

基于射频波强化的试验型水热反应器研究

作明太¹ 张浩¹ 张一鸣¹ 段钰婷¹ 王博文¹ 王绍金^{1,2} 令博¹

(1. 西北农林科技大学机械与电子工程学院, 陕西杨凌 712100;

2. 华盛顿州立大学生物系统工程系, 普尔曼 WA 99164-6120)

摘要: 针对水热提取反应目前主要依靠微波强化, 存在穿透深度小、加热均匀性差的问题, 利用加热均匀性更好的射频波为热源, 基于常见的水平式平行板射频加热系统设计了一套适用于射频强化的水热反应器。该水热反应器主要由双层反应釜、压力调节装置、光纤测温计和气动磁力搅拌器4部分构成, 首先对整机结构及工作原理进行阐述, 然后基于内压薄壁圆筒应力分析理论和磁力耦合传动理论对双层反应釜和气动磁力搅拌器的关键零部件进行设计, 并完成了压力调节装置和测温方式的设计和选型, 最后完成射频强化水热反应试验平台的搭建, 并选取搅拌转速、液固比和射频极板间距对水热反应器的搅拌和升温性能进行了测试。结果表明: 当液固比大于20 mL/g时, 搅拌转速与对照样品纯水无显著差异($p > 0.05$), 此时液固比不再是影响搅拌转速的主要因素; 当液固比小于40 mL/g、搅拌转速大于150 r/min时, 极板间距是影响物料升温速率的主要因素, 随着极板间距的减小, 升温速率不断加快, 当极板间距为130 mm时, 升温速率可达到8~10°C/min。

关键词: 水热反应器; 射频加热; 水热提取; 过程强化; 反应釜; 磁力搅拌

中图分类号: TH49

文献标识码: A

文章编号: 1000-1298(2024)09-0450-09

OSID:



Design and Testing of Experimental Hydrothermal Reactor Based on Radio Frequency Intensification

WU Mingtai¹ ZHANG Hao¹ ZHANG Yiming¹ DUAN Yuting¹ WANG Bowen¹ WANG Shaojin^{1,2} LING Bo¹

(1. College of Mechanical and Electronic Engineering, Northwest A&F University, Yangling, Shaanxi 712100, China

2. Department of Biological Systems Engineering, Washington State University, Pullman WA 99164-6120, U.S.A.)

Abstract: Since the current researches about hydrothermal extraction was mainly relying on microwave intensification, which has the problems of small penetration depth and poor heating uniformity, a method of radio frequency (RF) with better heating uniformity was used to heat and a set of hydrothermal reactor suitable for RF intensification was designed based on the horizontal parallel electrodes RF heating system. This hydrothermal reactor was mainly composed of four parts: double-layer autoclave, pressure regulator, fiber-optical thermometer and air-driven magnetic stirrer. Firstly, the overall structure and working principle were explained. Then the key components of the double-layer autoclave and air-driven magnetic stirrer were designed in detail based on the stress analysis theory of the internal pressure thin-wall cylinder and the magnetic coupling transmission theory, and the pressure regulator and fiber-optical thermometer were designed and selected, respectively. Finally, the experimental platform of RF intensify hydrothermal reaction was built and the stirring speed, liquid/solid ratio (LSR) and RF electrode gap were selected to test the stirring and heating performance of the hydrothermal reactor. The results showed that there was no significant difference for the stirring speed between the experimental groups and control group (pure water), when the LSR was greater than 20 mL/g ($p > 0.05$), and the LSR was no longer the main factor affecting the stirring speed. When the LSR was less than 40 mL/g, and the stirring speed was greater than 150 r/min, the electrodes gaps was the main factor affecting the heating rate of sample, and the heating rate was increased continuously with the reduction of the electrodes gaps. When the electrodes gap was 130 mm, the heating rate can reach 8~10°C/min. The development of this reactor

收稿日期: 2024-05-06 修回日期: 2024-05-29

基金项目: 陕西省重点研发计划项目(2023YBNY150)

作者简介: 作明太(1999—), 男, 硕士生, 主要从事农产品加工装备设计研究, E-mail: wumingtai@nwfau.edu.cn

通信作者: 令博(1986—), 男, 副教授, 主要从事基于物理场的农产品加工技术与装备研究, E-mail: 61b61b@nwfau.edu.cn

can provide important technical support for the experimental research of hydrothermal extraction based on RF intensification.

Key words: hydrothermal reactor; radio frequency heating; hydrothermal extraction; process intensification; autoclave; magnetic stirring

0 引言

亚临界水(又称过热水)是指在一定压力下,将水加热到 100°C 以上,超临界温度 374°C 以下的液态水。与 100°C 以下的液态水相比其黏度和极性降低、密度增加、氢键结构减弱,有助于非极性组分的溶解、蛋白质和碳水化合物解聚,因此是一种理想的提取介质^[1-2]。由于亚临界水提取中不使用酸、碱或有机溶剂等化学试剂,仅以水为提取介质在高温高压下对物料进行处理,因此被认为是一种绿色的提取方法。目前亚临界水已广泛应用于植物材料中生物活性物质的提取研究,具有提取效率高、溶剂消耗少和选择性提取等优点^[3]。

尽管亚临界水提取法具有诸多优点,但仍需过程强化以提高目标物得率。目前超声^[4]、脉冲电场^[5]等物理场技术已用于亚临界水提取的过程强化。其中微波强化是研究最多的一类^[6-7]。微波强化中电磁场的独特效应对提取体系将产生两种潜在作用:电磁场的选择性加热效应直接作用于细胞基质使其升温,提高细胞内压,导致细胞瓦解,促进目标物释放;电磁场快速、体积加热效应可使溶剂温度迅速升高,加速已释放物质的扩散^[8]。研究人员利用微波加热对多种植物源活性物质的水热提取开展了过程强化研究,如多酚^[9]、多糖^[10]、蛋白质^[11]等。然而,现有试验型微波加热装置多为 $2\,450\text{ MHz}$ 系统,该频段电磁波的波长较短,穿透深度小(真空中波长约为 12 cm),针对较大体积的提取体系常伴有加热不均匀现象^[12-13]。射频波与微波同属高频电磁波,但其频率远低于微波,波长更长(如真空中 27.12 MHz 射频波可达 11 m),加热均匀性更好^[14]。射频加热已用于多糖^[15]、多酚^[16]和油脂^[17]等活性物质提取过程的强化研究,相比微波在产率与产品品质方面优势显著,是一种替代微波强化亚临界水提取的潜在技术^[18]。但目前尚未有利用射频电磁波强化亚临界水提取的研究报道,同时缺乏可供现有射频加热系统使用的亚临界水提取装置。

基于上述现状,本文以食品加工研究中最常使用的英国 Strayfield SO6B 型水平式平行极板射频系统为加热源,设计一套适用于该类系统的水热反应器并进行性能测试,以为实验室开展基于射频波

强化的水热提取试验提供技术支持。

1 水热反应器结构与工作原理

1.1 整机结构

水热反应器整体结构如图1所示,其中双层反应釜是装盛物料并进行反应的场所,能承受高温高压并在射频电磁场中稳定工作;压力调节装置为双层反应釜内提供稳定的压力,以提高反应体系的沸点;光纤测温计的传感器探头固定于反应体系的冷点位置即几何中心处,能实时检测并记录双层反应釜内物料的温度;气动磁力搅拌器通过气压和磁力两级动力传递,实现对密闭容器中反应体系的搅拌。其中气压传动由气泵产生高速气流驱动旋转底座旋转;磁力传动由固定于旋转底座上的外磁转子与双层反应釜中的内磁转子通过磁场耦合进行动力传递,驱动搅拌桨对物料进行混合搅拌。该水热反应器的性能参数如表1所示。

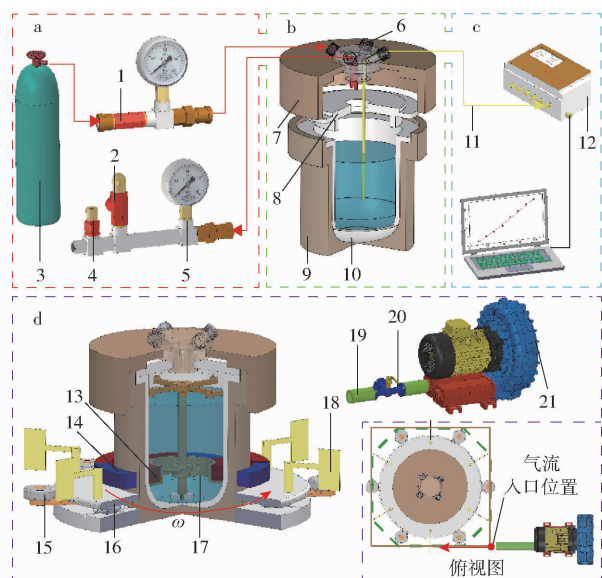


图1 水热反应器结构示意图

Fig. 1 Schematic structure of hydrothermal reactor

1. 单向阀 2. 泄压阀 3. 氮气钢瓶 4. 微量调节阀 5. 压力表
6. 密封接头 7. 外盖 8. 内盖 9. 耐压壳 10. 内容器 11. 光纤传感器 12. 数据记录仪 13. 内磁转子 14. 外磁转子 15. 定心轮 16. 旋转底座 17. 搅拌桨 18. 叶片 19. 气流管道
20. 气流调节阀 21. 气泵 a. 压力调节装置 b. 双层反应釜 c. 光纤测温计 d. 气动磁力搅拌器

1.2 工作原理

射频波强化水热反应示意图如图2所示。该射频加热系统(Strayfield, 27.12 MHz , 6 kW)配备水

表 1 水热反应器性能参数

Tab. 1 Performance parameter of hydrothermal reactor

参数	数值
工作温度/℃	20 ~ 150
工作压力/MPa	0.1 ~ 0.6
单次处理量/mL	200
搅拌转速/(r·min ⁻¹)	100 ~ 250
搅拌扭矩/(N·m)	40.35

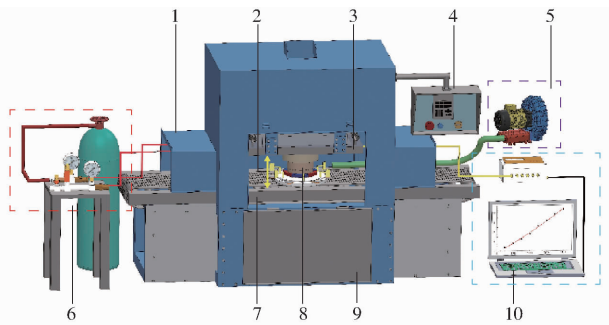


图 2 射频加热系统与水热反应器组合示意图

Fig. 2 Schematic view of combination of radio frequency heating system and hydrothermal reactor

1. 射频系统外壳
2. 射频加热腔
3. 上极板
4. 控制面板
5. 气动磁力搅拌器
6. 压力调节装置
7. 下极板
8. 双层反应釜
9. 射频腔门
10. 光纤测温计

平式平行电极板,上极板(80 cm × 40 cm)可上下移动,从而使极板间距在 90 ~ 190 mm 范围内自由调节。水热反应体系以电极板间产生的电磁场为热源进行过程强化,通过亚临界水实现对生物质中活性物质的提取和分离。

具体工作流程如下:将装填有物料的水热反应器与射频加热系统配合安装;使用氮气对双层反应釜内部吹扫 2 ~ 3 min 以排尽空气;打开气泵驱动气动磁力搅拌器对反应体系进行搅拌;关闭微量调节阀,利用氮气对水热反应器进行加压并保持压力恒定;设置合适的极板间距,开启射频系统对反应体系进行加热处理;通过测温光纤实时监测、记录试验过程中物料温度;试验结束后关闭射频加热系统与气泵,待物料自然冷却至 100℃ 以下,打开微量调节阀释放水热反应器内部压力并收集产物用于后续研究。

2 关键部件设计

2.1 双层反应釜设计

水热反应器中双层反应釜的设计温度 t 为 160℃ (亚临界水用于生物质中部分活性物质的提取时,其温度范围通常介于 100 ~ 150℃^[19]),设计压力 p 为 0.75 MPa (160℃ 时水的饱和蒸汽压为 0.62 MPa,取设计压力为 1.2 倍饱和蒸汽压),单次处理量为 200 mL,其采用衬里容器(内容器和内盖)

和外釜体(耐压壳和外盖)相配合的双层结构,衬里容器以聚四氟乙烯 (PTFE,持续最高工作温度为 230℃)为材料,主要为物料提供耐腐蚀、耐高温的密闭环境^[20];外釜体以聚醚醚酮 (PEEK,持续最高工作温度为 250℃)为材料,用于承担压力、保证安全。因此,对衬里容器只进行工艺设计进而确定双层反应釜的主要外形尺寸,而在强度设计时暂不考虑衬里容器的承压作用,只对外釜体厚度进行计算。

(1) 工艺设计

按照反应釜标准设计流程,首先根据物料类型确定其高径比 i ,再根据物料状态确定装料系数 η ,进而确定衬里容器的内径和高度。根据生产经验,高径比 i 取值范围如表 2 所示。根据物料状态不同,对于易产生泡沫或沸腾的物料,装料系数取 0.60 ~ 0.70;对于黏度大不易沸腾的物料,装料系数取 0.80 ~ 0.85。

表 2 双层反应釜高径比取值

Tab. 2 Height to diameter ratio value of double-layer autoclave

反应釜种类	物料类型	高径比 i
一般搅拌罐	液-固、液-液相	1 ~ 1.3
	气-液相	1 ~ 2
聚合釜	悬浮液、乳化液	2.08 ~ 3.85
发酵釜	发酵液	1.7 ~ 2.5

本次设计的双层反应釜属于一般搅拌罐,物料为固液混合体系,因此高径比 i 应取 1 ~ 1.3。研究表明高径比较大的圆柱状物体在水平式平行极板射频系统中加热速率较扁平状物体更快^[21],因此本次设计取高径比 i 为 1.3。由于水热反应体系中生物质材料如动植物残渣含有蛋白质、多糖等成分,易在搅拌过程中产生泡沫,因此取装料系数 η 为 0.7。已知单次处理量 V_g 为 200 mL,则衬里容器总容积 V 为 285 mL,考虑到搅拌器浆叶对空间的占用,最终取 V 为 300 mL。

衬里容器的实际容积应包括筒体与底部封头两部分,设计的双层反应釜采用平板封头,封头容积为零,因此衬里容器的筒体容积即为其实际容积。衬里容器内径及高度满足公式

$$V = \frac{\pi}{4} D_i^2 H = \frac{\pi}{4} D_i^3 \left(\frac{H}{D_i} \right) = \frac{\pi}{4} D_i^3 i \quad (1)$$

式中 D_i ——衬里容器内直径,mm

H ——衬里容器内高度,mm

则 $D_i = 66.4$ mm,圆整为 $D_i = 70$ mm, $H = iD_i = 91$ mm。

综上所述,衬里容器内径 D_i 为 70 mm,衬里容器内部高度 H 为 91 mm。参考国标 GB/T 35974.5—

2018^[22],衬里容器的最小厚度为 2.5 mm。由于水热反应体系无腐蚀性,因此无需考虑壁厚的腐蚀损失,同时为进一步增大容器刚度,保持容器稳定,取衬里容器(内容器和内盖)厚度均为 4 mm。衬里容器与耐压壳之间采用过渡配合以保证二者在紧密接触的同时便于拆卸,则耐压壳的内径 D_c 为 78 mm。

(2) 强度设计

耐压壳和外盖是承压的主体,本设计中双层反应釜属于低压容器,因此耐压壳筒体壁厚采用内压薄壁圆筒应力分析理论设计,计算公式为

$$\delta = \frac{p_c D_c}{2[\sigma]'\varphi - p_c} \quad (2)$$

平板封头厚度计算公式为^[23-24]

$$\delta_p = D_c \sqrt{\frac{K p_c}{[\sigma]'\varphi}} \quad (3)$$

式中 δ ——耐压壳计算壁厚,mm

δ_p ——平板封头计算厚度,mm

p_c ——计算压力,MPa

$[\sigma]'$ ——PEEK 在 160℃ 时的许用应力,MPa

K ——平盖系数

φ ——焊接接头系数

已知 $p_c = 0.75$ MPa, $D_c = 78$ mm, $[\sigma]' = 30$ MPa,筒身与封头一体成型加工,则 φ 取 1,参考文献[25], K 取 0.145。计算得 $\delta = 1.0$ mm, $\delta_p = 4.7$ mm。

根据国标 GB/T 35974.3—2018^[26],耐压壳筒体与平板封头厚度应一致且应取两者的较大值。综上,腐蚀裕度 C_2 取 0,并考虑厚度负偏差 C_1 ,向上圆整后釜体名义厚度 δ_n 取 6 mm,且平板封头与筒体一体加工时采用圆弧过渡以减小转折处在内压作用时的应力。双层反应釜结构及尺寸如图 3 所示,其中外盖中心预留 4 个连接孔并与双层反应釜内部相通,用于后续压力管道与光纤传感器的安装。

(3) 水压试验强度校核

双层反应釜的安全性试验应按国标 GB/T 150.4—2011^[27]中规定的方法对其强度进行检验,试验温度为常温。采用液压试验时液体一般为水,试验压力计算公式为

$$p_t = 1.25 p_c \frac{[\sigma]}{[\sigma]'} \quad (4)$$

式中 p_t ——试验压力,MPa

$[\sigma]$ ——PEEK 在 25℃ 时许用应力,MPa

保压时间 30 min,已知 $[\sigma] = 90$ MPa, $p_c = 0.75$ MPa,得 $p_t = 2.81$ MPa。在该压力下进行水压试验,试验结束后双层反应釜外观无损伤,无明显变形,其强度满足设计要求。

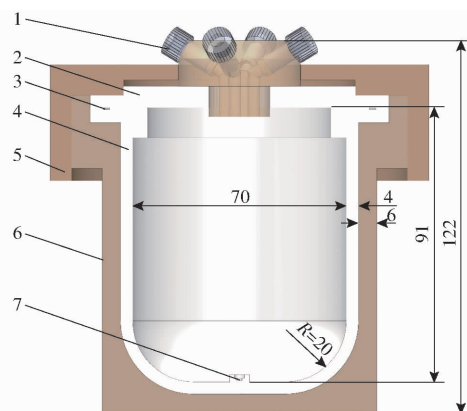


图3 双层反应釜结构及尺寸

Fig. 3 Structure and dimensions of double-layer autoclave

1.密封接头 2.内盖 3.密封槽 4.内容器 5.外盖 6.耐压壳 7.轴承座

2.2 气动磁力搅拌器设计

气动磁力搅拌器的设计主要包括:对搅拌桨进行合理选型并计算搅拌阻力矩;基于双层反应釜尺寸合理配置磁路并进行传动转矩计算。

(1) 阻力矩计算

水热提取的对象多为固液混合体系,因此为避免颗粒沉淀选择推进式搅拌桨用于物料的混合搅拌^[28]。标准的推进式搅拌桨叶片数为 3,桨叶直径与衬里容器内径之比 D_j/D_i 为 0.2~0.5,且以 0.33 居多^[29]。因此取 D_j/D_i 为 0.33,经计算并对结果进行圆整,取桨叶直径 D_j 为 23 mm。以水热反应研究中常见的柚子皮(60 目粉末)与蒸馏水混合形成的水热反应体系(液料比 20 mL/g)为典型代表,使用 DHR-1 型流变仪(Waters 公司,美国)测得其黏度 μ 为 (0.01025 ± 0.0007) Pa·s,同时测得其密度 ρ 为 (1.024 ± 0.007) g/cm³。通过预试验观察不同搅拌转速(50、100、150、200 r/min)下柚皮水热反应体系的搅拌均匀性发现,转速超过 150 r/min 后固液混合体系即可达到较为均匀的状态,因此取搅拌转速 N 为 150 r/min,搅拌阻力矩满足计算公式

$$Re = \frac{\rho N D_j^2}{\mu} \quad (5)$$

$$P = N_p N^3 D_j^5 \rho \quad (6)$$

$$T = 9550 \frac{P}{N} \quad (7)$$

式中 Re ——搅拌雷诺数

P ——搅拌功率,kW

N_p ——功率准数

T ——搅拌阻力矩,N·m

通过式(5)得出搅拌雷诺数 Re 为 132.12。查推进式桨叶 Rushton 算图可知功率准数 N_p 为 0.8,通过式(7)得出搅拌阻力矩 T 为 0.005 N·m,考虑内

磁转子与物料之间的摩擦,因此所需转矩取2倍的计算阻力矩,即 $T = 0.01 \text{ N}\cdot\text{m}$ 。

(2) 磁路配置及关键参数确定

本研究设计的反应器为小型试验器材,具有小尺寸、低容量和低转矩的特点。因此拟采用圆筒式磁力传动方式,磁路设置为单行紧密排列结构。通常在一定范围内磁极数目越多、磁极之间气隙越小传递转矩越大。有学者对4~26(偶数对)磁极对数下径向磁力联轴器的传动性能进行了研究,发现当磁极对数较少(12对以下)时,磁转矩随磁极对数增加而增大且增大的速率较大,当磁极对数大于14时,磁转矩逐渐下降最后趋于稳定^[30]。此外较小的气隙对装配精度和同轴度有较高要求。本设计中双层反应釜设计总厚度 t_0 为10 mm(内容器4 mm + 耐压壳6 mm),内容器内径70 mm,外釜体外径90 mm,内部尺寸较小且对搅拌转矩要求较低,综上本设计中磁极数选为6,永磁体弧度为 60° ;结合生产经验^[31],气隙宽度选为14 mm;永磁体厚度 h 为10.6 cm,永磁体高度取5 mm以减小体积。

综上所述磁力搅拌器主要磁路参数如下:永磁体采用径向充磁方式,磁极对数 m 为6;永磁体弧度为 60° ;磁场气隙宽度 t_g 为14 mm;外、内永磁体厚度 t_{om} 、 t_{im} 取11 mm;永磁体高度5 mm。详细尺寸如图4所示。其中内磁子内半径 R_1 为22 mm,内磁子外半径 R_2 为33 mm,外磁子内半径 R_3 为47 mm,外磁子外半径 R_4 为58 mm。

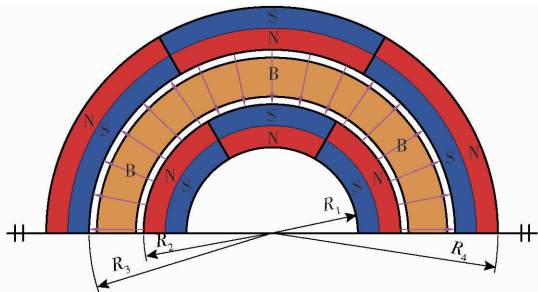


图4 磁路配置型式及磁钢尺寸

Fig. 4 Magnetic circuit configuration form and magnet size

(3) 传动转矩计算

根据水热提取试验条件,内磁转子应能在 160°C 下长期工作,因此选择牌号为 N30UH 的第3代稀土永磁材料 NdFeB(钕铁硼)作为内、外磁转子的材料,根据 N48UH 退磁曲线图在确定工作点后可知,钕铁硼在 160°C 时剩磁 B_r 约为 0.75 T。设计的磁力传动装置磁转矩计算公式为

$$T_{\max} = \frac{1}{3} B_r H_g S_m R \quad (8)$$

其中 $H_g = H_1 + H_2$ (9)

$$H_1 = \frac{B_r}{\pi} \left(\arctan \frac{L_{s3} L_b}{t_g \sqrt{t_g^2 + L_b^2 + L_{s3}^2}} - \arctan \frac{L_{s4} L_b}{(4t_{om} + t_g) \sqrt{(4t_{om} + t_g)^2 + L_b^2 + L_{s4}^2}} \right) \quad (10)$$

$$H_2 = \frac{B_r}{\pi} \left(\arctan \frac{L_{s2} L_b}{t_g \sqrt{t_g^2 + L_b^2 + L_{s2}^2}} - \arctan \frac{L_{s1} L_b}{(4t_{im} + t_g) \sqrt{(4t_{im} + t_g)^2 + L_b^2 + L_{s1}^2}} \right) \quad (11)$$

式中 H_g ——工作气隙中磁场强度, A/m
 S_m ——内外永磁体磁极相互作用总面积, cm^2
 R ——内外永磁体平均作用半径, cm
 H_1 ——外磁环上永磁体产生的磁场强度, Oe
 H_2 ——内磁环上永磁体产生的磁场强度, Oe
 L_b ——永磁体轴向长度, cm
 L_{s1} ——内永磁体内弧长, cm
 L_{s2} ——内永磁体外弧长, cm
 L_{s3} ——外永磁体内弧长, cm
 L_{s4} ——外永磁体外弧长, cm

在本文中 $L_b = 0.5 \text{ cm}$, $L_{s1} = 6.91 \text{ cm}$, $L_{s2} = 10.36 \text{ cm}$, $L_{s3} = 14.97 \text{ cm}$, $L_{s4} = 18.22 \text{ cm}$, $S_m = 5.18 \text{ cm}^2$, $R = 4 \text{ cm}$, 求得最大传递扭矩 T_{\max} 为 $40.35 \text{ N}\cdot\text{m}$, 大于搅拌阻力矩 ($T = 0.01 \text{ N}\cdot\text{m}$), 满足搅拌要求。

2.3 压力调节装置和测温方式设计与选择

(1) 压力调节装置设计

本次设计的压力调节装置主要包括氮气钢瓶、压力表、单向阀、泄压阀、微量调节阀和压力管道,其连接方式如图1所示。为向双层反应釜内提供稳定的压力以提高反应体系沸点,同时避免在高温下提取物氧化,选择氮气钢瓶作为压力源。氮气钢瓶出口处的减压阀可以将高压氮气设定为固定的压力,经过调压后的氮气通过压力管道经单向阀和压力表进入双层反应釜中,其中单向阀可以避免氮气或物料的倒流。需要泄压时,双层反应釜中的氮气通过压力管道经微量调节阀和泄压阀排出,其中微量调节阀可手动开启实现泄压,泄压阀(开启压力 0.75 MPa)可在压力大于开启压力时自动开启,避免压力过高,实现对双层反应器的保护。

(2) 测温方式选择

测温方式主要分为接触式和非接触式两种,接触式主要包括膨胀式温度计、热电阻式温度计和热电偶式温度计;非接触式主要包括激光测温、声波测温、亮度测温、比色测温、红外测温 and 光纤测温等。射频强化水热反应过程中,物料处于高频电磁场中。

光纤测温相较于其他非接触式测温具有耐腐蚀、抗电磁干扰等优势^[32],已在电磁场、气体管路、电力电缆等领域广泛应用。因此选择光纤温度传感系统(HQ-FTS-D120型,和其光电科技股份有限公司)作为水热反应器的温度测量装置,通过反应釜预留接口(图3)安装测温光纤,进行实时温度监测。

3 性能试验

3.1 试验方法

通过测试该水热反应器在射频电磁场中的搅拌和加热特性,为基于射频波强化的水热反应试验提供指导,选用干柚子皮粉(60目)-蒸馏水构成的水热反应体系,利用搭建的试验平台(图5)开展下述试验。

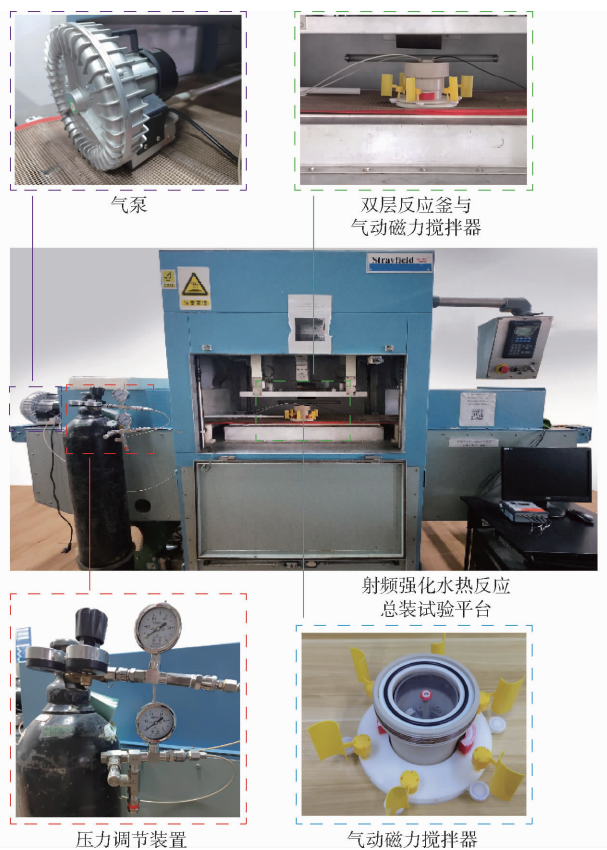


图5 射频强化水热反应试验平台

Fig. 5 Experimental platform of hydrothermal reaction based on radio frequency enhancement

3.1.1 液固比对搅拌转速的影响

液固比(Liquid/solid ratio, LSR)不同水热反应体系的黏度不同,对搅拌桨产生的阻力也不同^[33]。为探究液固比对搅拌转速的影响,为后续试验中搅拌转速的设定提供参考,分别配制不同液固比(10、20、30 mL/g)的柚子皮粉-蒸馏水混合体系,并以等体积的蒸馏水作为对照,探究风速与搅拌转速的关系。当风速和搅拌转速达到稳态时,分别用海洋螺旋桨式风向风速计(DT-620型,深圳市华盛昌科技实业股份有限公司)和激光转速仪(UNI-T UT371

型,优利德科技股份有限公司)对两者进行测定。

3.1.2 搅拌转速对升温过程的影响

搅拌转速会影响反应体系热量的分布与传递,进而影响水热反应效果。因此为探究搅拌转速对水热反应体系升温过程的影响,设定射频加热系统的极板间距为130 mm,液固比40 mL/g,分别对不同搅拌转速(0、100、150、200、250 r/min)下物料的升温过程进行测定。

3.1.3 液固比对升温过程的影响

不同液固比反应体系的介电特性不同,会影响反应体系的升温速率。因此为探究液固比对升温速率的影响,设定射频加热系统的极板间距为150 mm,搅拌转速为150 r/min,分别测定不同液固比(20、30、40、50、60 mL/g)下反应体系的升温过程。

3.1.4 极板间距对升温过程的影响

极板间距决定了射频系统的输出功率进而对物料产生不同的加热速率。为探究不同极板间距下反应体系的升温特性,为后续水热提取试验提供参考,选取液料比40 mL/g,搅拌转速150 r/min,分别测定不同极板间距(130、140、150、160、170 mm)下物料的升温特性。

上述试验中每次量取200 mL蒸馏水,按一定液料比称取柚皮粉末混合构成水热反应体系,选择目标温度为120℃,按1.2节所述流程进行测试,试验过程中使用光纤温度传感系统记录温度随时间的变化,每组试验重复3次并以3次平行测定的平均值作为最终结果。

3.2 结果与分析

3.2.1 液固比对搅拌转速的影响

不同液固比下风速与搅拌转速的关系如图6所示,整体来看不同液固比下反应体系的搅拌转速均随风速增加呈上升趋势,但在液固比较小时(LSR为10 mL/g),同一风速下反应体系的搅拌转速显著小于其他液固比。液固比大于10 mL/g后,同一风速下的搅拌转速与对照逐渐接近。当液固比达到30 mL/g时,搅拌转速与对照无显著差异($p > 0.05$)。这主要是由于液固比增加,反应体系黏度逐渐减小并接近于纯水。因此对于液固比大于20 mL/g的反应体系,通常可忽略液固比对搅拌转速的影响。

3.2.2 搅拌转速对升温过程的影响

图7显示了液固比40 mL/g、极板间距130 mm时,不同搅拌转速(0、100、150、200、250 r/min)下反应体系的升温曲线。可以看出,搅拌可以显著增加物料升温速率。如搅拌转速为0 r/min和100 r/min时,物料由25℃升至120℃的用时分别为20 min和

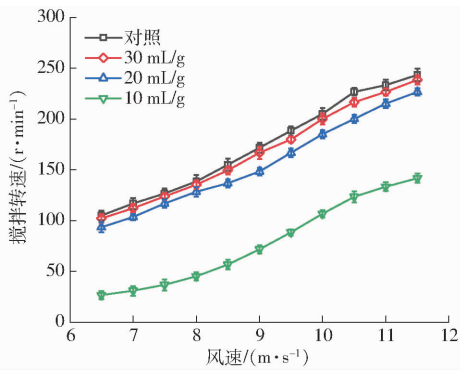


图6 不同液固比下风速与搅拌转速的关系曲线

Fig.6 Relationship between wind speed and stirring speed at different liquid/solid ratios (LSR)

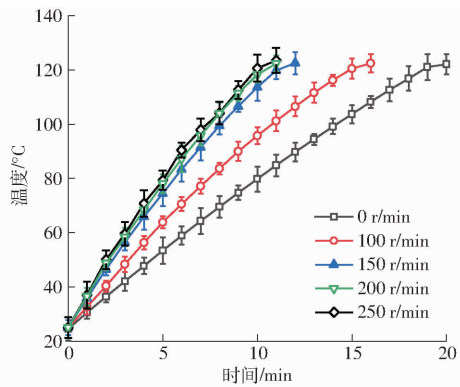


图7 不同搅拌速度下反应体系的升温曲线

Fig.7 Temperature-time history of reactant at different stirring speeds

16 min,当转速为150、200、250 r/min时,升温时间不再有显著变化($p > 0.05$)且均减少至约11 min。该现象与文献[34-36]的研究结果相似,可能是由于搅拌使自然对流转变为强制对流,促进了体系中热量的传递。因此,后续水热反应试验时应设定搅拌转速大于150 r/min以排除搅拌转速对反应体系升温过程的影响。

3.2.3 液固比对升温过程的影响

图8显示了极板间距150 mm、搅拌转速150 r/min时,不同液固比下物料的升温曲线。可以看出,随液固比减小,射频加热速率不断增大。如液固比从60 mL/g减小到50 mL/g时,物料由25℃升至120℃用时从33 min减小至25 min,但当液固比进一步减小并小于40 mL/g后物料的加热速率不再有显著改变($p > 0.05$)。这可能是因为随液固比减小,体系中固形物含量逐渐增加,离子浓度升高,导致其介电损耗增大,提高了射频加热速率,但当液固比减小至一定值后,尽管介电损耗继续增加,但不再是影响射频加热速率的主要原因,文献[37]在食盐水与花生酱的射频加热研究中也发现了类似结果,即物料介电损耗仅可在一定范围内影响其射频加热速率。因此,后续水热提取试验中当液固比较小时

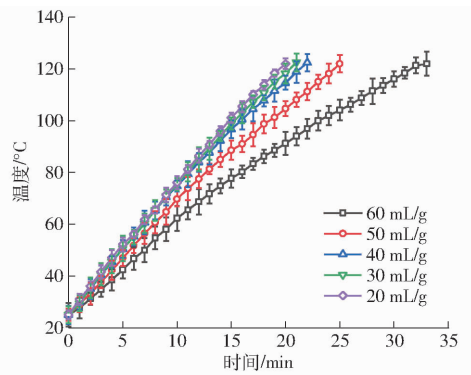


图8 不同液固比下反应体系的升温曲线

Fig.8 Temperature-time history of reactant under different liquid/solid ratios (LSR)

可以忽略其对射频加热速率的影响。

3.2.4 极板间距对升温过程的影响

图9显示了不同极板间距下物料的升温曲线,可以看出随极板间距减小,射频加热速率不断增加,这与此前关于射频加热的研究结果一致^[37],即极板间距减小,射频系统的阳极电流增大,物料匹配的射频功率增加。因此为获得较快的射频加热速率(8~10℃/min),应选择130 mm的极板间距开展后续水热提取试验。

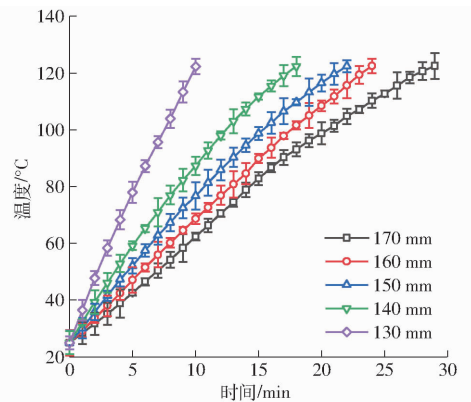


图9 不同极板间距下反应体系的升温曲线

Fig.9 Temperature-time history of reactant at different electrode gaps

4 结论

(1)设计了一款适用于平行板式射频加热系统的水热反应器,该反应器可在温度20~150℃、压力0.1~0.6 MPa的范围内稳定工作,并可以利用气动磁力传动技术实现对高温高压状态下物料的混合搅拌,为开展基于射频强化的水热提取试验提供技术支持。

(2)选取柚子皮-蒸馏水构成的水热反应体系对该反应器进行测试。试验结果显示当液固比大于20 mL/g时,液固比不再是影响搅拌转速的主要因素;当液固比小于40 mL/g且搅拌转速大于150 r/min时,极板间距是影响体系升温过程的主要因素。

参 考 文 献

- [1] GOMES-DIAS J S, PEREIRA S G, TEIXEIRA J A, et al. Hydrothermal treatments—a quick and efficient alternative for agar extraction from *Gelidium sesquipedale*[J]. *Food Hydrocolloids*, 2022, 132: 107898.
- [2] 孟祥河, 戴建波, 曹艳, 等. 亚临界水提法提高甘薯皮可溶性膳食纤维得率[J]. *农业工程学报*, 2019, 35(20): 303–310. MENG Xianghe, DAI Jianbo, CAO Yan, et al. Increasing yield of soluble dietary fiber from sweet potato peel by using subcritical water extraction[J]. *Transactions of the CSAE*, 2019, 35(20): 303–310. (in Chinese)
- [3] ESSIEN S O, YOUNG B, BAROUTIAN S. Recent advances in subcritical water and supercritical carbon dioxide extraction of bioactive compounds from plant materials[J]. *Trends in Food Science & Technology*, 2020, 97: 156–169.
- [4] FAN X, HU S, WANG K, et al. Coupling of ultrasound and subcritical water for peptides production from *Spirulina platensis* [J]. *Food and Bioproducts Processing*, 2020, 121: 105–112.
- [5] HOSSEINI S M, BOJMEHRANI A, ZARE E N, et al. Optimization of antioxidant extraction process from corn meal using pulsed electric field-subcritical water[J]. *Journal of Food Processing and Preservation*, 2021, 45(6): e15458.
- [6] COSTA J M, STRIEDER M M, SALDAÑA M D A, et al. Recent advances in the processing of agri-food by-products by subcritical water[J]. *Food and Bioprocess Technology*, 2023, 16(12): 2705–2724.
- [7] MAO Y, ROBINSON J P, BINNER E R. Current status of microwave-assisted extraction of pectin[J]. *Chemical Engineering Journal*, 2023, 473: 145261.
- [8] LING B, RAMASWAMY H S, LYNG J G, et al. Roles of physical fields in the extraction of pectin from plant food wastes and byproducts: a systematic review[J]. *Food Research International*, 2023, 164: 112343.
- [9] MOIRANGTHEM K, RAMAKRISHNA P, AMER M H, et al. Bioactivity and anthocyanin content of microwave-assisted subcritical water extracts of Manipur black rice (*Chakhao*) bran and straw[J]. *Future Foods*, 2021, 3: 100030.
- [10] ROMERO-ZÚÑIGA G Y, SÁNCHEZ-VALDÉS S, SIFUENTES-NIEVES I, et al. Study of the microwave-assisted hydrothermal extraction of polysaccharides from agave fiber: production of hollow cellulose fibers[J]. *Cellulose*, 2023, 30(9): 5535–5547.
- [11] QUEFFELEC J, FLÓREZ-FERNÁNDEZ N, DOMÍNGUEZ H, et al. Microwave hydrothermal processing of *Undaria pinnatifida* for bioactive peptides[J]. *Bioresource Technology*, 2021, 342: 125882.
- [12] COSTA J M, STRIEDER M M, SALDAÑA M D A, et al. Recent advances in the processing of agri-food by-products by subcritical water[J]. *Food and Bioprocess Technology*, 2023, 16(12): 2705–2724.
- [13] GUT J A W. Response to “non-thermal microwave effects: conceptual and methodological problems”[J]. *Food Chemistry*, 2022, 390: 133216.
- [14] GAO J, ZHANG H, WANG S, et al. Performance evaluation of an experimental radio frequency heating system designed for studying the solid-liquid extraction[J]. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 2023, 90: 103518.
- [15] ZHENG J J, LI H Y, WANG D C, et al. Radio frequency assisted extraction of pectin from apple pomace: process optimization and comparison with microwave and conventional methods[J]. *Food Hydrocolloids*, 2021, 121: 107031.
- [16] KOCHADAI N, KHASHERAO B Y, SINIJA V R N. Effect of radio frequency pre-treatment on the extraction of bioactives from *Clitoria ternatea* and *Hibiscus rosa sinensis* and insights to enzyme inhibitory activities [J]. *Food and Bioprocess Technology*, 2022, 15(3): 571–589.
- [17] FAN L, XU J, GUAN X, et al. Developing radio frequency pretreatment technology for improving yield and quality of flaxseed oil extractions[J]. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 2023, 86: 103363.
- [18] 刘嫣红, 杨宝玲, 毛志怀. 射频技术在农产品和食品加工中的应用[J]. *农业机械学报*, 2010, 41(8): 115–120. LIU Yanhong, YANG Baoling, MAO Zhihui. Radio frequency technology and its application in agro-product and food processing[J]. *Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery*, 2010, 41(8): 115–120. (in Chinese)
- [19] ZHANG J X, WEN C T, ZHANG H H, et al. Recent advances in the extraction of bioactive compounds with subcritical water: a review[J]. *Trends in Food Science and Technology*, 2020, 95: 183–195.
- [20] 宋威, 孟海波, 陈明松, 等. 兼吸式移动床生物质热解炭化装置设计与试验[J]. *农业机械学报*, 2024, 55(6): 325–331, 364. SONG Wei, MENG Haibo, CHEN Mingsong, et al. Design and experiment of both updraft and downdraft biomass pyrolysis charring device in moving bed[J]. *Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery*, 2024, 55(6): 325–331, 364. (in Chinese)
- [21] ROMANO V, MARRA F. A numerical analysis of radio frequency heating of regular shaped foodstuff[J]. *Journal of Food Engineering*, 2008, 84(3): 449–457.
- [22] 中国国家标准化管理委员会. 塑料及其衬里制压力容器 第5部分:塑料衬里制压力容器的制造、检查与检验:GB/T 35974.5—2018[S]. 北京:中国标准出版社,2018.
- [23] 朱保国. 压力容器设计知识[M]. 2版.北京:化学工业出版社,2016.
- [24] 郑伟义, 陈国龙, 高继轩, 等. 非金属承压设备的耐腐蚀性及应用[M]. 北京:科学出版社,2017.
- [25] 中国国家标准化管理委员会. 压力容器 第3部分:设计:GB/T 150.3—2011[S]. 北京:中国标准出版社,2012.
- [26] 中国国家标准化管理委员会. 塑料及其衬里制压力容器 第3部分:设计:GB/T 35974.3—2018[S]. 北京:中国标准出

版社,2018.

- [27] 中国国家标准化管理委员会. 压力容器 第4部分:制造、检验和验收;GB/T 150.4—2011[S]. 北京:中国标准出版社, 2012.
- [28] 刘培坤, 张瑞, 杨兴华, 等. 涡轮式与推进式搅拌釜的数值模拟研究[J]. 化工机械, 2017, 44(1): 84-87,96.
LIU Peikun, ZHANG Rui, YANG Xinghua, et al. Numerical simulation of turbo-type and push-type stirred tanks[J]. Chemical Engineering and Machinery, 2017, 44(1): 84-87,96. (in Chinese)
- [29] 王凯, 虞军. 搅拌设备[M]. 北京:化学工业出版社, 2003.
- [30] 汪家琼, 冯文浩, 钱文飞, 等. 磁力泵磁力联轴器传动的影响因素[J]. 排灌机械工程学报, 2022, 40(3): 244-249.
WANG Jiaqiong, FENG Wenhao, QIAN Wenfei, et al. Influencing factors of magnetic coupling transmission of magnetic pump [J]. Journal of Drainage and Irrigation Machinery Engineering, 2022, 40(3): 244-249. (in Chinese)
- [31] 赵克中. 磁力耦合传动技术及装置的理论设计与应用[M]. 北京:化学工业出版社, 2018.
- [32] 黄长江, 肖家宾, 李新堂. 光纤测温技术现状研究及发展趋势[J]. 电力信息与通信技术, 2022, 20(2): 102-108.
HUANG Changjiang, XIAO Jiabin, LI Xintang. Research status and development trend of optical fiber temperature measurement technology[J]. Electric Power Information and Communication Technology, 2022, 20(2): 102-108. (in Chinese)
- [33] 陈作炳, 罗传威, 郑欢. 立式发酵机搅拌阻力矩计算模型的搭建和修正[J]. 机械设计与制造, 2022(4): 10-13.
CHEN Zuobing, LUO Chuanwei, ZHENG Huan. Establishment and modification of the calculation model of stirring resistance moment in vertical fermentation machine[J]. Machinery Design and Manufacture, 2022(4): 10-13. (in Chinese)
- [34] 邹鹏程, 金光远, 崔政伟, 等. 一种具有搅拌桨的微波夹层反应釜内多物理场特性研究[J]. 化学工业与工程, 2022, 39(3): 98-106.
ZOU Pengcheng, JIN Guangyuan, CUI Zhengwei, et al. Study of multi-physical field characteristics in a microwave reactor with an interlayer and a stirring blade[J]. Chemical Industry and Engineering, 2022,39(3): 98-106. (in Chinese)
- [35] 张开兴, 李科, 张开峰, 等. 搅拌式高精度恒温槽设计与试验[J]. 农业机械学报, 2021, 52(3): 418-426.
ZHANG Kaixing, LI Ke, ZHANG Kaifeng, et al. Design and test of high precision thermostat[J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2021,52(3):418-426. (in Chinese)
- [36] JIAO Y, TANG J, WANG S J, et al. Influence of dielectric properties on the heating rate in free-running oscillator radio frequency systems[J]. Journal of Food Engineering, 2014, 120: 197-203.
- [37] XIE Y, ZHANG Y, XIE Y, et al. Radio frequency treatment accelerates drying rates and improves vigor of corn seeds[J]. Food Chemistry, 2020, 319: 126597.

(上接第 370 页)

- [40] 田地, 严正兵, 方精云. 植物生态化学计量特征及其主要假说[J]. 植物生态学报, 2021,45(7): 682-713.
TIAN Di, YAN Zhengbing, FANG Jingyun. Review on characteristics and main hypotheses of plant ecological stoichiometry [J]. Chinese Journal of Plant Ecology, 2021,45(7): 682-713. (in Chinese)
- [41] LI J, ZHANG Z, YAO C, et al. Improving winter wheat grain yield and water-/nitrogen-use efficiency by optimizing the micro-sprinkling irrigation amount and nitrogen application rate[J]. Journal of Integrative Agriculture, 2021,20(2): 606-621.
- [42] 李仙岳, 辛懋鑫, 史海滨, 等. 干旱盐渍化地区控释肥水氮耦合效应与制度优化[J]. 农业机械学报, 2022,53(8):397-406.
LI Xianyue, XIN Maoxin, SHI Haibin, et al. Coupling effect and system optimization of controlled-release fertilizer and water in arid salinized areas[J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2022,53(8):397-406. (in Chinese)
- [43] 王顺, 尹娟, 张海军, 等. 不同水氮处理对马铃薯土壤酶活性和产量的影响[J]. 节水灌溉, 2021(8): 67-73.
WANG Shun, YIN Juan, ZHANG Haijun, et al. Effects of different water and nitrogen treatments on soil enzyme activity and yield of potato[J]. Water Saving Irrigation, 2021(8): 67-73. (in Chinese)
- [44] 张帆, 陈梦茹, 邢英英, 等. 基于熵权法和 TOPSIS 对马铃薯施肥和滴灌量组合的优化[J]. 植物营养与肥料学报, 2023,29(4): 732-744.
ZHANG Fan, CHEN Mengru, XING Yingying, et al. Optimization of fertilizer and drip irrigation levels for efficient potato production based on entropy weight method and TOPSIS[J]. Journal of Plant Nutrition and Fertilizers, 2023,29(4): 732-744. (in Chinese)
- [45] 魏彦凤, 申佳丽, 安明远, 等. 不同物料配施对微咸水灌溉黄瓜土壤质量及产量的影响[J]. 农业工程学报, 2022, 38(5):95-104.
WEI Yanfeng, SHEN Jiali, AN Mingyuan, et al. Effects of different materials on soil quality and yield of cucumber under brackish irrigation[J]. Transactions of the CSAE, 2022,38(5): 95-104. (in Chinese)