

蒸留による焼酎廃液処理の新技术

幡手泰雄*・愛甲涼子*・大角義浩*・上村芳三**・
海陸大志***・下田雅彦****・岩田大輔****・
柏田雅徳*****・河野恵宣*****

A New Technology of Shochu Drainage Treatment by a Distillation

Yasuo HATATE, Ryoko AIKO, Yoshihiro OZUNO, Yoshimitsu UEMURA,
Taishi KAIRIKU, Masahiko SHIMODA, Taisuke IWATA,
Masanori KASHIWADA and Yoshinori KAWANO

A new technology using a simple rectification system was proposed for resolving the waste problem of the shochu industry. This is available for lowering the high BOD values of the drainage from the evaporator of shochu factories. Experiments to verify the effectiveness of the idea were carried out using a feed of 2 wt% alcohol aqueous solution and a distillation column 10 cm in diameter. The following result and conclusion were obtained.

- (1) Almost the same distillation column performance as predicted in advance was confirmed at reasonable Murphree's vapor plate efficiencies.
- (2) By adopting our proposed simple rectification system, the objective of reducing the BOD load from the shochu industry can be achieved.

緒言

焼酎は、日本では代表的なアルコール類である。特に九州地方では長い間親しまれてきた。本研究室では1965年以降、焼酎の製造に関する多くの研究をしてきた。最近、焼酎廃液の海洋投棄に対して規制が敷かれた(1996年11月9日)。それ故、廃液の処理法は、焼酎業界において極めて重要になってきた。現在焼酎廃液の処理法としては多重効用缶による濃縮が有益な方法の一つである。この場合、濃縮された液は最終的には海洋投棄、又は家畜の飼料とされる。もちろん、エタノール濃度が2wt%ほどの濃縮液は、高BOD廃液なので活性汚泥層によ

て処理されている。しかしながら、高BOD廃液の活性汚泥処理に及ぼす負荷は極めて高いものがあり、BODの大幅な低減が望まれている。

本研究では、多重効用缶からの蒸気を、そのまま精留過程に用いることによって、ほとんどエネルギーを使うことなく廃液のBOD値を下げるという新技术を提唱することとする。この過程を経ることによって焼酎廃液のほとんどのアルコールを簡単に取り除くことができる。本研究の目的は、約70wt%エタノールを含む留出液を少量ずつ抜き出しながら、焼酎廃液に含まれるアルコールを留出液として90%取り除くことである。この目的を達成するための計画とその実証試験を行ったので報告する。

1. 物質収支

Fig.1は、我々の提唱する焼酎廃液を連続的に精留する蒸留装置の概要図であり、多重効用缶と直結している。この計画では、蒸発缶から排出される2wt%のアルコール(蒸気)を、一部凝縮して液体にもどし蒸留塔の棚段に供給し、一部を蒸気のまま塔底部に供給する。図中に

平成9年5月31日受理

* 応用化学工学科

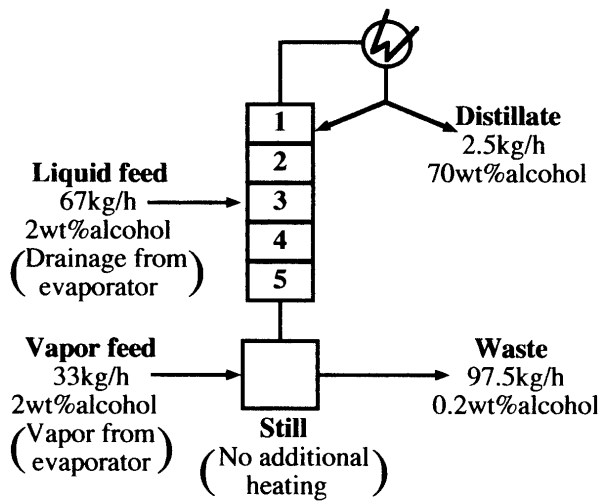
** 生体工学科

*** 博士前期課程応用化学工学専攻

**** 三和酒類(株)

***** 宮崎県食品加工研究開発センター

***** 宮崎大学工学部



Based on 100kg/h of feed rate

Figure 1 Schematic diagram of a proposed distillation system

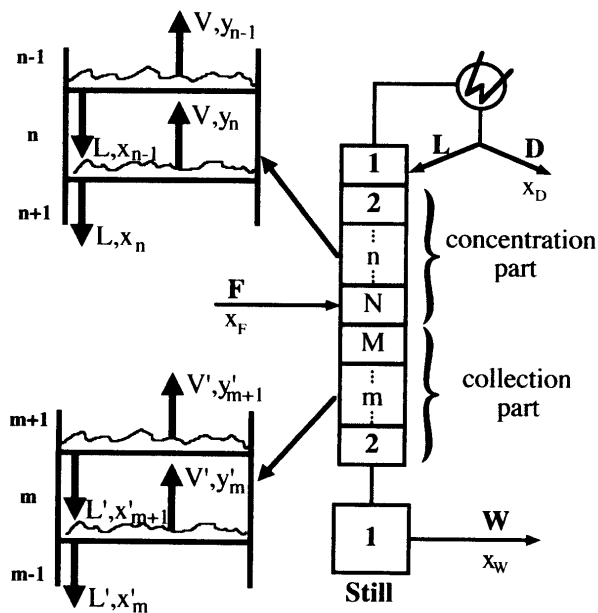


Figure 2 Schematic diagram of a distillation system

記述した数値を達成するための物質収支の方程式を最終的には表現しなければならないが、蒸気での供給は実験手順を簡素化するために本実験装置では実行されていない。液供給と蒸気供給の間には熱の供給以外には違った概念はないので、物質収支は Fig.1 の代わりに Fig.2 の普通の蒸留塔の実験を行った後に考えられるであろう。

同じ蒸発潜熱をもち等モル流れ、飽和溶液での供給、すべての段が同じホールドアップで熱損失もないという

簡略化した普通の説を仮定すると、連続精留塔において次のような物質収支式がたてられる。

濃縮部

$$dH_{OXD}/dt = V(y_1 - x_D) \quad \text{for condenser}$$

$$dH_{X1}/dt = V(y_2 - y_1) + L(x_D - x_1)$$

for 1st plate

$$dH_{Xn}/dt = V(y_{n+1} - y_n) + L(x_{n-1} - x_n)$$

for nth plate

$$dH_{XN}/dt = F_{XF} - V'y_M - V'y_N + L'_{XN-1} - L'_{XN}$$

for Nth plate

肩付きの' は回収部を示す。

回収部

$$dH'_{Xm'}/dt = V'(y_{m-1}' - y_{m}') + L'(x_N - x_{m'})$$

for (N+1)th plate

$$dH'_{Xm'}/dt = V'(y_{m-1}' - y_{m}') + L'(x_{m+1}' - x_{m}')$$

for (N+M-m+1)th plate

$$dH'_{X2'}/dt = V'(y_1' - y_2') + L'(x_3' - x_2')$$

for (N+M)th plate

$$dH'_S'_{X1'}/dt = L'_{X2'} - V'y_1' - Wx_1'$$

for still

($x_1' = x_w, y_1' = y_w, H' = H, V' = V, L' = L + F, F = D + W$ とする場合において)

蒸留塔のパフォーマンスを判断するためにふつうの Murphree の段効率 E_{MV} を取り入れると、次のような関係が成り立つ。

$$\text{濃縮部において } E_{MV} = (y_n - y_{n+1}) / (y_n^* - y_{n+1})$$

$$n = 1, 2, \dots, N-1, y_n^* = K_n x_n$$

$$\text{回収部において } E_{MV} = (y_{m+1}' - y_m') / (y_{m+1}'^* - y_m')$$

$$m = 1, 2, \dots, M-1, y_{m+1}'^* = K_{m+1} x_{m+1}'$$

(*) は平衡状態を意味している。 K_n は n 段で大事とされる成分の平衡比であり、アルコール成分 x の一つの性質である。普通の数式法は物質収支式上で解くために使われ、還流のアルコール濃度が 40wt% 程になるまで留出はせず供給と缶出のみの全還流を行うという特別な状態下で、留出液、缶出液のエタノール濃度の径時変化を得る。そして留出液、缶出液の定常エタノール濃度を得る。

2. 実験

Fig.3 は実験で使用した連続精留塔である。塔は四段からなり高さ 100cm、塔内の直径は 10cm、各段にそれぞれ各一個バブルキャップを持っている。供給部 F、還流部 L、留出部 D、缶出部 W にそれぞれ流量計、ニードルバルブを設置している。また、塔の各段及びそのラインはリボンヒーターで保温した。

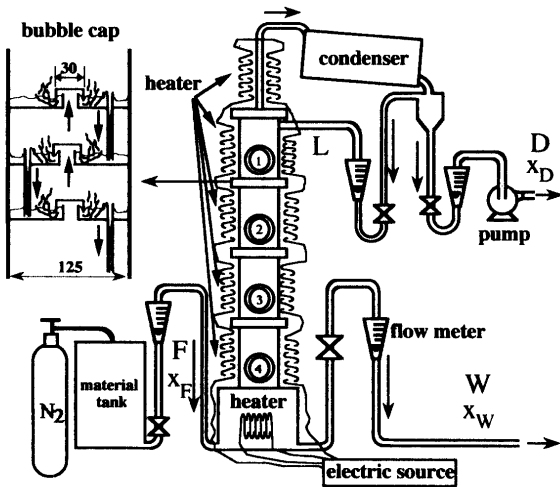


Figure 3 Experimental apparatus

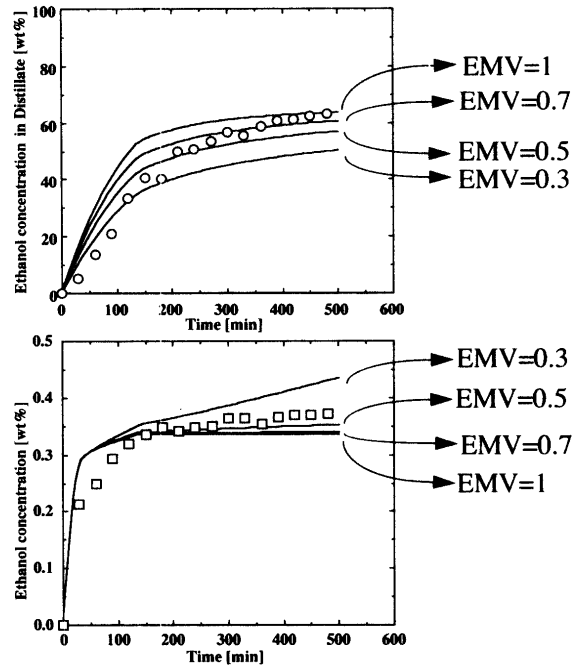


Figure 4 Change of ethanol content with process time for Run No.19

Table 1 Experimental conditions and results at constant values of F, D and W

Run No.	Reflux ratio	Flow rate [g/min]				Ethanol content [wt%]		Removal fraction of ethanol [%]
		F	D	W	L	X _D	X _W	
14	9.3	40.2	1.01	38.9	9.4	47.7	0.54	74.1
19	27.4	40.2	1.00	38.8	27.4	63.0	0.37	82.1
12	45.8	40.2	0.95	39.1	44.7	62.3	0.21	89.8
15	58.5	40.2	1.02	39.0	59.7	64.3	0.17	91.8

Table 2 Experimental conditions and results at constant ratios of D/F and W/F

Run No.	Reflux ratio	Flow rate [g/min]				Ethanol content [wt%]		Removal fraction of ethanol [%]
		F	D	W	L	X _D	X _W	
17	27.3	20.1	0.50	19.6	13.7	54.5	0.31	84.9
19	27.4	40.2	1.00	38.8	27.4	63.0	0.37	82.1
18	27.4	80.1	1.99	78.0	54.5	67.7	0.31	84.8

実験手順

塔底に水を4.5 l 仕込み、ヒーターで熱を加え全還流を行った。塔内温度・還流量の安定後、供給液（2 wt%エタノール水溶液）を塔底に供給しはじめ、同時に同量の缶出液を排出した。供給開始後留出エタノール濃度が40wt%程になるのを待って、ポンプで留出液を一定速度で抜き出し始めた。供給開始を0分とし、30分ごと

に留出液、缶出液ののサンプリングをし、ガスクロマトグラフによりエタノール濃度測定をした。

3. 実験結果及び考察

実験条件と実験結果を Table.1,2 に示す。Table.1 は、供給、留出、缶出量が一定の実験であり、還流比の影響による蒸留塔の性能を示している。この表をみると還流比の大きい方が、分離性能の明らかに良いことが分かる。Table.2 は、流量の違いによる蒸留塔の性能をみたものである。蒸気量（D + L）が14.2g/min から56.4 g/min の時まで行ったが、塔の分離性能にさほど違いはみられなかった。Fig.4 は、供給F=40g/min、留出D=1g/min、（W=39g/min）、還流比R=27における時間に対する留出、缶出エタノール濃度変化の代表的なものである。この図において計算により導かれた時間に対するエタノール濃度の挙動は様々な段効率に対して堅実なラインを描いている。実験値と計算値の比較から、段効率は比較的高い値であることが分かった。また、本実験装置を用いて供給の2.5%程留出すれば、供給液中のエタノールを90%以上取り除くことも難しくないことが分かった。

結言

焼酎業界の廃液問題を解決するための、ほとんどエネルギーを使わずBODを低くする精留行程は提案した。

簡単な四段の精留塔で次のような結論が得られた。

- (1)実証試験の結果、蒸留塔のパフォーマンスはあらかじめ予測されたものであることが確認できた。
- (2)簡単な精留システムを用いることによって、焼酎ドレンのBODを大幅に軽減することが達成可能なことを実証した。

NOTATION

D=distillate or distillate rate
[kg-mol/s]
 E_{MV} =Murphree's vapor plate efficiency [-]
 F=feed or feed rate [kg-mol/s]
 H=holdup of plate [kg-mole]
 H_o =holdup of condenser storage [kg-mole]
 H_s =holdup of still [kg-mole]
 K=equilibrium ratio [-]
 L=liquid flow rate [-]
 M=number of collection plates counting still as a plate [-]
 N=number of concentration plates [-]
 R=Reflux ratio [-]
 t=process time [s]

V=vapor flow rate [kg-mol/s]

W=waste or waste flow rate [kg-mol/s]

x_D =liquid alcohol content of distillate [-]

x_n =liquid alcohol content of n^{th} plate [-]

x_w =liquid alcohol content of waste [-]

y_n =vapor alcohol content of n^{th} plate [-]

REFERENCES

- Hatate, Y., K. Mitudome, Y. Uemura,
 R. Aikoh, M. Kashiwada, Y. Kawano, T. Ohomori and
 M. Shimoda, *Kagaku kougaku Ronbunshu*, 23,
 inpress (1997)
 Ikari, A., Y. Hatate and R. Deguchi, *J. Chem. Eng.
 Japan*, 11, 265 (1978)
 Ikari, A., Y. Hatate, M. Futai and Kurokawa, *J. Chem.
 & Eng. Data*, 30, 163 (1985)
 Ikari, A., Y. Hatate, T. Nishino and U. Hamasaki,
Kagaku kougaku Ronbunshu, 16, 652 (1990)
 Nakano, K, M. Shimoda, I. Yoshifuku, Y. Uemura, A.
 Ikari and Y. Hatate, *Kagaku kougaku Ronbunshu*,
 22, 1230 (1996)