

# 福岡工業大学 機関リポジトリ

## FITREPO

Title	焼酎蒸留廃の迅速な固液分離法に関する研究
Author(s)	吉川 博道
Citation	福岡工業大学研究論集 第40巻第2号 P245-P250
Issue Date	2008-2
URI	<a href="http://hdl.handle.net/11478/952">http://hdl.handle.net/11478/952</a>
Right	
Type	Departmental Bulletin Paper
Textversion	Publisher

Fukuoka Institute of Technology

# 焼酎蒸留廃の迅速な固液分離法に関する研究

谷 昭 幸 (機能材料工学専攻)  
吉 川 博 道 (機能材料工学専攻)

## Facile and Rapid Method for Liquid/solid Separation of Shochu Sludge Waste

Akiyuki TANI (Functional Materials Engineering)

Hiromichi YOSHIKAWA (Functional Materials Engineering)

### Abstract

To establish the facile solid-liquid separation method, Mugi-shochu sludge waste obtained from HIKARI-SHUZO CO. Ltd. is used. The sludge waste is centrifuged at 2,000 g. Obtained supernatant is not clear and the transmittance of the supernatant was below 1% at 600 nm. The obtained supernatant is treated with several kinds of filter aids. A white carbon filter aid # 80 produced from silicone dioxide is most effective in subsequent centrifugal separation. On the other hand, a filter aid B-419 produced from perlite (an amorphous volcanic glass) was the most effective aid for filtration. Amount of the clear filtrate is 70% of the starting weight and the dry weight of the precipitates at the first centrifugal step is about 6%. The residual liquid was contained in the precipitates.

Keywords: *solid-liquid separation, sludge waste, filter aid, perlite, Mugi-shochu sludge*

### 1. 要約

光酒造(株)より入手した焼酎蒸留廃液を用いた。焼酎蒸留廃液を通常の連続遠心で用いられる2,000~3,000 gでの遠心分離(10分間)では、清澄な上清は得られず、微細な粒状物質を含む懸濁液が得られた。2,000 gで10分間遠心して得られた懸濁液を13,000 rpmで25分間遠心分離して得られた沈殿を蒸留水で洗浄・乾燥してEPMAを測定した。EPMAスペクトルからこの沈殿は非発酵性多糖であろうと推定した。12種類の口過助剤を用いて微細沈殿を含む懸濁液を処理し、遠心特性と口過特性の向上を試みたところ、カープレックス#80が遠心特性を、パーライト系口過助

剤であるB419が口過特性を著しく改善することを見いだした。添加量は遠心上清に対し1重量%で十分であり、全処理の遠心分離の回転数を上げることによって、この量の削減は可能であると考えられる。得られた清澄な液体部分は、食品、微生物用培地などに利用可能であると考えられる。

### 1. 緒言

世の中の健康ブームに乗って焼酎の生産量は、平成7年から平成16年までに、約1.5倍に増加し、これに伴って焼酎蒸留廃液の量も増加している。これまで焼酎蒸留廃液は、肥料や飼料などとして利用されると同時に、一部は海洋投棄されてきた。しかし、ロンドン条約の1996年プロトコルの発効に伴い、産業廃棄物の海洋投棄は原則禁止となり、焼酎蒸留廃液も全面的に

禁止される事になる。これに伴い、焼酎蒸留廃液を陸上で処理する技術の構築が必要になっている。ムギ焼酎蒸留廃液は、pH が4前後、SS が2万 ppm 以上、BOD も6～8万 ppm の比較的粘性の高い懸濁液で、固液分離が非常に困難である事が報告されている。焼酎廃液の処理に関しては種々の方法が試みられており、各方法とも長所と短所を持っている<sup>1-8)</sup>。この廃液を処理する上で最も困難なことは窒素含量が比較的多いことにある。メタン発酵あるいはアルコール発酵の資源として使うことを考えた場合、生産物に窒素分が含まれないため非常にチッ素含量の高い発酵廃液の問題が残ることは明らかである。一方、そのまま資源化しようと考えた場合は、水分含量が90%以上あるため、有機物をどう水系から取り出すかという問題に直面する。こうした廃液の状態を考えると、そのまま処理する方法を構築するという考え方と、固液分離を行った後、固相、液層それぞれに対して利用法を考えるという二つの選択肢が残るであろう。本研究では最も固液分離が困難とされている麦焼酎蒸留廃液と米焼酎蒸留廃液を用いて、迅速かつ簡便な固液分離方法を検討することとした。

## 2. 材料と方法

### 2-1 材料

光酒造株式会社 (福岡県糟屋郡粕屋町長者原95-3) より麦・米焼酎蒸留廃液を入手して、研究用に使用した。入手した蒸留廃液は、蒸留が行われた当日にサンプリングしたものであり、出来るだけ速く使用すると同時に、実験を行うまでは4℃の低温室に保管した。

### 2-2 麦・米焼酎蒸留廃液の遠心分離

麦・米焼酎蒸留廃液を遠心管に取り300 g, 700 g, 1,200 g, 2,000 g で5分間遠心分離を行った。固相と液層の分離はデカンテーションで行った。固相、液層の重量を測定し、液層部分の600 nm における透過率を測定した。

### 2-3 固相の重量測定

デカンテーションで得られた固相部分は、乾燥皿に入れて105℃で完全に乾燥するまで加熱した。乾燥後、その残渣の重量を測定した。

### 2-4 浮遊物質の分離

焼酎蒸留廃液を2,000 g で5分間遠心分離して得られた液層を、再度5,200 g で30分間遠心分離した。得られた沈殿物を蒸留水に入れ攪拌洗浄したあと、再遠心分離する洗浄を13回繰り返した。洗浄した沈殿を105℃で乾燥させ、顕微鏡、SEM 及び EPMA による分析を行った。

### 2-4 凝集剤及び口過助剤を用いた上清の遠心分離

300g, 700g, 1,200g, 2,000g で5分間の遠心処理により得られたそれぞれの液層部分に対して、Table 1に示した凝集剤を1重量%となるように添加し、100 rpm で15分間攪拌した後、再度300 g, 700 g, 1,200 g, 2,000 g で遠心分離した。ここで用いた凝集剤は、処理後の液層に何も残らない事を条件に選択し、得られた液層部分の600 nm における透過率を測定した。

### 2-5 口過助剤を用いた吸引口過

2,000 g の前処理で得られた液層部分に対して、Table 1で示した口過助剤を1重量%となるように添加し、100rpm で15分間攪拌した。アドバンテック No. 2 の口紙を用い、750hpa の気圧差で吸引口過した。得られた液層部分の600 nm における透過率及び、口紙1 cm<sup>2</sup>あたりの口過速度を測定した。

Table 1. 使用凝集剤および口過助剤

試料 No	メーカー	商品名	原料	A	B	C	略称
1	DSL	カープレックス#80	二酸化ケイ素	—	2	—	#80
2	DSL	カープレックス XR	二酸化ケイ素	—	2	—	XR
3	DSL	カープレックス BS303	二酸化ケイ素	—	2	—	BS303
4	中央シリカ	シリカ300S	ケイソウ土	0.46	—	14.1	303S
5	中央シリカ	シリカ100F	ケイソウ土	0.46	—	10.6	100F
6	中央シリカ	シリカ600S	ケイソウ土	0.37	—	16.2	600S
7	武蔵野化学	武蔵野ライト1号	ケイソウ土	0.41	—	20.2	ML1号
8	武蔵野化学	武蔵野ライト3号	ケイソウ土	0.39	—	16.5	ML3号
9	三井金属	B419	パーライト	0.32	—	4.6	B419
10	三井金属	479	パーライト	0.21	—	13.3	479
11	三井金属	439	パーライト	0.22	—	12.2	439
12	三井金属	4109	パーライト	0.2	—	14.7	4109

A: ケーク嵩密度 (g/cm<sup>3</sup>), B: 密度 (g/cm<sup>3</sup>), C: 平均粒子径 (μm)

## 3. 結果と考察

### 3-1 遠心分離による固液分離

ムギ焼酎蒸留廃液の固液分離において、当然のことではあるが、遠心力が増加すると、回収される液層量は増加した。しかし、得られた液層は全量に対して70%

程度しかなかった。また、Table 2に見られるように、遠心力の増加に従って、得られる固層量の減少が見られた。これは、一見理解しがたい現象に思えるが、遠心力が増加すると、沈殿物が緻密になり、沈殿物の含水量が減少することが原因と考えられる。

Table 2 コメ、ムギ焼酎蒸留廃液の遠心分離で得られる液層、固相、乾燥固相の割合

遠心力(g)	液層(%)		湿固層(%)		透過率(%)		乾固層(%)
	ムギ	コメ	ムギ	コメ	ムギ	コメ	ムギ
300	60	95	40	5	1.0	0.5	6
700	61	95	39	5	0.8	1.0	6
1,200	65	93	35	7	0.3	1.2	6
2,000	70	92	30	8	0.2	1.3	6

乾燥した総固形物重量が6%程度であることを考慮すると、2,000g 遠心液層においても、25%程度の液体部分が沈殿側に含まれることお意味している。また、遠心分離して得られた液層は清澄ではなく、透過率を測定しても1%以下であった。

一方、コメ焼酎廃液は分離が非常に効率的に進行した。300 g 程度の低回転数による遠心分離でほとんどの固形物は沈殿することから、コメ焼酎廃液の固形物は沈殿しやすく、かつその量も非常に少ないことが明らかである。この結果は、沖縄でタイ米を原料としている泡盛の蒸留廃液が、通常的口過によって容易に固液分離され、かつ液層が健康飲料「モロミ酢」として流通・販売されている事の説明になると思われる。同時に、ムギ焼酎、イモ焼酎においても、その廃液中には、クエン酸、各種アミノ酸が含まれていることが報告されているため、効率的固液分離法が構築できれば、同様な液層利用法が開ける可能性があると考えられる。ムギ焼酎廃液に対する遠心分離の結果は、通常連続遠心分離器で得られる2,000 g 程度の遠心力では、微粒子成分を沈殿させることは出来ないことを示している。従って、こうして得られた懸濁液に対し、再度高速遠心を行い、微粒子成分を分離・検討するとともに、口過助剤の使用を検討した。

3-2 浮遊成分の検討

一旦、2,000 g で遠心分離した液層部分を、さらに5,200 g で遠心分離して得られた微粒子成分を、蒸留水で10回洗浄した。これを完全に乾燥後、光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡での観察と、EPMA での分析を行っ

た。Fig.1~3にその結果を示している。Fig.1, Fig.2からわかるように、微粒子は湿潤状態においては、かなり膨潤しなめらかな表面を持ち、乾燥すると粗い表面を持つ微粒子である。ムギから由来する物質であることを考慮すれば多数の水酸基を持つ多糖類ではないかと推定できる。

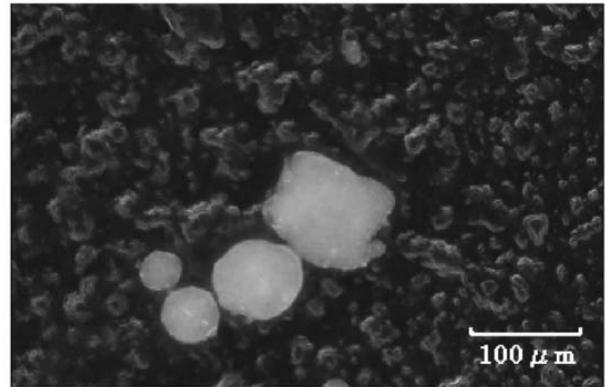


Fig. 1 微粒子湿潤状態での顕微鏡写真



Fig. 2 微粒子乾燥状態での顕微鏡写真

またこの微粒子のEPMAによる分析結果をFig.3に示す。結果は非常に単純で、この物質はほぼC, H, O

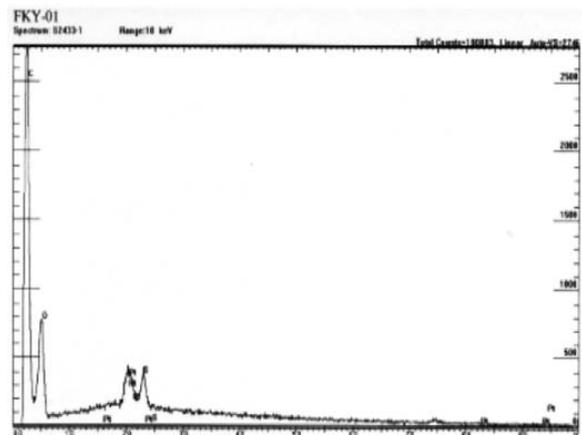


Fig. 3 微粒子乾燥状態でのEPMA分析結果

からなる物質であると考えられる。

先の結果と合わせて考えれば、非発酵性の多糖類、あるいはスベリンのような物質ではないかと考えられる。微粒子を含めた利用を考えるのであれば、こうした成分の効率的加水分解法の開発が必要になるであろう。

### 3-3 凝集剤を用いた液層の遠心処理

3-2で述べたように、遠心分離のみでは固液分離は出来ないと判断し、口過助剤を用いた液層の清浄化を試みた。Table 3に示すように、前処理としての遠心分離の重力を、300 g、700 g、1,200 g、2,000 gと設定した。それぞれの遠心分離で得られた液層部分に対して、Table 1に示した凝集剤を1重量%となるように添加し、100 rpmで15分間攪拌した。攪拌後、再度300 g、700 g、1,200 g、2,000 gで遠心分離し、得られた液層部分の600nmにおける透過率を示している。凝集剤処理において、通常であれば安価な無機系の凝集剤から始めるのが妥当な選択であるが、本研究においては液層部分の食品への展開を考慮し、凝集剤成分が口液へ溶出しなことを前提に、その選定を行った。

ムギ焼酎廃液の処理においては、No 1 (カープレックス#80:DSL社)が最も高い効果を示し、No 9 (B419:三井金属)、No 10 (479:三井金属)の2種がそれに続く凝集活性を示した。このNo 1凝集剤処理によるムギ焼酎廃液の透過率の向上は著しく、前処理の回転数が低い場合においても十分な性能を有していた。No 9、No 10の凝集剤は、前処理の回転数が2,000 gと大きい場合にだけ有効であった。最終の透過率は

74%程度であったが、これは廃液自身が薄い褐色を呈していたことが原因であり、非常に清澄な液層が得られている。米焼酎廃液の処理においても、やはりNo 1の凝集剤処理が最も有効であり、次にNo 9の凝集剤に効果があった。全般的に測定値がばらついているが、これは上清部分をデカンテーションにより分取したため、分取を止めるタイミングに大きく影響されたものである。最も効果の高かったカープレックス#80と微粒子補足後の顕微鏡写真をFig. 4とFig. 5に示す。



Fig. 4 微粒子捕捉前カープレックス#80の顕微鏡写真



Fig. 5 微粒子捕捉後カープレックス#80の顕微鏡写真

Table 3 前処理した麦・米焼酎蒸留廃液上清部分を凝集剤で処理後、遠心分離して得られた上清の600nmにおける透過率 (%)

凝集剤	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5	No.6	No.7	No.8	No.9	No.10	No.11	No.12	Control	
														前処理 (g)
300	300	62.4 53.8	1.8 5.7	0.1 3.4	2.8 11.7	0.2 30.0	1.4 3.1	0.1 2.2	0.1 2.2	1.0 22.3	3.3 5.7	0.1 6.5	0.1 6.2	0.4 0.5
	700	62.7 58.3	1.4 13.3	0.2 6.9	7.3 13.9	0.1 31.4	0.1 4.0	0.1 6.9	0.2 7.1	1.6 29.4	5.8 12.0	0.2 15.2	0.2 13.9	0.5 1.0
	1200	55.4 59.8	0.6 15.3	0.2 13.4	8.6 25.5	0.2 50.1	0.1 6.0	0.2 9.6	0.3 3.8	2.9 44.2	8.7 21.0	0.2 24.3	0.3 24.2	0.5 1.2
	2000	56.9 64.4	0.6 19.1	0.3 14.0	7.4 28.3	0.2 49.3	0.1 8.5	0.3 14.5	0.4 8.1	3.0 47.6	13.8 16.1	0.3 32.3	0.4 30.9	0.4 1.3
700	300	62.4 48.9	0.4 7.7	0.1 5.7	5.0 14.8	0.2 39.3	0.1 4.6	0.1 3.3	0.2 9.4	1.2 20.4	5.6 6.9	0.1 5.3	0.1 5.4	0.4 0.5
	700	57.9 48.3	3.7 13.6	0.2 9.2	6.2 20.9	0.2 41.1	0.1 4.8	0.2 7.7	0.2 13.4	2.8 35.9	12.4 13.2	0.2 11.6	0.2 10.5	0.8 1.0
	1200	51.1 52.5	3.5 16.1	0.2 14.9	9.7 33.2	0.2 53.2	0.1 7.4	0.2 11.3	0.3 16.3	2.9 49.9	11.1 15.3	0.3 19.9	0.4 24.2	0.9 1.2
	2000	52.0 54.2	3.2 20.1	0.3 16.6	7.3 24.9	0.2 51.2	0.2 10.1	0.7 12.8	0.6 17.9	2.6 45.3	10.4 19.8	0.4 28.0	0.6 26.0	2.0 1.3
1,200	300	68.2 37.6	0.3 7.2	1.9 4.7	11.8 7.0	3.1 19.8	0.2 4.1	0.1 4.0	0.1 3.2	0.1 20.0	0.2 6.9	0.1 4.2	0.2 4.1	0.2 0.5
	700	66.0 46.1	1.2 11.8	4.6 8.6	17.1 7.9	4.4 20.4	0.3 3.9	0.1 7.6	0.2 4.5	0.2 35.6	0.3 10.9	0.2 9.1	0.6 6.8	0.3 1.0
	1200	64.6 50.0	1.1 16.1	9.7 11.3	27.4 15.5	4.5 29.1	0.3 5.3	0.2 10.4	0.3 2.9	0.2 44.3	0.5 13.2	0.3 17.7	1.4 18.8	0.8 1.2
	2000	67.9 37.0	2.2 19.3	16.0 12.7	35.2 17.4	2.8 31.3	0.2 6.7	0.3 13.1	0.4 5.3	0.4 46.7	0.6 19.9	0.5 21.4	2.7 23.8	0.8 1.3
2,000	300	73.7 51.2	1.0 7.3	0.2 4.7	10.8 3.2	0.3 6.3	0.1 2.1	0.2 2.9	0.3 21.7	41.5 15.6	66.0 7.1	0.2 12.5	0.2 11.4	0.4 0.5
	700	74.5 54.0	24.3 12.5	0.2 7.5	11.1 4.6	0.3 8.1	0.1 2.7	0.2 7.3	0.2 29.3	40.5 23.1	52.0 8.9	0.2 19.2	0.2 15.6	1.4 1.0
	1200	74.5 56.2	29.2 19.3	0.3 8.7	15.7 7.6	0.5 9.5	0.2 3.6	0.2 11.3	0.5 31.9	57.4 45.2	61.9 12.4	0.4 30.4	0.6 30.6	10.9 1.2
	2000	74.1 43.5	22.8 19.4	0.4 10.8	17.3 8.5	0.3 9.4	0.3 3.2	0.4 13.3	0.7 40.3	67.8 39.0	69.2 17.9	0.9 34.2	0.8 28.6	5.9 1.3

綿状のカープレックス#80凝集剤が、効率よく微粒子を捕捉している事が明らかである。

以上の結果は、カープレックス#80を用いることで、連続遠心分離装置で使用可能な遠心力内の迅速かつ食品として転用可能な形での固液分離が可能になったことを示している。

### 3-4 口過助剤を用いた液層の処理

口過助剤という言葉と凝集剤という言葉を使い分けた形となっているが、沈降速度が速くなり、かつ口過されやすくなるという表現で分けているだけで、両者とも小さな粒子を捕捉して大きな粒子となるという点では同一である<sup>10)</sup>。実験室的には、口過で分けることが出来れば処理が簡単になるという観点から、各口過助剤で処理した液の口過特性と口液の透過率を測定した。この実験においては、前処理の遠心力を2,000 gとし、加えた助剤の量は1重量%、攪拌時間15分を使用した。Table 4にその結果を示している。

Table 4 口過助剤処理後の透過率(660nm)と口過速度

凝集剤	No 1		No 2		No 3		No 4		No 5		No 6	
	麦	米	麦	米	麦	米	麦	米	麦	米	麦	米
透過率(%)	78.1	84.9	28.1	0.3	10.5	67.5	59.4	23.4	80.3	72.1	5.3	83.4
口過速度(ml/cm <sup>2</sup> )	0.7	0.9	3.1	0.8	2.0	1.2	3.3	2.0	3.0	1.9	3.3	2.1

凝集剤	No 7		No 8		No 9		No10		No11		No12	
	麦	米	麦	米	麦	米	麦	米	麦	米	麦	米
透過率(%)	7.1	59.4	67.3	61.5	80.1	45.3	4.3	80.5	9.4	26.0	7.5	1.7
口過速度(ml/cm <sup>2</sup> )	3.3	1.7	3.3	2.2	3.3	2.4	3.3	2.0	3.3	2.0	3.3	1.9

遠心分離で最も効果があった No 1 (カープレックス #80) は、口液の透過率は高かったものの、口紙の 1 cm<sup>2</sup> あたりの口過速度は 1 ml/cm<sup>2</sup>・sec 以下と低いものであった。これに対し No 9 (B419) は、口過速度が No 1 の 3 倍以上と非常に速いだけでなく、濾液の透過率も 80% 以上と優れた能力を持っていた<sup>11)</sup>。口過処理においては、No 5 の口過助剤であるシリカ100F も高い能力を示した。Fig. 6 に口過処理で最も効果の高かった口過助剤 B419 の SEM 写真を示す。この写真からわかるように、この助剤は非常にバルキーで、かつ平均粒子径が 4.6 μm と小さな口過助剤である。

B419 の次に活性が高かったシリカ100F の平均粒子径が、B419 の次に小さい 10.6 μm であることは、口過特性の向上には助剤の平均粒子径が大きく関与しているように思われる。小さい割に非常にバルキーな構造を

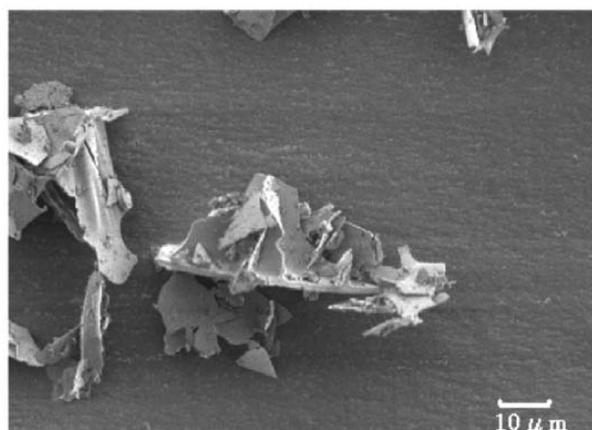


Fig. 6 口過助剤 B419 の SEM 写真

持つ助剤が、口過層を作りかつ目詰まりを防いでいると考えられる。

以上述べたように、本研究では汎用される連続遠心装置の能力の範囲内で清澄な液層を得るための前処理条件と有効な凝集剤の組み合わせを検討し、通常的口過装置で清澄な液層が得られる前処理条件と凝集剤の組み合わせ明らかにすることが出来た。得られた清澄な液層の写真を Fig. 7 に示す。今後はこうして得られた清澄な濾液の、有効利用法の開発へ研究をシフトさせていく予定である。

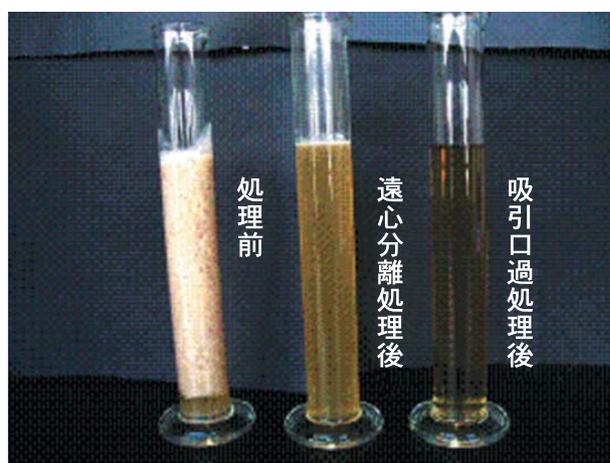


Fig. 7 口過処理後の焼酎廃液 (左から原液, 2,000 g 遠心後, B419 口過後)

## 4. 謝 辞

本研究は、文部科学省「私立大学学術研究高度化推進事業・ハイテク・リサーチ・センター整備事業」の援助のもとに行ったものである。

また本研究を行うにあたり、試供品を提供していた

だいた各社,並びに,有益な助言を頂いた宇部興産〔株〕の福田博士に感謝いたします。

This work was supported by “High-Tech Research Center” Project for Private Universities: Matching fund subsidy from MEXT (Ministry of Education, Culture, Sports, Science and Technology) 2005-2009.

## 参考文献

1. 小森 崇弘, 鳥居修一, 矢野利明, 守田和夫, 焼酎廃液の嫌気性消化によるメタンガスの発生特性, 鹿児島大学工学部研究報告, **44**, 7-10.
2. 白井義人, 焼酎廃液の凍結処理, 別冊化学工業, **46**, (1), 279-284, 2004
3. 相沢大器, 食品産業廃棄物のメタン発酵技術, 環境技術, **32**, (8), 623-627, 2003
4. 小森崇弘, 鳥居修一, 矢野利明, 守田和夫, 焼酎廃液の嫌気性消化によるメタンガスの発生特性, 鹿児島大学工学部研究報告, **44**, 7-10, 2003
5. 望月博昭, 宮部芳照, 本田克美, 糸瀬博明, 焼酎廃液の固液分離, 機械学会論文集 **B**, 68, 461-468, 2002
6. 山下実, 焼酎粕処理の現状と課題, 伝熱, **39**, 23-27, 2000
7. 後藤元信, 超臨界技術による廃棄物の資源化, ケミカルエンジニアリング, **44**, (3), 220-225, 2005
8. 内田英男, 駒形恭美, 内田真由, 佐沢行広, 鳥原誠, 山田正人, 金 宣淑, 焼酎廃液の陸上処理の検討, イングスト, **12**, 5, 68-76, 1997
9. 間世田春作, 浜崎幸男, 武宮重人, 小幡孝之, 高峯和則, 瀬戸口真治, Trichosporon M111株を用いた甘藷焼酎蒸留排液の固液分離, 日本醸造協会誌, **89**, (4), 315-320, 1994
10. 杉本 泰治, 濾過—メカニズムと濾材・濾過助剤, 地人書館 (1992/11), ISBN-10: 4805204214
11. パーライト系ろ過助剤, 三井金属工業株式会社 <http://www.mitsui-kinzoku.co.jp/project/perlite/pdf/rokahelp.pdf>