

压力补偿式蒸汽闪爆蛋壳、膜分离方法研究

迟 媛¹, 左大明¹, 王海岭¹, 黄子龙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 为提高禽蛋壳、膜的分离率,提出一种压力补偿式蒸汽闪爆蛋壳、膜分离方法,通过饱和蒸汽加压传热,再利用压缩空气进一步增压处理,瞬间泄压发生蒸汽闪爆实现蛋壳、膜的有效分离。分析确定影响分离动力的关键因素,构建不同条件下的传热模型并确定传热所需最短时间。应用 Fluent 仿真研究各因素对蛋壳内过热水膜闪蒸特性的影响规律,并通过单因素实验确定各因素的试验水平范围。根据理论分析、数值模拟和单因素实验结果,以高压气体补偿后的初始压力、蒸汽温度、压力补偿后的保压时间和蛋壳粒径为试验因素,以蛋壳、膜分离率为试验评价指标进行四因素三水平响应面优化试验,并进行参数优化与试验验证。结果表明:当初始压力 1.2 MPa、蒸汽温度 130 °C、保压时间 37 s、蛋壳粒径 6 mm 时,蛋壳、膜分离率为 85.97%,分离效果较好,研究结果为蛋壳、膜分离提供参考。

关键词 壳、膜分离; 压力补偿式; 蒸汽闪爆; 响应面

文章编号 1009-7848(2025)02-0317-12 DOI: 10.16429/j.1009-7848.2025.02.028

中国的禽蛋产量连续多年位居世界第一^[1],2022 年我国禽蛋产量为 3 456 万 t,按照蛋壳质量占禽蛋总质量的 11% 计算^[2],2022 年产生的废弃蛋壳多达 380 万 t。若将废弃蛋壳进行垃圾填埋处理不仅对环境造成极大的污染,还增加了经济负担,造成资源的浪费^[3]。蛋壳既可以用作食品的钙补充剂,也可用作药品辅料和农业肥料,蛋膜在生物医药、污水处理等领域有着广泛的应用^[4-7]。如果将蛋壳和蛋膜进行有效分离,各自回收利用,不仅会减少对环境的污染,还会带来一定的经济效益。目前,蛋壳、膜的分离方法主要有化学法、酶解法和物理法。化学法分离效率低,使用试剂还会造成蛋白质变性和环境污染,酶解法反应条件苛刻,分离成本较高^[8-10]。目前国内学者大多采用物理方法对蛋壳、膜分离进行研究。已有研究^[11]通过机械研磨的方式实现蛋壳、膜分离。前期研究^[12]提出一种微波辅助分离蛋壳、膜的方法,利用蛋壳和蛋膜对微波能量吸收的差异性使蛋膜脱离蛋壳。先前的研究^[13-14]设计了闪蒸分离蛋壳、膜试验装置,通过瞬间减压使蛋壳内的过热液体发生闪蒸,相变生成蒸汽使蛋壳和蛋膜发生分离。机械研磨分离

蛋壳、膜存在粉尘污染环境的缺点;微波设备成本较高,且分离效果不好;闪蒸法相比于其它物理方法,虽具有环保、成本低、操作简单等优点,但分离率仍有待提高。

为提高蛋壳、膜的分离率,本文对闪蒸分离蛋壳、膜进行优化,提出一种压力补偿式蒸汽闪爆蛋壳、膜分离方法。通过理论分析、数值模拟与试验相结合的方法确定影响因素,探究高压气体补偿后的初始压力、饱和蒸汽温度、压力补偿后的保压时间、蛋壳粒径对分离率的影响,从而获得各影响因素的最优参数组合,以期为蛋壳、膜分离提供技术参考。

1 材料与方法

1.1 材料与设备

种类、大小基本一致的海兰褐鸡蛋壳,东北农业大学食堂。

压力补偿式蒸汽闪爆蛋壳、膜分离装置,自研;M600TB-B 型-电子天平,沐美科技有限公司;QB-40 高压气泵,大黄蜂气动工程有限公司;DL0114 打孔器,得力集团。

1.2 蛋壳、膜分离装置

整体结构如图 1 所示,压力补偿式蒸汽闪爆蛋壳、膜分离装置主要由电加热蒸汽发生器 1、蒸汽总阀 2、气瓶总阀 3、减压阀 4、压缩空气进气阀

收稿日期: 2024-02-03

基金项目: 国家重点研发计划项目(2022YFD2101005)

第一作者: 迟媛,女,博士,教授

通信作者: 迟玉杰 E-mail: yjchi323@126.com

5、蒸汽进气阀 6、泄压阀 7、真空泵 8、真空缓冲罐 9、压力平衡阀 10、压力容器 11、真空压力表 12、高压气瓶 13 等部件组成。压力容器 11 上盖分布

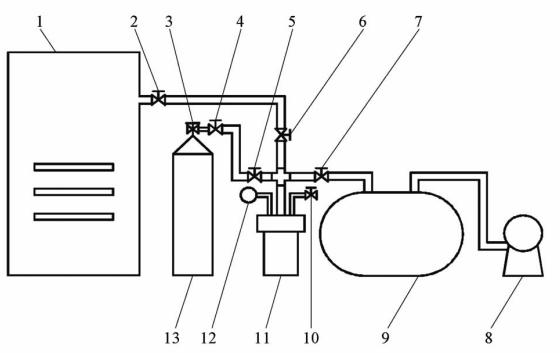


图 1 蒸汽闪爆蛋壳、膜分离装置结构示意图

Fig.1 Structure diagram of steam flash-explosion experiment device for separating membranes from eggshells

1.3 蛋壳、膜分离工艺

称取一定质量蛋壳碎片放入压力容器中,调节蒸汽发生器压力,将试验所需的饱和蒸气通入压力容器。蛋壳内形成过热水膜后,再将压缩空气通入进行压力补偿,并控制保压时间,使过热水膜成为高压状态。瞬间将压力容器泄压为真空,使过热水膜发生闪蒸,蛋壳内形成高压蒸汽并发生蒸汽闪爆。由于饱和蒸汽使蛋膜韧性提升,蛋壳仍保持原脆性不变,在蒸汽闪爆的冲击作用下,实现蛋壳和蛋膜分离。开启压力平衡阀,将压力容器调整为常压后取出蛋壳和蛋膜,干燥后称取蛋膜与理论值对比,确定蛋壳、膜分离率。

1.4 蛋壳、膜分离动力学模型

通过研究蛋壳、膜的分离动力,可分析发生蒸汽闪爆时的做功情况,进而确定对蛋壳、膜分离过程产生影响的关键因素。蛋壳内过热水膜闪蒸做功 W_1 计算公式如下^[15]:

$$W_1(J) = [(H_1 - H_2) - (S_1 - S_2)T_v] \times m_w(H_1 - H_2)/h' \quad (1)$$

式中: H_1 为减压前压力下水的焓值,J/kg; H_2 为减压后压力下水的焓值,J/kg; S_1 为减压前压力下水的熵值,J/(kg·K); S_2 为减压后压力下水的熵值,J/(kg·K); T_v 为减压后压力下水的沸点,K; m_w 为蛋壳、膜内的水膜质量,kg; h' 为减压后压力

3 条管路,从左至右依次为测压管、主管、调压管,结构如图 2 所示。

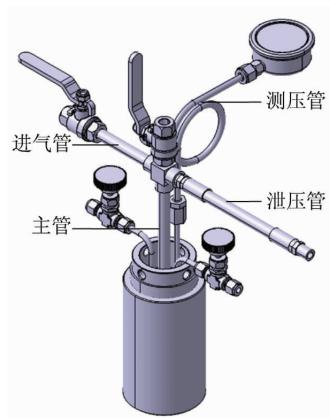


图 2 压力容器结构

Fig.2 Structure of pressure vessel

下水的汽化潜热,J/kg。

泄压时,蛋壳内外巨大压差使蛋壳内饱和蒸气瞬间发生膨胀,对蛋壳和蛋膜产生爆破冲击。蛋壳内饱和蒸气膨胀做功 W_2 的计算公式如下^[16]:

$$W_2(J) = P_1 V_g [1 - (P_2/P_1)^{(k-1)/k}] / (k-1) \quad (2)$$

式中: P_1 为压力容器初始绝对压力,MPa; P_2 为减压后压力容器绝对压力,MPa; V_g 为进入蛋壳内饱和蒸气体积,m³; k 为绝热指数,取 1.33。

瞬间降压时蛋壳内过热水膜闪蒸和饱和蒸气膨胀 2 种做功方式共同为蛋壳、膜分离提供了动力,即蛋壳、膜分离动力 W 的计算公式如下^[17]:

$$W(J) = W_1 + W_2 \quad (3)$$

1.5 饱和蒸汽与蛋壳对流传热时间的计算

蛋壳、膜内水膜厚度较薄,传热时蛋壳或蛋膜任意一侧内壁达到与饱和蒸汽温度相同即可认为传热完成。由于蛋壳结构致密,各项热物性参数不随传质过程发生改变,故以蛋壳作为研究对象。考虑到蛋膜阻挡使蒸汽与蛋壳内壁接触速率远小于外壁,且蛋壳厚度较薄,故可视为热源在蛋壳外壁一侧,发生沿厚度方向一维瞬态导热,故将坐标原点置于蛋壳内壁面中心处建立坐标系 oxy ,蛋壳薄片传热示意图如图 3 所示。根据饱和蒸汽与薄片状物料对流传热的导热微分方程和初始条件,得蛋壳内温度动力学模型如下:

$$T(K) = T_s - (T_s - T_0) \exp(-\mu^2 \lambda t / \rho c \delta^2) \times 2 \sin \mu / (\mu + \sin \mu \cos \mu) \quad (4)$$

$$\mu = \arctan(h\delta/\lambda\mu) \quad (5)$$

式中: T_s 为压力容器内蒸汽温度, K; T_0 为物料的初始温度, 取 298 K; δ 为蛋壳厚度, 取 3.5×10^{-4} m^[18]; λ 为蛋壳热导率, 取 2.25 W/(m·K)^[19]; ρ 为蛋壳密度, 取 2 300 kg/m³^[20]; c 为蛋壳比热容, 取 800 J/(kg·K)^[21]; t 为传热时间, s; h 为对流传热系数, W/(m²·K); μ 为导热因子。

1.6 过热水膜闪蒸过程数值模拟

1.6.1 基本假设 为探究蛋壳内过热水膜闪蒸相变的一般性规律, 并确定合适的试验水平范围, 利用 Fluent 软件建立并求解水膜闪蒸过程中的多物理场耦合模型。为避免问题过于复杂, 同时考虑求解精度和时间, 做出如下基本假设: 压力容器的所有壁面视为绝热且不可移动; 将压力容器内的气体视为不可压缩理想气体; 水的物性不随内部温度的改变而发生变化; 在初始状态下, 过热水膜均匀充满蛋壳、膜内部且不存在温度梯度。

1.6.2 几何模型与网格划分 在 ANSYS 2022R1 软件中, 根据测得压力容器和蛋壳、膜实际尺寸参数, 对装有直径 10 mm 蛋壳的压力容器内部流域进行二维建模和网格划分, 流体计算域采用四边形结构网格。

1.6.3 仿真模型及参数设定 蛋壳内过热水膜闪蒸涉及液体-气体两相变化, 采用 Fluent 软件中的 VOF 多相流模型进行 CFD 数值模拟, 将液相水设置为 Primary phase (初相), 水蒸气设置为 Secondary phase (次相), 选择 Evaporation-Condensation (蒸发-冷凝) 模型描述传热传质机理。瞬态求解器选择 Pressure-Based (压力基), 设置能量模型、Realizable $k-\epsilon$ 湍流模型并选择增强壁面函数^[22]。压力容器上出口设置为压力出口, 表压为减压后的真空度。压力插值方案采用 PRESTO! 格式, 压力与速度之间的耦合方案采用 SIMPLE 算法进行修正。为提高计算精度, 时间步长设置为 1×10^{-6} s, 采用双精度进行求解计算, 探究在初始压力 0.2~0.6 MPa, 水膜温度 100~148 °C, 过热度 30~50 °C 下对过热水膜闪蒸相变情况的影响。

1.7 壳、膜分离试验方法

根据前期数值模拟和预试验结果, 选择高压

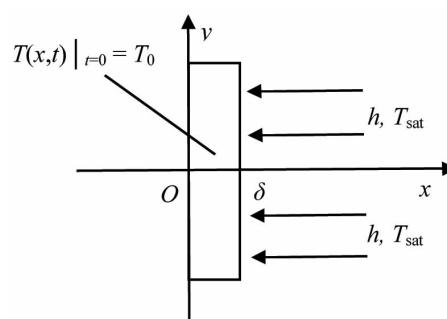


图 3 饱和蒸汽与蛋壳传热示意图

Fig.3 Diagram of heat transfer between saturated steam and eggshell

气体补偿后的初始压力、饱和蒸汽温度、压力补偿后的保压时间和蛋壳粒径为试验因素, 以分离率为评价指标进行蛋壳、膜分离试验, 每组试验重复 5 次, 结果取平均值。试验前, 使用打孔器将蛋壳制成一定规格的圆片状试验材料, 根据试验所需每次称取 10 g 左右蛋壳放入压力容器内。试验中, 温度通过控制蒸汽发生器压力调节, 初始压力则是在饱和蒸汽加压传热基础上, 利用高压气体补偿压力调节。试验流程如图 4 所示。

将分离得到的蛋膜晾干后称重, 与理论值比较确定蛋壳、膜分离率。蛋壳、膜分离率 Y 的计算公式如下^[23]:

$$Y(\%) = m_2 / 0.03043 m_1 \times 100 \quad (6)$$

式中: m_1 为蛋壳、膜混合物的总质量, g; m_2 为试验后分离得到的蛋膜质量, g。

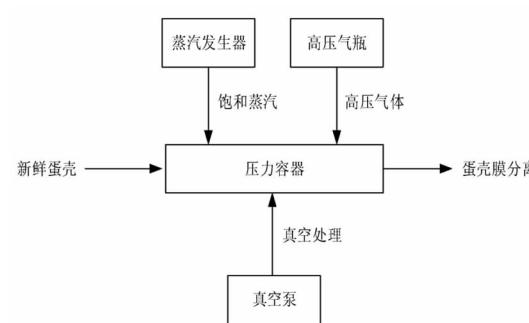


图 4 试验流程图

Fig.4 Experimental flow chart

1.8 单因素实验

1.8.1 初始压力 初始压力即高压气体补偿后的容器压力, 由于蒸汽发生器额定压力为 0.45

MPa, 综合考虑压力容器强度确定初始压力为0.6~1.2 MPa。为探究初始压力对蛋壳、膜分离的影响, 并获得较优水平范围, 在蒸汽温度为115 °C, 保压时间为30 s, 蛋壳粒径为8 mm的条件下进行初始压力的单因素实验, 初始压力分别设置为0.6, 0.8, 1.0, 1.2 MPa。

1.8.2 饱和蒸汽温度 蒸汽发生器0.45 MPa额定压力对应饱和蒸汽温度为148 °C, 因此综合考虑实际可操作性确定饱和蒸汽温度为100~145 °C。为探究饱和蒸汽温度对蛋壳、膜分离的影响, 并获得较优水平范围, 在初始压力为1.0 MPa, 保压时间为30 s, 蛋壳粒径为8 mm的条件下进行温度的单因素实验, 温度分别设置为100, 115, 130, 145 °C。

1.8.3 补偿后的保压时间 为探究压力补偿后的保压时间对蛋壳、膜分离的影响, 并获得较优水平范围, 在初始压力为1.0 MPa, 饱和蒸汽温度为115 °C, 蛋壳粒径为8 mm的条件下进行保压时间的单因素实验, 根据前期预试验结果确定保压时间应小于60 s, 故保压时间分别设置为15, 30, 45, 60 s。

1.8.4 蛋壳粒径 为探究蛋壳粒径对蛋壳、膜分离的影响, 并获得较优水平范围, 在初始压力为1.0 MPa, 饱和蒸汽温度为115 °C, 保压时间为30 s的条件下进行蛋壳粒径的单因素实验, 综合前期预试验结果和实际可操作性确定蛋壳粒径为6~12 mm, 故蛋壳粒径分别设置为6, 8, 10, 12 mm。

1.9 响应面试验

在单因素实验基础上, 为进一步寻求蛋壳、膜分离最优参数组合, 探究各影响因素对试验评价指标的交互作用和影响规律, 选取初始压力(X_1)、蒸汽温度(X_2)、保压时间(X_3)和蛋壳粒径(X_4)为

试验因素, 蛋壳、膜分离率(Y)为试验评价指标, 根据Box-Behnken试验原理进行四因素三水平组合设计试验。各因素水平编码如表1所示。

2 结果与分析

2.1 蛋壳、膜分离动力分析结果

由于水的焓值、熵值、沸点、汽化潜热与压力有关, 故根据式(1)、(2)可知, 影响蛋壳、膜分离动力的因素主要为 P_1 和 P_2 。减压前、后的压差越大, 焓差(H_1-H_2)越大, 且其数量级远大于熵差(S_1-S_2), 根据式(1)可知应增大减压前、后的压差^[24]; 由于 W_2 越大越有利于蛋壳、膜的分离, 根据式(2)可知应增大减压前的初始压力 P_1 , 同时降低减压后压力 P_2 。综上所述, 适当提高压力容器初始压力 P_1 , 同时降低减压后压力 P_2 有利于增强蛋壳、膜的分离动力 W , 提高分离效果。

2.2 饱和蒸汽与蛋壳对流传热时间

根据文献[25]可确定以压力为0.1, 0.2, 0.3, 0.4 MPa饱和蒸汽传热时的对流传热系数 h , 且导热因子 μ 可用式(5)的第一项无穷级数解 μ_1 近似, 故结合式(4)、式(5)确定不同压力饱和蒸汽与蛋壳对流传热时的温度动力学模型如表2所示, 曲线如图5所示。

由图5可知, 不同温度饱和蒸汽与蛋壳传热时, 蛋壳内温度均在0.5 s内迅速升高后, 开始无限接近饱和蒸汽温度。综合上述分析, 对流传热至少需要0.5 s使蛋壳内形成与饱和蒸汽相同温度的过热水膜。考虑到试验中控制阀门的操作时间, 在饱和蒸汽传热维持2 s后再通入高压气体进行压力补偿。

2.3 仿真结果与分析

2.3.1 网格划分结果 对蛋壳和蛋膜之间的过热

表1 试验因素水平编码表

Table 1 Levels of the experiment factors

水平	因素			
	初始压力 (X_1)/MPa	蒸汽温度 (X_2)/°C	保压时间 (X_3)/s	蛋壳粒径 (X_4)/mm
-1	0.8	100	15	6
0	1.0	115	30	8
1	1.2	130	45	10

表2 不同饱和蒸汽温度下蛋壳内温度动力学模型

Table 2 Temperature dynamic model for inner wall of eggshell under different saturated steam temperatures

蒸汽压力 (P_{sat})/MPa	饱和蒸汽温度 (T_{sat})/K	蛋壳内温度模型
0.1	373	$T=373-92.19\exp(-16t)$
0.2	393	$T=393-116.87\exp(-16.11t)$
0.3	406	$T=406-133.12\exp(-16.36t)$
0.4	416	$T=416-145.66\exp(-16.5t)$

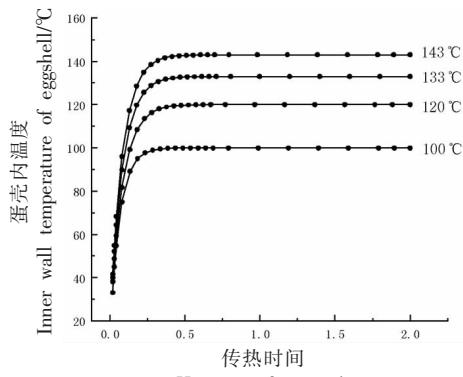


图 5 蛋壳内温度随传热时间的变化曲线

Fig.5 Inner wall temperature curves of eggshell with the variation heat transfer time

水膜区域进行加密细化处理,确保模拟准确性。划分结果如图 6 所示。

2.3.2 过热度对闪蒸特性的影响 图 7 为初始压力 0.6 MPa, 水膜温度 100 °C 的情况下, 蛋壳内过热水膜在不同过热度, 不同闪蒸发生时刻的相体积分数云图, 其中红色表征液相, 蓝色表征气相。从图 7a 可以看出, 闪蒸发生时气泡难以在蛋壳内壁上成核, 气柱分布较为稀疏且长度较小。如图 7b 所示, 相较于 30 °C 过热度情况, 闪蒸开始时水膜内已形成数量较多的气柱, 分布更为密集, 且随

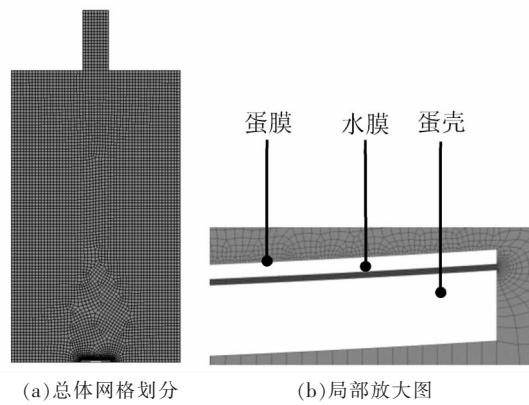


图 6 网格模型图

Fig.6 Schematic of grid model

着闪蒸的进行气柱长度变为更大。由图 7c 看出, 过热水膜内气柱分布最为密集, 且形成较大长度的气柱数量占比最多。由图 7 分析可知, 当过热度较小时, 水膜存在的焓差较小, 导致内部难以成核并形成气泡; 当过热度较大时, 水膜亚稳态程度较高, 气柱在迁移过程中融合周围小气泡更多, 生长扩大速度更快。过热度的大小取决于减压后的真空间度, 因此在蛋壳、膜分离试验中应尽可能降低压力容器减压后压力, 以提高蛋壳、膜分离率。

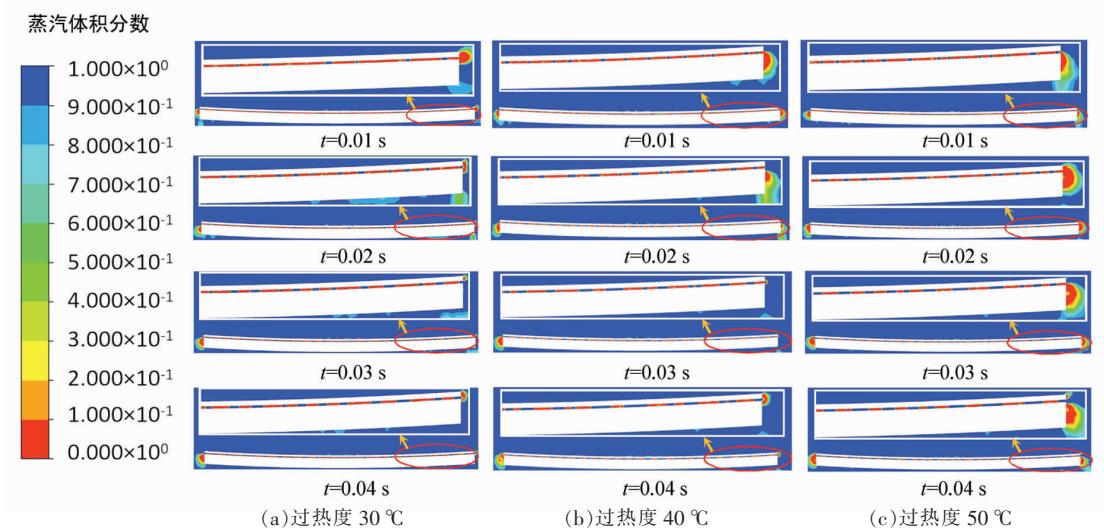


图 7 不同过热度条件下的相体积分数云图

Fig.7 Phase fraction cloud diagram under different superheat degrees

2.3.3 水膜温度对闪蒸特性的影响 图 8 为初始压力 0.6 MPa、过热度 50 °C 的情况下, 蛋壳内过热水膜在不同温度, 不同闪蒸发生时刻的相体积分

数云图。从图 8a 可以看出, 在闪蒸过程中虽然过热水膜内形成的气柱长度较大, 但是数量相对较少。如图 8b 所示, 水膜内气柱的数量虽然相比于

图 8a 数量更多,但气泡间融合能力较弱,小体积气柱的数量占比更多。如图 8c 所示,过热水膜内气柱的数量相对最多,且长度最大。通过对图 8 的分析可知,水膜温度的升高可以增加过热水膜的

热力学能,使更多液相能够在短时间内发生相变,导致闪蒸发生更为剧烈。因此提高过热水膜温度有利于提高闪蒸过程发生的效率和增强闪蒸的剧烈程度。

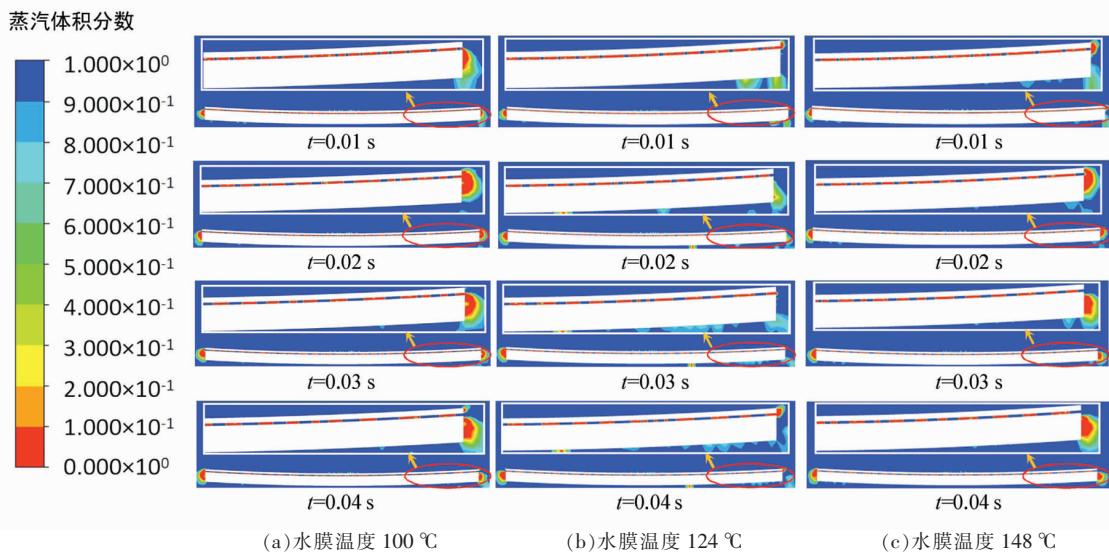


图 8 不同水膜温度条件下的相体积分数云图

Fig.8 Phase fraction cloud diagram under different temperatures of water film

2.3.4 初始压力对闪蒸特性的影响 图 9 为水膜温度 100 °C、过热度 30 °C 的情况下,蛋壳内过热水膜在不同初始压力,不同闪蒸发生时刻的相体积分数云图。从图 9a 可以看出,外侧气柱在压差作用下逐渐迁移至蛋壳外,而内侧气柱几乎不发生移动,且气柱间的水膜无新气泡成核生长。如图 9b 所示,闪蒸开始时水膜内形成气柱的数量与图 9a 无显著差异,而随着闪蒸的进行气柱的数量相比于图 9a 更多。如图 9c 所示,闪蒸开始时水膜内气柱的数量最少,长度最大,随着闪蒸的进行短时间气柱的数量迅速增多,最终与图 9b 无显著差异。

由图 9 分析可知,当初始压力较大时,水膜在闪蒸发生时所具有的初始热力学能较大,导致闪蒸过程更加剧烈,此外较大压差对水膜内气相的迁移有促进作用。因此在蛋壳、膜分离试验中可适当提高初始压力,即高压气体补偿后的容器压力,以提高闪蒸发生的剧烈程度。

2.4 单因素实验

2.4.1 初始压力对蛋壳、膜分离的影响

通过试验和计算得到蛋壳、膜分离率随初始压力变化的曲线,如图 10 所示。由图 10 可知,蛋壳、膜分离率随压力容器初始压力的升高而增大。当初始压力小于 0.8 MPa 时,蛋壳、膜分离率较低;当初始压力继续升高时,蛋壳、膜分离率显著增加。这是由于较高压力驱使更多过热水和饱和蒸气进入蛋壳内,为蒸汽闪爆提供更多物质来源。此外根据蛋壳、膜分离动力分析,压力升高导致蒸汽闪爆的分离动力得到增强。综合上述分析,初始压力越高越有利于蛋壳、膜分离,故选取初始压力 0.8~1.2 MPa 作为多因素组合试验范围。

2.4.2 饱和蒸气温度对蛋壳、膜分离的影响 通过试验和计算得到蛋壳、膜分离率随温度变化的曲线,如图 11 所示。由图 11 可知,蛋壳、膜分离率随饱和蒸气温度的升高逐渐增大。当温度在 100~130 °C 时,蛋壳、膜分离率增幅为 8.83%,由于温度升高使过热水膜过热度增大,降压时闪蒸发生更加剧烈,导致分离率增幅较大。当温度高于 130 °C 时,蛋壳、膜分离率继续增大但增幅仅为 0.94%,这是因为过高温度加剧蛋膜中蛋白质的熟化变

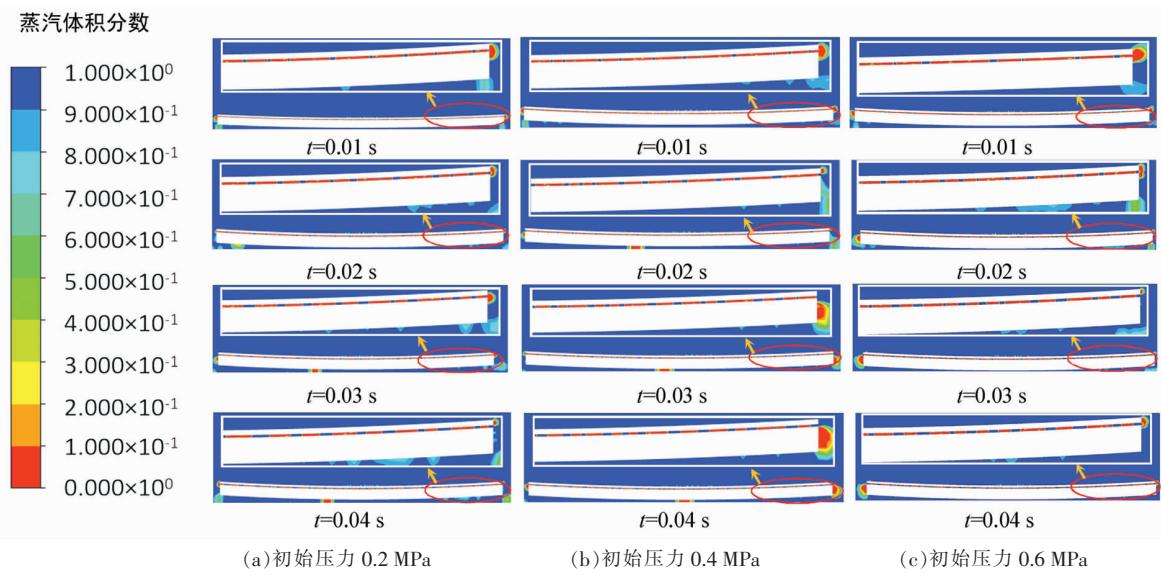


图 9 不同初始压力条件下的相体积分数云图

Fig.9 Phase fraction cloud diagram under different initial pressures

性,韧性降低,故可认为温度高于 130 ℃已无法使分离率得到显著提高。综合上述分析,确定温度

100~130 ℃为多因素组合试验范围。

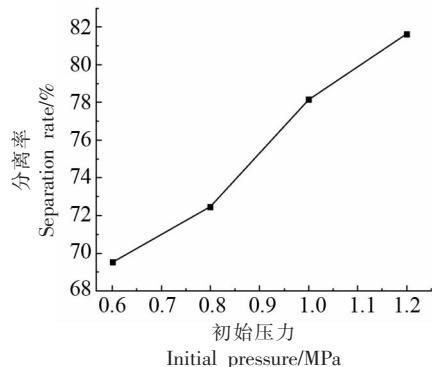


图 10 初始压力对蛋壳、膜分离率的影响

Fig.10 Effects of initial pressure on separation rate of eggshells and membranes

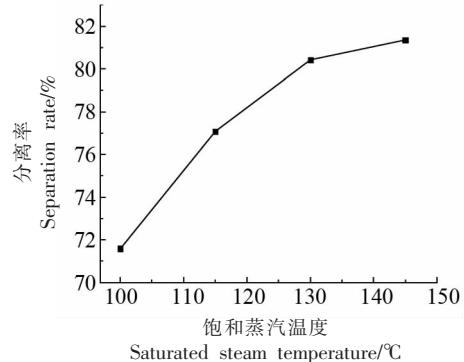


图 11 饱和蒸汽温度对蛋壳、膜分离率的影响

Fig.11 Effects of saturated steam temperature on separation rate of eggshells and membranes

2.4.3 补偿后的保压时间对蛋壳、膜分离的影响
通过试验和计算得到蛋壳、膜分离率随保压时间变化的曲线,如图 12 所示。由图 12 可知,随着保压时间的延长,蛋壳、膜分离率呈先增大后减小趋势。当保压时间为 15 s 时,由于保压时间较短,进入蛋壳内饱和蒸汽较少,蒸汽膨胀做功不足,导致分离率较低;随着保压时间的延长,饱和蒸汽在高压作用下逐渐进入蛋壳内,进而提高分离率,保压时间为 30 s 时分离率达到最高;当保压时间超过

30 s 时,由于保压时间过长使进入蛋壳内的饱和蒸汽持续增多,导致过热水分被挤出到蛋壳外,最终在蛋壳外发生闪蒸,分离率降低。综合上述分析,选取保压时间 15~45 s 作为多因素组合试验范围。

2.4.4 蛋壳粒径对蛋壳、膜分离的影响 通过试验和计算得到蛋壳、膜分离率随蛋壳粒径变化的曲线,如图 13 所示。由图 13 可知,蛋壳、膜分离率随蛋壳粒径的增大而减小。这是由于蛋壳粒径越

大,从蛋壳上剥离蛋膜所需的力越大,故分离率较低。因此选取蛋壳粒径 6~10 mm 作为多因素组合

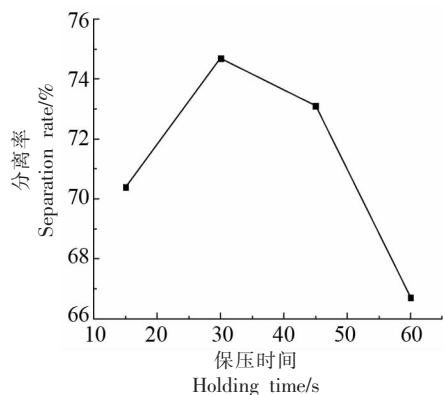


图 12 保压时间对蛋壳、膜分离率的影响

Fig.12 Effects of holding time on separation rate of eggshells and membranes

试验范围。

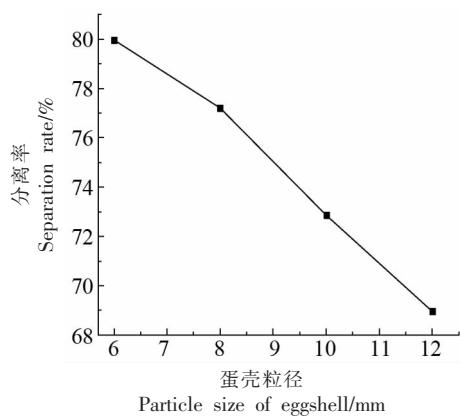


图 13 蛋壳粒径对蛋壳、膜分离率的影响

Fig.13 Effects of eggshells particle size on separation rate of eggshells and membranes

2.5 响应面优化试验

根据 Box-Behnken 试验原理,以蛋壳、膜分离率 (Y) 为试验评价指标,依据上述单因素实验结

果,选择初始压力 (X_1)、蒸汽温度 (X_2)、保压时间 (X_3) 和蛋壳粒径 (X_4),进行四因素三水平组合设计试验,响应面试验设计方案及结果见表 3。

表 3 试验方案与结果

Table 3 Experimental plan and results

试验号	试验因素				分离率/ %	试验号	试验因素				分离率/ %
	X_1	X_2	X_3	X_4			X_1	X_2	X_3	X_4	
1	0.8	100	30	8	69.33	16	1.0	130	45	8	80.06
2	1.2	100	30	8	71.69	17	0.8	115	15	8	67.50
3	0.8	130	30	8	72.60	18	1.2	115	15	8	76.16
4	1.2	130	30	8	84.17	19	0.8	115	45	8	70.09
5	1.0	115	15	6	72.95	20	1.2	115	45	8	79.41
6	1.0	115	45	6	77.91	21	1.0	100	30	6	76.18
7	1.0	115	15	10	66.99	22	1.0	130	30	6	81.77
8	1.0	115	45	10	72.54	23	1.0	100	30	10	69.10
9	0.8	115	30	6	75.46	24	1.0	130	30	10	75.86
10	1.2	115	30	6	81.73	25	1.0	115	30	8	76.51
11	0.8	115	30	10	72.02	26	1.0	115	30	8	78.06
12	1.2	115	30	10	75.94	27	1.0	115	30	8	80.06
13	1.0	100	15	8	69.26	28	1.0	115	30	8	79.27
14	1.0	130	15	8	70.84	29	1.0	115	30	8	81.48
15	1.0	100	45	8	70.22						

利用 Design-Expert 8.0.6 软件对试验结果进行回归分析,得到蛋壳、膜分离率 Y 的回归方程。对回归方程进行方差分析和显著性检验,结果如表 4 所示。由表 4 可知,模型的 P 值小于 0.0001,表明回归模型极显著,模型失拟项 $P = 0.7955 >$

0.05

,表现为不显著,即模型拟合度较高。预测 R^2 (0.7866)与调整 R^2 (0.8937)差值较小,且精度信噪比为 14.857,比率大于 4,表明模型具有较高的可靠性^[26]。各因素对蛋壳、膜分离率影响的主次顺序为 X_1, X_2, X_4, X_3 ,模型中 $X_1, X_2, X_3, X_4, X_2^2, X_3^2$ 对蛋

壳、膜分离率(Y)的影响极显著($P<0.01$); X_1X_2 、 X_2X_3 、 X_1^2 、 X_4^2 对蛋壳、膜分离率(Y)的影响显著($0.01<P<0.05$),其它各项不显著($P>0.05$)。剔除不显著项后,得到各因素对蛋壳、膜分离率影响的回归方程如下:

$$Y = -54.95311 + 13.42917X_1 + 1.53857X_2 + 0.27974X_3 + 4.15908X_4 + 0.7675X_1X_2 + 9.18 \times 10^{-3}X_2X_3 - 42.075X_1^2 - 0.010269X_2^2 - 0.019797X_3^2 - 0.34731X_4^2 \quad (7)$$

表 4 试验结果方差分析

Table 4 Variance analysis of test results

方差来源	平方和	自由度	均方	F	P
模型	616.76	14	44.05	17.93	< 0.0001***
X_1	148.05	1	148.05	60.27	< 0.0001***
X_2	129.89	1	129.89	52.87	< 0.0001***
X_3	58.83	1	58.83	23.95	0.0002***
X_4	93.52	1	93.52	38.07	< 0.0001***
X_1X_2	21.30	1	21.30	8.67	0.0107**
X_1X_3	0.11	1	0.11	0.05	0.8338
X_1X_4	1.38	1	1.38	0.56	0.4659
X_2X_3	16.97	1	16.97	6.91	0.0198**
X_2X_4	0.37	1	0.37	0.15	0.7053
X_3X_4	0.07	1	0.07	0.03	0.8706
X_1^2	18.25	1	18.25	7.43	0.0164**
X_2^2	34.73	1	34.73	14.14	0.0021***
X_3^2	128.89	1	128.89	52.46	< 0.0001***
X_4^2	12.38	1	12.38	5.04	0.0415**
残差	34.39	14	2.46		
失拟项	19.97	10	2.00	0.55	0.7955
误差	14.42	4	3.61		
总和	651.15	28			

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

为直观分析蛋壳、膜分离率和各因素之间的关系,利用 Design-Expert 软件得到显著交互项的响应曲面,如图 14 所示。

图 14a 为初始压力和蒸汽温度交互作用对蛋壳、膜分离率的影响。从图中可看出,当压力处于 0 水平以下时,随着温度的升高,蛋壳、膜分离率虽有增大的趋势,但幅度很小;当压力处于 0 水平以上时,随着温度的升高,蛋壳、膜分离率有较大幅度的增加。这是由于在压力较低时,蛋壳内发生蒸汽闪爆的动力较弱。另外,由于增加饱和蒸汽温度使冷凝水增多,且在低压下难以进入内部,降压时大部分冷凝水在蛋壳外发生闪蒸,故单纯的增加温度并不能较显著的提高蛋壳、膜分离率。当压力一定时,蛋壳、膜分离率随温度的升高而增大,这是由于更高温度下过热水膜具有的过热度更大。蒸汽闪爆分离蛋壳、膜的驱动力主要是压力和过热度,故压力与温度的交互作用对分离率的影

响效果最为显著。

图 14b 为保压时间和蒸汽温度交互作用对蛋壳、膜分离率的影响。从图中可以看出,当保压时间一定时,蛋壳、膜分离率随温度的升高而增大。当温度一定时,保压时间由短到长,蛋壳、膜的分离率先增大后减小,当保压时间大于 0 水平左右时,随保压时间的延长,蛋壳、膜分离率降低。这是由于当保压时间过长时,随着进入蛋壳内饱和蒸汽的增多,蛋壳内的部分过热液体被挤出到蛋壳外。根据前期分析结果,蛋壳、膜分离动力主要由蛋壳内过热水膜闪蒸冲击做功和饱和蒸汽膨胀做功组成,饱和蒸汽的不断进入虽然提高了蛋壳内饱和蒸汽的膨胀做功,但使蛋壳内的过热水膜做功减小,而过热水膜做功为蛋壳、膜分离的主要动力,进而影响蛋壳、膜分离率。

2.6 参数优化与验证

为使蛋壳、膜分离率达到最高,并获得最佳试

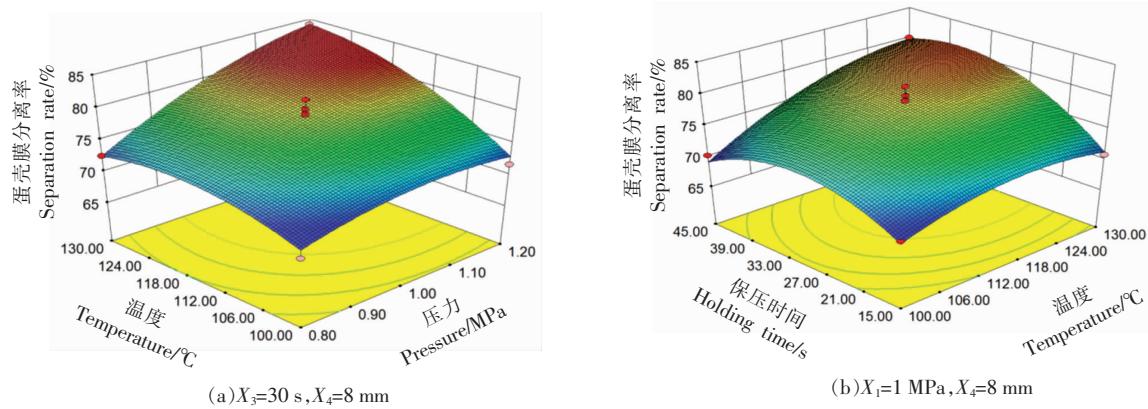


图 14 交互作用影响下的响应曲面
Fig.14 Response surfaces under interaction influence

验因素水平组合,利用Design-Expert 8.0.6软件对试验参数进行优化设计。根据响应面分析结果得出的优化条件为:

$$\begin{cases} \max Y(X_1, X_2, X_3, X_4) \\ 1.0\text{ MPa} \leq X_1 \leq 1.2\text{ MPa} \\ 115\text{ }^{\circ}\text{C} \leq X_2 \leq 130\text{ }^{\circ}\text{C} \\ 15\text{ s} \leq X_3 \leq 45\text{ s} \\ 6\text{ mm} \leq X_4 \leq 10\text{ mm} \end{cases} \quad (8)$$

通过上述优化确定各因素的最佳参数组合,当初始压力为1.2 MPa,蒸汽温度为130 °C,保压时间为37.19 s,蛋壳粒径为6.01 mm时,蛋壳、膜分离率达到最高为86.62%。综合考虑优化结果和试验可操作性,选取初始压力1.2 MPa、蒸汽温度130 °C、保压时间37 s、蛋壳粒径为6 mm作为试验条件进行重复3次的验证试验,试验结果(分离率)为:86.18%,85.63%,86.09%,取3次平均值85.97%作为最终优化结果,与优化结果相近,优化结果可信。试验情况如图15所示。

3 结论

1) 通过对蛋壳、膜分离动力和传热模型的分析,得到增大压力容器初始压力,降低压力容器卸压后的压力有利于增强蛋壳、膜分离动力,提高分离效果。确定对流传热至少需要0.5 s使蛋壳内形成与饱和蒸汽相同温度的过热水膜。

2) 利用Fluent模拟分析了过热度、水膜温度和初始压力对蛋壳内过热水膜闪蒸相变特性的影响。适当提高减压前初始压力、水膜温度,且降低



图 15 分离试验结果
Fig.15 Separation experiment results

泄压后压力有利于促进水膜内气相的生成,提高闪蒸的发生强度。

3) 采用单因素结合响应面优化确定蒸汽闪爆分离蛋壳、膜的最佳工艺参数,当初始压力1.2 MPa,蒸汽温度130 °C,保压时间37 s,蛋壳粒径6 mm下的蛋壳、膜分离率为85.97%,验证试验结果与优化结果相近,优化结果可信。

参 考 文 献

- [1] SHI D H, SU W, MU Y C. Quantitative proteomics study on the changes of egg white of yellow preserved primary chicken eggs soaked in al-

- kali solution [J]. Food Research International, 2023, 165: 112346.
- [2] 李彦坡, 马美湖. 蛋壳及蛋壳膜的研究和利用[J]. 粮食与食品工业, 2008, 15(5): 27–31.
- LI Y P, MA M H. Investigation and exploitation of eggshell and eggshell membrane[J]. Cereal and Food Industry, 2008, 15(5): 27–31.
- [3] OWUAMANAM S, CREE D. Progress of bio-calcium carbonate waste eggshell and seashell fillers in polymer composites: A review[J]. Journal of Composites Science, 2020, 4(2): 70.
- [4] ADITYA S, STEPHEN J, RADHAKRISHNAN M. Utilization of eggshell waste in calcium -fortified foods and other industrial applications: A review[J]. Trends in Food Science & Technology, 2021, 115: 422–432.
- [5] MURAKAMI F, RODRIGUES P, CAMPOS C, et al. Physicochemical study of CaCO₃ from egg shells [J]. Food Science and Technology, 2007, 27: 658–662.
- [6] SAH M, RATH S. Soluble eggshell membrane: A natural protein to improve the properties of biomaterials used for tissue engineering applications[J]. Materials Science and Engineering: C, 2016, 67: 807–821.
- [7] SHI Y N, ZHOU K, LI D D, et al. Avian eggshell membrane as a novel biomaterial: A review [J]. Foods, 2021, 10(9): 2178.
- [8] 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 Y, WANG Y, REN J, et al. Design and experimental study on eggshell membrane separation[J]. Journal of Northeast Agricultural University, 2016, 47(8): 90–99.
- [9] 刘恒洋, 郭晓徐, 尹玉鑫, 等. 鸡蛋壳、壳下膜分离工艺优化[J]. 食品工业科技, 2023, 44(12): 1–8.
- LIU H Y, GUO X X, YIN Y X, et al. Study on optimization of ultrafine comminution of egg shell[J]. Science and Technology of Food Industry, 2023, 44 (12): 1–8.
- [10] 章友昌, 保明狄, 李文昕, 等. 鸡蛋壳壳膜分离技术研究进展[J]. 中国家禽, 2022, 44(7): 90–95.
- ZHANG Y C, BAO M D, LI W X, et al. Review on separation technologies for hen eggshell and membrane[J]. China Poultry, 2022, 44(7): 90–95.
- [11] YOO S, HSIEH J, ZOU P, et al. Utilization of calcium carbonate particles from eggshell waste as coating pigments for ink-jet printing paper[J]. Bioresource Technology, 2009, 100(24): 6416–6421.
- [12] HUSSAIN A, DEV S, GARIEPY Y, et al. Microwave assisted separation of eggshell and membrane[C]// XVIIth World Congress of the International Commission of Agricultural and Biosystems Engineering (CIGR), Quebec: Canadian Society for Bioengineering, 2010: 16.
- [13] CHI Y, LIU R H, LIN M M, et al. A novel process to separate the eggshell membranes and eggshells via flash evaporation[J]. Food Science and Technology, 2022, 42(2): e07522.
- [14] CHI Y, LIN M M, ZUO D M, et al. Eggshell waste separation process assisted with pressure - vacuum: Process conditions and optimization[J]. Journal of Food Science, 2023, 88(1): 356–366.
- [15] 安凤平, 郭瑞, 宋洪波, 等. 青苹果片过热蒸汽瞬时压降膨化动力研究[J]. 农业机械学报, 2016, 47 (8): 227–232, 324.
- AN F P, GUO R, SONG H B, et al. Dynamic study on instant pressure drop puffing of granny smith apple slices using superheated vapor[J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2016, 47(8): 227–232, 324.
- [16] 朱宽, 钟冬望, 周桂松. 二氧化碳膨胀爆破一次性致裂管性能研究与应用[J]. 爆破, 2022, 39(2): 133–139.
- ZHU K, ZHONG D W, ZHOU G S. Performance research and application of carbon dioxide expansion blasting one-time cracking pipe[J]. Blasting, 2022, 39(2): 133–139.
- [17] 赖彩如. 饱和蒸汽膨化果蔬的动力机制研究[D]. 福州: 福建农林大学, 2014.
- LAI C R. Study on the dynamic mechanism of saturated steam puffing fruit and vegetable[D]. Fuzhou: Fujian Agriculture and Forestry University, 2014.
- [18] ENTWISTLE K, REDDY T. The fracture strength under internal pressure of the eggshell of the domestic fowl[J]. Proceedings of the Royal Society of London. Series B: Biological Sciences, 1996, 263 (1369): 433–438.
- [19] DENYS S, PIETERS J, DEWETTINCK K. Combined CFD and experimental approach for determination of the surface heat transfer coefficient during

- thermal processing of eggs[J]. Journal of Food Science, 2003, 68(3): 943–951.
- [20] 迟媛, 王明久, 陈博超, 等. 气吸式蛋壳膜多级清洗装置研究[J]. 农业机械学报, 2022, 53(6): 396–405.
- CHI Y, WANG M J, CHEN B C, et al. Multi-aspirator device for collecting eggshells and eggshell membranes separately from eggshells mixture [J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2022, 53(6): 396–405.
- [21] INBAKUMAR J, RAMESH S. Mechanical, wear and thermal behaviour of hemp fibre/egg shell particle reinforced epoxy resin bio composite[J]. Transactions of the Canadian Society for Mechanical Engineering, 2018, 42(3): 280–285.
- [22] ZHAO S Y, LIU Y, LIU Y J, et al. CFD-based numerical simulation of water film flash evaporation with a new flash evaporation model[J]. Transactions of Tianjin University, 2018, 24: 563–570.
- [23] 迟媛, 王勇, 李蒙福, 等. 鸡蛋壳膜机械搅拌分离影响因素研究[J]. 农业机械学报, 2017, 48(9): 359–368.
- CHI Y, WANG Y, LI M F, et al. Influence factors of separating egg membrane from eggshell by mechanical stirring[J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2017, 48(9): 359–368.
- [24] 严家禄, 余晓福, 王永青. 水和水蒸气热力性质图表[M]. 北京: 高等教育出版社, 2004: 24–26.
- YAN J L, YU X F, WANG Y Q. Thermodynamic property tables and diagram for water and steam[M]. Beijing: Higher Education Press, 2004: 24–26.
- [25] 弗兰克, 大卫. 传热和传质基本原理[M]. 葛新石, 叶宏, 译. 北京: 化学工业出版社, 2007: 358–360.
- INCROPERA F, DEWITT D. Fundamentals of heat and mass transfer[M]. GE X S, YE H, translate. Beijing: Chemical Industry Press, 2007: 358–360.
- [26] 丁天航, 宋卫东, 王教领, 等. 番茄红外辐射热脱皮试验工艺优化[J]. 中国食品学报, 2021, 21(7): 179–187.
- DING T H, SONG W D, WANG J L, et al. Technology optimization of tomato peeling by infrared radiation[J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2021, 21(7): 179–187.

Separation Method of Eggshell Membranes Using Steam Flash-explosion with Pressure Compensation

CHI Yuan¹, ZUO Daming¹, WANG Hailing¹, HUANG Zilong¹, CHI Yujie^{2*}

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

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

Abstract In order to improve the separation rate of poultry eggshell membranes, a steam flash-explosion method with pressure compensation was designed. The effective separating of eggshell membranes from eggshells was realized through steam flash-explosion, which occurred by instantaneous pressure relief after saturated steam for heat transfer and compressed air for further pressure compensation. The key factors affecting separation power were analyzed and determined. The analysis results showed that with the increase of initial pressure, the power of separation was enhanced. The heat transfer models under different conditions were constructed, and the minimum time required for heat transfer was determined. The influence of various factors on the flash evaporation characteristics of superheated water film inside the eggshell was simulated and analyzed by using the Fluent software, and the experimental level range of each factor was determined through single factor experiments. The response surface optimization experimental method of four factors and three levels was applied, initial pressure, temperature, holding time and particle size were taken as test factors, and the separation rate was taken as evaluation index according to the theoretical analysis, numerical simulation, and single factor experimental results. The parameters of influencing factors were optimized and verified by tests. The results of experiments were that when the initial pressure was 1.2 MPa, the temperature was 130 °C, the holding time was 37 s, and the particle size was 6 mm, the separation rate was 85.97%. The method showed a good separation effect, which could provide a reference for the research and optimization of the eggshell membrane separation.

Keywords eggshell and membrane separation; pressure compensation; steam flash-explosion; response surface