高压射流流道结构对纤维素微细化的影响

The influence on ultra micronization of cellulose from flow passage structure of high pressure jeton

孙世琪1 刘 斌1 冯 瞿1 许兰贞2

SUN Shi-qi¹ LIU Bin¹ FENG Qu¹ XU Lan-zhen²

(1. 北京工商大学材料与机械工程学院,北京 100048;2. 北京工商大学外国语学院,北京 100048)

(1. College of Material and Mechanical Engineering, Beijing Technology and Business University, Beijing 100048, China; 2. School of Foreign Languages, Beijing Technology and Business University, Beijing 100048, China)

摘要:采用计算流体动力学方法研究相同操作压力下不 同阀体结构内的压降和速度分布差异,并结合不同阀体 结构微细化膳食纤维单一组分纤维素的粒径变化,研究 流道结构对纤维素微细化处理的影响。结果表明,纤维 素水分散液质量浓度越小,单阀的微细化效果越好;而纤 维素水分散液质量浓度(≪2%)对组阀处理的微细化效 果无明显影响;阀体结构对微细化效果的影响取决于流 道内是否形成大区域和大幅度的流速变化。

关键词:高压射流;单阀;组阀;超微细化;纤维素

Abstract: The computational fluid dynamics method was used to study the pressure drop and velocity distribution differences in different valve body structures under the same operating pressure, and the particle size changes of the single component cellulose of the micronized dietary fiber of different valve body structures were combined to study the influence of flow channel structure on cellulose miniaturization. The results showed that the smaller of the concentration of cellulose aqueous dispersion was, and the better the micronizing effects of single valve treatment were. The concentration of cellulose aqueous dispersion ($\leq 2\%$) had no obvious influence on the micronizing effect of group valve treatment. The effects of the valve body structure on the miniaturization effects depended on whether a large area and a large flow rate change were formed in the flow channel.

Keywords: high pressure jet; single valve; group valve; micronization

膳食纤维主要由纤维素、半纤维素和木质素等构成,

收稿日期:2020-08-28

纤维素等组分经微细化处理后,比表面积增大,聚合度降低,能大大改善膳食纤维的理化品质,并拓展其生理功能的应用^[1-3]。

高压射流破碎是利用压力梯度、剪切、空化等多重作 用,对物料实现超微细化处理^[4-6]。Floury 等^[7-8]对操作 压力高达 350 MPa 的 Stansted 均质阀内流场进行数值分 析发现,均质阀内部机械应力、剪切速度和空化效应存在 明显差异。Cheng 等^[9-10]研究表明,颗粒或液滴尺寸随 高压射流压力的增大和通过次数的增加而减小,平均粒 径与操作压力或压力梯度呈特定的函数关系。Johannes 等[11-13]指出,在固液或液液混合物的超微细化过程中, 通过增加操作压力和通过次数是获得更加细微颗粒的有 效途径。Schultz 等^[14]认为阀隙区域对应的压降能量密 度是液滴超微细化的主要机理。Innings 等^[15] 通过阀隙 区域的可视化,指出微液滴形成在阀隙出口的湍射流处。 Keinig 等[16-19] 指出, 阀体结构形成特定的流道形式, Stansted 均质阀、射流均质阀、倒 Z 环均质阀的流场内,压 力骤降均发生在流道最窄段的初始端,速度梯度则主要 体现在阀隙孔隙内和出口以后,速度变化主要与流道结 构和固壁影响相关。除操作压力对应的压力梯度和剪切 速度以及通过次数对应的破碎能量累积效应外,阀体结 构形成的特定流道形式也影响最终的微细化效果。 Francesco 等^[20]发现阀体孔隙结构直接影响高压射流处 理后微生物活性。Schultz 等^[21]指出阀体孔隙的几何参 数如孔隙长度和入口角度直接影响高压射流后的粒径 中值。

研究^[1-2]表明,高压射流作为高效的湿法粉碎方法, 对膳食纤维的微细化处理效果明显,且阀体的操作压力 是影响物料微细化效果的主要因素。通常情况下,动力 源柱塞推进速度大,即形成阀体内操作压力越大,同一阀 体结构下柱塞推进速度与操作压力基本为线性对应关

基金项目:国家重点研发计划资助项目(编号:2016YFD0400305) 作者简介:孙世琪,男,北京工商大学在读硕士研究生。

通信作者:刘斌(1974一),男,北京工商大学副教授,工学博士。 E-mail:liubin@th.btbu.edu.cn

系^[22]。除操作压力因素外,如果阀体结构存在差异,即使 同样的操作压力,流道各处的压降和速度分布也不同,即 各种机械力作用的效果存在差异。文章拟采用计算流体 动力学方法研究相同操作压力下不同阀体结构内的压降 和速度分布差异,进而结合不同阀体结构微细化膳食纤 维单一组分——纤维素的粒径变化,探索流道结构对纤 维素微细化处理的影响,为高压射流阀体结构改进和膳 食纤维微细化的工程制备提供依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料

纤维素粉:90 μm,阿拉丁试剂(上海)有限公司; 氢氧化钠:分析纯,国药集团化学试剂有限公司。

1.2 仪器与设备

电子天平:AB104-N型,上海第二天平仪器厂;

高压射流均质机: NCJJ-0.005/150型,操作压力 0~ 150 MPa,最大处理量 5 L/h,廊坊通用机械制造有限公司;

集热式恒温加热磁力搅拌器:DF-101S型,北京世纪 予华仪器有限公司;

激光粒度分析仪: Mastersizer 2000型, 英国马尔文 公司;

EDI 超纯水设备: ZYpureEDI100c型, 中扬永康环保 科技有限公司;

扫描电镜:Phenom XL型,荷兰 Phenom-world 公司。

1.3 **试验方法**

1.3.1 流道 CFD 分析 高压射流最常用的孔隙阀体为 单孔阀(见图 1),由天然金刚石镶嵌在钢制基材中央形成 阀体,经高能激光束熔钻打孔,孔径 100 μm 左右;组阀应 用通常由两片等孔径单阀重叠放置构成。

依据阀体部件装配情况,单阀与组阀形成的二维流 道模型如图 2 所示,采用混合型网格。计算时工质选定 为牛顿流体,单相,并认为不可压缩。通过计算雷诺数可 知,流动的雷诺数大于临界雷诺数,为湍流模型,分子之 间的黏性可忽略。二维流道模型的射流场均处于湍流状 态,因此可采用标准的 k—ε 模型进行数值模拟^[8,23]。入 口边界设为压力入口(以 130 MPa 计),出口边界设为压 力出口(0.1 MPa),离散格式采用二阶迎风格式。

1.3.2 高压射流超微粉碎处理纤维素 纤维素粉和去离





图 2 单阀与组阀流道二维仿真模型图



子水分别以 m_{纤维素}:m_{*}为1:99,2:98 混匀,磁力搅拌 5 min,得1%,2%纤维素水分散原样。应用高压射流均 质机,分别在单阀和组阀的阀体结构下,调整柱塞进给速 度,维持130 MPa操作压力下高压射流超微粉碎处理纤 维素水分散液4次。

1.3.3 纯化处理 配制 6%的 NaOH 溶液备用。纤维素水分散液以 3 000 r/min 离心 4 min,底物(以原干粉计)分别与 6% NaOH 溶液以 m_{底物} : m_{NaOH溶液} = 1 : 49 混匀, 60 ℃、150 r/min 搅拌纯化 1 h。3 000 r/min 离心 4 min,底物复水洗涤后再次离心分离,反复操作 3次,直至底物接近中性。

1.3.4 纤维素粒径分析 应用激光衍射的方法测量微粒 尺寸及粒度分布,测量3次取平均值,测量时每个样品取 样20 mL,设置激光粒度分析仪的分散介质水折射率 1.33,纤维素折射率1.48,样品进样时遮光度控制在5%~ 10%。以粒径分布曲线、表面积平均粒径 D_[3,2]和体积平 均粒径 D_[4,3]为粒径指标,并分别按式(1)、(2)计算体积 加权平均粒径和表面积加权平均粒径。

$$D_{[4,3]} = \sum n_i d_i^4 \div \sum n_i d_i^3 , \qquad (1)$$

$$D_{[3,2]} = \sum n_i d_i^3 \div \sum n_i d_i^2 , \qquad (2)$$

式中:

n_i——第*i*组颗粒数;

*d*_i — 第 *i* 组颗粒直径。

1.3.5 电镜分析 纤维素水分散原样和纤维素水分散样 品稀释 40 倍,将其均匀滴在粘有导电胶的样品台上,待 其干燥后喷金处理 90 s,进行扫描电镜观察。

1.3.6 数据处理 根据 1.3.1 流道 CFD 分析数据直接绘制单阀和组阀的速度和压力云图,以及沿轴线方向的压力和速度变化图;应用 EXCEl 软件处理粒径分析统计数据并作图。

2 结果与分析

2.1 CFD 仿真分析

2.1.1 压力分析 由图3可知,单阀流道最窄处入口压





力变化较快,几乎降为 0;组阀流道最窄处入口压力变化 相对较缓慢,压力突降并保持稳定然后再次突降,突降后 压力几乎为 0。单阀、组阀流道中压力骤降位置相差不 大,组阀流道中出现两次压力骤降,而单阀出现一次压力 骤降。单阀与组阀的最窄处出口附近区域均出现负压, 说明液体离开阀孔后,气液两相共存且可能存在二次空 化。此时,单一水相介质在该区域内的数值模拟已不能 反映该区域的空泡发生和溃灭的真实情况,该区域的数 值模拟过程出现压力负值的极端状态。阀孔出口后的大 部分区域是气液混合的可压缩不连续体系,液体、汽化液 体和不凝性气体三相共存,并因密度、速度等差异相互作 用,在后续的流体运动历程中,随着压力的回升,空泡溃 灭带给周围液体如固体般的冲击作用,为射流过程实现 破碎的重要因素。

当压降过程发生在很小的长度区域 L 内时,可定义 阀内压力梯度为^[14]:

$$G = \left| \frac{\Delta P}{L} \right| \,. \tag{3}$$

由图 4 可知,两种阀体结构压力梯度的存在区域较 小,且均在流道最窄处的入口附近较窄范围内存在较高 的压力梯度,其余位置的压力梯度几乎为零。压力梯度 反映高压射流过程挤压、摩擦作用的强弱,单阀结构压力 梯度的最大值约为组阀的 2 倍,若计算域内压力梯度是 均质微细化的主导原因,则理论上经单阀处理的料液微 细化程度更高,若试验结果与理论推理不符,说明压力梯 度并非均质破碎效果的关键制约因素,其他影响产品微 细化程度的因素依然存在。

2.1.2 速度分析 流速反映高压射流破碎剪切、冲击作 用强弱,是物料微细化的重要因素。流速从0逐渐增大, 反映了液流高速挤入阀孔发生延展、断裂,最终被微细化 的过程。由图5可知,单阀结构的入口速度最高达 600 m/s,组阀结构的入口速度最大值为420 m/s。由 图6可知,在流道最窄处的入口附近,单阀内的速度变化 比组阀内明显,但只出现一次速度突变,而组阀内出现两 次速度突变,且速度变化区域相对较宽。

2.2 电镜分析

由图 7 可知,与纤维素原样相比,经单阀和组阀处理 后的纤维素微纤束在直径和长度方向上的尺寸均减小。 通过 4 次的高压射流处理,部分纤维素直径降至百纳米 范围,长度降为微米级,但直径仍存在微米以上的纤维 束。无论是 1%还是 2%的纤维素分散液,经组阀高压射 流后,其纤维素微纤束纵向剥离更为充分,直径更小。纤 维素水分散液质量浓度以及阀体结构造成的微细化效果 差异也可以通过统计意义上的平均粒径和粒径分布数据 进行分析。



图 4 单阀和组阀流道的轴向压力梯度

Figure 4 Axial pressure gradient of single valve and group valve runner



图 5 单阀与组阀速度云图





图 6 单阀与组阀流道轴向速度变化

Figure 6 Axial velocity variation of single valve and group valve runner



图 7 扫描电镜图

Figure 7 The results of scanning electron microscope observation

2.3 粒径分布

由图 8 可知,纤维素原样的 $D_{[4,3]}$ 为 125 μ m,1%的 纤维素水分散液经单阀、组阀处理后, $D_{[4,3]}$ 分别降至 22, 28 μ m;2%纤维素水分散液经单阀、组阀处理后, $D_{[4,3]}$ 分 别降至 36,27 μ m。

由图 9 可知,与单阀处理相比,1%,2%纤维素水分 散液经组阀处理后的 $D_{[3,2]}$ 更小,纤维素原样的 $D_{[3,2]}$ 为 56 μ m,1%的纤维素水分散液经单阀、组阀处理后, $D_{[3,2]}$ 分别降至 18,11 μ m;2%纤维素水分散液经单阀、组阀射 流处理后, $D_{[3,2]}$ 分别降至 23,11 μ m。

由图 10 可知,与组阀+2%纤维素液相比,组阀+ 1%纤维素液左移不明显,即纤维素粒径大小差别较小, 说明当阀体结构为组阀时,料液质量浓度对高压射流过 程影响不大;与单阀+2%纤维素液相比,单阀+1%纤维 素液左移明显,且单阀+1%纤维素液的峰值更大和横向 跨度变窄,说明当阀体结构为单阀时,料液质量浓度对高 压射流的微细化效果有影响,料液质量浓度越小,高压射













图 10 高压射流处理纤维素水分散液的粒径分布

Figure 10 Particle size distribution of 1% and 2% cellulose water dispersible liquid treated by high pressure jet

流的微细化效果越好。

粒径分布组阀+1%纤维素液在单阀+1%纤维素液 左侧,组阀+2%纤维素液在单阀+2%纤维素液左侧,即 组阀+1%纤维素液比单阀+1%纤维素液、组阀+2%纤 维素液比单阀+2%纤维素液的整体粒径偏小,说明无论 是高压射流处理1%还是2%的纤维素水分散液,相同处 理条件(130 MPa,4次)下,组阀比单阀处理能获得更好 的微细化效果。由于组阀内流道更为复杂,因此在操作 压力和通过次数相同的条件下,流道结构的形式和尺寸 也是影响微细化的重要因素。而当纤维素水分散液质量 浓度>3%时,组阀结构的高压射流过程容易发生堵塞, 说明流道过于复杂则不利于高浓度料液的高压射流处 理;而单阀结构的高压射流过程仍可以处理3%的纤维素 水分散液。

2.4 关联分析

高压射流过程中阀体内压力、流速变化形成的挤压、 摩擦、空化、剪切和冲击等作用造成了纤维素微纤束直径 和长度减小。图4中组阀的最大压力梯度值约为单阀的 1/2,组阀各处的最大压力梯度总和基本与单阀相同。若 计算域内压力梯度是均质微细化的主导原因,则理论上 经单阀处理的料液微细化程度更高或者两种阀体的微细 化效果相当,而图 10 表明组阀高压射流处理后纤维素的 统计意义上的平均粒径更小,即微细化效果更好,说明尽 管单阀内压力梯度大,但受限于作用区域较窄,因而压力 梯度不能成为均质微细化的主因。

图 6 显示组阀的最大轴线速度是单阀的 70%左右, 但组阀存在两个明显的速度变化区域,且这两个区域的 范围较宽;尽管图 4 显示组阀内这两个速度变化区域的 最大压力梯度是单阀的 50%左右,而最大轴线速度是单 阀的 70%左右;结合图 10 推断出速度变化的大小和范围 要比压力梯度因素对物料的微细化效果影响更大。组阀 比单阀形成更为复杂的流道,相同操作压力下,组阀比单 阀的高压射流过程存在更大区域的速度变化,使剪切、空 化等机械力作用增强,因此更倾向关联高压射流过程中 速度变化的区域和大小要比压力梯度因素对物料的微细 化效果影响更大,而速度变化的区域和大小主要取决于 阀体结构对应的流道形状。

3 结论

高压射流实现料液的超微细化过程中,在操作压力 和通过次数一致的前提下,单阀和组阀的流道结构不同, 对纤维素的微细化效果存在差异。① CFD 仿真结果表 明,尽管单阀比组阀的压力梯度和速度变化要大,但单阀 和组阀的压力梯度发生区域较窄,且组阀的速度变化区 域更加宽泛,结合组阀比单阀处理的微细化效果更好,因 此推断阀体结构造成的流道大范围区域内速度变化是影 响微细化效果的关键因素。② 纤维素水分散液质量浓度 越小,单阀处理的微细化效果越好;而当纤维素水分散液 质量浓度≪2%时,组阀处理的微细化效果几乎无差异。 ③ 较单阀而言,组阀阀孔更易堵塞,因此组阀不适宜处理 料液质量浓度>3%的纤维素水分散液;而单阀可处理料 液质量浓度>3%的纤维素水分散液。结合 CFD 分析、电 镜观察和粒径分析发现阀体流道内形成明显的速度变化 对微细化效果有益,后续可探索通过阀体结构变化增强 流速变化达到强化微细化效果的目的。

参考文献

- [1] 刘婷,张绍英,吴雪,等.碱化预处理对高压射流超微细化 纤维素的影响[J].食品与机械,2020,36(1):36-41.
- [2] 韩冬辉. 动态高压微射流均相制备甘蔗渣纳米纤维素工艺研 究[D]. 武汉: 华中农业大学, 2013: 2-12.
- [3] 蔡晨晨,陆登俊,马瑞佳,等.纳米纤维素在食品行业中应 用研究进展[J].食品与机械,2019,35(7):231-236.
- [4] 刘斌, 吴雪, 刘美莲, 等. 高压射流均质机的超微粉碎机理 研究[J]. 食品工业科技, 2009(10): 279-281.
- [5] SHIRGAONKAR I Z, LOTHE R R, PANDIT A B. Comments on the mechanism of microbial cell disruption in high-

pressure and high-speed devices[J]. Biotechnology Progress, 1998, 14: 657-660.

- [6] 冯丽丽,吴雪,黄志刚,等.超声与高压微射流处理对大豆 分离蛋白微细化的影响[J].食品与机械,2017,33(12): 12-16.
- [7] JULIANE F, JEROME B, JACK L, et al. Analysis of a new type of high pressure homogeniser: A study of the flow pattern[J]. Chemical Engineering Science, 2004, 59: 843-853.
- [8] CASOLI P, VACCA A, BERTA G L. A numerical procedure for predicting the performance of high pressure homogenizing valves[J]. Simulation Modelling Practice & Theory, 2010, 18(2): 125-138.
- [9] CHENG Qian, DAVID J M. Formation of nanoemulsions stabilized by model food-grade emulsifiers using highpressure homogenization. Factors affecting particle size[J]. Food Hydrocolloids, 2011, 25: 1 000-1 008.
- [10] DONSI F, FERRARI G, LENZA E, et al. Main factor regulating microbial inactivation by high-pressure homogenization: Operating parameters and scale of operation [J]. Chemical Engineering Science, 2009, 64: 520-532.
- [11] JOHANNES K, GERHARD M, MARCO M. High pressure homogenization of pharmaceutical solids [J]. Journal of Supercr-itical Fluids, 2012, 66: 380-388.
- [12] ANDREAS H, LASZLO F, FREDRIK I. High resolution experimental measurement of turbulent flow field in a high pressure homogenizer model and its implications on turbulent drop fragmentation[J]. Chemical Engineering Science, 2011, 66: 1 790-1 801.
- [13] SONG Xiao-zhou, ZHOU Cheng-jun, FU Feng, et al. Effect of high-pressure homogenization on particle size and film properties of soy protein isolate[J]. Industrial Crops and Products, 2013, 43: 538-544.
- [14] SCHULTZ S, WAGNER G, URBAN K, et al. High-pres-

(上接第71页)

- [6] HOBBS J E, YOUNG L M. Closer vertical co-ordination in agri-food supply chains: A conceptual framework and some preliminary evidence[J]. Supply Chain Management, 2000, 5(3): 131-143.
- [7] TOBIN D, THOMSON J, LABORDE L. Consumer perceptions of produce safety: A study of Pennsylvania[J]. Food Control, 2012, 26(2): 305-312.
- [8] OSTEEN C D, FERNANDEZ-CORNEJO J. Economic and policy issues of US agricultural pesticide use trends[J]. Pest Management Science, 2013, 69(9): 1 001-1 025.
- [9] 童霞,高申荣,吴林海.农户对农药残留的认知与农药施用 行为研究:基于江苏、浙江 473 个农户的调研[J].农业经济 问题,2014,35(1):79-85,111-112.
- [10] 郝利,李庆江.农户对农产品质量安全成本收益的认知分

sure homogenization as a process for emulsion formation[J]. Chemical Engineering Technology, 2004, 27(4): 361-368.

- [15] INNINGS F, TRAGARDH C. Visualization of the drop deformation and break-up process in a high pressure homogenizer[J]. Chemical Engineering & Technology, 2005, 28: 882-891.
- [16] 刘斌,吴雪,王晶,等.不同结构均质阀内流场的数值模拟 与对比研究[J].工程设计学报,2011,18(3):191-196.
- [17] 程江涛, 董秀萍, 冯涛. 新型均质阀腔体建模及流场分析[J]. 食品与发酵科技, 2015, 51(6): 16-21.
- [18] KEINIG A R, MIDDLEBERG A P J. The correlation of cell disruption with homogenizer valve pressure gradient determined by computational fluid dynamics[J]. Chemical Engineering Science, 1996, 51(23): 5 103-5 110.
- [19] MATTHEW J S, CHEN Xiao-dong. Visualization of the flow patterns in a high-pressure homogenizing valve using a CFD package[J]. Journal of Food Engineering, 1997, 33: 151-165.
- [20] FRANCESCO D, MARIANNA A, GIOVANNA F. Microbial inactivation by high pressure homogenization. Effect of the disruption valve geometry [J]. Journal of Food Engineering, 2013, 115: 362-370.
- [21] SCHULTZ S, WAGNER G, ULRICH J. On the influence of geometric parameters of a combined orifice valve on the attainable mean droplet diameter during high-pressure homogenization[J]. Engineering in Life Sciences, 2002, 2(11): 337-340.
- [22] 吴雪. 高压射流破碎过程空化作用的强化研究[D]. 北京: 中国农业大学, 2011: 30-32.
- [23] ANDREAS H, LASZLO F, FREDRIK I. Experimental validation of k—ε RANS-CFD on a high-pressure homogenizer valve[J]. Chemical Engineering Science, 2012, 71: 264-273.

析:基于18省农户的抽样调查[J].农业技术经济,2013,34(9):61-67.

- [11] 王常伟. 基于生产经营主体激励视角的食品安全问题研 究[D]. 上海: 上海交通大学, 2014: 34-39.
- [12] 徐航. 互联网订餐食品安全监管模式[J]. 食品与机械, 2019, 35(11): 233-236.
- [13] 罗辉. 中国食品安全监管的问题审视与机制向度[J]. 食品 与机械, 2019, 35(8): 100-103.
- [14] 康智勇, 关晓琳, 杨浩雄. 网购食品安全协同治理体系探 析[J]. 食品科学, 2019, 40(5): 339-345.
- [15] NOORI M, TATARI O. Development of an agent-based model for regional market penetration projections of electric vehicles in the United States[J]. Energy, 2016, 96: 215-230.
- [16] 杨浩雄, 孔丹. 城市交通拥堵收费政策效用研究[J]. 价格理 论与实践, 2017(6): 66-70.