

ผลของภาวะการกรองแบบจุลภาคต่อประสิทธิภาพการกรองและการสเตอร์ไลส์แบบเย็น
ของแบบจำลองไวน์ข้าวไทย

นางสาวจินตนา ศรีมุข

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีทางอาหาร ภาควิชาเทคโนโลยีทางอาหาร
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2549
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

EFFECTS OF MICROFILTRATION CONDITIONS ON
FILTRATION PERFORMANCE AND COLD STERILIZATION
OF THAI RICE WINE MODEL

Miss Jintana Sripui

A Dissertation Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Doctor of Philosophy Program in Food Technology

Department of Food Technology Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2006

Copyright of Chulalongkorn University

492236

Thesis Title EFFECTS OF MICROFILTRATION CONDITIONS ON
FILTRATION PERFORMANCE AND COLD
STERILIZATION OF THAI RICE WINE MODEL

By Miss Jintana Sripui

Field of Study Food Technology

Thesis Advisor Assistant Professor Pasawadee Pradipasena, Sc.D.


Thesis Co-advisor Assistant Professor Chidphong Pradistsuwana, Ph.D.
Associate Professor William L. Kerr, Ph.D.


Accepted by the Faculty of Science, Chulalongkorn University in Partial
Fulfillment of the Requirements for the Doctoral Degree




..... Dean of the Faculty of Science
(Professor Piamsak Menasveta, Ph.D.)

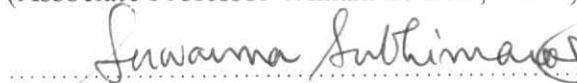
THESIS COMMITTEE


 Chairman
(Assistant Professor Romanee Sanguandee, Ph.D.)


 Thesis Advisor
(Assistant Professor Pasawadee Pradipasena, Sc.D.)

 Thesis Co-advisor
(Assistant Professor Chidphong Pradistsuwana, Ph.D.)

 Thesis Co-advisor
(Associate Professor William L. Kerr, Ph.D.)

 Member
(Associate Professor Suwanna Subhimar, Dr. Ing.)

 Member
(Assistant Professor Sumate Tantratian, Ph.D.)

 Member
(Assistant Professor Wichian Voraputhaporn, Ph.D.)

จินตนา ศรีบุญ: ผลของภาวะการกรองแบบจุลภาคต่อประสิทธิภาพการกรองและการสเตอริไลส์แบบเย็นของแบบจำลองไวน์ข้าวไทย (EFFECTS OF MICROFILTRATION CONDITIONS ON FILTRATION PERFORMANCE AND COLD STERILIZATION OF THAI RICE WINE MODEL) อ. ที่ปรึกษา: ผศ. ดร. พาสวดี ประทีปะเสน, อ. ที่ปรึกษาร่วม: ผศ. ดร. ชิดพงศ์ ประดิษฐ์สุวรรณ, Associate Professor William L. Kerr, 104 หน้า.

งานวิจัยนี้ศึกษาผลของ 1) การแยกของแข็งออกจากริ่่นน้ำหมักก่อนการกรองแบบจุลภาคโดยวิธีการกรองผ่านผ้าขาวบาง การตกตะกอน 3 ชั่วโมง และการปั่นเหวี่ยงที่ 3000 g นาน 30 นาที 2) ภาวะที่ใช้ในการกรองแบบจุลภาคได้แก่ ขนาดช่องว่างของเมมเบรน (0.10, 0.22 และ 0.45 ไมครอน) ความดันการกรอง (ΔP ที่ 138, 276, 414 และ 552 กิโลปาสคาล) และความเร็วของการกรอง (0 และ 100 รอบต่อนาที) 3) ขนาดการกระจายขนาดและความเข้มข้นของของแข็งต่อประสิทธิภาพการกรองแบบจุลภาคได้แก่ เพอมิเอทพลັกซ์และความต้านทานจำเพาะของเค้ก (α) และลักษณะของไวน์ข้าวที่ผ่านการกรองแบบจุลภาคได้แก่ pH และปริมาณของกรดทั้งหมด แอลกอฮอล์ ของแข็งที่ละลายได้ทั้งหมด ยีสต์ แบคทีเรียและแบคทีเรียที่สร้างกรดแลคติกสำหรับขจัดจุลินทรีย์และอนุภาคของแข็งเพื่อนำไปใช้ในการสเตอริไลส์ไวน์ข้าวแบบเย็น

ผลการศึกษาพบว่า การแยกของแข็งออกจากริ่่นน้ำหมักก่อนการกรองแบบจุลภาคทั้งสามวิธีทำให้ความเข้มข้น ขนาดและการกระจายขนาดของของแข็ง โดยเฉพาะอย่างยิ่งปริมาณจุลินทรีย์ที่เหลือในน้ำหมักแตกต่างกัน การปั่นเหวี่ยงทำให้ความเข้มข้น ขนาดและการกระจายขนาดของของแข็งที่เหลืออยู่ในน้ำหมักที่ต่ำสุดคือ ร้อยละ 0.02 โดยน้ำหนัก และ 0.3-20 ไมครอน ตามลำดับ มีผลทำให้เพอมิเอทพลັกซ์และ α มีค่าสูงสุด แต่วิธีการแยกของแข็งออกทั้งสามวิธีไม่มีผลต่อลักษณะและรสชาติของไวน์ข้าวที่ผ่านการกรองแบบจุลภาค ที่สำคัญคือการกรองแบบจุลภาคสามารถขจัดจุลินทรีย์ออกจนไม่สามารถตรวจพบได้ในส่วนที่ผ่านการกรอง ดังนั้นจึงสามารถใช้การกรองแบบจุลภาคเป็นการสเตอริไลส์แบบเย็นได้

ขนาดช่องว่างของเมมเบรนและความเร็วของการกรองไม่มีผลต่อ α แต่ α เพิ่มขึ้นตาม ΔP ตามสมการ $\alpha = 4.13 \times 10^6 (\Delta P)^{0.98}$ โดยค่าคอมเพรสซิเบิลตีของเค้กเท่ากับ 0.98 ซึ่งบ่งว่ากากไวน์ข้าวมีลักษณะที่ถูกบีบอัดได้สูง ขนาดช่องว่างของเมมเบรนและ ΔP ไม่มีผลต่อลักษณะของไวน์ข้าวที่ผ่านการกรองแบบจุลภาคและไม่พบจุลินทรีย์ในไวน์ข้าวที่ผ่านการกรองแบบจุลภาค

ผลการทดลองพบว่า ในทุกกรณีของขนาดและการกระจายขนาด (1-20, 1-200, และ 1-400 ไมครอน) ค่า α และความเข้มข้นของของแข็งในหน่วยร้อยละโดยน้ำหนัก (C) มีความสัมพันธ์แสดงได้ดังสมการ $\alpha = j + k C$ เมื่อ j และ k เป็นค่าคงที่ และที่ความเข้มข้นเดียวกัน ขนาดของแข็งที่ใหญ่กว่าและช่วงการกระจายขนาดที่กว้างกว่าให้ค่า α ที่ต่ำกว่า นอกจากนี้ยังพบว่าที่ทุกความเข้มข้นที่ศึกษาคือร้อยละ 0.2, 0.5, และ 1.0 โดยน้ำหนัก เมื่อร้อยละโดยน้ำหนักของของแข็งที่มีขนาดใหญ่กว่า 45 ไมครอน (W) เพิ่มขึ้นทำให้ค่า α ต่ำลง โดยสามารถแสดงความสัมพันธ์ได้อย่างดี ($r^2 > 0.99$) ดังสมการ $\alpha = x(1/e^{wy})$ เมื่อ x และ y เป็นค่าคงที่

ภาควิชา...เทคโนโลยีทางอาหาร.....ลายมือชื่อนิสิต.....
 สาขาวิชา...เทคโนโลยีทางอาหาร.....ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....
 ปีการศึกษา.....2549.....ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....
 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

4573809023: MAJOR FOOD TECHNOLOGY

KEY WORD: MICROFILTRATION/ COLD STERILIZATION/
SPECIFIC CAKE RESISTANCE/ RICE WINE.

JINTANA SRIPUI: EFFECTS OF MICROFILTRATION CONDITIONS
ON FILTRATION PERFORMANCE AND COLD STERILIZATION OF
THAI RICE WINE MODEL. THESIS ADVISOR: ASST. PROF.
PASAWADEE PRADIPASENA, Sc. D., THESIS CO-ADVISOR: ASST.
PROF. CHIDPONG PRADISTSUWANNA, Ph.D., ASSOC. PROF.
WILLIAM L. KERR, Ph.D., 104 pp.

This research studied effects of 1) solid-liquid separations of fermented liquor by filtration through cheesecloth, sedimentation for 3 hrs., and centrifugation at 3000xg for 30 min.; 2) operating conditions of microfiltration such as membrane pore size (0.10, 0.22, and 0.45 μm), transmembrane pressure (ΔP at 138, 276, 414, and 552 kPa), and stirring speed (0 and 100 rpm); and 3) size, size distribution, and concentration of suspended solids on microfiltration performance in terms of permeate flux and specific cake resistance (α), as well as microfiltered rice wine characteristics including pH, titratable acidity, alcohol content, total soluble solids content, total suspended solids content, and yeast, bacteria, and lactic acid bacteria counts. Microfiltration was used to eliminate microorganisms and suspended solids in rice wine for cold sterilization.

The results showed that the three solid-liquid separation methods affected concentration, size, and size distribution of suspended solids as well as yeast and bacteria counts. Centrifugation gave the lowest suspended solid concentration (0.02 wt%) as well as size and size distribution (0.3-20 μm) and resulted in the greatest permeate flux and α . However, the separation methods did not affect the characteristics and taste of microfiltered rice wine. Microfiltration could eliminate microorganisms since the microorganisms were not detectable in the microfiltered rice wine. Thus, microfiltration could be used for cold sterilization of rice wine.

The membrane pore size and stirring speed did not affect the α . The α was increased with ΔP following the equation $\alpha = 4.13 \times 10^8 (\Delta\text{P})^{0.98}$. Compressibility of cake was 0.98 indicating that the cake of rice wine was highly compressible. The membrane pore size and ΔP did not affect the microfiltered rice wine characteristics. Yeast, bacteria and lactic acid bacteria were not detectable in all microfiltered rice wine.

In addition, the results showed that the correlation of the α and the suspended solid concentration (C; wt%) for all size and size distributions (1-20, 1-200, and 1-400 μm) could be expressed as $\alpha = j + kC$ where j and k are the empirical constants. At the same concentration, the greater the size and size distribution of suspended solids, the lower the α . Moreover, for all suspended solid concentration (0.2, 0.5, and 1.0 wt%), as wt% of suspended solids which having size $\geq 45 \mu\text{m}$ (W) increased, the α decreased. The correlation could be expressed as $\alpha = x(1/e^{yW})$ with a high correlation ($r^2 > 0.99$), where x and y are the empirical constants.

DepartmentFood Technology.....	Student's signature <i>J. Sripui</i>
Field of study...Food Technology.....	Advisor's signature <i>Pasawadee Pradipaseena</i>
Academic Year .2006.....	Co-advisor's signature <i>Chidpong Pradistsuwanna</i>
	Co-advisor's signature <i>William L. Kerr</i>

ACKNOWLEDGMENTS

I would like to express my deepest gratitude to my advisor, Assistant Professor Pasawadee Pradipasena, and my co-advisor, Assistant Professor Chidphong Pradistsuwana, for their excellent supervision, encouragement, support and valuable guidance throughout the PhD. I also wish to thank my examining committee, Assistant Professor Romanee Sanguandeeikul, Associate Professor Suwana Subhimaros, Assistant Professor Sumate Tantratian, and Assistant Professor Wichian Voraputhaporn, for their valuable suggestions.

I am extremely thankful to Associate Professor William Kerr, my co-advisor, for his supporting, sharing his time, useful discussions and his assistance, graciously providing me the equipment used in this research during I carrying experiment at Department of Food Science and Technology, University of Georgia and giving me constructive suggestions throughout the research.

I would like to thank Ms. Bishop, M. and Ms. Morrow, R. A. for their help and technical assistance on my work at the Food Microbiological Laboratory at University of Georgia. My special thank conveys to Ms. Siriporn Damrongsakul, Powder Technology Laboratory, Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, Chulalongkorn University, for measurement of particle size analyzer.

I am grateful to Khon Khean University for challenging me with the scholarship to pursue my doctoral studies at Department of Food Technology, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Bangkok, Thailand. The financial supporting from the Royal Thai Government and Chulalongkorn University Graduate School are acknowledged. I wish to thank all friends at the Department of Food Technology, Chulalongkorn University and my colleagues at Department of Food Technology, Khon Kaen University for their help, technical support and emotion support throughout my thesis.

Finally, I would like to forward my special thanks to my mother, brother, sister and my best friends for their love, encouragement, emotional support, and financial support.

TABLE OF CONTENTS

	Page
ABSTRACT (THAI).....	iv
ABSTRACT (ENGLISH).....	v
ACKNOWLEDGEMENTS.....	vi
TABLE OF CONTENTS.....	vii
LIST OF TABLES.....	xi
LIST OF FIGURES.....	xii
NOMENCLATURE.....	xv
CHAPTER	
I INTRODUCTION	1
II LITERATURE REVIEW	6
2.1 Membrane filtration processes in food industry	6
2.2 Microfiltration theory	8
2.2.1 Filtration resistance.....	9
2.2.2 Cake filtration theory.....	13
2.2.3 Cake compressibility	15
2.3 Factors affecting microfiltration performance	18
2.3.1 Membrane characteristics	18
2.3.1.1 Chemical properties.....	18
2.3.1.2 Membrane pore size.....	19
2.3.1.3 Membrane morphology.....	21

CHAPTER	Page
2.3.2 Feed characteristics.....	21
2.3.2.1 Suspended solid size and size distribution.....	22
2.3.2.2 Suspended solid concentration.....	22
2.3.2.3 Soluble components.....	24
2.3.3 Operating conditions.....	25
2.3.3.1 Temperatures.....	25
2.3.3.2 Transmembrane pressure (ΔP)	26
2.3.3.3 Hydrodynamic above the membrane	30
III MATERIALS AND METHODS.....	32
3.1 Preparation of fermented liquor and rice wine.....	32
3.2 Microfiltration experiments.....	33
3.2.1 Effect of solid-liquid separation methods on microfiltration performance and microfiltered rice wine characteristics.....	33
3.2.1.1 Solid-liquid separation methods.....	33
3.2.1.2 Microfiltration.....	34
3.2.2 Effect of transmembrane pressure, membrane pore size and stirring speed on microfiltration performance and microfiltered rice wine characteristics.....	35
3.2.3 Effect of suspended solid size, size distribution and concentration on specific cake resistance.....	37
3.2.3.1 Sample preparation.....	37
3.2.3.2 Microfiltration.....	38

CHAPTER	Page
3.3 Determination of filtration rate, specific cake resistance, and cake compressibility.....	39
3.4 Characterization of fermented liquor, rice wine, and microfiltered rice wine.....	39
3.5 Effect of solid-liquid separation methods on taste of microfiltered rice wine	42
IV RESULTS AND DISCUSSIONS.....	44
4.1 Characteristics of fermented liquor and rice wine.....	44
4.2 Effect of solid-liquid separation methods on microfiltration performance, microfiltered rice wine characteristics and taste.....	47
4.3 Effect of transmembrane pressure, membrane pore size and stirring speed on microfiltration performance and microfiltered rice wine characteristics.....	59
4.4 Effect of suspended solids size, size distribution and concentration on specific cake resistance.....	66

LIST OF TABLES

TABLES	Pages
3.1	Summary of operation parameters used for experiment 3.2.2 36
3.2	The characteristics of fermented liquor, rice wine and microfiltered rice wine to be determined. 41
4.1	Characteristics of fermented liquor and rice wine..... 45
4.2	Effect of solid-liquid separation methods on rice wine characteristics..... 48
4.3	Effect of solid-liquid separation methods on microfiltration performance..... 54
4.4	Effect of solid-liquid separation methods on microfiltered rice wine characteristics 57
4.5	Sensory evaluation of microfiltered rice wine using different separation methods prior to microfiltration with 0.45 μm PVDF membrane at 200 kPa..... 59
4.6	Effect of stirring speed and membrane pore size on specific cake resistance (α) of rice wine..... 63
4.7	Effect of transmembrane pressure (ΔP) and membrane pore size on microfiltered rice wine characteristics at stirring speed of 100 rpm..... 65
4.8	Number of particles per volume of rice wine, cross sectional area per particle and volume of rice wine per particle for different suspended solid size and concentration..... 78
E1	Statistical Table for Duo-Trio Test using Difference Test- Critical number (minimum) of correct answers..... 103

LIST OF FIGURES

FIGURES	Pages	
2.1	Flux decline with time due to fouling of feed during microfiltration at constant pressure.....	11
2.2	Relation between permeate flux and operating parameters during membrane filtration.....	27
4.1	Size of suspended solids in fermented liquor and rice wine.....	46
4.2	Size of suspended solids in rice wine prepared by filtration through cheesecloth, sedimentation, and centrifugation expressed in volume (%) (a) and cumulative volume (%) (b).....	50
4.3	Relationship between permeate flux and cumulative permeate volume of rice wines which were pre-separated by filtration through cheesecloth, sedimentation, and centrifugation.....	52
4.4	Relationship between reciprocal of permeate flux versus cumulative permeate volume of rice wines which were pre-separated by filtration through cheesecloth, sedimentation, and centrifugation.....	55
4.5	Effect of transmembrane pressure on specific cake resistance of rice wine using different membrane pore size	61
4.6	Size distributions of suspended solids in rice wine having suspended solid size in the range of 1-20, 1-200 and 1-400 μm expressed in volume (%) (a) and cumulative volume (%) (b).....	67

FIGURES

Pages

4.7	Effect of suspended solid concentration on specific cake resistance of rice wine having suspended solid size in the range of 1-20, 1-200, and 1-400 μm	70
4.8	Size of suspended solid in rice wine having gram of suspended solid having size larger than 45 μm per 100 gram of total suspended solids of 0, 25, 50, 75, and 100 wt% expressed in volume (%) (a) and cumulative volume (%) (b).....	72
4.9	Effect of gram of suspended solids having size larger than 45 μm per 100 gram of total suspended solids on specific cake resistance for suspended solid concentration of 0.2, 0.5, and 1.0 wt%.....	73
4.10	Effect of suspended solid size (D and 3D) on void size of the cake on the surface of membrane for the same total solid concentration, feed volume and membrane surface area.....	79
4.11	Effect of suspended solid size (D and 3D) and size distribution on void size of the cake on the surface of membrane for the same total solid concentration, feed volume and membrane surface area.....	80
4.12	Effect of suspended solid size (D and 3D) and total suspension concentration (C) on void size of the cake on the surface of membrane for the same feed volume and membrane surface area.....	80
4.13	Effect of suspended solid size (D and 3D) on void size for hexagonal pack.....	81

FIGURES		Pages
4.14	Suspended solid size and void size for hexagonal pack.....	81
A1	Fermented vessels (20 L/vessel) which fitted with “S” locks to allow CO ₂ to escape using for experiments 3.2.1 and 3.2.2.....	95
B1	Microfiltration system using for experiments 3.2.1 and 3.2.2.....	96
B2	Microfiltration system using for experiment 3.2.3.....	97

NOMENCLATURE

A	=	Membrane area (m^2)
A_p	=	Cross sectional area per particle
A_{pR}	=	Relative cross sectional area per particle
A_{TR}	=	Relative total surface area on each layer of membrane surface occupied by particles
A_T	=	Total surface area on each layer of membrane surface occupied by particles
C	=	Concentration of suspended solids (kg of suspended solids /100 kg feed)
$C_{w/v}$	=	Weight by volume concentration of suspended solids ($g_{TSS}/100$ ml RW)
D	=	Diameter of particle (cm)
D_{vg}	=	Geometric mean diameter of volume equivalent diameter on a number basis
D_{void}	=	Void diameter (μm)
i	=	Sample number in Table 4.8
j	=	Empirical constants in Equation 4.2
J	=	Permeate flux ($m^3/m^2 \cdot s$)
J_o	=	Initial permeate flux ($m^3/m^2 \cdot s$)
J_{ss}	=	Steady state flux ($L/h \cdot m^2$)
J_m	=	Mass permeate flux ($kg/h \cdot m^2$)
k	=	Empirical constants in Equation 4.2
k'	=	Empirical constants in Equation 2.23

k''	=	Empirical constants in Equation 2.23
K	=	Kozeny constant
m	=	Mass of cake (kg)
n	=	Cake compressibility
N	=	Numbers of particles per volume of rice wine
N_R	=	Relative numbers of particles per volume of rice wine
ΔP	=	Transmembrane pressure (Pa)
ΔP_c	=	Pressure drop across the cake (Pa)
ΔP_m	=	Pressure drop across the membrane (Pa)
Q	=	Feed flow rate (mL/min)
r	=	Particle radius (m)
R_c	=	Cake resistance (m^{-1})
R_m	=	Membrane resistance (m^{-1})
RW	=	Rice wine
RW_f	=	Rice wine obtained by filtration through cheesecloth
RW_s	=	Rice wine obtained by sedimentation
RW_c	=	Rice wine obtained by centrifugation
R_t	=	Total resistance (m^{-1})
s	=	Slope of the plot between $1/J$ vs. V
S	=	Solids surface area per unit volume of solids (m^2/m^3)
t	=	Filtration time (s)
T	=	Temperature of feed ($^{\circ}C$)
v	=	Velocity of permeate (m/s)
V	=	Volume of permeate (m^3)

- w = Mass of cake per unit area of membrane (kg/m^2)
 W = Gram of suspended solids having size larger than $45 \mu\text{m}$ per 100 gram of total suspended solids in rice wine
 x = Empirical constants in Equation 4.3
 y = Empirical constants in Equation 4.3

Greek letters

- α = Specific cake resistance per unit mass (m/kg)
 α_0 = Specific cake resistance at reference pressure (m/kg)
 α_1 = Specific cake resistance per unit thickness (m/kg)
 δ = Cake thickness (m)
 ε = Porosity of the cake
 κ = Dynamic shape factor
 μ = Dynamic viscosity of permeate ($\text{Pa}\cdot\text{s}$)
 v_{TSS} = Volume of a suspended solid particle (ml)
 v_{RW} = Volume of rice wine per particle (ml)
 v_{RWR} = Relative volume of rice wine per particle
 ρ = Density of permeate (kg/m^3)
 ρ_{RW} = Density of rice wine (g/ml)
 ρ_s = Density of the particles comprising the cake (kg/m^3)
 ρ_{TSS} = Density of total suspended solid (g/ml)
 σ_g = Geometric mean standard deviation

Subscript

i = property of sample number "i"