

悬浮结晶冷冻浓缩苹果汁的全床离心过滤

Study on full-bed centrifugal filtration used for suspension
freeze concentrations of apple juice

丁中祥

秦贯丰

彭可文

原姣姣

DING Zhong-xiang QIN Frank G F PENG Ke-wen YUAN Jiao-jiao

蒋润花

尹辉斌

邵友元

JIANG Run-hua YIN Hui-bin SHAO You-yuan

(东莞理工学院广东省分布式能源系统重点实验室, 广东 东莞 532808)

(Guangdong Provincial Key-Laboratory of Distributed Energy Systems, Dongguan University of Technology,
Dongguan, Guangdong 532808, China)

摘要:使用篮式离心过滤机对悬浮结晶冷冻浓缩技术产生的多孔性冰晶堆积床和浓缩果汁进行全床离心过滤。结果表明,经三级冷冻浓缩和三级离心分离后,苹果汁可溶性固形物含量从最初的 10.2 °Bx 逐级增加至 19.6, 28.5, 40.3 °Bx;最终可溶性固形物得率为 93.6%。离心过滤数学模型中的冰晶堆积床的渗透率和渗透系数分别为 $4 \times 10^{-8} \text{ m}^2$ 和 0.16 m/s;滤布的过滤阻力为 $1.01 \times 10^8 \text{ m}^{-1}$, 滤饼比阻为 $4.10 \times 10^4 \text{ m/kg}$, 相较块结晶技术所得冰晶的过滤阻力降低了至少一个数量级。该技术可用于冰晶与浓缩液作分离提纯。

关键词: 悬浮结晶; 冷冻浓缩; 离心过滤; 苹果汁

Abstract: A basket-centrifuge was used to perform a full-bed filtration of the porous packed ice bed and concentrated fruit juice produced by suspension freeze concentration (FC). The analysis of the experimental results showed that the apple juice concentration was increased from the initial 10.2 °Bx to 19.6, 28.5 and 40.3 °Bx, after three passes of FC and three passes of centrifugal separation. The final recovery yield of soluble solids of the concentrated fruit juice was 93.6%, and the permeability and its coefficient of the ice bed in the centrifugal filtration mathematical model were $4 \times 10^{-8} \text{ m}^2$ and 0.16 m/s, respectively. The resistance of the filter cloth was $1.01 \times 10^8 \text{ m}^{-1}$, and the specific resistance of the ice cake was $4.10 \times 10^4 \text{ m/kg}$, one order lower in

magnitude than that of the reported block FC. This technique could be used for the separation and purification of ice crystals and concentrated liquid.

Keywords: suspension crystallization; freeze concentration; centrifugal filtration; apple juice

冷冻浓缩是指溶液中的部分水分被冷冻、转化为较为纯洁的冰晶,然后从液相中除去,使溶液被浓缩的方法。与蒸发浓缩和膜技术相比,冷冻浓缩在生产高品质浓缩液体食品方面具有一些显著的优势。因其在低温条件下进行,不存在气液界面,挥发损失最小^[1]。特别是相对于蒸发浓缩生产同类产品时,冷冻浓缩可以更好地保持液体食物的原有风味、营养和颜色^[2-4]。此外,理论上的冷冻潜热为 334 kJ/kg,蒸发潜热为 2 440 kJ/kg,即前者为后者的 1/7。相比传统的蒸发浓缩,冷冻浓缩具有巨大的节能潜力。

Ding 等^[5]比较了冷冻浓缩和蒸发浓缩的能源成本,并提出了多级冷冻浓缩工艺和原型系统,该系统将刮面换热器、结晶器和洗涤塔相结合,以悬浮结晶方式工作,在刮面换热器冷却表面产生微米级的冰晶颗粒并逐渐长大,这一过程通常被称为奥斯特瓦尔德熟化^[5-7]。最后将冰晶压缩形成紧密堆积的冰床,通过洗涤柱将冰晶与浓缩液进行分离和纯化。

在结晶—洗涤柱中,将 0 °C 的水从上往下置换出冰晶堆积床中、处于颗粒冰晶之间的浓缩果汁。但该过程存在的问题是不仅对冰晶堆积床的均匀性和各向同性要求非常高,冰晶需要充分的奥斯特瓦尔德熟化,而且还需对冰晶堆积床进行适当的压缩。此外,洗涤前沿向下移动的速度还必须低于洗涤的临界速度,以避免黏性指进

基金项目:“十三五”国家重点研发计划项目(编号:2016YFD04003032);国家自然科学基金资助项目(编号:21376052)

作者简介:丁中祥,男,东莞理工学院在读硕士研究生。

通信作者:秦贯丰(1960—),男,东莞理工学院教授,博士。

E-mail: qingf@dgut.edu.cn

收稿日期:2020-04-01

和隧道效应^[8-9]。研究^[9]发现,不同于渐进式层结晶或块结晶的冷冻浓缩,悬浮式结晶过程中的浓缩果汁只是粘附在冰晶颗粒的表面,而非均匀地分布在冰晶里面,这表明浓缩果汁在外力的作用下有可能挣脱对冰晶的粘附。

离心过滤是以离心力作为固液分离的驱动力^[10]。Bonilla-Zavalata 等^[11]提出了用离心的方法分离块结晶冷冻浓缩菠萝汁中的冰与果汁。Virgen-Ortíz 等^[12-13]提出了冷冻浓缩和离心稀蛋白溶液的方法。Petzold 等^[14]提出了一种有效的蔗糖液离心冷冻浓缩方法,蔗糖回收率为 73%。但这些方法的操作规模较小,且所需离心分离时间长达 10~30 min,能耗较高;另一方面,溶质回收效率仍然偏低,分离效果欠佳,冰晶夹带所导致的溶质损失可达 30%。这是由渐进式层结晶和块结晶所产生的冰晶的形貌所决定的:冰晶以液囊的方式将浓缩液包埋于冰层中,一般情况下即使高速离心分离也无法甩出所包埋的浓缩液。因此,离心分离辅助块结晶冷冻浓缩的过程通常包括冷冻、化冰、分离。只有通过轻度解冻使冰晶产生纹理,在离心力的作用下才能分离出浓缩液。

试验拟采用离心过滤方法对悬浮结晶冷冻浓缩技术产生的多孔性冰晶堆积床和浓缩果汁进行分离提纯,为悬浮结晶冷冻浓缩产生的冰晶和浓缩液的分离和纯化提供多种选择。

1 材料与方法

1.1 材料与设备

苹果汁饮料:果汁性质见表 1,2~5℃冷藏,汇源集团有限公司;

篮式离心过滤机:YLA712-2 型,张家港金成宇机械有限公司;

阿贝折射仪:PAL-1 型,上海申光仪器有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 三级冷冻浓缩 如图 1 所示,先对苹果汁饮料进行预处理,包括过滤和除菌,采用智能化冷冻浓缩仪对苹果汁进行悬浮式结晶冷冻浓缩。其降温程序为苹果汁注入结晶器后,开启制冷程序(降温程序),此时冷媒温度会持续降低。经过 8~10 min 冷媒温度降低至-20℃左右,然后维持不变直至颗粒冰晶充满结晶器、形成紧密的冰晶堆积床,关闭制冷系统^[5]。随后将冰晶堆积床整体转移至篮式离心过滤机中进行冰晶与浓缩液的分离。第 1 级得到的浓缩果汁用作第 2 级悬浮式结晶冷冻浓缩的

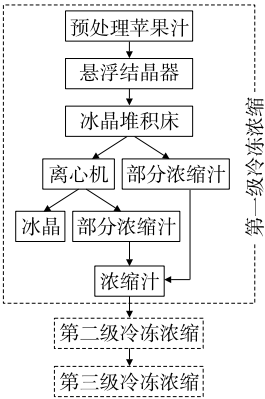
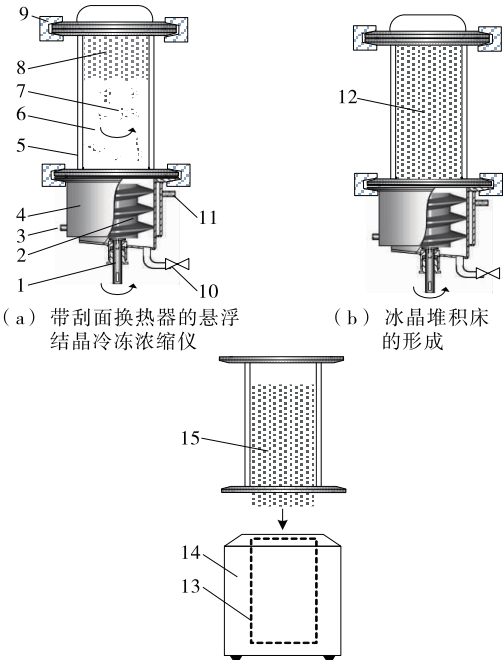


图 1 苹果汁悬浮式结晶冷冻浓缩与离心过滤流程示意图

Figure 1 Process diagram of apple juice suspension freeze concentration and centrifugation

果汁原料,第 2 级得到的浓缩果汁用作第 3 级悬浮式结晶冷冻浓缩果汁原料。

1.2.2 冰晶堆积床的形成和离心分离 如图 2 所示,冷冻浓缩系统由刮面换热器和结晶器组成。经预处理的苹果汁饮料通过入口路径注入有效容积为 3 L 的圆柱形结



(c) 将冷冻浓缩仪中冰晶堆积床转移至篮式离心机中

1. 刮面换热器驱动轴 2. 螺杆式刮刀 3. 冷却夹套的制冷剂入口 4. 保温层 5. 带双层有玻璃透明夹套的结晶器 6. 旋转的果汁溶液 7. 新生冰晶微粒聚集而成絮凝状的冰晶 8. 已形成的冰晶堆积床 9. 卡圈 10. 排料阀 11. 制冷剂出口 12. 完整的冰晶堆积床 13. 离心机转筒 14. 离心机 15. 冰晶堆积床自结晶器向离心机转筒转移

图 2 装置示意图及试验过程

Figure 2 Schematic diagram of the apparatus and the experimental process

表 1 苹果汁饮料样品性质

Table 1 Properties of the apple juice sample

能量/(10 ⁻² kJ·mL ⁻¹)	固体物质/(10 ⁻² g·mL ⁻¹)	还原糖/(10 ⁻² g·mL ⁻¹)	钠/(10 ⁻² mg·mL ⁻¹)
173	117	10.2	25

晶器(底部直径 10 cm,高度 32 cm)。当果汁冷却至冰点或低于冰点时,在制冷面上冰晶成核并以枝状结晶生长^[15]。螺旋式刮刀将冰晶刮下,与果汁溶液混合,形成原始冰浆。原始冰晶经 2~3 h 的绝热生长,即熟化,并不断积累。最终在结晶器内形成多孔的紧密的冰晶堆积床。而浓缩果汁则填充在冰晶颗粒之间的空隙中。

将冰晶堆积床从结晶器中取出,快速转移至带有滤布(涤纶 747)的篮式离心过滤机中,转速 3 000 r/min,温度 20 ℃,离心过滤,收集浓缩液并将剩余的冰晶解冻,采用阿贝折射仪测定可溶性固形物浓度,测量误差±0.1 °Bx。

1.3 数值分析和计算

1.3.1 浓缩比 浓缩比是指冷冻浓缩后溶液浓度与冷冻浓缩前溶液浓度的比值,可表达为:

$$r = \frac{C_{j2}}{C_{j1}}, \quad (1)$$

式中:

r ——浓缩比;

C_{j1} ——冷冻浓缩前果汁可溶性固形物含量,°Bx;

C_{j2} ——冷冻浓缩后果汁可溶性固形物含量,°Bx。

1.3.2 分配系数 如果冰晶是在接近相平衡的条件下生长(熟化),并且分离的冰晶内部和表面都不带有浓缩母液(果汁),则冰晶中可溶性固形物含量与浓缩果汁可溶性固形物含量之比即为分配系数。

$$p = \frac{C_i}{C_{j2}}, \quad (2)$$

式中:

p ——分配系数;

C_i ——冰晶中可溶性固溶物的含量,°Bx。

分配系数本质上是溶质在晶相和液相中浓度分布的相平衡常数。由于分离的冰晶表面或多或少粘附有浓缩果汁,故试验测得的分配系数实际上是表观分配系数。

1.3.3 结晶率 冰晶质量与冷冻浓缩前果汁质量之比为冰的质量分数或结晶率。

$$f = \frac{M_i}{M_{j1}}, \quad (3)$$

式中:

f ——结晶率, %;

M_i ——冰晶质量, g;

M_{j1} ——第 1 级浓缩果汁质量, g。

结晶率高代表有更多的水分被冻结成为冰晶,从而浓缩比也更高。两者的数值由式(4)关联^[5]。

$$\frac{M_i}{M_{j1}} = 1 - \frac{C_{j1}}{C_{j2}}. \quad (4)$$

1.3.4 回收得率 冷冻浓缩后浓缩液中可溶性固形物的质量与冷冻浓缩前溶液中可溶性固形物的质量之比称为回收得率。

$$Y = \frac{M_{j2}C_{j2}}{M_{j1}C_{j1}} \times 100\% = \frac{M_{j1}C_{j1} - M_iC_i}{M_{j1}C_{j1}} \times 100\% =$$

$$(1 - fpr) \times 100\%, \quad (5)$$

式中:

Y ——回收得率, %。

2 结果与讨论

2.1 冰晶堆积床的形成及果汁的冰点下降

第 1 级冷冻浓缩过程中冰晶在结晶器中出现、积累并最终形成紧密的冰晶堆积床,冰晶产生后悬浮在溶液中,随冷冻的进行,冰晶不断积累并熟化,120 min 后形成紧密的冰晶堆积床。

由图 3 可知,随着冷冻浓缩级数的增加,冰点逐渐降低,依次为 -0.8, -1.6, -2.8 ℃;结晶潜热释放的时间逐渐增加,依次为 2 800, 3 000, 4 200 s。其原因可能是果汁中的可溶性固形物作为冰结晶的杂质,随着冷冻浓缩级数的增加(即溶液浓度的增加)表现出更强的阻结晶作用。

2.2 冰晶与浓缩果汁的离心分离

以第 1 级冷冻浓缩为例,采样冰晶、测量其可溶性固形物含量,其值随离心时间的变化如图 4 所示。由图 4 可知,冰晶中可溶性固形物含量随离心时间的延长逐渐

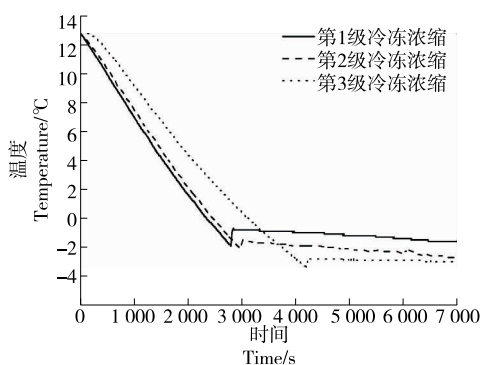


图 3 苹果汁三级冷冻浓缩的冰点下降曲线

Figure 3 Freezing point depression curves of apple juice and three-pass freeze concentration

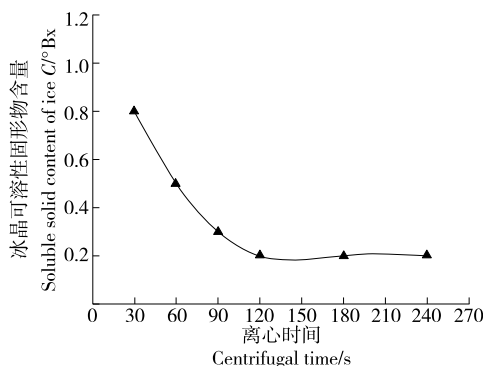


图 4 冰晶的可溶性固形物含量随离心过滤时间的变化(第 1 级冷冻浓缩)

Figure 4 Soluble solids content of ice at the different centrifugation times (the first pass of freeze concentration)

降低,当离心时间 >120 s时,可溶性固形物含量基本稳定为 0.2°Bx 。因此最佳离心时间为 120 s。Petzold等^[16]先通过块结晶冷冻浓缩蓝莓和菠萝果汁,生成整块的果汁冰块,然后于 $4\,600$ r/min离心 10 min,其浓缩效率为约 60% ;Virgen-Ortiz等^[13]通过块结晶冷冻浓缩蛋白溶液,制得冰块,然后于 $6\,150$ r/min离心 20 min,回收率为 $87\%\sim 93\%$ 。综上,试验所需的转速更低,离心时间明显缩短且回收率更高。其主要原因是水结晶方式不同:块结晶冷冻浓缩过程中浓缩液被冰晶包裹和封闭,而悬浮式结晶冷冻浓缩中的浓缩液只是粘附在冰晶颗粒表面,在离心力的作用下更容易与冰晶分离。

2.3 离心辅助悬浮结晶冷冻浓缩果汁的评价

由图5可知,浓缩液和冰晶中可溶性固形物含量均随冷冻浓缩级数的增加而增加。经第1、2、3级冷冻浓缩

后苹果汁可溶性固形物含量分别从原先的 10.2°Bx 增加至 $19.6, 28.5, 40.3^{\circ}\text{Bx}$,冰晶浓度分别为 $0.2, 1.0, 4.5^{\circ}\text{Bx}$ 。浓缩比随冷冻浓缩次数的增加而减小,即浓缩效能随冷冻浓缩次数的增加而减小。冰晶尺寸随冷冻浓缩级数的增加而减小,可能是果汁的可溶性固形物作为冰结晶的杂质,随其量的增加表现出更强的阻结晶作用,抑制了奥斯特瓦尔德熟化。悬浮式结晶中,由于夹带溶质很微量,分配系数通常很小,其值随冷冻浓缩次数的增加逐渐上升,分别为 $0.010\,2, 0.035\,1, 0.111\,7$,可能是随着可溶性固形物含量的增加,黏度也逐渐增加,与冰晶的分离愈加困难。Samsuri等^[17]提出了一种新型的螺旋翅片管结晶器以提高渐进式层结晶冷冻浓缩葡萄糖工艺的产率,得到的分配系数为 $0.17\sim 0.30$;Osorio等^[18]通过渐进式层结晶冷冻浓缩乙醇—水溶液,探究了搅拌速率、溶液初始浓

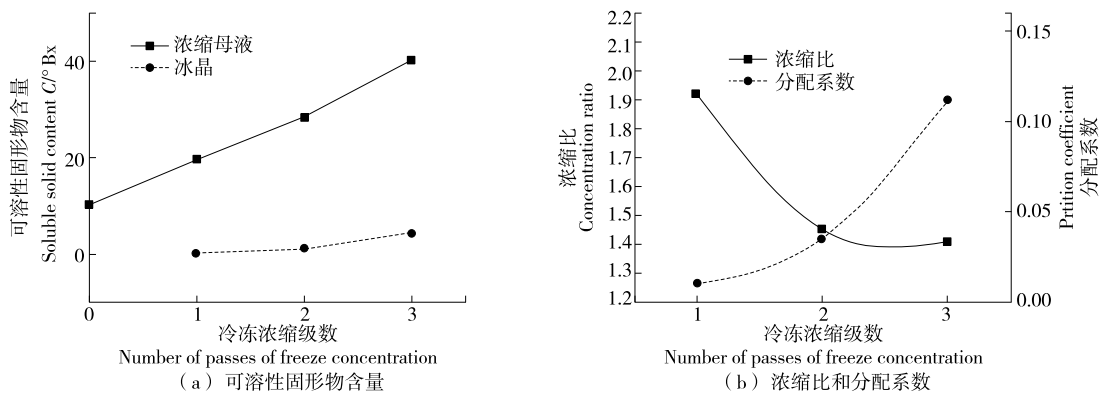


图5 浓缩液和冰晶随冷冻浓缩级数的变化

Figure 5 Concentrate and ice varying with the pass of freeze concentration

度和溶解阶段的温度对分配系数的影响,得出分配系数均 >0.15 ;Miyawaki等^[19]研究发现,渐进式层结晶冷冻浓缩的分配系数与溶液的种类和浓度相关,其分配系数为 $0.25\sim 0.30$ 。

由图6可知,第1、2、3级冷冻浓缩后苹果汁的Y值分别为 $0.996, 0.985, 0.954$,总回收得率为 0.936 ,Y值的递减与分配系数的增大有关。Petzold等^[14]通过离心方法辅助块结晶冷冻浓缩蔗糖溶液,回收率为 73% ;Orellana-Palma等^[20]对橙汁进行块结晶冷冻浓缩后,然后进行离心分离,三级冷冻浓缩后,浓缩液中抗坏血酸含量保持在初始值的 70% 左右;李湘勤等^[21]对苹果醋进行冷冻—离心,经两级浓缩复原后芳香物质保留率可达 70.39% ,总损失率为 2.61% ;于真真等^[22]探究了冷媒温度和刮刀转速对冷冻浓缩结晶强度和冰晶纯度的影响,发现 $-15\sim -19^{\circ}\text{C}$ 、 $60\sim 105$ r/min刮刀转速下可以获得较多的冰晶,还可以减少果汁的损失。与块结晶等结晶方式冷冻浓缩相比,悬浮式结晶冷冻浓缩在溶质的回收率上有更明显的优势。

第1、2、3级冷冻浓缩的结晶率分别为 $0.437\,6, 0.416\,8,$

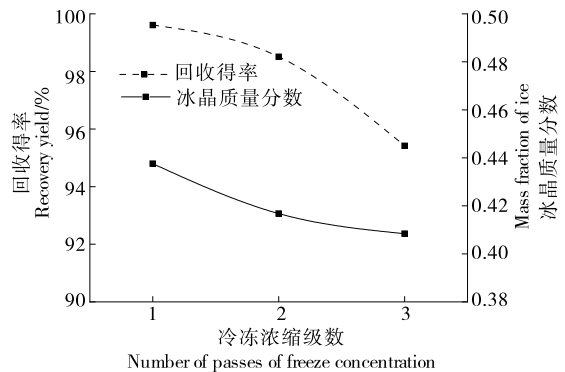


图6 可溶性固形物回收率和结晶率随冷冻浓缩级数的变化

Figure 6 The recovery yield of soluble solids and crystallization rate varying with the pass of freeze concentration

$0.408\,4$ 。结晶率的高低代表了溶液水分冻结为冰晶的程度,数值越高,形成的冰晶越多。随冷冻浓缩级数的增加,溶液可溶性固形物含量增加,水结晶被抑制,结晶率降低。第3级冷冻浓缩和离心过滤过程中,冰晶夹带的

可溶性固形物含量为 4.5 °Bx, 与第 1、2 级相比明显升高, 这是造成可溶性固形物损失的主要原因。Pronk 等^[7-8, 20, 23]发现, 适当延长第 3 级冷冻浓缩过程中冰晶熟化的时间、增加末级冰晶颗粒的尺寸, 可降低冰晶颗粒群体的比表面积, 从而降低可溶性固形物的损失; 其次, 控制离心过滤过程中的离心加速如分级加速方式等, 也可以降低可溶性固形物的损失。

2.4 离心过滤数学模型

2.4.1 渗透率和渗透系数 在悬浮式结晶冷冻浓缩方式下产生的冰晶堆积床可以近似看成是由颗粒冰晶组成的多孔介质, 其渗透系数 K 由介质与流体两方面性质决定, 可描述为^[24]:

$$K = \frac{\rho g}{\mu} k = \frac{g}{v} k, \quad (6)$$

式中:

K ——渗透系数, m/s ;

ρ ——流体密度, kg/m^3 ;

μ ——流体动力黏滞系数, $\text{Pa} \cdot \text{s}$;

g ——重力加速度, m/s^2 ;

v ——流体的运动黏滞系数, m^2/s 。

达西定律:

$$q_w = -K \frac{\Delta \phi}{\Delta x}, \quad (7)$$

式中:

$\Delta \phi$ ——相隔一定距离两点间 Δx 的压差, m 。

根据达西定律, 渗流速度与压力梯度的关系可表达为:

$$q_w = -b \frac{d^2 \rho g}{\mu} \frac{d\phi}{dL}, \quad (8)$$

式中:

q_w ——渗流速度, m/s ;

$d\phi/dL$ ——水力梯度;

b ——比例系数, 对于纯砂质介质, 常用平均值 100。

对比式(7)、(8)可得:

$$K = \lambda d^2 \frac{\rho g}{\mu}. \quad (9)$$

其中 $\frac{\rho g}{\mu}$ 与流体的性质有关, λd^2 与多孔介质性质有关, 故定义

$$k = \lambda d^2, \quad (10)$$

式中:

k ——多孔介质的渗透率或内在或固有渗透率, m^2 ;

d ——有效直径 d_{10} , m 。

试验中 $d_{10} = 2 \times 10^{-4} \text{ m}$, $\rho = 1.062 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$, $\mu = 2.62 \times 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$

可得 $k = 4 \times 10^{-8} \text{ m}^2$, $K = 0.16 \text{ m/s}$ 。

2.4.2 滤布阻力和滤饼比阻 多孔介质的过滤可表

达为^[25]:

$$Q = \frac{dV}{dt} = \frac{A \Delta P}{\mu R}, \quad (11)$$

式中:

Q ——滤液积累速率, m^3/s ;

R ——过滤阻力, 由滤布阻力 R_f 和滤饼阻力 R_c 构成, 可认为 R 与滤饼质量呈比例, 有

$$Q = \frac{A \Delta P}{\mu (R_f + R_c)} = \frac{A \Delta P}{\mu (R_f + \alpha c V/A)}. \quad (12)$$

变形得:

$$\frac{A \Delta P}{\mu} dt = (R_f + \alpha c V/A) dV, \quad (13)$$

式中:

α ——滤饼比阻, m/kg ;

c ——离心过滤后得到的冰晶质量与滤液体积的比值, kg/m^3 ;

μ ——黏度, $\text{Pa} \cdot \text{s}$;

ΔP ——压力差, N/m^2 ;

A ——过滤面积, m^2 ;

V ——滤液体积, m^3 ;

Q ——滤液收集速率, m^3/s ;

t ——时间, s 。

ΔP 与离心过滤机的转速、离心半径等相关, 可表达为:

$$\Delta P = \frac{F}{A} = \frac{m \left(\frac{2\pi n}{60} \right)^2 r}{A}, \quad (14)$$

式中:

F ——离心力, N ;

n ——转速, r/min ;

r ——离心半径, m 。

离心分离因素即离心力与重力之比, 可表示为:

$$\varphi = \frac{\omega^2 r}{g} = \left(\frac{2\pi n}{60} \right)^2 \frac{r}{g}. \quad (15)$$

R_f 、 α 是过滤介质的常数, 需通过试验数据获得。恒压下, 将式(13)的左右侧分别对 t 和 V 积分:

$$\int_0^t \frac{A \Delta P}{\mu} dt = \int_0^V (R_f + \alpha c V/A) dV, \quad (16)$$

$$\frac{A \Delta P}{\mu} t = R_f V + \frac{\alpha c}{2A} V^2. \quad (17)$$

线性化得:

$$\frac{t}{V/A} = \frac{\mu}{\Delta P} R_f + \frac{\mu \alpha c}{2 \Delta P} \frac{V}{A}. \quad (18)$$

式(17)是 $\frac{t}{V/A}$ 对 V/A 的方程, 其中 $\frac{\mu}{\Delta P}$ 和 $\frac{\mu \alpha c}{2 \Delta P}$ 分别为该直线的截距和斜率, 所以常数 R_f 和 α 可以从中获得。

试验中 $A = 0.031 \text{ m}^2$, $c = 2 \text{ kg/m}^3$, 转速

3 000 r/min, $\Delta P = 92\,000\text{ N/m}^2$ 。过滤参数相关试验数据如表 2 所示。由表 2 可知,滤液的体积随离心时间的增加而逐渐增加,最终在 53 s 的离心时间下获得了 0.16 L 的滤液。以滤液体积/过滤面积(即 V/A)为自变量,离心时间/(滤液体积/过滤面积)[即 $t/(V/A)$]为因变量绘图如图 7 所示,代入式(18)得:

$$\frac{t}{V/A} = 2.878 + 1.518 \frac{V}{A} \quad (19)$$

解得 $R_f = 1.01 \times 10^8\text{ m}^{-1}$; $\alpha = 4.10 \times 10^4\text{ m/kg}$ 。

由表 3 可知,悬浮结晶冷冻浓缩的过滤比阻力是块结晶冷冻浓缩的 1/10,前者所需离心分离因数是后者的

表 2 离心过滤参数试验数据

Table 2 Experimental date of centrifugal parameters

过滤面积/ m ²	滤液体 积/L	滤液体积/ 过滤面积	离心时 间/s	离心时间/(滤液 体积/过滤面积)
0.031 4	0.02	0.64	2.6	4.06
	0.04	1.27	6.1	4.80
	0.06	1.91	10.8	5.65
	0.08	2.55	16.9	6.63
	0.10	3.18	23.2	7.30
	0.12	3.82	34.0	8.90
	0.14	4.46	45.0	10.09
	0.16	5.10	53.0	10.40

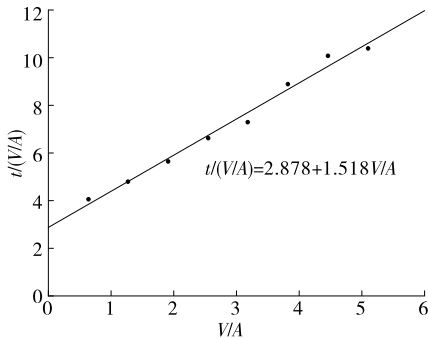


图 7 $t/(V/A)$ 与 V/A 的变化关系

Figure 7 The $t/(V/A)$ varying with V/A

表 3 块结晶冷冻浓缩与离心过滤的滤饼比阻[†]

Table 3 The specific resistance of the cake in block freeze concentration and centrifugation

溶液类型	水结晶 方式	离心分离 因数/ g	离心时 间/s	滤饼比阻/ ($\text{m} \cdot \text{kg}^{-1}$)
苹果汁	SC	295	120	4.10×10^4
蓝莓 ^[16]	BC	2 400	600	5.77×10^5
菠萝 ^[16]	BC	2 400	600	6.66×10^5
橙汁 ^[21]	BC	1 600	1 500	8.59×10^5
蓝莓 ^[25]	BC	1 600	1 500	3.54×10^5

[†] SC 为悬浮结晶冷冻浓缩,BC 为块结晶冷冻浓缩。

1/8~1/5,前者所需的离心分离时间为后者的 1/12~1/5,说明数学模型的建立不但可用于评价冰晶滤层的过滤特性,还能用于对系统进行放大设计时计算所需的离心机参数等。

3 结论

经三级冷冻浓缩后,果汁可溶性固形物含量从 10.2 °Bx 逐级递增至 40.3 °Bx,增加了约 4 倍;可溶性固形物总回收率达到 93.6%。与块结晶或渐进式层结晶相比,悬浮结晶更易通过离心过滤实现冰晶与浓缩液的分离。此外,应用离心过滤理论获得了冰晶堆积床的渗透率和渗透系数分别为 $4 \times 10^{-8}\text{ m}^2$ 和 0.16 m/s;滤布的过滤阻力为 $1.01 \times 10^8\text{ m}^{-1}$,滤饼比阻为 $4.10 \times 10^4\text{ m/kg}$ 。研究在离心过程中,由于启动瞬间离心机转速急剧增大,会导致冰晶和浓缩液的飞溅以及可能会对滤饼的特性造成影响,如果采用程序控制离心加速可能会避免这类问题发生。

参考文献

[1] MORISON K R, HARTEL R W. Evaporation and freeze concentration [M]. Handbook of food engineering. New York; CRC Press, 2006; 507-564.

[2] MORENO F L, RAVENTÓS M, HERNÁNDEZ E, et al. Block freeze-concentration of coffee extract: Effect of freezing and thawing stages on solute recovery and bioactive compounds[J]. Journal of Food Engineering, 2014, 120: 158-166.

[3] MIYAWAKI O, GUNATHILAKE M, OMOTE C, et al. Progressive freeze-concentration of apple juice and its application to produce a new type apple wine[J]. Journal of Food Engineering, 2016, 171: 153-158.

[4] BENEDETTI S, PRUDÊNCIO E S, NUNES G L, et al. Antioxidant properties of tofu whey concentrate by freeze concentration and nanofiltration processes [J]. Journal of Food Engineering, 2015, 160: 49-55.

[5] DING Zhong-xiang, QIN Frank G F, YUAN Jiao-jiao, et al. Concentration of apple juice with an intelligent freeze concentrator[J]. Journal of Food Engineering, 2019, 256: 61-72.

[6] THIJSSSEN H A C. Advances in preconcentration and dehydration of food[M]. New York: Spicer Arnold, 1974.

[7] PRONK P, FERREIRA C A I, WITKAMP G J. A dynamic model of Ostwald ripening in ice suspensions[J]. Journal of Crystal Growth, 2005, 275(1/2): e1 355-e1 361.

[8] QIN Frank G F, CHEN Xiao-dong, PREMATHILAKA S, et al. Experimental study of wash columns used for separating ice from ice-slurry[J]. Desalination, 2008, 218 (1): 223-228.

[9] QIN Frank G F, YANG Xiao-xi, YANG Min-lin. An adhesion model of the axial dispersion in wash columns of packed

- ice beds[J]. Separation & Purification Technology, 2011, 79(3): 321-328.
- [10] TOLEDO R. Fundamentals of food process engineering[M]. America: Van Nostrand Reinhold, 1980: 132-141.
- [11] BONILLA-ZAVALATA E, VERNON-CARTER E J, BERISTAIN C I. Thermophysical properties of freeze-concentrated pineapple juice [J]. Italian Journal of Food Science, 2006, 18: 367-376.
- [12] VIRGEN-ORTÍZ J J, IBARRA-JUNQUERA V, ESCALANTE-MINAKATA P, et al. Improving sodium dodecyl sulfate polyacrylamide gel electrophoresis detection of low-abundance protein samples by rapid freeze centrifugation[J]. Analytical Biochemistry, 2013, 443: 249-251.
- [13] VIRGEN-ORTÍZ J J, IBARRA-JUNQUERA V, OSUNA-CASTRO J A, et al. Method to concentrate protein solutions based on dialysis-freezing-centrifugation: Enzyme applications[J]. Analytical Biochemistry, 2012, 426(1): 4-12.
- [14] PETZOLD G, AGUILERA J M. Centrifugal freeze concentration[J]. Innovative Food Science & Emerging Technologies, 2013, 20: 253-258.
- [15] RAO C S, HARTEL R W. Scraped surface heat exchangers[J]. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 2006, 46(3): 207-219.
- [16] PETZOLD G, MORENO J, LASTRA P, et al. Block freeze concentration assisted by centrifugation applied to blueberry and pineapple juices[J]. Innovative Food Science & Emerging Technologies, 2015, 30: 192-197.
- [17] SAMSURI S, AMRAN N A, JUSOH M. Spiral finned crystallizer for progressive freeze concentration process[J]. Chemical Engineering Research and Design, 2015, 104: 280-286.
- [18] OSORIO M, MORENO F L, RAVENTÓS M, et al. Progressive stirred freeze-concentration of ethanol-water solutions[J]. Journal of Food Engineering, 2018, 224: 71-79.
- [19] MIYAWAKI O, LIU Ling, SHIRAI Y, et al. Tubular ice system for scale-up of progressive freeze-concentration[J]. Journal of Food Engineering, 2005, 69(1): 107-113.
- [20] ORELLANA-PALMA P, PETZOLD G, ANDANA I, et al. Retention of ascorbic acid and solid concentration via centrifugal freeze concentration of orange juice[J]. Journal of Food Quality, 2017, 2017: 1-7.
- [21] 李湘勤, 钟瑞敏, 门戈阳, 等. 局部块冰式两级冷冻浓缩制备高浓度苹果醋[J]. 食品与机械, 2019, 35(9): 187-192.
- [22] 于真真, 林要辉, 方婷, 等. 西瓜汁冷冻浓缩工艺条件的优化[J]. 食品与机械, 2011, 27(1): 127-129.
- [23] QIN Frank G F, CHEN Xiao-dong, RAMACHANDRA S. Heat transfer and power consumption in a scraped-surface heat exchanger while freezing aqueous solutions[J]. Separation and Purification Technology, 2006, 48: 150-158.
- [24] QIN Frank G F, YANG Min-lin, YANG Xiao-xi, et al. Experimental and thermal analysis of washing the packed ice bed in wash columns[J]. AIChE Journal, 2009, 55(11): 2835-2847.
- [25] 作彦卿. 多孔介质渗流与污染物迁移数学模型[M]. 北京: 科学出版社, 2012: 245-281.

(上接第 46 页)

- [12] TIAN Yan, XU Gang, CAO Wei-wei, et al. Interaction between pH-shifted β -conglycinin and flavonoids hesperetin/hesperidin: Characterization of nanocomplexes and binding mechanism[J]. LWT-Food Science and Technology, 2021, 140: 110698.
- [13] 崔沙沙, 钟俊桢, 方冲, 等. 不同低水解度的大米蛋白溶解性与结构变化的关系[J]. 食品工业科技, 2016, 37(7): 86-91.
- [14] 彭澜兰, 陈季旺, 蔡俊, 等. 大米蛋白的复合酶解及酶解物的体外抗氧化活性[J]. 武汉轻工大学学报, 2017, 36(3): 14-22.
- [15] CHEN Wen-ye, JU Xing-rong, ALUKO R E, et al. Rice bran protein-based nanoemulsion carrier for improving stability and bioavailability of quercetin [J]. Food Hydrocolloids, 2020, 108: 106042.
- [16] SPONTON O E, PEREZ A A, CARRARA C R, et al. Linoleic acid binding properties of ovalbumin nanoparticles[J]. Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, 2015, 128: 219-226.
- [17] WANG Yong-hui, WANG Jin-mei, YANG Xiao-quan, et al. Amphiphilic zein hydrolysate as a novel nano-delivery vehicle for curcumin [J]. Food & Function, 2015, 6(8): 2636-2645.
- [18] WANG Mei, FU Yu-ying, CHEN Guo-wei, et al. Fabrication and characterization of carboxymethyl chitosan and tea polyphenols coating on zein nanoparticles to encapsulate β -carotene by anti-solvent precipitation method [J]. Food Hydrocolloids, 2018, 77: 577-587.
- [19] PENG Hai-long, GAN Zhao-di, XIONG Hua, et al. Self-Assembly of protein nanoparticles from rice bran waste and their use as delivery system for curcumin[J]. ACS Sustainable Chemistry & Engineering, 2017, 5(8): 6605-6614.
- [20] TIAN Mu, WANG Cui-na, CHENG Jian-jun, et al. Preparation and characterization of soy isoflavones nanoparticles using polymerized goat milk whey protein as wall material[J]. Foods, 2020, 9: 1198.
- [21] SHEN Peng-hui, ZHOU Fei-bai, ZHANG Yuan-hong, et al. Formation and characterization of soy protein nanoparticles by controlled partial enzymatic hydrolysis[J]. Food Hydrocolloids, 2020, 105: 105844.