



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107106920 A

(43)申请公布日 2017.08.29

(21)申请号 201580069361.4

M·施特兰晶格 G·沃特尔特

(22)申请日 2015.12.22

(74)专利代理机构 北京市中咨律师事务所

(30)优先权数据

11247

14200752.5 2014.12.31 EP

代理人 牛晓玲 吴鹏

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

(51)Int.Cl.

2017.06.19

B01D 1/18(2006.01)

(86)PCT国际申请的申请数据

G01N 11/08(2006.01)

PCT/EP2015/081096 2015.12.22

(87)PCT国际申请的公布数据

W02016/107803 EN 2016.07.07

(71)申请人 雀巢产品技术援助有限公司

地址 瑞士沃韦

(72)发明人 P·埃德曼 P·范克豪泽

N·劳巴切尔 M·尼德格尔

D·R·桑德斯 C·施米德

权利要求书1页 说明书6页 附图3页

(54)发明名称

连续测量产物糊剂的剪切粘度的方法

(57)摘要

本发明涉及一种连续测定产物糊剂的剪切粘度(η)的方法,所述产物糊剂要递送至用于喷雾干燥应用的喷雾喷嘴,其中所述产物糊剂的所述剪切粘度(η)的所述连续测定在所述产物糊剂流至所述喷雾喷嘴的旁路中进行。

1. 在加工线中连续测定产物糊剂的剪切粘度(η)的方法,其中所述产物糊剂的所述剪切粘度(η)的所述连续测定在所述产物糊剂流的旁路中进行,其中所述旁路包括泵、流量计、差压管和脉动阻尼器,并且其中所述剪切粘度在20至1000mPa $\cdot$ s的范围内,剪切速率大于1000s⁻¹,且雷诺数小于2300。

2. 根据权利要求1所述的方法,其中所述产物糊剂的所述剪切粘度(η)通过以下步骤测定:

- a) 提供所述产物糊剂的恒定进料流速;
- b) 测定所述产物糊剂的质量流量;
- c) 将所述产物糊剂递送至压降计并测定差压;
- d) 根据步骤b)中测定的层流质量流量和产物密度、以及步骤c)中测定的压降计算所述产物糊剂的所述剪切粘度(η)。

3. 根据权利要求2所述的方法,其中步骤d)中的计算还考虑旁路质量流速。

4. 根据权利要求2或3所述的方法,其中步骤c)中所述压降的测定根据差压降法进行。

5. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中所述产物糊剂要递送至用于喷雾干燥应用的喷雾喷嘴,其中所述产物糊剂的所述剪切粘度(η)的所述连续测定在所述产物糊剂流至所述喷雾喷嘴的旁路中进行。

连续测量产物糊剂的剪切粘度的方法

[0001] 本发明涉及连续测量液体产物的剪切粘度的方法,所述剪切粘度在20至1000mPa·s的范围内,并且具有大于1000s⁻¹的剪切速率和小于2300的雷诺(Reynolds)数。

[0002] 优化产物加工的操作条件是行业中深入研究的目的,例如在根据例如蒸发或喷雾干燥工艺加工乳液、悬浮液和分散体的生产线中。确定此类条件的最经济操作和控制是重要的,以便以更廉价和环境可持续性更好的方式进行工艺并且提高产物质量。因此本发明的目的是,提供使技术人员能够调整加工条件以适应所加工产物的特征的方法。

[0003] 借助喷雾干燥在很大程度上实现了食物粉末的制造。该工艺将乳液、悬浮液和分散体转换为粉末。喷雾喷嘴产生液滴,其在热空气中通过蒸发水干燥。最终粉末质量、最终粉末质地、烘干机工艺设计、干燥效率、壁积垢行为、操作安全性等等特征与喷雾质量,从而与雾化工艺直接相关。

[0004] 已知的喷雾干燥工艺使用具有固定几何形状的雾化喷嘴,该雾化喷嘴在启动、制造操作和关闭期间不能与工艺和产物条件并行调整。相反,操作者在生产周期之前改变喷嘴几何形状,不可能涵盖所有制造情况。根据水面选择此类喷嘴。与水相比,食物粉末的制造产生显著更高的粘度。典型的喷雾粘度在包括在1至300mPa·s之间的范围内。已知的喷嘴装置不能胜任此类宽范围。

[0005] 例如,对于浓缩物总固体大于50%的乳制品乳液,浓缩物粘度随着总固体的进一步增加而以指数斜率增加。如果浓缩物粘度超出喷雾器喷嘴的设计限制,则该事实会引起喷雾干燥问题。设计限制通过喷雾器空芯故障的方式描述,喷雾器空芯故障阻止液滴的产生,从而阻止有效喷雾干燥和具有所需质地的粉末的团聚。使用现有技术喷雾喷嘴装置,不能视觉地测定喷雾器喷嘴内的空芯故障,因此目前不存在以最佳点操作喷雾干燥工艺而不面临问题的方法,诸如锥形和旋流器中出现粉末阻塞、壁积垢或喷雾器形成倒钩等等一些问题。

[0006] 由于从工艺的启动到关闭的产物和工艺条件发生了变化,所实现的产物质量也发生变化,并且产物积累可出现在喷嘴本身和喷雾干燥设备的壁上,具体地讲干燥室的壁上、喷雾烘干机和旋流器的锥形中,而且还出现在加工单元之间的运输管中。

[0007] 本发明的首要目的是克服现有技术设备和方法存在的问题,并且允许在最佳点和以最经济的方式操作产物糊剂加工,诸如蒸发器或喷雾干燥设备,其涉及能够加工具有最高可能总固体含量的材料,就喷雾干燥而言,在雾化期间获得具有可能最大总固体含量的干燥粉末,而不超出空芯故障触发的喷雾器喷嘴的设计限制。

[0008] 本发明的目的是获得在生产工艺期间并行测量产物的剪切粘度的方法,诸如以实现控制加工条件和优化工艺。就待喷雾干燥的产物而言,控制喷雾喷嘴装置的喷雾液滴尺寸,以允许控制操作工艺和优化喷雾干燥工艺。这对于实现沙得(Sauter)直径定义的目标喷雾液滴尺寸分布和甚至在改变产物或材料性质和改变工艺条件的情况下保持目标液滴尺寸分布恒定是特别有用的。

[0009] 该目的通过在加工线中连续测定产物糊剂的剪切粘度(η)的方法实现,其中产物糊剂的剪切粘度(η)的连续测定在产物糊剂流的旁路中进行,其中该旁路包括泵、流量计、

差压管和脉动阻尼器,并且其中剪切粘度在20至1000mPa·s的范围内,剪切速率大于1000s⁻¹,且雷诺数小于2300。

[0010] 剪切粘度用作输入参数来控制工艺参数。

[0011] 在一个实施方案中,产物在喷雾干燥设备或蒸发器中加工。剪切粘度用作输入参数来控制蒸发器或喷雾喷嘴。允许并行控制蒸发器或喷雾喷嘴。因此,就喷雾喷嘴而言,允许通过稳定性标准并行控制喷雾液滴尺寸,该稳定性标准包括喷雾质量流速 Q_m 、喷雾压力 P 、产物密度(ρ)和产物粘度(η)。就蒸发器而言,液膜厚度可在不破坏液膜的情况下最大化。

[0012] 此外,由于剪切粘度的并行测定而发生的喷雾喷嘴的控制允许在生产周期期间实现产物的一致粉末团聚,与固体颗粒的总量(TS)无关或与质量流速波动无关。对于不同的喷雾烘干机类型,通过这种方法,可通过改善和简化产物性质的可重复性和可靠性实现工艺自动化。竞争性生产控制通过最终粉末性质,如粉末水分、堆积密度、最终团聚体尺寸和团聚体稳定性的预先设计实现。由于自动化,还增强了生产效益和工艺效率(最佳点操作)。

[0013] 在一个优选的实施方案中,产物糊剂的剪切粘度(η)通过以下步骤测定:

[0014] a) 在层流条件下提供产物糊剂的恒定进料流速;

[0015] b) 测定产物糊剂的质量流量;

[0016] c) 将产物糊剂递送至压降计并测定差压;

[0017] d) 根据步骤b)中测定的层流质量流量和产物密度、以及步骤c)中测定的压降计算产物糊剂的剪切粘度(η)。

[0018] 更优选地,步骤d)中的计算还考虑旁路质量流速。

[0019] 该方法允许在使用其特定产物特征雾化之前并行记录例如咖啡和奶制品的产物剪切粘度,该产物特征诸如高粘度(>100mPa·s)和剪切致稀流行为(测定第2牛顿平台粘度(η))。并行剪切粘度信息对于并行操作可控制蒸发器或喷雾喷嘴,以测定蒸发器或喷雾器的最佳点配置和实现设计限制时的警告是必须的。并行差压降法允许根据实验室流变仪对牛顿、特别是非牛顿剪切致稀流体的剪切粘度进行校正。

[0020] 测量剪切粘度的其他技术是低估或高估乳制品和营养产品的预定产物剪切粘度(通过实验室流变仪)。特别地,对于剪切致稀流体,由于缺乏关于方法的适用流场信息(从而剪切速率未知),基于频率的测量技术、科里奥(Coriolis)力测量法和石英粘度测量法不能赋予测定剪切致稀流体的第2牛顿平台粘度的可能性。

[0021] 因此,非牛顿食物流体的所谓第二牛顿平台粘度的并行记录可能使用差压降法来实现,从而允许以可见于实验室流变仪测量的预定产物剪切粘度流变图实现校正。

[0022] 在下文中,将借助本发明的实施方案和附图进一步详细描述本发明。

[0023] 图1是控制喷雾喷嘴装置的喷雾液滴尺寸的工艺的流程图,并示出了本发明的方法的作用;

[0024] 图2是根据本发明的具体实施方案的差压降法的流程图;

[0025] 图3示出了用于本发明的差压降法的测量装置的原理。

[0026] 在一个优选的实施方案中,本发明的方法使用待递送至喷雾喷嘴的产物进行。与粉末的生产工艺并行测量产物输入参数允许将液滴尺寸调整至并行可能的最小沙得直径,从而使在待制备粉末的生产工艺期间考虑喷雾粘度的完整范围成为可能。

[0027] 图1是用于控制团聚喷雾喷嘴装置的喷雾液滴尺寸的工艺的流程图。图1中以“浓

缩物”表示的产物糊剂递送至投配点30,导致一部分产物糊剂流进入旁路管线32。大部分产物糊剂流向至主产物糊剂管线34。旁路管线32在旁路管线32中提供的差压降测量装置38下游的管线接头36处重新导向至主产物糊剂管线34。

[0028] 在管线接头36的下游,主产物糊剂管线中提供了质量流量计40、密度计42和喷雾压力探头44。在喷雾压力探头44的下游,主产物糊剂管线34穿过管25进入喷雾喷嘴装置1。然后将递送至喷雾喷嘴装置1的产物糊剂喷入喷雾干燥室46。

[0029] 根据本发明的一个优选的实施方案,差压降测量装置38测定递送至喷雾喷嘴的产物糊剂的剪切速率和剪切粘度 η 。剪切速率和剪切粘度 η 的数据从差压降测量装置38递送至控制设备 (SPS-控制) 48。质量流量计40测定的产物糊剂质量流速 Q_m 、密度计42测定的产物糊剂密度 ρ 以及喷雾压力探头44测定的产物糊剂的喷雾压力 P 也用同样的方式递送至控制设备48。剪切速率必须大于 $1000s^{-1}$ 。

[0030] 控制设备48包括计算机,其根据上述递送至控制设备48的数据,并且根据存储在控制设备48的存储器中的已知喷雾喷嘴几何形状参数计算输出控制参数。输出控制参数递送至喷雾喷嘴装置1,以便将涡流室活塞17 (柱塞) 调整至所计算位置,以获得所需的涡流室体积。

[0031] 以下公式1-7描述了如何根据糊剂剪切粘度 η 的变化控制柱塞位置 (以 h_{sc} 表示) 的求解步骤。

[0032] 因此,求解步骤适用于质量流速 Q_m 和糊剂密度 ρ 的变化。

[0033] 压力涡流喷嘴流的通用质量流量表征:

$$[0034] \quad \frac{Q_m}{\eta d_{sc}} = 2.1844 \left(\frac{d_{or}}{d_{sc}} \right)^{1.2839} \left(\frac{h_{sc}}{d_{sc}} \right)^{0.4611} \left(\frac{\sqrt{P \rho d_{sc}}}{\eta} \right)^{0.9140} \quad (1)$$

[0035] 对于剪切粘度从 η_{old} 变化至 η_{new} 的例子,导出柱塞的喷雾压力 P 和轴向位置 (以 h_{sc} 表示) 之间的关系:

$$[0036] \quad \frac{\eta_{new}}{\eta_{old}} = \left(\frac{h_{sc,old}}{h_{sc,new}} \right)^{0.4611} \left(\frac{\eta_{new}}{\eta_{old}} \right)^{0.9140} \left(\frac{P_{old}}{P_{new}} \right)^{\frac{0.9140}{2}} \quad (2)$$

[0037] 解出喷雾压力比率:

$$[0038] \quad \frac{P_{old}}{P_{new}} = \left(\frac{\eta_{new}}{\eta_{old}} \right)^{\frac{1-0.9140}{0.4570}} \left(\frac{h_{sc,old}}{h_{sc,new}} \right)^{\frac{-0.4611}{0.4570}} \quad (3)$$

[0039] 为了找到柱塞位置 h_{sc} 和剪切粘度 η 之间的直接关系,从另一个公式得到喷雾压力比率,参见以下公式4-6:

[0040] 压力涡流喷嘴喷雾的通用喷雾液滴尺寸表征:

$$[0041] \quad \frac{D_{32,global}}{d_{sc}} = 1.0798 Re^{-0.2987} We^{-0.1709} \left(\frac{h_{sc}}{d_{sc}} \right)^{-0.8772} \left(\frac{d_{or}}{d_{sc}} \right)^{0.9534} \quad (4)$$

[0042] 另外,可使用稠度条件推导喷雾压力比率,其中 $D_{32-global-old}$ 和 $D_{32-global-new}$ 保持恒定:

$$\begin{aligned}
 \frac{D_{32,global,old}}{D_{32,global,new}} &= 1 = \left(\frac{Re_{old}}{Re_{new}} \right)^{-0.2987} \left(\frac{We_{old}}{We_{new}} \right)^{-0.1709} \left(\frac{h_{sc,old}}{h_{sc,new}} \right)^{-0.0772} \\
 &= \left(\frac{h_{sc,old}}{h_{sc,new}} \right)^{-0.2987} \left(\frac{\eta_{old}}{\eta_{new}} \right)^{0.2987} \left(\frac{h_{sc,old}}{h_{sc,new}} \right)^{0.2987} \left(\frac{h_{sc,old}}{h_{sc,new}} \right)^{0.1709 \cdot 2} \left(\frac{h_{sc,old}}{h_{sc,new}} \right)^{-0.0772}
 \end{aligned} \quad (5)$$

[0044] 因此,如何根据当前位置 $h_{sc,old}$ 控制柱塞高度 $h_{sc,new}$ 的解为:

$$\frac{h_{sc,new}}{h_{sc,old}} = \left(\frac{\eta_{new}}{\eta_{old}} \right)^{-1.1289} \quad (6)$$

[0046] 组合公式3和6得到如何控制喷雾压力的解:

$$\frac{P_{new}}{P_{old}} = \left(\frac{\eta_{new}}{\eta_{old}} \right)^{0.9508} \quad (7)$$

[0048] 图2是根据本发明的一个优选的实施方案的适用于差压降测量装置38的差压降法的流程图。进料泵50提供于投配点30下游的旁路管线32中。进料泵50确保差压降测量装置38中的恒定进料流速,以允许剪切速率覆盖第二牛顿粘度平台。在进料泵50的下游,提供质量流量计52,旁路管线32中的产物糊剂通过质量流量计导向至压降计54。旁路管线32中的产物糊剂的剪切粘度(η)从质量流量计52测量的质量流量、产物糊剂的已知产物密度和压降计54测量的压降计算。该计算在差压降测量装置38的计算机(未示出)中进行,或相应的数据递送至控制设备48,并在控制设备48的计算机中计算剪切粘度 η 。为了考虑在旁路管线32中测量压降的事实,通过进料泵50调整旁路质量流速,直到剪切速率大于 $1000s^{-1}$,使得在层流条件内第二牛顿平台粘度可通过压降计54测量。

[0049] 脉动阻尼器也优选地提供于旁路中,以减少压力测定中的噪声。

[0050] 在本发明的例子中,投配点30调控旁路流速,以保持在层流条件下旁路流压 <20 巴,雷诺数小于2300。

[0051] 图3示出了使用差压降法测定第二牛顿平台粘度的测量装置(压降计)的原理,该测定使用三个独立的压降记录在三个不同的剪切速率下进行。

[0052] 压降计100包括具有流体入口部分102和流体出口部分104和三个压降测量部分106、108、110的管,该压降测量部分提供于入口部分102和出口部分104之间。第一压降测量部分106靠近入口部分102,具有第一内径 d_1 和第一轴向长度 l_1 。测量第一压降 Δp_1 的第一差压计112以通常已知的方式连接至第一压降测量部分106,其中第一压降测量部分106的壁中的两个静压测量开口之间的轴向距离 L_1 基本上等于第一压降测量部分106的长度 l_1 。

[0053] 第二压降测量部分108提供于第一压降测量部分106的下游。第二压降测量部分108的内径 d_2 小于第一压降测量部分的直径 d_1 。第二压降测量部分108的长度 l_2 小于第一压降测量部分106的长度。第二压降测量部分108包括测量第二压降 Δp_2 的第二差压计114,其中第二压降测量部分108的壁中的两个静压测量开口之间的距离 L_2 小于第一差压计112的距离 L_1 。

[0054] 第三压降测量部分110提供于第二压降测量部分108的下游,并且第三压降测量部分110朝向出口部分104开口。第三压降测量部分110的内径 d_3 小于第二压降测量部分108的

直径 d_2 ,并且第三压降测量部分的长度 l_3 小于第二压降测量部分的长度 l_2 。第三压降测量部分110以通常已知的方式包括测量第三压降 Δp_3 的第三差压计116。第三压降测量部分110的壁中的两个静压测量开口之间的距离 L_3 小于第二差压计114的距离 L_2 。

[0055] 差压降计100允许测量第一、第二和第三差压降计的三个独立压降记录。通过串联利用这三个差压降探头,单个质量流速使三个壁剪切速率随管直径的减小而增加。

[0056] 以下公式8用于计算层管流($Re < 2300$)的剪切粘度 η ,适用于全部3个差压 Δp_1 、 Δp_2 和 Δp_3 (分别在112、114和116测量,图8),该计算通过将 Δp_i 和对应的管尺寸(R_i 和 L_i)代入公式8进行:

[0057] 只有3个差压之间的剪切粘度 η_i 相等($\eta_1 = \eta_2 = \eta_3$),才能得到第2牛顿剪切粘度,并用于例如公式1和7等。

$$[0058] \quad \eta_i = \frac{\pi \cdot R_i^4 \cdot \Delta p_i \cdot \rho}{8 \cdot Q_m \cdot L_i} \quad (8)$$

[0059] 其中符号的定义如下:

[0060] R_i :管半径(R_1 、 R_2 和 R_3),单位[m]

[0061] Δp_i :管压降(Δp_1 、 Δp_2 和 Δp_3),单位[Pa]

[0062] ρ :产物密度,单位[kg/m³]

[0063] Q_m :质量流速,单位[kg/s]

[0064] L_i :管长度(距离 L_1 、 L_2 和 L_3),单位[m]

[0065]

符号, 缩写	描述	单位
$D_{32,global}$	全局沙得直径, 得自喷雾的 PDA 测量	[m]
d_{sc}	涡流室直径 (涡流室螺旋的最小直径)	[m]
h_{sc}	涡流室高度 (涡流室的轴向高度)	[m]
d_{or}	孔直径 (在孔板中制作的开口的直径)	[m]

[0066]

b_{ch}	涡流室入口通道的宽度 (通入涡流室的入口通道的最小宽度)	[m]
We	韦伯(Weber)数 $We = \frac{\rho_{liquid} u_{bulk}^2 d_{orifice}}{\sigma_{liquid}}$	-
Eu	欧拉(Euler)数 $Eu = \frac{P}{\rho_{liquid} u_{bulk}^2}$	-
Re	雷诺(Reynolds)数 $Re = \frac{\rho_{liquid} u_{bulk} h_{sc}}{\mu}$	-
u_{bulk}	涡流室入口的整体速度 $u_{bulk} = \frac{Qm}{\rho_{liquid} h_{sc} b_{ch}}$	[m/s]
Qm	质量流速	[kg/s]
P=P	喷雾压力	[Pa]
ρ_{liquid}	液体密度	[kg/m ³]
η_{liquid}	液体剪切粘度	[Pa·s]
σ_{liquid}	表面张力	[N/m]
PDA	相位多普勒风速测定法	-

[0067] 表1:缩写和公式

[0068] 本发明不应视为仅限于上文所示和描述的实施方案,在不脱离以下权利要求书的范围的前提下可对特征进行各种修改和组合。

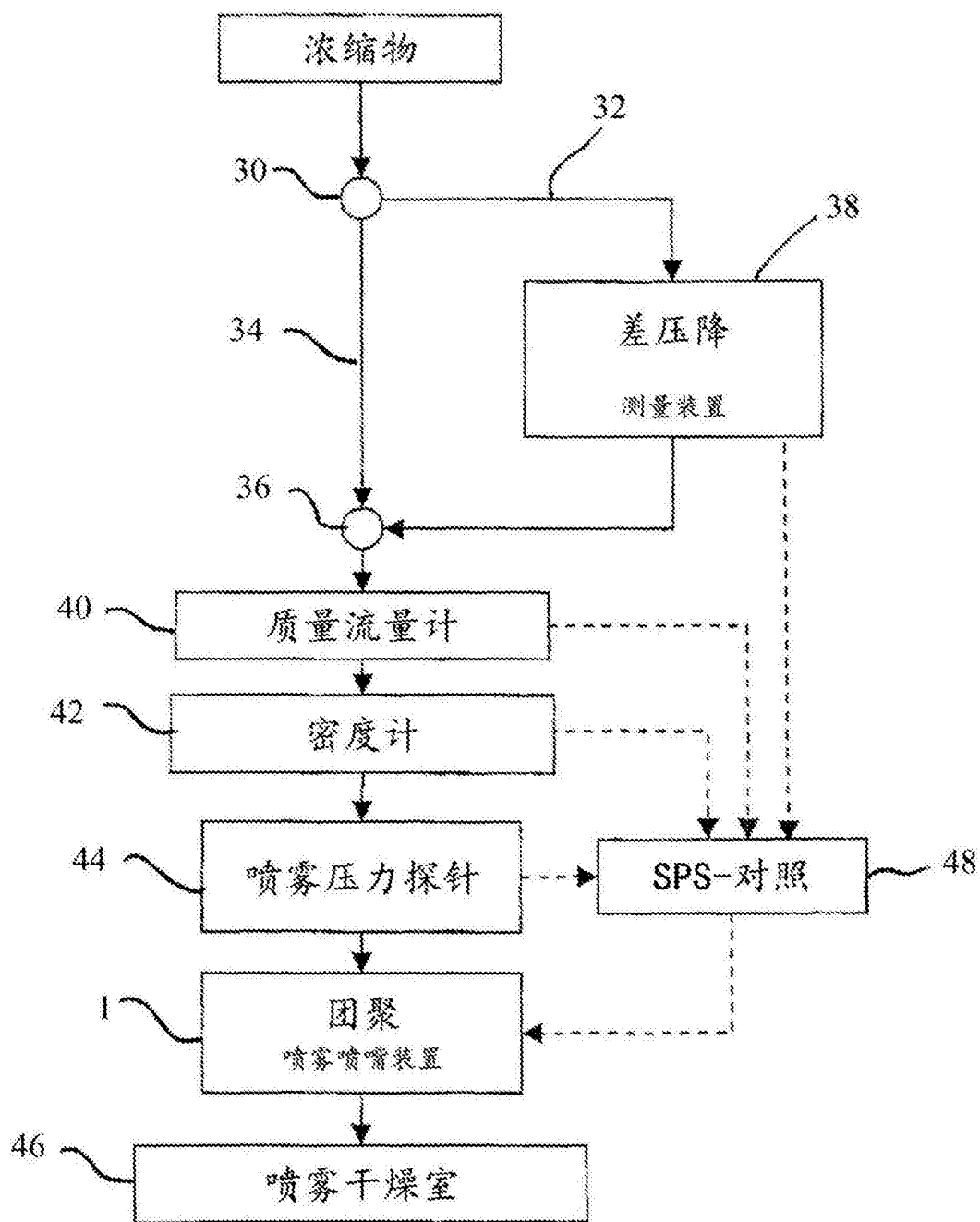


图1

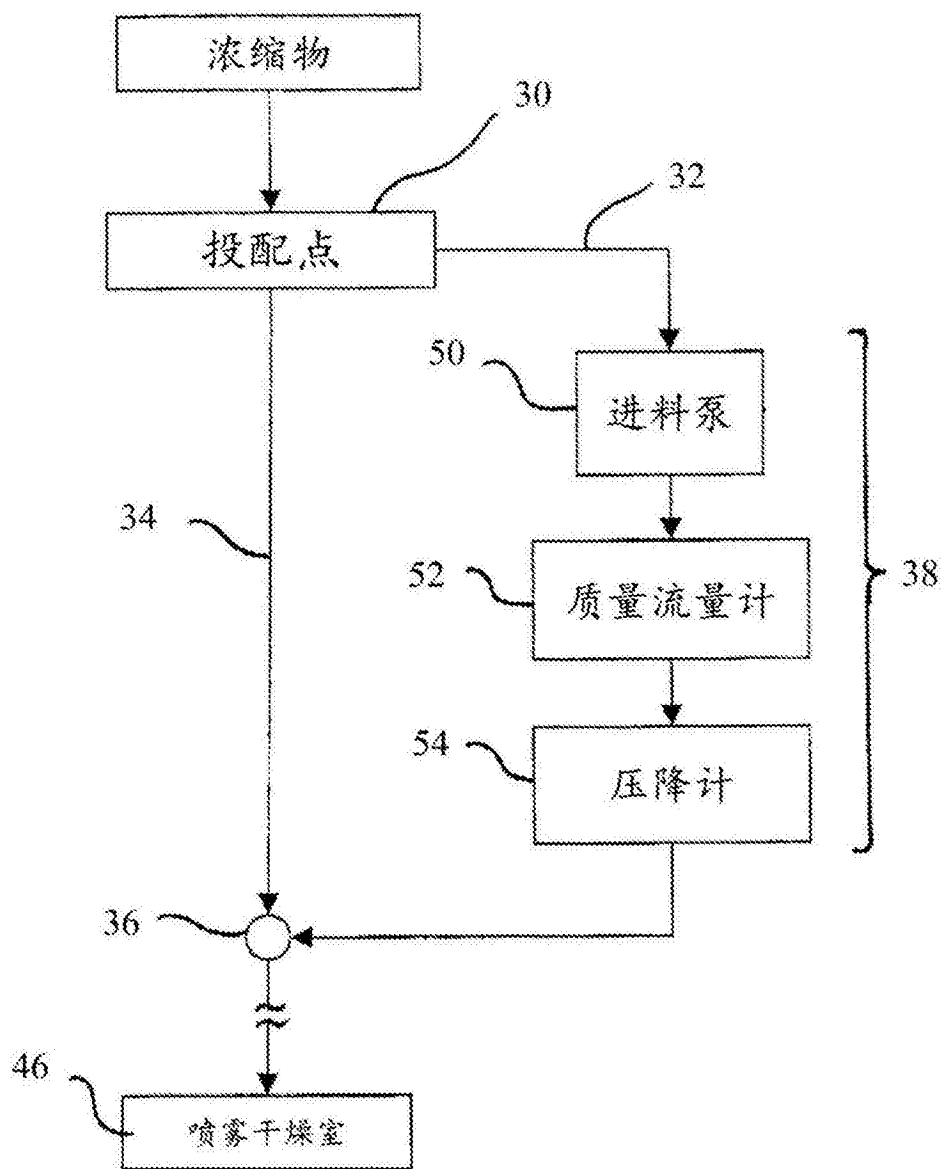


图2

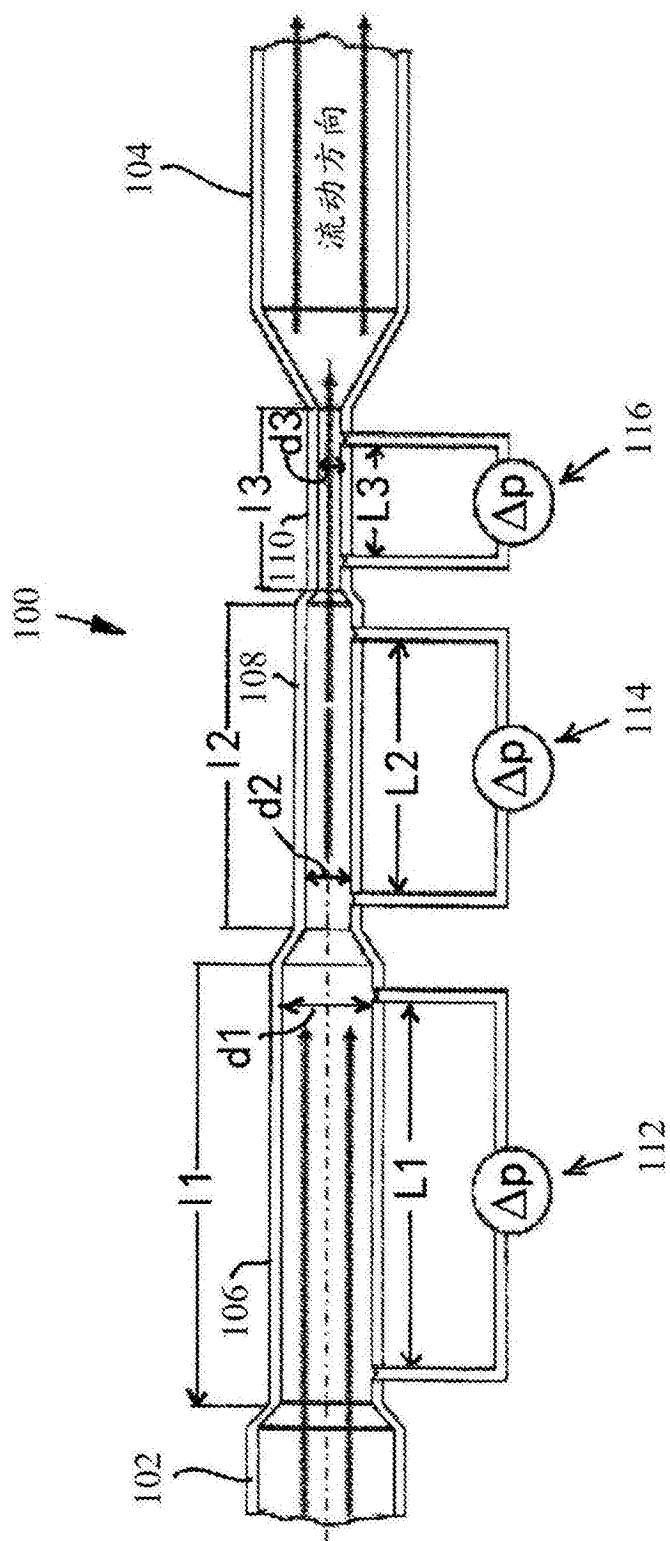


图3