フルクトース 3.90 g/100mL、グルコース 2.49 g/100mL、スクロース 4.46 g/100mL、ソルビトールは 2.09 g/100mL であった。濃縮後試料の含量はそれぞれ 7.53 g/100mL、4.66 g/100mL、8.92 g/100mL、3.98 g/100mL であった。各遊離糖濃度の総和を比較したところ、濃縮前は 12.9g/100mL、濃縮後は 25.1g/100mL と 1.9 倍に増加しており、総アスコルビン酸と同様の濃縮率を示すことが分かった。

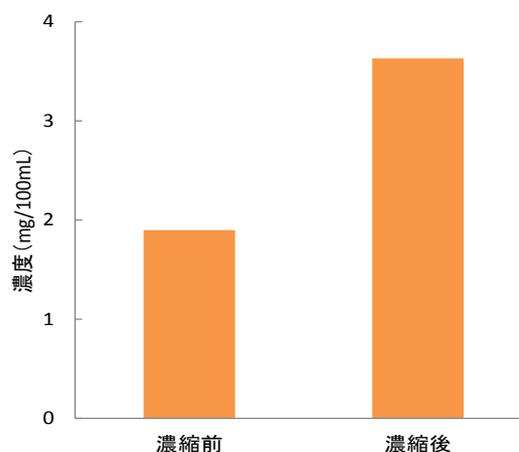


図 1 ナシ果汁の総アスコルビン酸

ナシ果汁の主な有機酸であるクエン酸及びリンゴ酸の濃度を測定した (図 3)。濃縮前後でクエン酸濃度は 0.06 g/100mL から 0.12 g/100mL に増加、リンゴ酸濃度は 0.21 g/100mL から 0.46 g/100mL に増加していた。各有機酸濃度の総和を比較したところ、濃縮前後で 0.28 g/100mL から 0.58 g/100mL に増加しており、2.1 倍の濃縮率であった。

ナシ果汁の主要な呈味成分である遊離糖及び有機酸の各濃度は、糖度を指標とした際の濃縮率と同じ倍率で増加することを確認した。このことから柑橘類と同様に、仁果類の果汁も本システムによる濃縮操作が可能であると判断した。またナシだけでなく、同じ仁果類であるリンゴ果汁についても濃縮可能であると推察する。

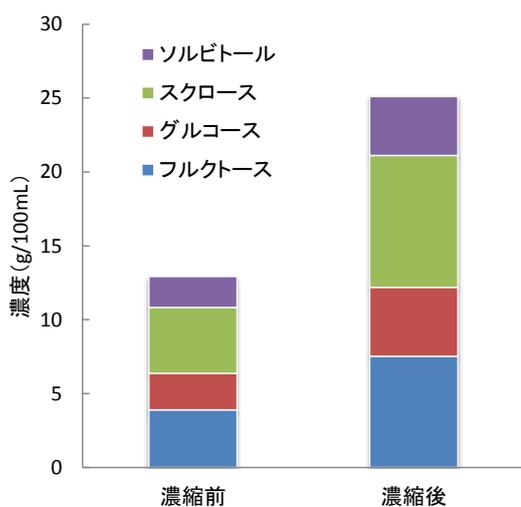


図2 ナシ果汁の遊離糖組成

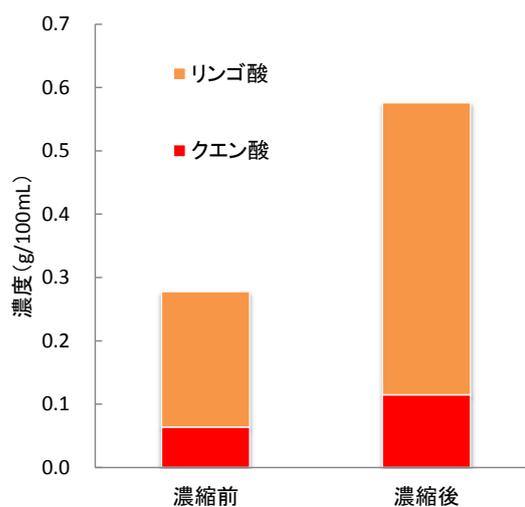


図3 ナシ果汁の有機酸組成

2. 4. 3 微生物試験結果

濃縮操作によって水分が除去されることにより、食品中の各種成分濃度が増加するだけでなく、微生物量も増加することが懸念される。こうした凍結濃縮システムのもつ食品衛生的リスクを評価するために、濃縮前後のナシ果汁に含まれている生菌数を調べた (図 4)。濃縮前のナシ果汁の一般生菌数は、 17 ± 2 個/1mL であった。この果汁を 9 時間の濃縮操作で 2 倍濃縮したところ、濃縮後試料には 25 ± 6 個/mL の生菌が存在することが分かった。比較対象として、濃縮操作に供したものと同一ナシ果汁を室温 (15°C) で濃縮操作と同じ 9 時間放置したものを室温放置品として一般生菌数を測定した。その結果、室温放置品には 33 ± 5 個/mL の生菌が検出された。また、大腸菌群はいずれの試料からも検出されなかった。

濃縮前試料に比べて、濃縮後試料は 1.5 倍、室温放置品は 1.9 倍の一般生菌数が検出された。つまり、凍結濃縮システムで処理された果汁の

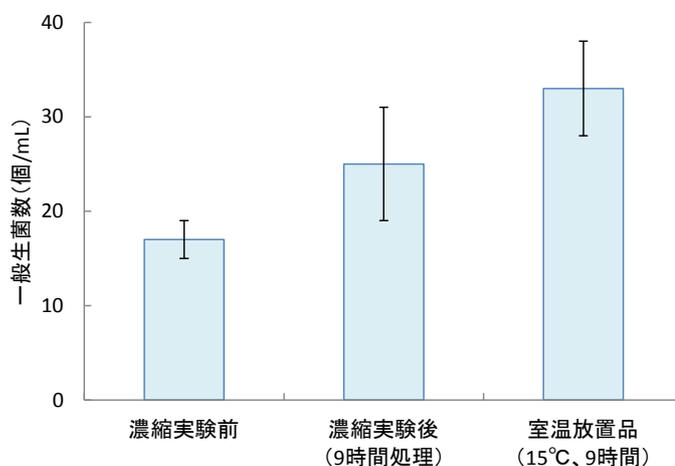


図4 ナシ果汁の一般生菌数

菌数は、15℃という比較的冷所で放置した果汁の菌数よりも低いことが示された。このことは、10℃以下の液温で氷結晶を析出しながら循環する本システムにおいて、濃縮による菌数の増加は避けられないものの、微生物が増殖するリスクが限りなく小さいことを表しているものと考えられる。ただし、10℃以下でも増殖しうる食中毒菌、例えばセレウス菌(*Bacillus cereus*)のような菌が存在する試料を濃縮に供する可能性もある。

そのため、今後も本システムの検証において、各種成分の濃縮性だけでなく、衛生的なリスクをさらに評価していくことが必要である。

3. トマト果汁濃縮実験

3. 1 試料

カゴメ(株)製食塩無添加100%ストレート果汁を入手し、濃縮実験に用いた。

3. 2 濃縮実験

試料を凍結濃縮システムに供し、2倍濃縮実験を行った。

3. 3 分析方法

3. 3. 1 HPLC 分析

トマトのカロテノイド分析には HPLC 装置を使用し、次の条件で分析した。

HPLC 分析条件；カラム：Cosmosil 5C18-MSII (250×4.6 mm I.D., ナカライ製)、カラム温度：40℃、溶離液 A：90%アセトニトリル、溶離液 B：酢酸エチル、グラジエント条件：A100→50→50% (0→13→30 min)、測定波長：430 nm (0→15 min) →450 nm (15→30 min)、流速：1.5 mL/min、注入量：10μL

3. 4 実験結果

トマト果汁を本システムに供し、濃縮実験を試みた。製氷部のジェネレーターでは氷が析出し、その結晶が掻きだされていることは確認できた。ところが、固液分離を行う遠心分離機内において、試料濃縮液がトマト果汁に含まれている大半の不溶性パルプ質とともに固体側に残存したことにより、液側から濃縮液を得ることができなかった (図 5)。

固液分離の確認のため、遠心分離機内で固体側に残存した試料を採取し、濃縮前の試料と水分、リコピン濃度の比較を行った。その結果、濃縮前試料は水分 94.2%、リコピン 11.0 mg/100mL、遠心分離機内の固形分は、水分 92.8%、リコピン 11.2 mg/100mL であり、両試料はほぼ同等の



図 5 遠心分離機内のトマト果汁

値を示すことがわかった。つまり、遠心分離ではほとんど分離が進んでいない状態であることがわかった。

トマト汁で固液分離が進まなかった原因は、試料中に含まれるパルプ質が多かったためであることが一因として考えられる。試料は本来、遠心力によって、遠心分離機内に設置されたメッシュフィルターを透過する液体と、透過しない固体とに分離される。しかし、今回実験に供したトマト汁のように不溶性のパルプ質が多量に含まれている試料では、フィルター表面に氷結晶と共にパルプ質が付着してしまい、その結果、液体が透過できなくなり、固液分離の効率が低下すると考えられる。

そこで、パルプ質を多量に含む試料を簡易に見極めるための方法として、ロートに充填した砕氷を透過させる方法を検討した。トマト果汁を透過させてみたところ、パルプ質が氷に付着し、全体的に氷が赤く染色された。一方で、後述で報告するブルーベリー果汁を同様に透過させてみた。すると、本試料はパルプ質が少ないため、氷に付着せず、紫色にほとんど染まることがなかった。(図6)



図6 果汁の砕氷透過テスト

今回の結果からは、現状の凍結濃縮システムでは、トマト果汁のような不溶性のパルプ質を多量に含む試料を濃縮することは困難であると判断した。このタイプの試料の濃縮については、氷を生成するジェネレーター部ではなく、遠心分離機による固液分離部に課題があり、別途、パルプ成分の分離手段を適用する必要がある。また上述の簡易なテストでも、氷への透過傾向が確認できることから、今後の凍結濃縮試験の際には、試料の特徴として、不溶性成分についても把握する必要がある。

4. ブルーベリー果汁濃縮実験

4. 1 試料

島崎商事㈱（高知県佐川町）から冷凍ブルーベリー果実を入手し、工技センター内で搾汁及びろ過処理後、濃縮実験に用いた。

4. 2 濃縮実験

試料を凍結濃縮システムに供し、2倍濃縮実験を行った。

4. 3 分析方法

4. 3. 1 理化学分析

糖度は分析用サンプルをろ紙ろ過後、デジタル屈折計（ATAGO 製 RX-500i-Plus）を用いて測

定した。

4. 3. 2 アントシアニン分析

ブルーベリー色素であるアントシアニンの分析については、質量検出器 (MS) 付き HPLC 装置 (LC-MS) を用いた。石川らの方法²⁾を参考にして分析条件を設定した。

・HPLC 部条件：装置；Agilent 1100、カラム；Synergi 4 μ MAX-RP80A ϕ 2.0 \times 150 mm、溶媒 A；5%ギ酸 (v/v)、溶媒 B；5%ギ酸 (v/v) を含むアセトニトリル、グラジエント条件：0 分 (10%B) \rightarrow 15 分 (15%B) \rightarrow 25 分 (20%B) \rightarrow 30 分 (50%B)、流速；毎分 0.2 mL、検出波長；520 nm、カラム温度；30 $^{\circ}$ C、注入量；2 μ L

・MS 部条件：装置；ABSCIEX API 2000、イオン化モード；ESI positive、スキャンタイプ；Q1 MS (m/z 250-550)、Curtain Gas；20 psi、Ion Source Gas1；50 psi、Ion Source Gas2；80 psi、Ion Spray Voltage；5500、Temperature；400 $^{\circ}$ C

標準物質として(株)常盤植物化学研究所製のデルフィニジン-3-グルコシド (Dp-3-glc)、シアニジン-3-グルコシド (Cy-3-glc)、ペチュニジン-3-グルコシド (Pt-3-glc)、ペオニジン-3-グルコシド (Peo-3-glc)、マルビジン-3-グルコシド (Mv-3-glc) の各塩化物を使用した。

4. 4 実験結果

4. 4. 1 LC-MS 分析条件設定

5 つの標準物質を 0.1 mg/mL に調製し、LC-MS 装置に注入した。波長 520 nm で検出したところ 5 つのピークを検出した。また MS 検出器によるトータルイオンクロマトグラム上にもほぼ同じ保持時間で 5 つのピークが検出された。これらピークについて保持時間の短いものからアルファベットを順番に付け、ピーク A~E とし、検討を行った (図 7)。まずピーク A の MS スペクトルを調べた。その結果、ピーク A からは主分子イオンピークとして m/z=465、副分子イオンピークとして m/z=303 を検出した。前者の m/z は標準物質である Dp-3-glc の分子量に一致し、後者の値はアグリコンであるデルフィニジンの分子量に一致した。副分子イオンピークは主ピークのフラグメントとして検出されたものと予想する。したがってピーク A は Dp-3-glc である判断した。他のピークについても MS スペクトルを解析した結果、ピーク B は 449 と 287、ピーク

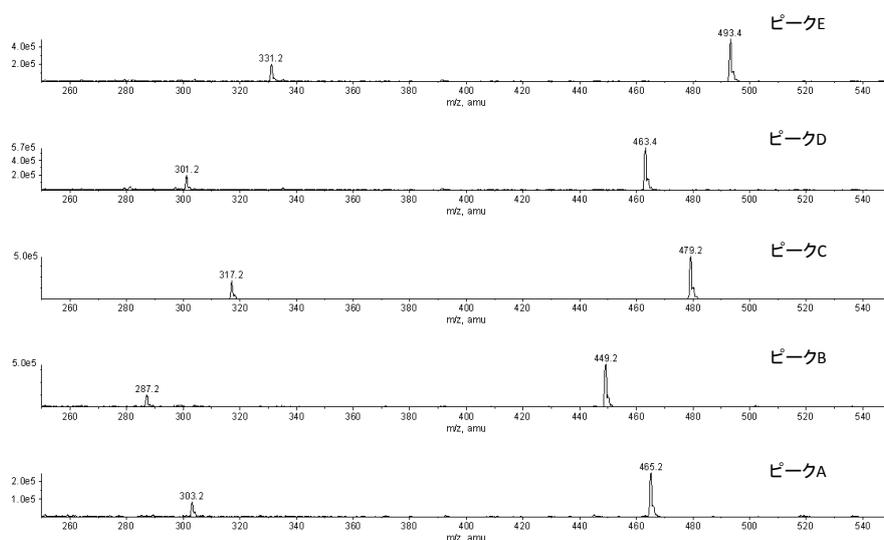


図 7 標準物質の MS スペクトル

Cは479と317、ピークDは463と301、ピークEは493と331をそれぞれ検出した。これらの解析値から、ピークB~Eは順にCy-3-glc、Pt-3-glc、Peo-3-glc、Mv-3-glcであると判断した。また副分子イオンピークのm/zは各アントシアニンのアグリコンの分子量に一致することも確認した。

4. 4. 2 濃縮ブルーベリー解析

ブルーベリー果汁を凍結濃縮システムに供し、濃縮経過中の果汁を適宜サンプリングした(9段階)。濃縮前の果汁の糖度を測定したところ6.78^oBrixであった。濃縮完了後、糖度12.65^oBrixを示す約1.9倍の濃縮果汁が得られた。

濃縮前果汁をLC-MS分析し、検出された複数のピークを、標準物質で得られた情報をもとに解析した(図8)。その結果8つのピークは、それぞれデルフィニジン、シアニジン、ペチュニジン、ペオニジン、マルビジンを骨格とする配糖体であると推定した(表2)。

濃縮前果汁及び各濃縮段階における濃縮果汁、計10サンプルから得られたクロマトグラムを解析し、アントシアニンであると推定された8つのピークの面積和を算出した。得られた各試料のピーク面積和を糖度(6.78~12.65^oBrix)に基づきプロットし、アントシアニン量と糖度の関係を検討した(図9)。その結果、糖度とピーク面積和との間には直線的な関係が存在し、良好

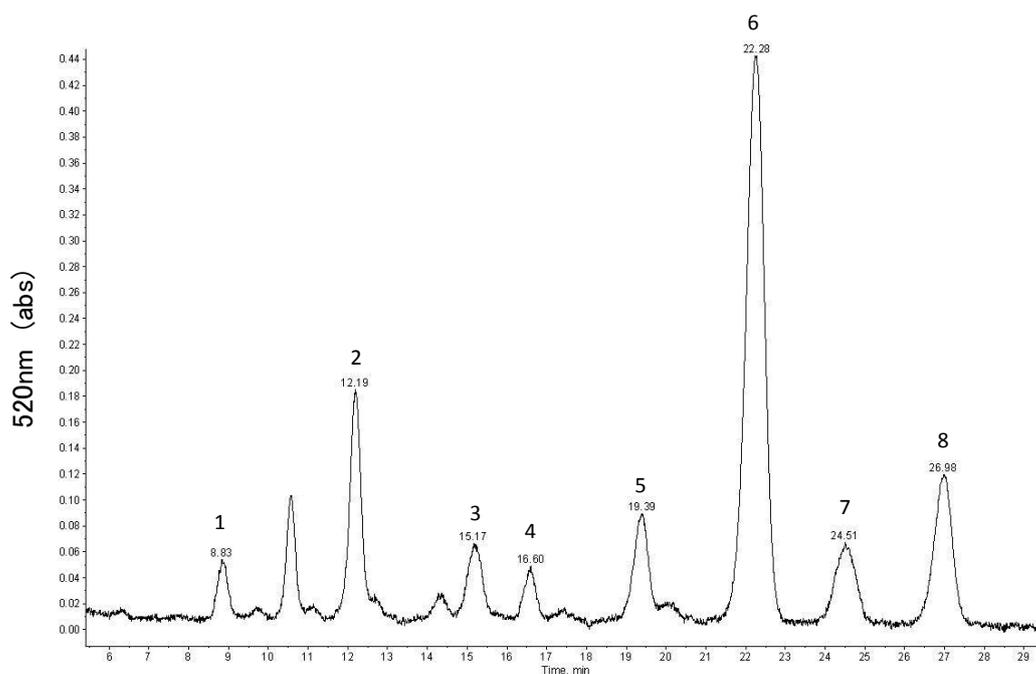


図8 ブルーベリー果汁のクロマトグラム

表2 ブルーベリーアントシアニンのLC-MS解析結果

ピーク番号	保持時間(分)	分子イオンピーク(m/z)	推定化合物
1	8.83	465	Dp-3-gal
2	12.19	465	Cy-3-glc
3	15.17	449	Pt-3-gal
4	16.60	449	Pt-3-glc
5	19.39	479	Peo-3-gal
6	22.28	479	Mv-3-gal, Peo-3-glc
7	24.51	463	Mv-3-glc
8	26.98	493, 463	Mv-3-ara

Dp:デルフィニジン、Cy:シアニジン、Pt:ペチュニジン、Peo:ペオニジン、Mv:マルビジン、glc:グルコース、gal:ガラクトース、ara:アラビノース

な相関関係 ($r=0.996$) があることが分かった。したがって、濃縮によって、糖度が増加することに伴い、アントシアニン量も増加することが明示された。

ブルーベリーに含まれているアントシアニンは視力改善作用³⁾、抗酸化作用⁴⁾、糖尿病性網膜症に対する作用⁵⁻⁶⁾、脳の老化作用⁷⁾、動脈硬化リスク軽減効果⁸⁾が報告されている。内皮依存性血管弛緩による血圧降下作用⁹⁾、あるいは疲労回復作用¹⁰⁾についても研究が行われている。アントシアニンは生体調節機能を示す有用な成分である一

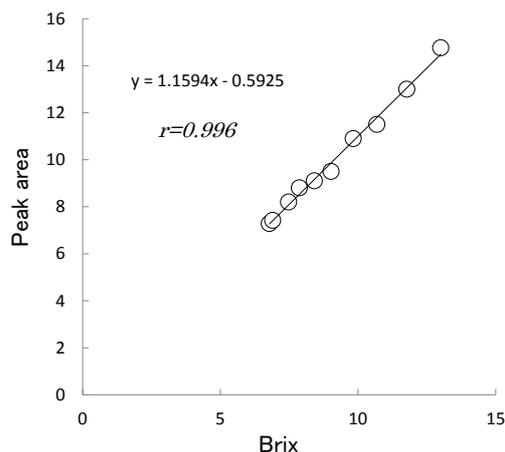


図9 ブルーベリー果汁糖度とピーク面積和との関係

方で、安定性が低いために、加工によって変化することも知られている¹¹⁻¹²⁾。本事業で開発した凍結濃縮システムは、ブルーベリーアントシアニンを安定的に濃縮可能である。本システムを用いて、アントシアニンといった生体調節機能成分の濃度を高めた果汁を調製することで、健康志向の付加価値を高めた食品開発への応用が期待できる。

5. おわりに

これまでの実験により、本事業で開発した凍結濃縮システムは、農畜水産物由来の各種液体食品を成分組成安定的に濃縮できることが分かった。柑橘類であるブンタン及びユズ、仁果類であるナシ、液果類であるブルーベリーの各果汁濃縮に本システムが適用可能であった。また液体だし、ショウガ汁の濃縮も可能である。一方で、濃縮によって成分組成が不安定になった牛乳、あるいは固液分離が困難であったトマト汁のような、不溶性成分を多く含むものについては、現状のシステムに適用するには課題があることがわかった。これらの試料を現状のシステムに適用するためには、分離手段の観点から、さらに改良していく必要がある。

本システムは衛生的なリスクは低いであろうということは確認できた。ただし実用機では衛生レベルの低い食品が投入されることも予想される。そのため、今後も食品成分組成の濃縮性能や回収能についてはもちろんのこと、サニタリー性についても検証しなければならない。

6. 参考文献

- 1) 松本泰典, 森山洋憲, ブンタン果汁を用いた懸濁結晶法による凍結濃縮装置の検証, 食科工誌, 59(10), (2012)515-521
- 2) 石川ふさ子ら, ブルーベリーエキスを含有する健康食品中のアントシアニンの分析, 食衛誌, 49(5), (2008)339-346
- 3) 伴琢也ら, HPLC によるブルーベリー果実及びジャム中のアントシアニンの分析, 食品保蔵科学会誌, 29(3), (2003)153-157
- 4) P. Morazzoni et al., Vaccinium myrtillus L. Fitoterapia, 67, (1996)3-29
- 5) W. Zheng et al., Oxygen radical absorbing capacity of phenols in blueberry, cranberries, chokeberries and lingonberries, J. Agric. Food Chem., 51(2), (2003)502-509

- 6) A. Scharrer et al., Anthocyanosides in the treatment of retinopathis, *Klin. Monatsbl. Augenheilkd.*, 178(5), (1981)386-389
- 7) R. Boniface et al., Effect of anthocyanosides on human onnective tissue metabolism in the human, *Klin. Monatsbl. Augenheilkd.*, 209(6), (1996)368-372
- 8) R. L. Galli et al., Fruit polyphenolics and brain aging: nutritional interventions targeting age-related neuronal and behavioral deficts, *Ann. NY Acad. Sci.*, 959, (2002)128-132
- 9) 浜渦康範ら, ブルーベリー果実の継続的摂取と自発運動によるラットの動脈硬化リスク軽減効果, *栄食誌*, 58(5), (2005)259-266
- 10) 竹原良記, ブルーベリー抽出エキス及びアントシアニンによる内皮依存性血管弛緩と抗酸化能, *食品工業*, 47(4), (2004)27-31
- 11) 平本恵一, ブルーベリーの疲労回復効果, *食品工業*, 47(4), (2004)32-36
- 12) 大庭理一郎ら, アントシアニン～食品の色と健康～, *建帛社*, (2000)57-102

最終章 全体総括

我が国のように四季を有し、農産物等の収穫期に限られる地域にて、農産物や果実を液状にし、これを濃縮するには、品質面、効率面から簡易な凍結濃縮システムの構築が必要である。本研究開発では、製氷部と遠心分離機がシステムの主な基本構成となる懸濁結晶法による凍結濃縮システムの確立に向け取り組んできた。その能力の目標は、現在低温濃縮として主に用いられている膜濃縮技術の性能を基準に、3倍以上の濃縮が可能で、生成された濃縮液の回収率を90%以上とした。また、本事業での最終目標を果汁等の代表の糖類となるスクロース水溶液（10°Brix、100 kg）を3倍濃縮、回収率90%以上の自動濃縮システムの試作が完成することとして、3年間にわたり実施してきた。その結果、当初の目標通りに自動濃縮システムを構築することができた。以下にこれまで取り組んできた内容について述べる。

まずは、凍結濃縮システムの主要な装置となる製氷部と遠心分離機の構造を決定しなければならない。製氷部の検討項目は、製氷能力、装置内で生成された氷粒子と水溶液の混合操作、遠心分離機の分離に影響する氷粒子径と水溶液の関係の把握である。これらの検討を行うため、可視化にて固液混合状態の確認が行える装置（以下、可視化装置）、そして実際に製氷が行える装置（以下、製氷装置）の2機を本事業の参画機関にて設計・製作を行った。可視化装置では、密度と粒子径が氷粒子に類似する粉末ポリエチレンを用い、水溶液の粘性における粒子挙動、掻き取り刃の回転に必要な所要動力を求めめるため、PIV解析による最適な回転数を推算する手法を調べた。その結果、製氷部内の攪拌混合状態の指標である攪拌レイノルズ数と所要動力の関係を明らかにし、水溶液の粘性に対して必要な回転数を推算する関係式を導き出した。これにより、製氷部内で生成された氷粒子を一様に混合しつつ、遠心分離機に移送する最適な攪拌回転数を決定した。製氷装置では、伝熱面に形成される氷膜が氷粒子を生成する際にどのような関係があるのかを明らかにするため、氷膜の厚さと水溶液の濃度をパラメータに実験的に調べた。氷膜の性状の把握としては、氷膜の熱伝導率を指標に評価したところ、何れの水溶液濃度においても純水の氷粒子の熱伝導率 $2.2\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ よりも低い値を示し、しかも濃度の上昇に伴い熱伝導率は低い値となる傾向が得られた。これにより、溶質が存在する水溶液にて生成される氷膜は固液混合状態となり、水溶液の濃度が上昇することで液体の比率が高くなる。また、氷膜厚さを変更したときの熱伝導率は異なり、考察では厚さを増すことで氷膜が純粋な固層と固液混合状態の層の2層となることが考えられた。以上の結果から、製氷能力と装置構造の観点から氷膜厚さについては0.5~1 mmの厚さにて製氷を行うことが適する結果が得られた。また、遠心分離機にて分離する際の氷粒子形状を把握するため、水溶液の濃度と粒度分布を実験的に調べたところ、水溶液の濃度と生成される氷粒子の粒度に相関があり、水溶液の濃度が目標の3倍では、数十 μm の粒度となることが得られた。

次に遠心分離機では、製氷運転中に氷粒子と水溶液を簡易分離する低速回転、そして遠心分離内に氷粒子がある一定以上溜まると製氷運転を一時停止させ、氷粒子から水溶液を除くために高速回転を行うに当たり、必要となる回転数を調べた。また、これに伴うフィルターを検討した。水溶液の濃度と脱水量の関係をj得る実験から、遠心分離機のバスケット内に安定して氷粒子を一様に分布させることも考慮し、適する回転数を求めることができた。

以上の実験装置から得られたデータに基づき、自動濃縮システムの試作と改造を行った。本シ

システムは、濃縮する水溶液の質量と目標濃度を入力すると自動で製氷が行えることとして、制御を施したものである。本装置にてスクロース水溶液、文旦果汁、ブルーベリー果汁をサンプルに3倍の濃縮、回収率90%以上を目標に実験を行ったところ、文旦果汁については固形分が含有していたため回収率が88.7%と目標に若干及ばなかったものの、その他の水溶液についてはいずれも90%以上と高い回収率が得られた。本システムの能力は120 kgの水溶液を24時間以内に3倍濃縮可能である。今後は、様々な液状食品をサンプルに濃縮実験を実施する予定である。

最後に、実験装置では、凍結濃縮システムの有効性を調べる実験として、文旦果汁、牛乳、ショウガ汁、みかん果汁、セミノール果汁、梨果汁、カツオ出汁等の濃縮実験を実施し、機能性成分、芳香成分の定量的、定性的な評価を行った。何れの実験においても成分を安定させた状態で濃縮が行えているとの結果が得られた。また、カツオ出汁の実験では、膜濃縮との比較を行った結果、膜濃縮よりも芳香成分が残存する結果であったが、凍結濃縮時の操作を水溶液がよりクロードにすることで、さらに芳香成分が残存できる可能性を得た。本課題については今後も検討を行う予定である。

スクロース水溶液の3倍濃縮、回収率90%以上の自動濃縮システムの試作まで進めたことは、本事業の当初の目標を達成できたと言える。