

鸡蛋壳膜机械搅拌分离影响因素研究

迟媛¹ 王勇¹ 李蒙福¹ 杨月斌¹ 任洁¹ 迟玉杰²

(1. 东北农业大学工程学院, 哈尔滨 150030; 2. 东北农业大学食品学院, 哈尔滨 150030)

摘要: 基于 Fluent 研究了机械搅拌分离鸡蛋壳膜在不同搅拌转速、颗粒粒径和料液比下对颗粒悬浮状态、固含率分布、固相速度和搅拌功率等流场特性的影响。仿真结果表明: 增大搅拌转速, 有利于减小容器底部颗粒堆积, 且利于颗粒悬浮, 但功耗明显增大; 增大颗粒粒径可减小底部中央区域的颗粒堆积, 颗粒逐渐向四周扩散, 但颗粒的悬浮高度会降低; 增大料液比易在底部产生颗粒堆积。根据仿真结果进行了蛋壳膜分离试验, 以搅拌转速、搅拌时间、料液比、分离液温度为影响因素, 膜回收率和搅拌功率为评价指标进行二次正交旋转组合试验, 得出最优因素参数组合。试验表明提高搅拌转速和搅拌时间可明显增大蛋膜回收率, 当搅拌时间为 18.57 min、搅拌转速为 337.68 r/min、料液比为 0.07 g/mL、温度为 20.0℃时, 膜回收率达到 88.58%, 功耗低, 分离效果较好。

关键词: 固液两相流; 颗粒悬浮; 数值模拟; 蛋壳膜分离

中图分类号: TS253.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-1298(2017)09-0359-10

Influence Factors of Separating Egg Membrane from Eggshell by Mechanical Stirring

CHI Yuan¹ WANG Yong¹ LI Mengfu¹ YANG Yuebin¹ REN Jie¹ CHI Yujie²

(1. College of Engineering, Northeast Agricultural University, Harbin 150030, China

2. College of Food Science, Northeast Agricultural University, Harbin 150030, China)

Abstract: The method of mechanical stirring to separate egg membrane from eggshell has the advantages of high separating efficiency, bulk processing and no pollution to the environment. Fluent 6.3 was used to explore the effects of different stirring rotational velocities, particle diameter sizes and solid-liquid ratios on the flow field characteristics of the particle suspension state, solid holdup distribution, solid-phase velocity and stirring power consumption. Simulation results showed that the scope of particle accumulation at the bottom would be decreased while the solid-liquid ratio was decreased and the solid-liquid ratio should be reduced properly. Particles accumulation was decreased while stirring rotational velocity was increased, but power consumption would be increased dramatically, in order to ensure most particles suspension and reduce power consumption, the stirring rotational velocity should be set as 300 ~ 350 r/min in experiment. Enlarging particles diameter size can reduce particle accumulation at bottom, lower particles suspension height, and increase the moving resistance of particles along the axial direction in the flow field, so the particles size of 1.5 ~ 2.5 mm can be chosen for eggshell separation experiment. Therefore, appropriate conditions were obtained for the experiment of separating membrane from eggshell according to the simulation results. Moreover, quadratic orthogonal rotary combination experiments were carried out with factors of stirring rotational velocity, stirring time, solid-liquid ratio and separating medium temperature. The experimental data was optimized and analyzed by Design-Expert 8.0.6. The regression model between the experiment index and the factors was obtained. Meanwhile, the response surfaces were established between membrane recovery and experiment factors in order to obtain the relationship intuitively. The experiment result showed that the importance of stirring rotational velocity to egg membrane recovery was the most, and then the stirring time, separation medium temperature and solid-liquid ratio. The interaction between stirring time and stirring rotational velocity to separation effect was the most significant. Optimization results showed that the membrane recovery rate reached 88.58% while the stirring time was 18.57 min, stirring rotational velocity was 337.68 r/min, solid-liquid ratio

收稿日期: 2017-01-04 修回日期: 2017-03-05

基金项目: 国家蛋鸡产业体系项目(CARS-41-K25)和黑龙江省博士后经费项目(LBH-Z14032)

作者简介: 迟媛(1974—),女,副教授,博士,主要从事流体传动与控制研究, E-mail: cy207@126.com

was 0.07 g/mL, and the separation medium temperature was 20°C, and the separation effect of egg membrane from eggshell was perfect. Conclusions of numerical simulation and experiment would improve the membrane recovery and utilization of discarded eggshell, and provide a reference for the solid-liquid two-phase flow and related study.

Key words: liquid-solid two-phase flow; particles suspension; numerical simulation; eggshell membrane separation

引言

随着生活水平的提高,人们对禽蛋的需求量越来越大,2015年中国鸡蛋产量达2 626万t,占世界总产量的42.3%,产生的废弃蛋壳不仅对环境造成污染,也造成了资源的浪费。蛋壳中所含有的碳酸钙等无机物可用作钙源添加剂等,蛋膜可用于生物、化工、制药等^[1-4]。若将蛋壳和蛋膜分离开来,各自回收,将会使禽蛋壳、膜得到更有效的利用。目前,蛋壳膜分离方法主要有物理法和化学法,化学法效率低、成本高,不适合工业化生产^[5-7]。本文采用物理法,即采用机械搅拌的方式分离蛋壳膜。前期研究表明^[5]:蛋壳膜分离效果受搅拌转速、搅拌时间、料液比、分离液温度的影响,其中,搅拌转速和搅拌时间的影响更为明显,因此本文扩大了搅拌转速和搅拌时间的范围,继续探究蛋壳膜的实际分离效果。此外,前期试验发现分离容器底部边缘区、中央区及挡板处出现少量颗粒堆积,本文对原有的分离容器作了改进,采用碟形底部结构,同时在挡板和侧壁之间留有间隙以探究分离容器内颗粒的悬浮特性。

前期对于分离容器内的单相流动特性进行了模拟研究,本文利用改进后的分离容器对固液两相流的流动特性进行深入探究。目前,国内学者对固液两相流已有研究^[8-10],在固体颗粒悬浮能力、固相速度、固含率分布以及功率消耗的综合研究较少^[8-11]。本文将蛋壳颗粒简化为下沉颗粒,基于Fluent 6.3对分离容器内的流动特性进行数值模拟,研究搅拌转速、料液比和颗粒粒径对颗粒悬浮程度、固相速度分布、固含率分布和搅拌功率的影响。以为采用机械式水中搅拌的方式分离蛋壳膜及相关分离容器的设计和优化提供参考。

1 分离装置

1.1 整体结构

整机结构如图1所示,液相介质密度 ρ_l 为998 kg/m³,固相颗粒密度 ρ_s 为2 300 kg/m³,颗粒粒径 d_s 为0.5~2.5 mm的蛋壳颗粒,料液比为0.03~0.07 g/mL。

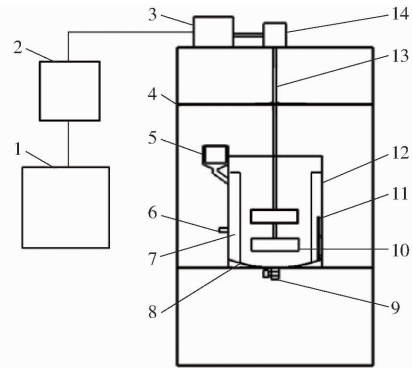


图1 蛋壳膜分离试验台总体结构图

Fig.1 Overall structure diagram of eggshell membrane separation experiment device

1. 计算机 2. 功率测试仪 3. 电动机 4. 支架 5. 滤网 6. 抽水口 7. 挡板 8. 碟形底 9. 阀门 10. 桨叶 11. 温度控制器
12. 分离容器 13. 搅拌轴 14. 减速器

1.2 工作原理

电动机提供作业动力,动力经减速器传至搅拌轴,带动搅拌轴高速转动。称取试验所需蛋壳碎片放入分离容器中,调节搅拌转速和分离液温度,并控制搅拌时间。在挡板、碟形底、侧壁和桨叶的作用下产生周期性的流场。在分离液对蛋壳和蛋膜的冲击、蛋壳之间以及蛋壳和容器内壁之间的相互作用下,大部分蛋壳和蛋膜分离。分离完成后,利用抽水泵将蛋膜从分离容器中抽出,并通过分离容器上方的滤网(100目)收集,同时实现了分离液的可循环利用。待悬浮于分离液中的蛋膜全部抽出以后,通过底部阀门排出水和分离后的蛋壳,完成分离过程。称量干燥后的蛋膜与理论值比较,计算蛋膜回收率。

1.3 关键部件结构设计

分离容器结构与桨型如图2所示,碟形底分离容器直径 R 为340 mm,容器高400 mm,容器内壁均布4块宽度 w 为34 mm的挡板,挡板与侧壁间隙 S 为3.4 mm,容器内液面的高度 H 为250 mm,采用三叶整体式螺旋推进式搅拌器,该桨叶属于轴流式搅拌桨,不锈钢材质,桨叶直径 D 为170 mm。容器结构参数如表1所示。

2 数值模拟与分析

2.1 计算物系与模拟工况

模拟采用的搅拌器和分离容器结构参数如表1

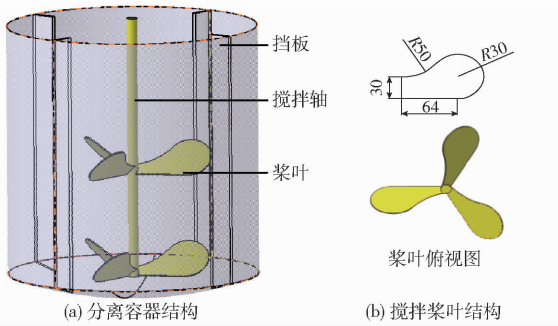


图2 分离容器结构与桨型

Fig. 2 Schematic drawings of stirred vessel and impeller

表1 容器结构参数

Tab. 1 Structural parameters of container

参数	数值	参数	数值
液位高 H/mm	250	桨叶个数 n	3
底部结构	碟形底	桨叶直径 D/mm	170
容器直径 R/mm	340	桨叶厚度 b/mm	1.5
挡板宽度 w/mm	34	桨叶安放角度 $/(^{\circ})$	45
桨叶层间距 e/mm	83.3	挡板与侧壁间隙 S/mm	3.4
桨叶离底距离 C/mm	50		

所示,液相介质为密度 $\rho_l = 998 \text{ kg/m}^3$ 的水,固相颗粒为密度 $\rho_s = 2\,300 \text{ kg/m}^3$ 的下沉颗粒。采用双层推进式三叶桨结构,上下2层桨叶之间的协同推动作用可显著增强流场的主体循环流动,增大湍流强度,利于颗粒悬浮^[12]。桨叶安放角度过小会降低整体轴向流速和湍流动能,不利于颗粒悬浮,过大会使功耗急剧增加,模拟发现 45° 倾斜角最合适。在以上条件下,探究颗粒粒径 d_p 为 $0.5 \sim 2.5 \text{ mm}$ 、料液比为 $0.03 \sim 0.07 \text{ g/mL}$ 和搅拌转速 N 为 $200 \sim 400 \text{ r/min}$ 下对颗粒悬浮程度、固相速度分布、固含率分布和功率消耗的影响。

2.2 网格划分

应用 Gambit 2.2 软件对分离容器建模和网格划分,采用非结构化网格,对桨叶区、近壁区和挡板区加密处理,确保模拟准确性。整个网格数量在 10^6 左右,并验证再增加网格数量对模拟结果基本无影响。

2.3 模型建立

2.3.1 流动模型选择

多相流模型常用2种方法来解决^[13],即欧拉-拉格朗日法(Euler-Lagrange)和欧拉-欧拉法(Euler-Euler),欧拉-拉格朗日法颗粒轨道模型法,可模拟粒子在流场中的运动轨迹,但是它忽略了粒子间相互作用,以及离散相对连续相的作用。欧拉-欧拉法也称双流体模型。Fluent 软件提供了3种欧拉多相模型,即 VOF、Mixture、Euler 模型,其中 Euler

模型是最为复杂的模型,运算量较大,但是它计算的准确度较高,广泛应用于固液悬浮和流化床等需要准确计算的问题中。MICALE 等^[14]认为欧拉多相流模型可以很好地模拟固液两相体系,反映悬浮高度和转速的关系,因此,该模拟采用 Euler 模型对蛋壳颗粒在容器内的悬浮特性进行研究。

大多数文献中提到对搅拌旋转区即动区域的处理采用的是多重参考系法 MRF^[7-10],主要原因是处理过程简单,而 MRF 适合于处理稳态流场。对于桨叶和挡板使得流场产生的周期特性,该方法显然不能很好地处理。滑移网格法(Moving mesh)则适合于桨叶和挡板相互作用较强的非稳态体系中, OCHIENG 等^[15]指出瞬态法比稳态法更适于模拟固液悬浮状态和悬浮高度,因此,对该流场采用非稳态处理,动区域采用滑移网格法。由于标准 $k-\varepsilon$ 湍流模型处理准确性不高,收敛性较差^[16-18],本文采用的是 RNG $k-\varepsilon$ 湍流模型。

2.3.2 模型初始化与边界条件设定

初始化时加入固含率一定的固体颗粒,默认将其均匀地分散在整个分离容器内。对流场应用非稳态计算,计算开始前对桨叶区设定扭矩监视窗口,当最后的扭矩基本不再变化时,说明已达到收敛。

液面采用对称边界条件,桨叶、轴、挡板和分离容器内壁均采用固壁边界条件,容器侧壁近区域处的雷诺数较低,湍流流动不充分,且分子间粘性力影响较大,可采用标准壁面函数来求解物理参数。动、静区域通过交界面传递质量、能量和动量。采用基于压力的隐式求解算法,压力与速度耦合关系采用 SIMPLE 系列算法,差分格式为一阶迎风^[19-21]。

2.4 功率消耗对比

功率消耗为

$$P = \frac{TN}{9.549} \quad (1)$$

式中 P ——搅拌功率, W

N ——搅拌转速, r/min

T ——搅拌扭矩, N·m

应用 AWS2013 型功率分析仪测得每组试验中桨叶消耗功率。搅拌功率主要受搅拌转速的影响,在 $d_p = 0.5 \text{ mm}$, $\alpha_s = 0.05 \text{ g/mL}$, $t = 30^{\circ}\text{C}$ 下得到了搅拌功率的实测值,并与仿真值进行了对比,对比结果如表 2 所示。实测值明显高于仿真值,这是由于实测环境并非理想状态,且电动机、减速器、搅拌转轴之间的传动效率也会对实测值产生影响。随转速的升高,仿真值和实测值的误差率有减小的趋势,误差范围在 $10.15\% \sim 19.60\%$ 。

表2 不同转速下搅拌功率的仿真值与实测值

Tab.2 Results of stirring power for simulation and experiment at different rotational velocities W

项目	转速/($r \cdot \min^{-1}$)				
	200	250	300	350	400
仿真值	10.9	21.7	36.5	58.2	86.1
实测值	13.1	26.8	40.6	65.9	94.9

2.5 不同的操作条件下对固含率分布、固相速度和搅拌功率的影响

2.5.1 碟形槽底结构下固相速度与固含率分布

图3为固含率分布对比,由图3可知,试验的槽底部和侧壁下方的颗粒堆积与模拟值相近,总体来看,模拟值能够反映实际颗粒分布情况。图4为两挡板间速度矢量图和固相分布云图($N = 400 \text{ r/min}$, $d_s = 0.5 \text{ mm}$, $\alpha_s = 0.5 \text{ g/mL}$)。由图4a可知,整个流场为轴向流场,下层桨叶产生的射流倾斜向下,撞击分离容器底部之后,大部分射流沿径向运动,再沿容器侧壁向上运动到液面处,在上层桨叶的抽吸作用下沿轴向下运动,形成贯穿分离容器的主体循环,中心涡心处存在较大的固含率空隙区,少部分射流会在容器底部折返到槽中央沿轴向上运动,该区域被称为诱导锥形区(又称死区),该区域易产生颗粒堆积,这与丁杨^[22]采用六斜叶涡轮桨得出的结论一致。由图4b可知,固液悬浮的成因是分离容器内搅拌桨叶产生强烈的湍流动能把堆积在容器底部的固相颗粒扫出容器底部,从而形成固液悬浮溶液,主要受轴向流场和湍流强度的影响。在高转速下,水流会对颗粒产生较强的推动力,颗粒随流场流型运动。总体来看,容器底部固含率最大,液面和循环涡心处最小。

2.5.2 料液比的影响

表3为不同料液比下桨叶产生的扭矩和功率,随料液比增大扭矩和功率无明显变化。

图5a~5d分别为不同料液比下,不同径向位置(分别为 $r/R = 0.33$ 、 $r/R = 0.50$ 、 $r/R = 0.78$ 、近壁区, r 为距容器中心轴的距离)处固含率轴向分布曲线($N = 400 \text{ r/min}$, $d_s = 0.5 \text{ mm}$)。由图5a~5d可知,固含率在整个轴向(从低到高)分布上呈先迅速减小再缓慢增大,最后迅速减小趋势,这与图4b中的固含率分布云图基本一致。随料液比的增大,固含率分布曲线呈上升趋势。

图5e~5h为不同料液比下,不同的径向位置(分别为 $r/R = 0.33$ 、 $r/R = 0.50$ 、 $r/R = 0.78$ 、近壁区)固相速度轴向分布曲线,由图5e~5h可知,不同料液比下的固相速度变化趋势无明显差别。

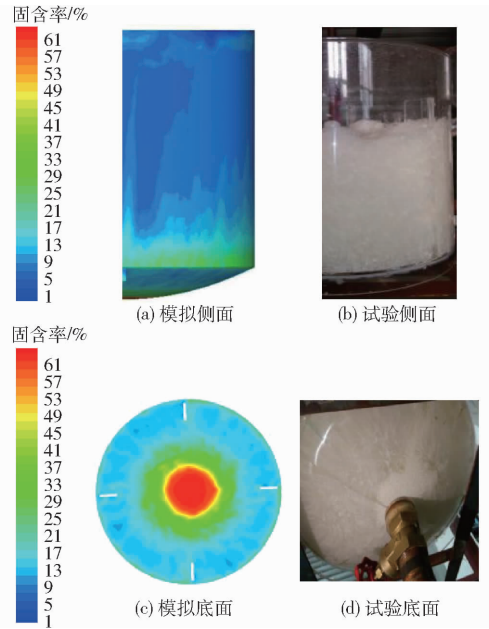


图3 模拟与试验的固含率对比

Fig.3 Comparisons of solid holdups for simulation and experiment

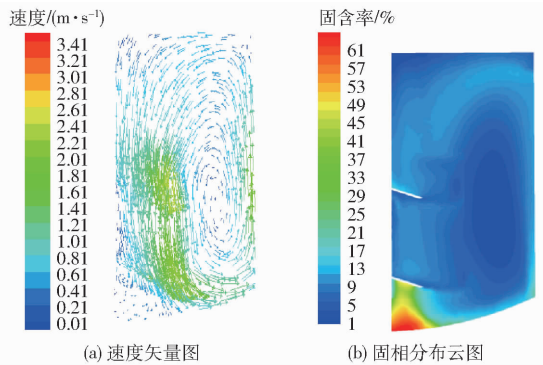


图4 两挡板间速度矢量图和固相分布云图

Fig.4 Velocity vector and solid phase distribution profiles

表3 不同料液比下扭矩和功率消耗

Tab.3 Torque and power at different solid volume fractions

料液比/($g \cdot mL^{-1}$)	扭矩/($N \cdot m$)	功率/W
0.03	2.046	85.69
0.04	2.061	86.45
0.05	2.059	86.15
0.06	2.082	87.20
0.07	2.083	87.24

图6为不同料液比下分离容器底部固含率的分布云图。随料液比增大,底部颗粒堆积范围不断扩大,底部与侧壁连接处开始出现颗粒堆积,悬浮效果变差。因此,为保证蛋壳颗粒悬浮,可适当减小料液比。

增大料液比,容器底部颗粒堆积范围扩大,因此在蛋壳膜分离试验中可适当减小料液比,以减小底部颗粒堆积。而料液比对固相速度分布和搅拌功率基本无影响。

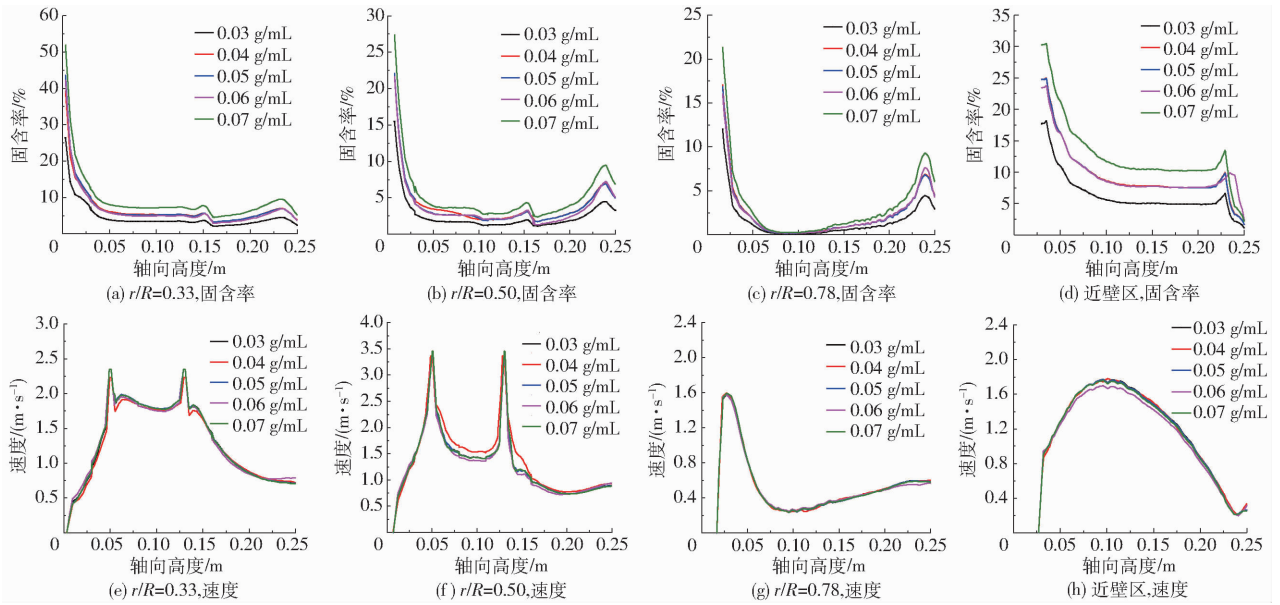


图5 不同料液比下固含率和固相速度的轴向分布曲线

Fig. 5 Axial distribution curves of solid holdup and solid phase velocity at different solid-liquid ratios

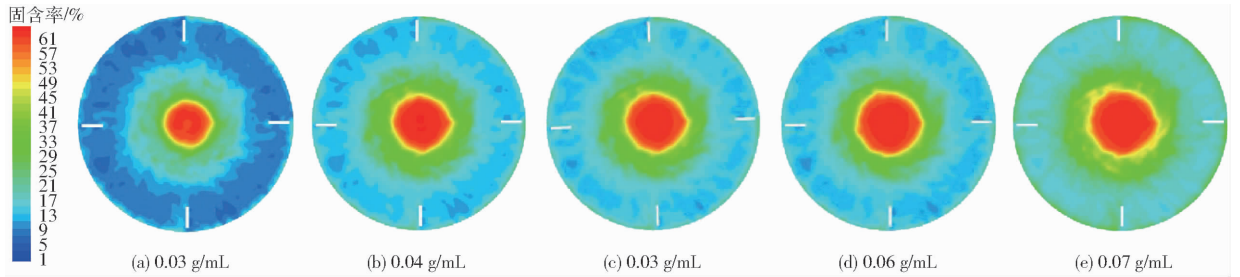


图6 不同料液比下分离容器底部固含率的分布云图

Fig. 6 Solid holdup distribution contours of bottom at different solid-liquid ratios

2.5.3 搅拌转速的影响

图7a~7d为不同搅拌转速下、不同径向位置处固含率轴向分布曲线($d_s = 0.5 \text{ mm}$, $\alpha_s = 0.5 \text{ g/mL}$)。由图7a~7d可知,0.05 m以下轴向位置,转速越高固含率越大。在轴向中部位置,固含率随转速的增

大而降低,图7b、7c较为明显,这种变化趋势不利于颗粒的均匀化,但利于颗粒悬浮。液面处的固含率随转速增大而增大,说明转速越高,主体循环能力越强,可将颗粒推送到更高的位置。

图7e~7h为不同搅拌转速下、不同径向位置

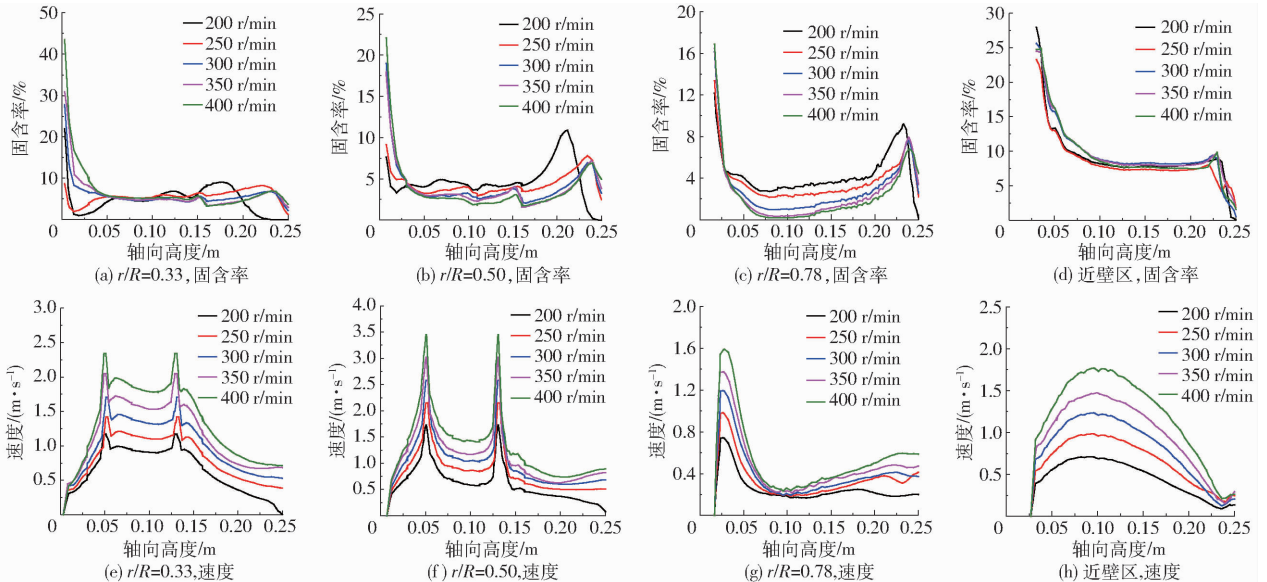


图7 不同转速下固含率和固相速度的轴向分布曲线

Fig. 7 Axial distribution curves of solid holdup and solid phase velocity at different stirring rotational velocities

处固相速度分布曲线。由图7e~7h可知,在轴向下部区域,转速越高固相速度的增幅越大。其他区域,转速越高固相速度越大,差别较为明显。在图7g中,轴向高度0.10 m处,即涡心处的固相速度基本一致。

表4为不同转速下桨叶产生的扭矩和功率消耗,转速越大,扭矩越大,搅拌功率随之增大。

图8为不同转速下分离容器底部固含率分布云图,转速升高底部中央区域的堆积颗粒开始向四周发散,堆积范围不断减小。为保证蛋壳颗粒悬浮,在考虑功耗的前提下,可适当增大转速。

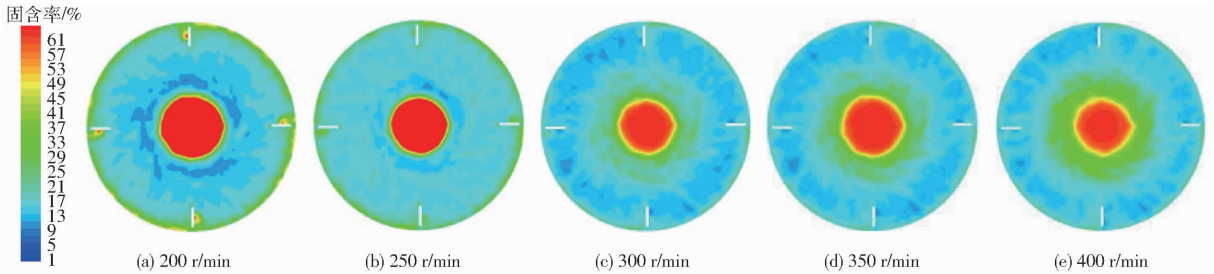


图8 不同转速下分离容器底部固含率分布云图

Fig. 8 Solid holdup distribution contours of bottom at different stirring rotational velocities

2.5.4 颗粒直径的影响

图9a~9d为不同颗粒直径下、不同径向位置处固含率轴向分布曲线($N = 400 \text{ r/min}$, $\alpha_s = 0.5\%$)。如图9a所示,在不同径向位置处,轴向高度0.05 m以下,增大颗粒直径固含率下降,说明颗粒直径越大越不易在容器底部中央区域堆积。0.05~0.15 m轴向中部区域固含率的差别不明显。0.15~0.225 m轴向区域与下部区域结论相反,即随轴向高度增加,颗粒直径越大固含率就越大,增加幅度亦越大,说明

增大搅拌转速,容器底部的固含率减小,液面处增大,搅拌功率亦随之增大。为减小容器底部颗粒堆积,保证蛋壳颗粒悬浮,在考虑功耗的影响下,可适当增大搅拌转速。

表4 不同转速下扭矩和功率消耗

Tab. 4 Torque and power at different stirring rotations

转速/($\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$)	桨叶扭矩/($\text{N} \cdot \text{m}$)	功率/W
200	0.523	10.95
250	0.831	21.75
300	1.164	36.56
350	1.589	58.24
400	2.057	86.15

颗粒在运动到此高度时已开始发生偏转。0.225~0.25 m靠近液面区域,颗粒直径越大固含率越小,说明颗粒直径越大,越不易被推送到液面。

图9e~9h为不同颗粒直径下、不同径向位置处固相速度分布曲线。图9e~9g中,即径向位置 $r/R = 0.33$ 、 $r/R = 0.5$ 、 $r/R = 0.78$ 处的固相速度趋势无明显差别。图9h中,近壁区处的固相速度随颗粒直径增大而减小,说明颗粒直径越大,越不易在液相中悬浮。

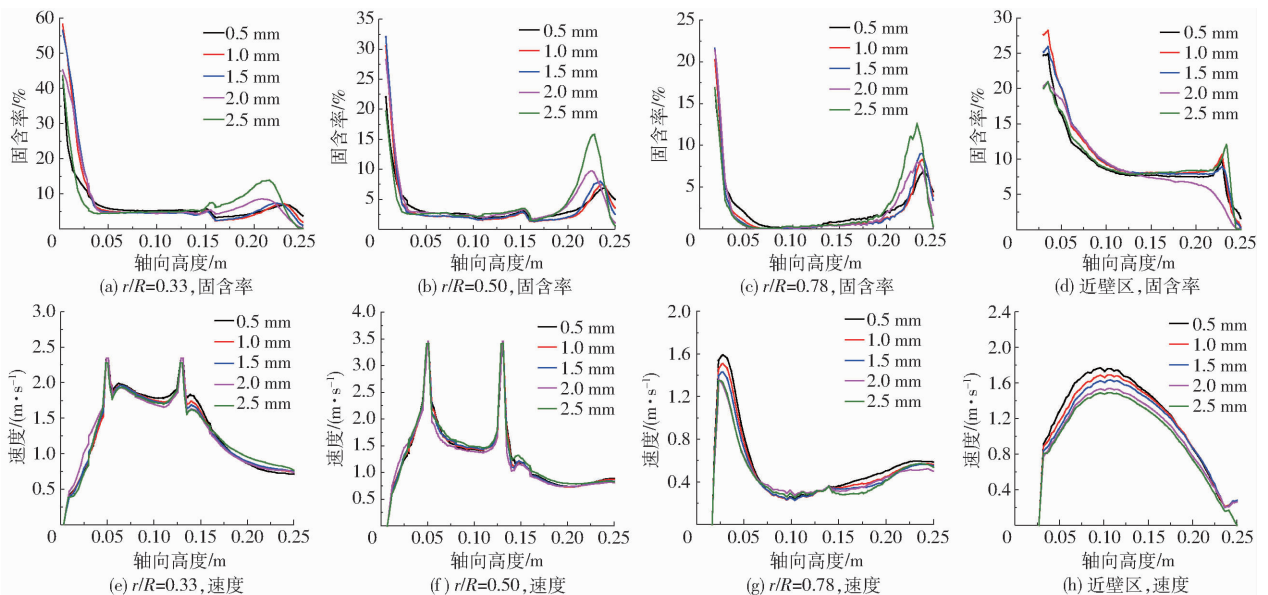


图9 不同颗粒直径下固含率和固相速度轴向分布曲线

Fig. 9 Axial distribution curves of solid holdup and solid phase velocity for different particle diameters

表 5 为不同颗粒直径下桨叶产生的扭矩和功率消耗,不同颗粒直径下扭矩无明显差别。

表 5 不同颗粒直径下扭矩和功率消耗

Tab.5 Torque and power for different particle diameters

颗粒直径/mm	桨叶扭矩/(N·m)	功率/W
0.5	2.057	85.86
1.0	2.029	84.98
1.5	2.017	84.48
2.0	2.032	85.11
2.5	2.036	85.28

图 10 为不同颗粒直径下分离容器底部固含率

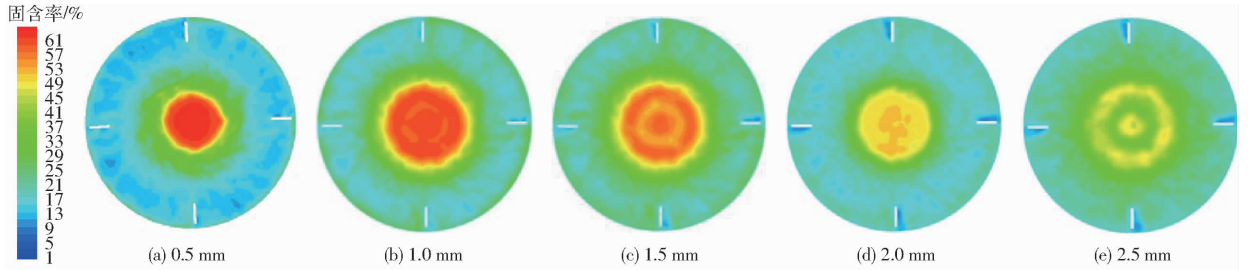


图 10 不同颗粒直径下底部固含率分布云图

Fig. 10 Solid holdup distribution contours of bottom for different particle diameters

3 壳膜分离试验

3.1 试验条件

AWS2013 型功率分析仪。东北农业大学第二食堂提供种类、大小基本一致的当季新鲜生鸡蛋壳。WENT-NT 型加热器。JFSD-100-II 型粉碎机。VFD-M 型变频器。TP-3000 型抽水泵。分离液为自来水。

3.2 试验因素与试验指标

选择搅拌转速、搅拌时间、分离液温度和料液比为试验因素。将蛋膜回收率作为试验指标。测定本试验中所选用的蛋壳中蛋膜与蛋壳的比值,取一定量蛋壳称量,均分为 3 组,去除蛋液,清洗,分离(蛋壳中的膜已被基本全部分离),干燥后称量,测定结果显示,3 组实验蛋膜与蛋壳(蛋外壳和蛋膜)的比值分别为 3.03%、3.04% 和 3.06%,取均值 3.043%,之后试验中按 3.043% 作为蛋膜的回收标准。试验时称取蛋壳碎片质量为 M ,理论上质量为 M 的蛋壳碎片中应含有 $0.03043M$ 的膜,试验后质量为 m 的膜回收率为

$$Y = \frac{m}{0.03043M} \times 100\% \quad (2)$$

3.3 试验方案

试验采用 4 因素 5 水平 2 次正交旋转组合设计试验^[23],计算各组试验蛋膜回收率,分析各因素对试验指标的影响,影响因素水平编码如表 6 所示。

分布云图,增大颗粒直径,底部中央区的颗粒堆积越少,颗粒向槽底径向扩散,但是槽底部总颗粒数量有增大的趋势。为减小底部蛋壳颗粒沉积,可适当减小颗粒粒径。

增大颗粒直径,颗粒在底部沿径向运动的能力加强,不易在槽底部中央区域产生颗粒堆积,但颗粒的悬浮高度会降低,颗粒沿轴向运动阻力加大,为保证蛋壳颗粒的悬浮性能,后期试验可选择颗粒粒径在 1 mm 以下的蛋壳。颗粒直径对搅拌功率消耗基本无影响。

表 6 试验因素编码

Tab.6 Experimental factors levels

编码	因素			分离液温度 $x_4/^\circ\text{C}$
	搅拌时间 x_1/min	搅拌转速 $x_2/(\text{r}\cdot\text{min}^{-1})$	料液比 $x_3/(\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$	
2	25	400	0.07	50.0
1	21	350	0.06	42.5
0	17	300	0.05	35.0
-1	13	250	0.04	27.5
-2	9	200	0.03	20.0

3.4 试验结果与分析

试验结果如表 7 所示。 X_1, X_2, X_3, X_4 为因素编码值。

利用 Designer-Expert 8.0.6 软件对试验结果二次回归分析,同时进行多元回归拟合,得到膜回收率 Y 试验指标的回归方程,并检验其显著性。

膜回收率 Y 方差分析如表 8 所示,由表 8 可知,各因素及各因素间的交互作用对膜回收率影响的主次顺序为 $x_2, x_1, x_1x_2, x_4, x_4^2, x_3x_4, x_3, x_3^2, x_2x_3, x_1x_3, x_2^2, x_1^2, x_1x_4, x_2x_4$, 搅拌转速 x_2 、搅拌时间 x_1 、搅拌时间和搅拌转速的交互项 x_1x_2 、分离液温度 x_4 、分离液温度的二次项 x_4^2 、料液比和分离液温度的交互项 x_3x_4 、料液比 x_3 对蛋膜回收率 Y 的影响极显著;料液比的二次项 x_3^2 、搅拌转速和料液比的交互项 x_2x_3 对蛋膜回收率 Y 的影响显著;搅拌时间和料液比的交互项 x_1x_3 对蛋膜回收率 Y 的影响较显著;搅拌转速的交互项 x_2^2 、搅拌时间的二次项 x_1^2 、搅拌时间和分离液温度的二次项 x_1x_4 、搅拌转速和分离液温度的

表7 正交试验结果

Tab.7 Results of orthogonal experiment

试验号	因素				蛋膜回收率 Y/%
	X_1	X_2	X_3	X_4	
1	-1	-1	-1	-1	82.2
2	1	-1	-1	-1	85.1
3	-1	1	-1	-1	85.3
4	1	1	-1	-1	90.2
5	-1	-1	1	-1	83.1
6	1	-1	1	-1	85.7
7	-1	1	1	-1	86.5
8	1	1	1	-1	90.7
9	-1	-1	-1	1	82.2
10	1	-1	-1	1	84.9
11	-1	1	-1	1	84.6
12	1	1	-1	1	90.1
13	-1	-1	1	1	81.7
14	1	-1	1	1	84.2
15	-1	1	1	1	85.3
16	1	1	1	1	90.1
17	-2	0	0	0	82.3
18	2	0	0	0	89.7
19	0	-2	0	0	82.1
20	0	2	0	0	90.8
21	0	0	-2	0	85.6
22	0	0	2	0	85.9
23	0	0	0	-2	86.1
24	0	0	0	2	84.3
25	0	0	0	0	86.3
26	0	0	0	0	86.1
27	0	0	0	0	86.2
28	0	0	0	0	86.3
29	0	0	0	0	86.3
30	0	0	0	0	86.1
31	0	0	0	0	86.2
32	0	0	0	0	85.8
33	0	0	0	0	86.3
34	0	0	0	0	86.4
35	0	0	0	0	85.9
36	0	0	0	0	85.7

交互项 x_2x_4 对蛋膜回收率 Y 的影响不显著。剔除不显著项后,得到各个因素对蛋膜回收率影响回归方程

$$Y = 68.11325 - 0.19948x_1 - 0.016760x_2 + 206.92708x_3 + 0.41491x_4 + 2.71875 \times 10^{-3}x_1x_2 - 2.96875x_1x_3 + 0.26250x_2x_3 - 3.08333x_3x_4 - 1135.41667x_3^2 - 4.46296 \times 10^{-3}x_4^2 \quad (3)$$

对上述回归方程进行失拟性检验,如表8所示, $P = 0.4240$,不显著,模型的拟合效果好。

3.4.1 各因素对试验指标的影响规律

为直观分析蛋膜回收率和各个因素之间的关系,

表8 试验结果方差分析

Tab.8 Variance analysis of test results

变异来源	平方和	自由度	均方	F	P
模型	205.65	14	14.69	279.37	<0.0001***
x_1	84.00	1	84.00	1597.59	<0.0001***
x_2	108.80	1	108.80	2069.26	<0.0001***
x_3	0.45	1	0.45	8.63	0.0079***
x_4	3.60	1	3.60	68.54	<0.0001***
x_1x_2	4.73	1	4.73	89.97	<0.0001***
x_1x_3	0.23	1	0.23	4.29	0.0508*
x_1x_4	0.051	1	0.051	0.96	0.3376
x_2x_3	0.28	1	0.28	5.24	0.0325**
x_2x_4	0.016	1	0.016	0.30	0.5914
x_3x_4	0.86	1	0.86	16.27	0.0006***
x_1^2	0.083	1	0.083	1.59	0.2218
x_2^2	0.12	1	0.12	2.30	0.1444
x_3^2	0.41	1	0.41	7.85	0.0107**
x_4^2	2.02	1	2.02	38.36	<0.0001***
残差	1.10	21	0.053		
失拟差	0.56	10	0.056	1.12	0.4240
误差	0.55	11	0.050		
总和	206.75	35	14.69	279.37	<0.0001

注:***表示极显著($P < 0.01$);**表示显著($0.01 < P < 0.05$);*表示较显著($0.05 < P < 0.1$)。

利用 Design-Expert 软件得到各因素交互作用的响应曲面,如图11所示。

由图11a可知,当搅拌时间一定时,膜回收率随搅拌转速的增大而增大,为得到较高的膜回收率,最优的搅拌转速需大于300 r/min。当搅拌转速一定时,膜回收率亦是随搅拌时间的增大而增大,为保证较高的膜回收率,同时减小功耗,最优的搅拌时间需大于17 min。搅拌时间和搅拌转速的交互作用对膜回收率影响效果最为显著,这是因为蛋壳和蛋膜的分离主要是靠蛋壳和蛋膜之间的撞击以及水流对蛋膜的冲击作用来实现的。增加搅拌转速使得流场湍流程度增加,另外,增加搅拌时间会使蛋壳和蛋膜有充分时间进行有效分离。

由图11b可知,当搅拌时间一定时,膜回收率随料液比有减小的趋势,这是因为增大料液比会使分离容器底部的颗粒沉积量增多,使得部分颗粒无法被充分搅动。当料液比一定时,膜回收率随搅拌时间的增大明显增大,为保证膜的回收率,同时在考虑能耗的情况下,可适当提高搅拌时间,最优的搅拌时间为17~25 min。

由图11c可知,当搅拌转速较低时,膜回收率随液比的增大而减小,低转速下增大料液比易在容器底部产生颗粒堆积,当搅拌转速较高时,膜回收率随料液比的增大而增大,高转速下增大料液比不易在容器底部产生颗粒堆积,同时增大了颗粒间碰撞几

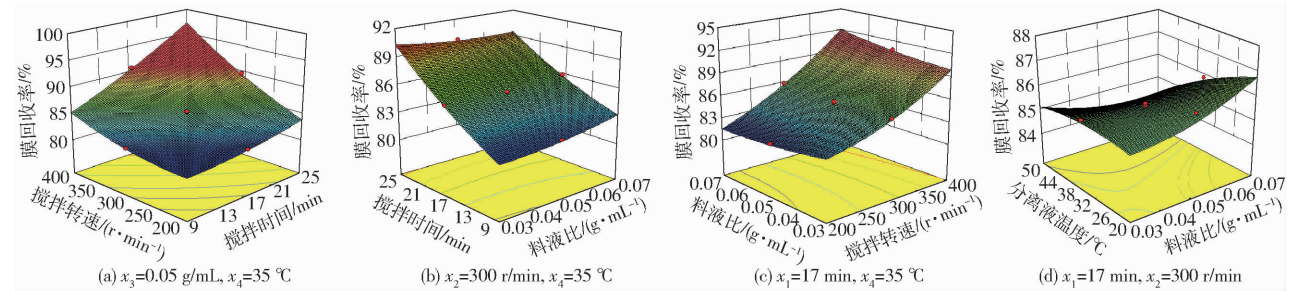


图 11 交互作用影响下的响应曲面

Fig. 11 Response surfaces under interaction influence

率,有利于蛋壳膜的分离。当料液比一定时,膜回收率随搅拌转速的增大而增大。从蛋壳膜分离效率考虑可同时增大料液比和搅拌转速,最优搅拌转速为300~400 r/min,最优料液比为0.05~0.07 g/mL。

由图 11d 可知,当分离液温度较低时,膜回收率随料液比的增大而缓慢增大,当分离液温度较高时,膜回收率随料液比的增大而减小。当料液比较低时,膜回收率随分离液温度变化不明显,当料液比较高时,膜回收率随分离液温度增大而减小。为增大膜回收率且减小能耗,可降低分离液温度和增大料液比。最优分离液温度为20~32℃,料液比为0.05~0.07 g/mL。

试验指标搅拌功率主要受搅拌转速的影响,搅拌转速升高,搅拌功率明显升高;料液比、分离液温度和搅拌时间对桨叶搅拌功率基本无影响,但是搅拌时间和分离液温度对整个分离过程的能耗有影响。

3.4.2 优化分析

为使膜回收率最高,提高效率,节约能源,并得出最佳试验因素水平组合,利用 Design-Expert 软件对试验因素进行优化设计。优化的过程中,在保证良好分离效果的同时,尽量减小搅拌时间、搅拌转速和分离液温度,增大料液比,目的是减小功耗、提高效率。根据图 11 响应曲面的分析得到优化条件为

$$\begin{cases} \max Y_1(x_1, x_2, x_3, x_4) \\ 17 \text{ min} \leq x_1 \leq 25 \text{ min} \\ 300 \text{ r/min} \leq x_2 \leq 400 \text{ r/min} \\ 0.05 \text{ g/mL} \leq x_3 \leq 0.07 \text{ g/mL} \\ 20^\circ\text{C} \leq x_4 \leq 32^\circ\text{C} \end{cases}$$

通过上述优化得到各因素最优组合,当搅拌时间为18.57 min、搅拌转速为337.68 r/min、料液比为0.07 g/mL、温度为20℃时,膜回收率最高为89.26%。

3.4.3 验证试验

根据优化结果,选取搅拌时间18.57 min、搅拌转速337.68 r/min、料液比0.07 g/mL、分离液温度20℃作为试验条件重复3次验证试验,其他试验条件与正交试验条件一致,试验结果(膜回收率):88.64%、88.10%、89.01%,取3次均值88.58%作为最终试验结果,与优化结果接近,优化结果可信。试验情况如图12所示。

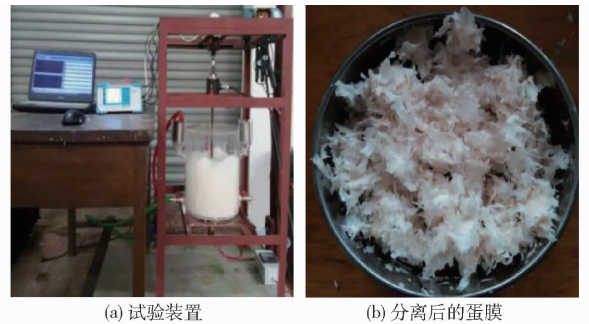


图 12 试验情况图

Fig. 12 Experiment photos

4 结论

(1) 模拟分析了料液比、搅拌转速和颗粒粒径对碟形分离容器内颗粒运动特性的影响。增大料液比或减小搅拌转速,分离容器底部颗粒堆积范围扩大,增大颗粒粒径,容器底部颗粒沿径向运动的能力增强,但同时也会降低颗粒的悬浮高度。

(2) 对设计的试验装置进行二次旋转组合设计试验,建立蛋膜回收率和各个试验因素之间的回归模型,通过响应面来分析蛋膜回收率和各组合因素之间的关系,确定了影响蛋膜回收率因素由大到小依次为:搅拌转速、搅拌时间、分离液温度、料液比。

(3) 对试验结果进行了优化,确定了搅拌时间18.57 min、搅拌转速337.68 r/min、料液比0.07 g/mL、分离液温度20℃下的膜回收率为88.58%,验证试验结果与优化结果相接近,优化结果可信。

参 考 文 献

- 1 周艳华. 可溶性鸡蛋壳膜蛋白与多肽的制备及其抗氧化活性的研究[D]. 武汉:华中农业大学,2010.
ZHOU Yanhua. The study of preparing soluble eggshell membrane protein and peptide and antioxidative activity [D]. Wuhan: Huazhong Agricultural University, 2010. (in Chinese)
- 2 司伟达,王旭清,韩兆鹏,等. 鸡蛋壳资源的再开发及研究进展[J]. 农产品加工· 学刊,2012(10):36-37.
SI Weida, WANG Xuqing, HAN Zhaopeng, et al. The development and research progress of egg shell resource[J]. Academic Periodical of Farm Products Processing, 2012(10): 36-37. (in Chinese)
- 3 MATEJ B. Eggshell membrane biomaterials a platform for applications in materials science[J]. Acta Biomaterialia, 2014,10(9): 3827-3835.
- 4 张世庆,戴其俊,孙力,等. 禽蛋裂纹检测敲击装置的力学分析与结构优化[J/OL]. 农业机械学报,2017,48(5):363-368.
http://www.j-csam.org/jcsam/ch/reader/view_abstract.aspx? file_no = 20170546&flag = 1. DOI:10.6041/j.issn.1000-1298.2017.05.046.
ZHANG Shiqing, DAI Qijun, SUN Li, et al. Mechanical analysis and structural optimization of egg crack detection rapping device [J/OL]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2017, 48(5): 363-368. (in Chinese)
- 5 迟媛,王勇,任洁,等. 鸡蛋壳膜分离装置设计及试验研究[J]. 东北农业大学学报,2016,47(8):90-99.
CHI Yuan, WANG Yong, REN Jie, et al. The design and experimental study of eggshell membrane separation device[J]. Journal of Northeast Agricultural University, 2016, 47(8): 90-99. (in Chinese)
- 6 李涛,马美湖,蔡朝霞,等. 鸡蛋壳膜高效环保分离方法的研究[J]. 环境工程,2009,27(增刊1):533-537.
LI Tao, MA Meihu, CAI Chaoxia, et al. Study on efficient and environmentally friendly separation method of eggshell membrane [J]. Environmental Engineering, 2009, 27(Supp. 1): 533-537. (in Chinese)
- 7 MICHAEL D, VLADIMIR V. Egg shell membrane separation; US,8418943[P]. 2013-04-06.
- 8 杨敏官,来永斌. 搅拌槽内固液悬浮特性的试验研究[J]. 机械工程学报,2011,47(6):186-192.
YANG Minguan, LAI Yongbin. Experimental study on the characteristics of solid liquid suspension in stirred tank[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2011,47(6): 186-192. (in Chinese)
- 9 黄雄斌,闫宪斌,施力田. 固液搅拌槽内液相速度的分布[J]. 化工学报,2002,53(7):717-722.
HUANG Xiongbin, YAN Xianbin, SHI Litian. Distribution of liquid phase velocity in solid-liquid stirred tank[J]. CIESC Journal, 2002, 53(7): 717-722. (in Chinese)
- 10 李良超,杨军,徐斌. 轻密度颗粒在搅拌槽内悬浮特性的数值模拟[J]. 农业工程学报,2013,29(16):42-49.
LI Liangchao, YANG Jun, XU Bin. Numerical simulation of the suspension characteristics of light density particles in stirred tank [J]. Transactions of the CSAE, 2013, 29(16): 42-49. (in Chinese)
- 11 周济人,汤方平,石丽建,等. 基于CFD的轴流泵针对性设计与试验[J/OL]. 农业机械学报,2015,46(8):42-47. http://www.j-csam.org/jcsam/ch/reader/view_abstract.aspx? flag = 1&file_no = 20150807&journal_id = jcsam. DOI:10.6041/j.issn.1000-1298.2015.08.007.
ZHOU Jiren, TANG Fangping, SHI Lijian, et al. Design and test flow pump shaft based on CFD[J/OL]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2015,46(8): 42-47. (in Chinese)
- 12 石代恩. 分离容器内流固耦合的实验研究与数值模拟[D]. 北京:北京化工大学,2014.
SHI Daien. Experimental study and numerical simulation of fluid-solid coupled in a stirred tank[D]. Beijing: Beijing University of Chemical Technology, 2014. (in Chinese)
- 13 于勇. FLUENT入口与进阶教程[M]. 北京:北京理工大学出版社,2008:145-187.
- 14 MICALE G, GRISAFI F, RIZZUTI L, et al. CFD simulation of particle suspension height in stirred vessels[J]. Chemical Engineering Research and Design, 2004, 82(9): 1204-1213.
- 15 OCHIENG A, LEWIS A E. CFD simulation of solids off-bottom suspension and cloud height[J]. Hydrometallurgy, 2006, 82(1-2): 1-12.
- 16 TATTERSON G B. Fluid mixing and gas dispersion in agitated tanks[M]. New York: McGraw-Hill,1991.
- 17 李良超,徐斌,杨军. 基于计算流体力学模拟的下沉与上浮颗粒在搅拌槽内的固液悬浮特性[J]. 机械工程学报,2014, 50(12):185-191.
LI Liangchao, XU Bin, YANG Jun. Solid-liquid suspension characteristics of sinking and floating particles in a stirred tank based on computational fluid dynamics simulation[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2014, 50(12):185-191. (in Chinese)
- 18 王福军. 流体机械旋转湍流计算模型研究进展[J/OL]. 农业机械学报,2016,47(2):1-14. http://www.j-csam.org/jcsam/ch/reader/view_abstract.aspx? flag = 1&file_no = 20160201&journal_id = jcsam. DOI:10.6041/j.issn.1000-1298.2016.02.001.
WANG Fujun. Advances in computational models of turbulent flow in fluid machinery [J/OL]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2016,47(2): 1-14. (in Chinese)
- 19 孙锐,李争起,吴少华,等. 不同湍流模型对强旋流流动的数值模拟[J]. 动力工程,2002,22(3):1750-1758.
SUN Yue, LI Zhengqi, WU Shaohua, et al. Numerical simulation of strong swirling flow with different turbulence models[J]. Power Engineering, 2002, 22(3): 1750-1758. (in Chinese)
- 20 彭家强,宋丹路,宗营营. 基于Fluent四通道煤粉燃烧器流场数值模拟[J]. 机械科学与技术,2012,31(1):63-66.
PENG Jiaqiang, SONG Danlu, ZONG Yingying. Numerical simulation of flow field of four channel pulverized coal burner based on Fluent[J]. Mechanical Science and Technology, 2012, 31(1): 63-66. (in Chinese)
- 21 任杰. 搅拌反应器流场与动力性能的模拟及实验研究[D]. 郑州:郑州大学,2007.
REN Jie. Simulation and experimental study on flow field and dynamic performance of stirred reactor[D]. Zhengzhou: Zhengzhou University, 2007. (in Chinese)
- 22 丁杨. 双层搅拌体系中固液两相流的数值模拟研究[D]. 上海:华东理工大学,2015.
DING Yang. Numerical simulation of solid liquid two phase flow in a double layer stirring system[D]. Shanghai: East China University of Science and Technology, 2015. (in Chinese)
- 23 徐中儒. 试验回归设计[M]. 哈尔滨:黑龙江科技出版社,1998.