

高性能遠心抽出装置

High Efficiency Centrifugal Extractor

抗生物質、金属製錬をはじめとする各種抽出プロセスに用いられてきた従来の遠心抽出機は、その内部構造が開口比3～5%程度の多孔円筒方式であるため、固形物が詰まりやすく、その洗浄にもかなりの時間がかかっていた。遠心抽出装置の用途拡大には固形物が詰まらない構造、また万一詰まっても洗浄しやすい構造、更に従来品以上の高性能であるなどの要求が高まってきた。

日立製作所は、これらの要求を満足させるため、固形物対策(E形)及び高性能化(U E形)の開発に成功したので紹介する。固形物対策としては、軸心に対し傾斜面をもったVリング構造により固形物の流動を容易とした。高性能化に対してはロータを幅方向に小幅に仕切壁効果を与えることとした。以上の方法により上記要求を満足する装置の開発に成功した。

藤原清志* Fujiwara Kiyoshi

吉永正二** Yoshinaga Shôji

1 緒 言

各種プロセスは省資源、資源回収、資源の有効利用、公害防止などの社会的ニーズの変化、及び資源の低品位化に伴い省エネルギー形プロセスの採用に移行しつつある。このような趨勢のなかで、抽出という単位操作の適用分野が拡大してきている。

日立製作所は、これまで米国リキッドダイナミックス社との技術提携による遠心抽出機を製作販売してきたが、上記のようなニーズの拡大に対応するため更に高性能の装置開発が必要となってきた。すなわち、金属の抽出製錬、廃液からの有効物質の抽出回収など、処理液中に固形物を含有するか抽出時固形物を生成するような用途に対し、固形物が更に詰まりにくい構造、及び更に高性能の装置である。ここでは、従来品の機能を更に改良した高性能遠心抽出装置(図1)を開発

したのでその原理、構造、性能、適用分野などにつき以下に詳述する。

2 遠心抽出装置とその問題点

液液抽出操作とは、着目成分(抽質)を溶解した原溶媒と原溶媒に溶解せず抽質だけをよく溶解する溶剤(抽剤)との2液を直接接触させて、着目成分である抽質を抽剤側へ移動させて分離する単位操作である。この操作を行なう装置としては、重力場で行なうミキサセトラ、攪拌式抽出塔、多孔板又は充填式抽出塔など、遠心力場で行なう遠心抽出機とその種類は多い。遠心力場で操作される遠心抽出機は、米国のPodbielniak遠心抽出機が元祖であり、これを部分的に改良した数種類が市場に提供されている。これら従来形遠心抽出機は、図2に一例を示すように内部に同心状多孔円筒を配置し、それを貫通して放射状に導液管が取り付けられている。

接触する2液のうち比重の大きい液(重液)は、回転軸を経て導液管を通り、ロータ内周側からロータ内に送入される。比重の小さい液(軽液)は、回転軸を経て導液管を通り、ロータ外周側から送入される。ロータはトルクコンバータ付電動機で駆動され、ロータ外周周速が約100m/sで回転する。ロータ内の液には遠心力が与えられ、重液はロータ外周へ向かって流れ、軽液はロータ内周へ向かって流れる。このとき、重液、軽液の2液は多孔円筒の小孔を向流し、2液の混合が行なわれる。混合が終了した重液、軽液は、それぞれロータ外周、内周で清澄され排出される。従来形装置では、各機種とも基本的には上述の構造(多孔円筒)となっており、抽出性能はロータ直径で定まり、処理量はロータ幅により定まることになっている。

これら従来形装置での問題点としては、処理液中に固形分が存在するか又は抽出時固形物が生成する場合に固形物が同心状多孔円筒内に詰まりやすく洗浄にも時間がかかっていた。

この点を改良し、更に装置コスト低減を図るため、同一ロータ径での抽出性能を向上させ、小形で安価な装置にできればなお好ましい。

以上の問題点は、抗生物質抽出、金属の抽出製錬及び廃液

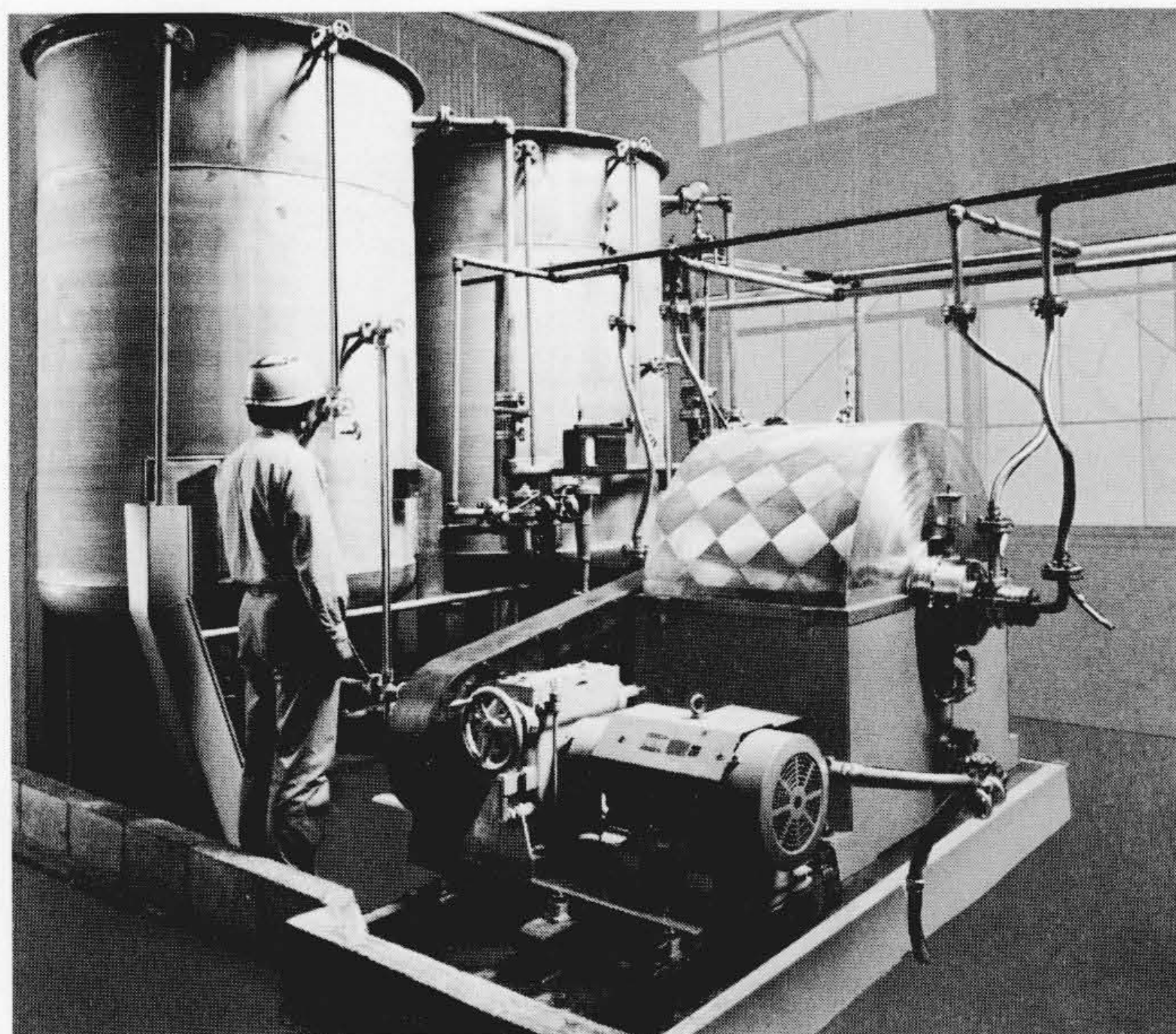


図1 高性能遠心抽出装置の外観 本図の形式はEM-15形であり、仕様としては回転体直径は1,000mm、回転体内幅は150mm、回転数は1,900rpm、駆動馬力は15kW、材質はSUS316である。

* 日立製作所笠戸工場 ** 日立製作所機械研究所笠戸研究部

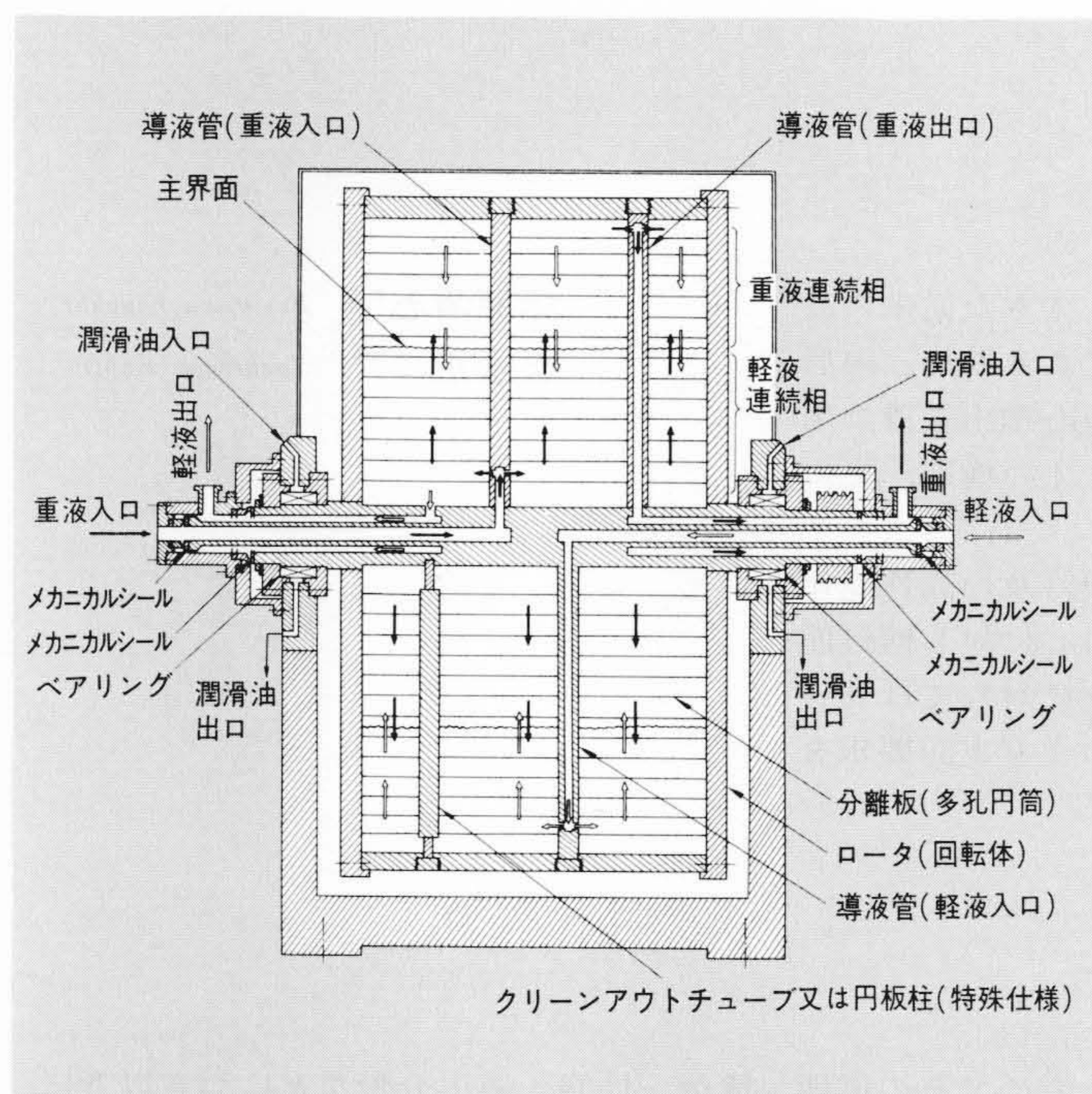


図2 従来形遠心抽出機断面図 内部構造は、同心円状多孔円筒と放射状に取り付けた導液管とから構成されている。

処理の分野では固形物対策に、その他固形物を生じない分野では抽出性能の向上に目標を置いて開発に取り組んだ。

3 高性能遠心抽出装置

日立製作所は、前述の問題点解決を目標として従来装置の性能を大幅に上回る高性能遠心抽出装置を開発したので、その特性について述べる。

3.1 高性能遠心抽出装置E形

高性能遠心抽出装置E形（以下、高性能E形と略す）は、処理液中に固形物を含むか又は抽出時に固形物を生成する分野に対して用いるために開発したものである。その構造は、図3に示すように内部構造物として同心円状のV形リングを用い、それらV形リングの隣接する部材との間に円周方向のスリットを形成させたことを特長としている。V形リングの開く方向は、固形物の流れる方向に開くような形状とし固形物の流れをスムーズに流れるよう配慮した。

図4に基づき内部液の流れを説明すると、主界面から外周寄りには重液連続相中を軽液が分散液滴となって内周側へ移動し、Vリング部分で合一し再びスリット部で再分散を繰り返す。主界面から内周側では軽液連続相中を重液の分散液滴が外周へ向かって流れる。このような液流れに対しVリングの働きは、(1)半径方向の流れに対し流路がスリット部で縮小され、スリットを通過後は拡大する。流路が拡大、縮小することにより2液の混合を良好にさせる。(2)Vリングにより液の幅方向流れが均一になるため、偏流現象が少ない。(3)Vリングの傾斜部分により、固形物を外方へ移動させる分力が作用するなどである。従来の多孔円筒方式では、遠心力は円筒の各面に対し直角に作用するため、固形物を多孔円筒の開口部へ流す力（軸方向及び円周方向）は作用しないので固形物の詰まりが生じやすいが、Vリングはこの弱点を完全に克服したといえる。

3.2 高性能遠心抽出装置UE形

高性能遠心抽出装置UE形（以下、高性能UE形と略す）では、固形物対策は無視し、抽出性能向上だけを考慮した。よって、このUE形の適用分野は高性能を必要とし、かつ固形物の存在しない液-液系に限定される。

図5の断面図に示すように、幅方向を仕切板で仕切って隔室を形成させた多孔円筒方式である。この方式によると、多

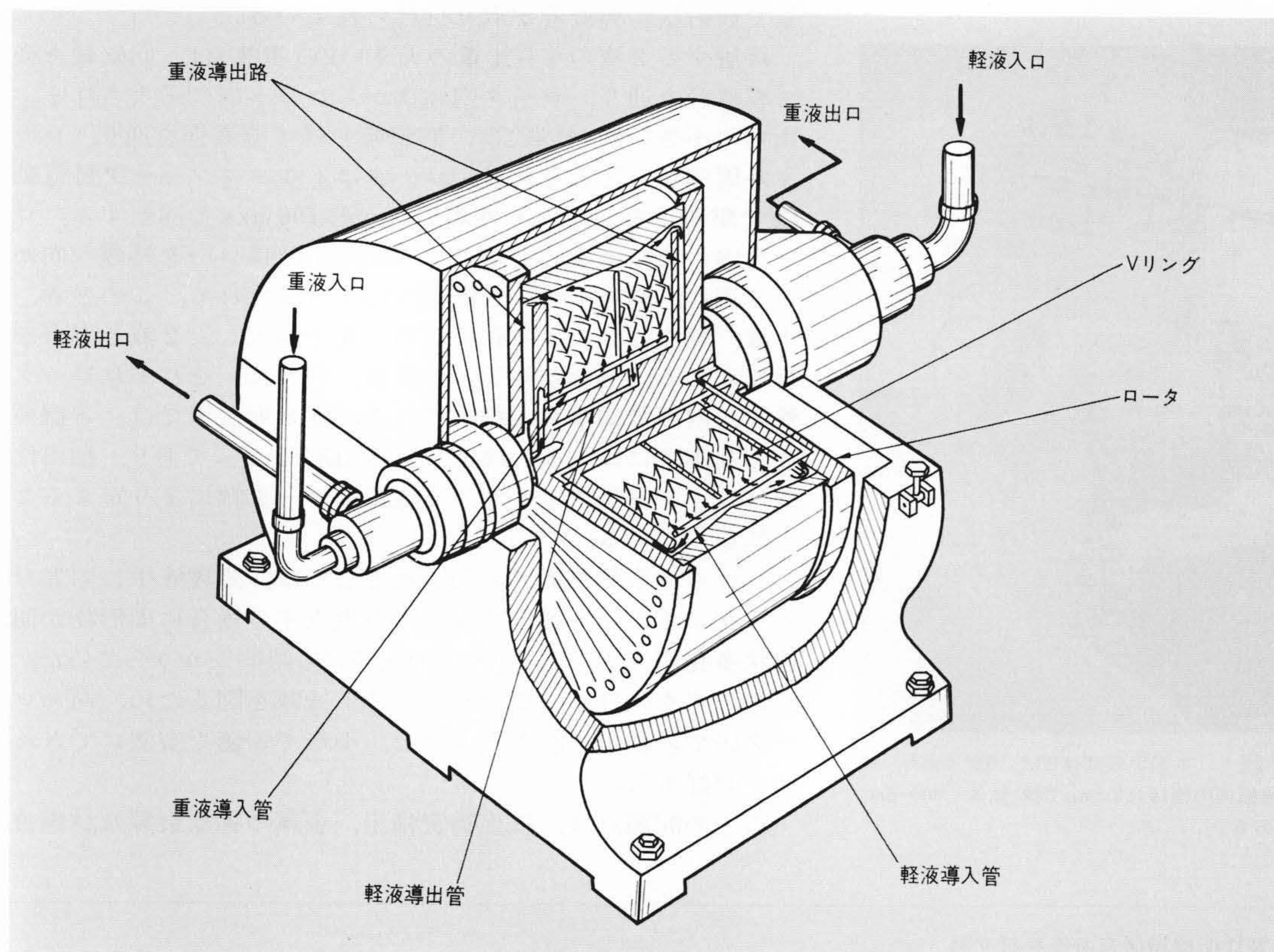


図3 高性能遠心抽出装置E形 Vリングでスリットを形成させ、固形物の排出を容易とした。

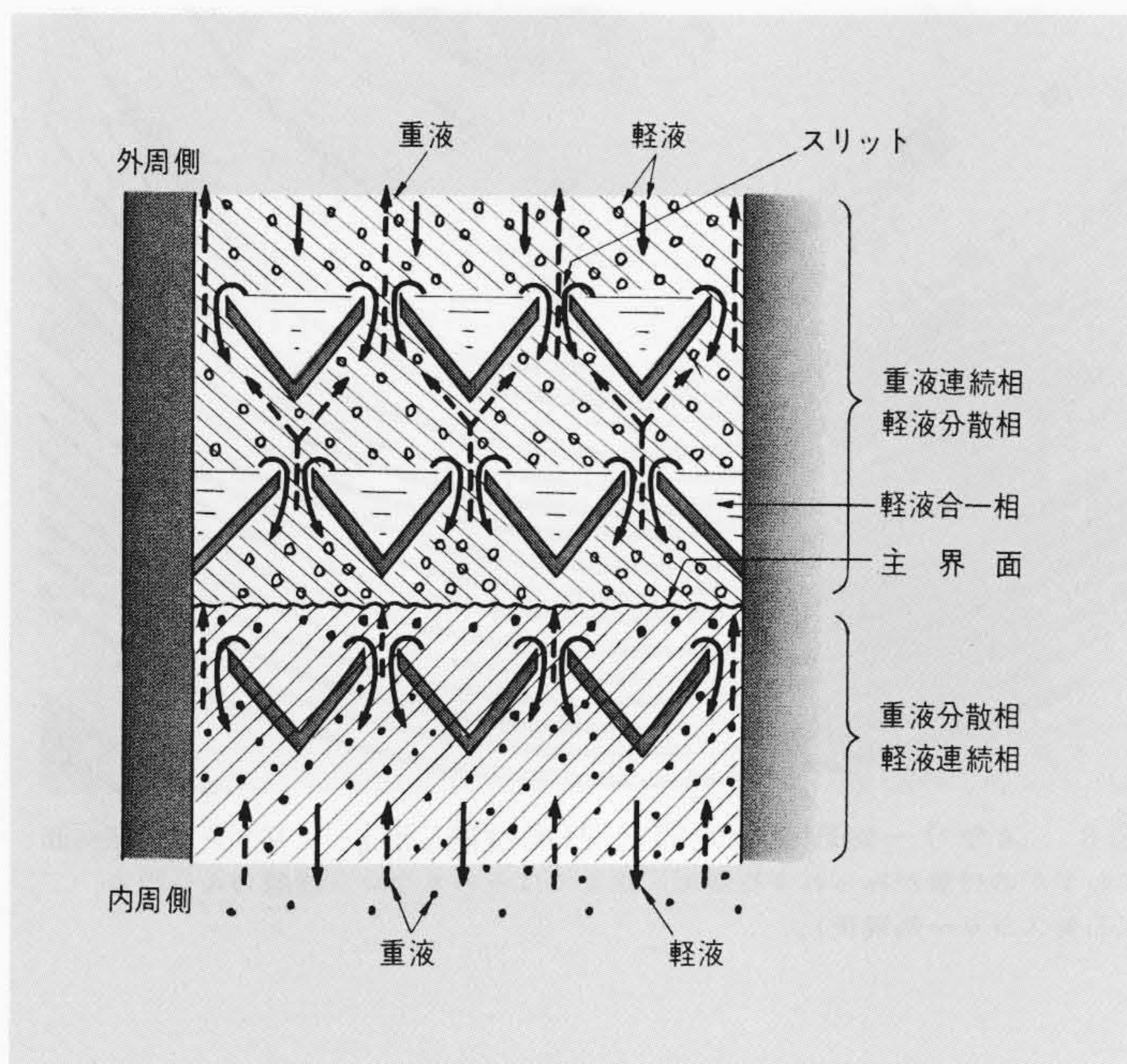


図4 Vリングスリット部の液流れ(高性能E形) 主界面より外周では、軽液の分散液滴はVリングで捕集されて合一し、更にスリット部で再分散する。

孔円筒の幅は小さく遠心力による変形も小さいため、液の偏流が起こりにくい。また、一般の塔でもみられるように小径の塔は大径の塔に比べ高性能が得られるが、このUE形で隔室に仕切ることにより小幅の装置を軸方向に連ねたと同じ効果が得られる。以上述べたように、偏流防止、小幅による壁効果を合わせ与えることにより従来装置に比べ大幅な抽出性能の向上を得ることができた。

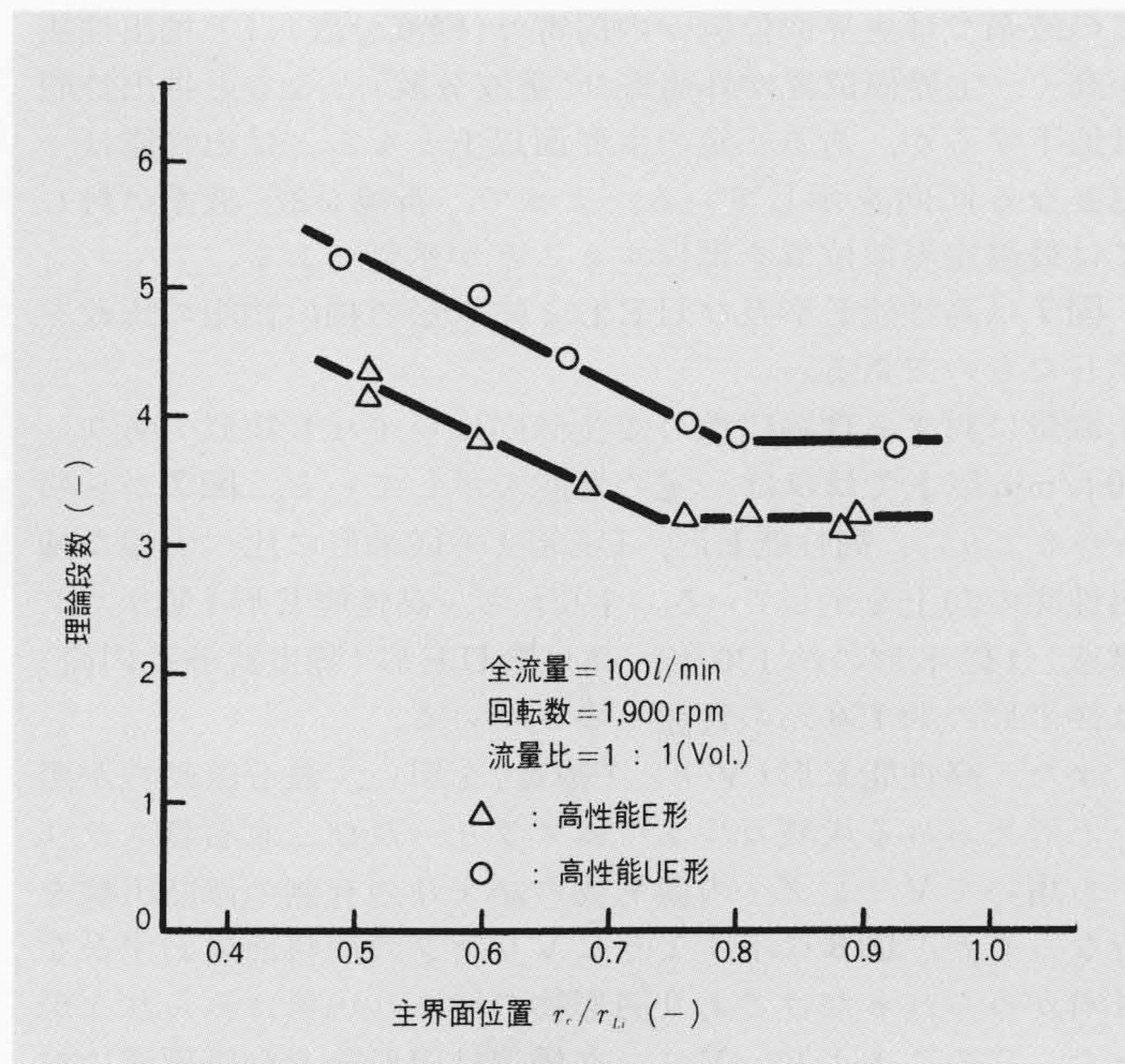


図6 主界面位置と抽出性能の関係 主界面位置 r_c/r_{Li} で r_c は主界面位置半径, r_{Li} は軽液入口位置半径を示す (r_c/r_{Li} は圧力関係から換算)。

4 高性能E形及びUE形の抽出性能

日立製作所は液-液系として、水-n-ブチルアミン-燈油系を用い、上記高性能形の抽出性能を大形装置(回転体内径: 914 mm, 回転体内幅: 150 mm)を用いて把握した。

図6は高性能E形及びUE形での主界面位置と理論段数の関係を示したものであるが、両形式とも類似の傾向を示し、

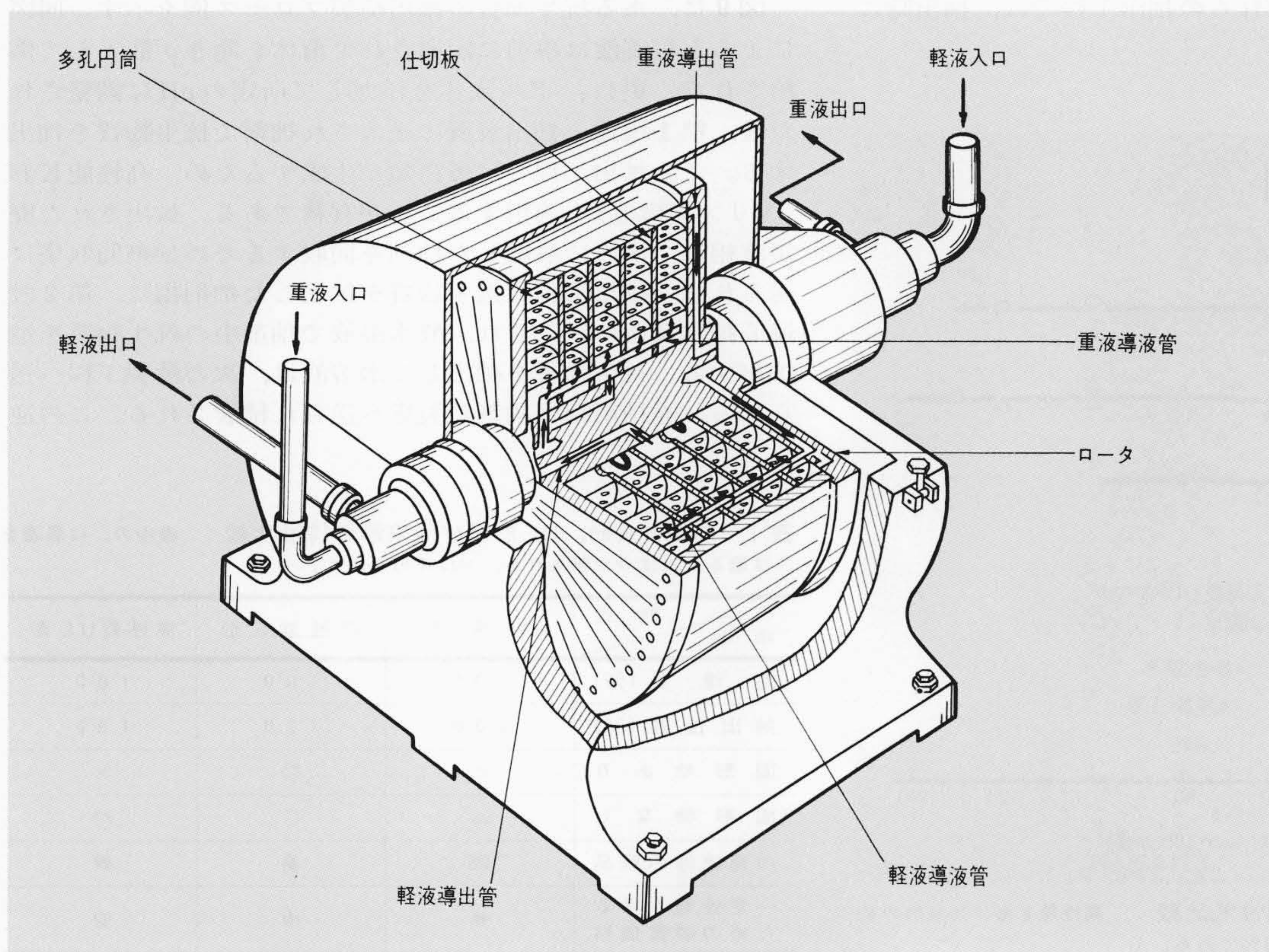


図5 高性能遠心抽出装置 UE形 幅方向を仕切板で仕切って隔室を形成し、それぞれの室に幅の狭い多孔円筒を設ける。

この液系では主界面位置が内周寄り(軽液分散)ほど抽出性能が高く、主界面位置が外周寄り(重液分散)となると抽出性能は低下するが、ある一定の主界面以上となると抽出性能は一定となる傾向を示している。よって、新規な液-液系に対しては最適主界面位置を把握することが重要である。

図7は高性能E形及びUE形と従来形の抽出性能の比較を示したものである。

流量に対する理論段数の変化傾向はいずれも類似であり、50 l/min以上ではほぼ一定の性能を示している。図7から明らかなように、高性能E形、UE形とも従来形に比べ大幅な抽出性能の向上を示している。すなわち、高性能E形(Vリング構造)は従来形の約130%、高性能UE形(隔壁式多孔円筒)は従来形の約150%の性能となっている。

また、高性能E形(Vリング構造)を用い、最も流動性が悪いと考えられる炭酸カルシウムスラリー及び二水石膏スラリーを用いてVリングへの固形物の詰まりの有無の確認実験を行なったが、図8に示すようにVリングの傾斜面にわずかな付着がみられるだけであり固形物の詰まり現象はみられなかった。このことより、Vリング構造は固形物含有処理液に対し十分適用できることが確認できた。

表1に高性能E形、UE形及び従来形の特性比較を示す。

5 高性能遠心抽出装置の応用プロセス

前述のように高性能遠心抽出装置の適用分野は、抽出性能の大幅向上及び固形物対策がなされたことにより、従来装置に比べ大幅に拡大したといえるであろう。

5.1 医薬品の抽出精製

遠心抽出装置は、元来ペニシリンの抽出用として開発された装置であり、抗生物質、ビタミンなどの医薬品の精製に用いられることは従来からよく知られた分野である。抗生物質は不安定な物質であり、短時間処理の必要性及び乳化現象が起こるので遠心分離の必要があるなどのため、ペニシリンをはじめとする各種抗生物質の抽出には、従来形の遠心抽出装置が多数適用されてきた。これらの抽出工程では、抽出時に

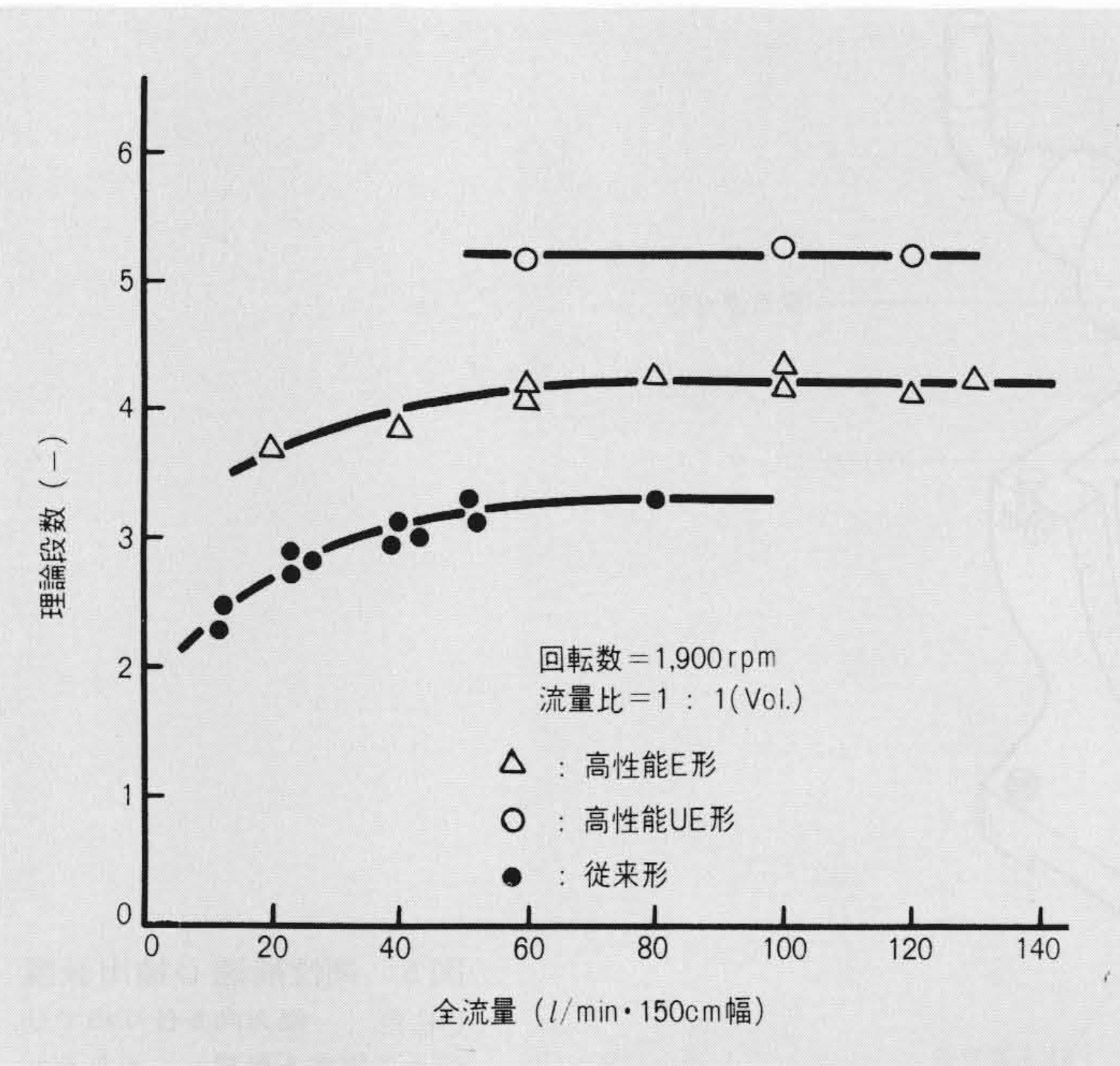


図7 従来形と高性能形の抽出性能比較 高性能E形は従来形の約130%、高性能UE形は従来形の約150%である。

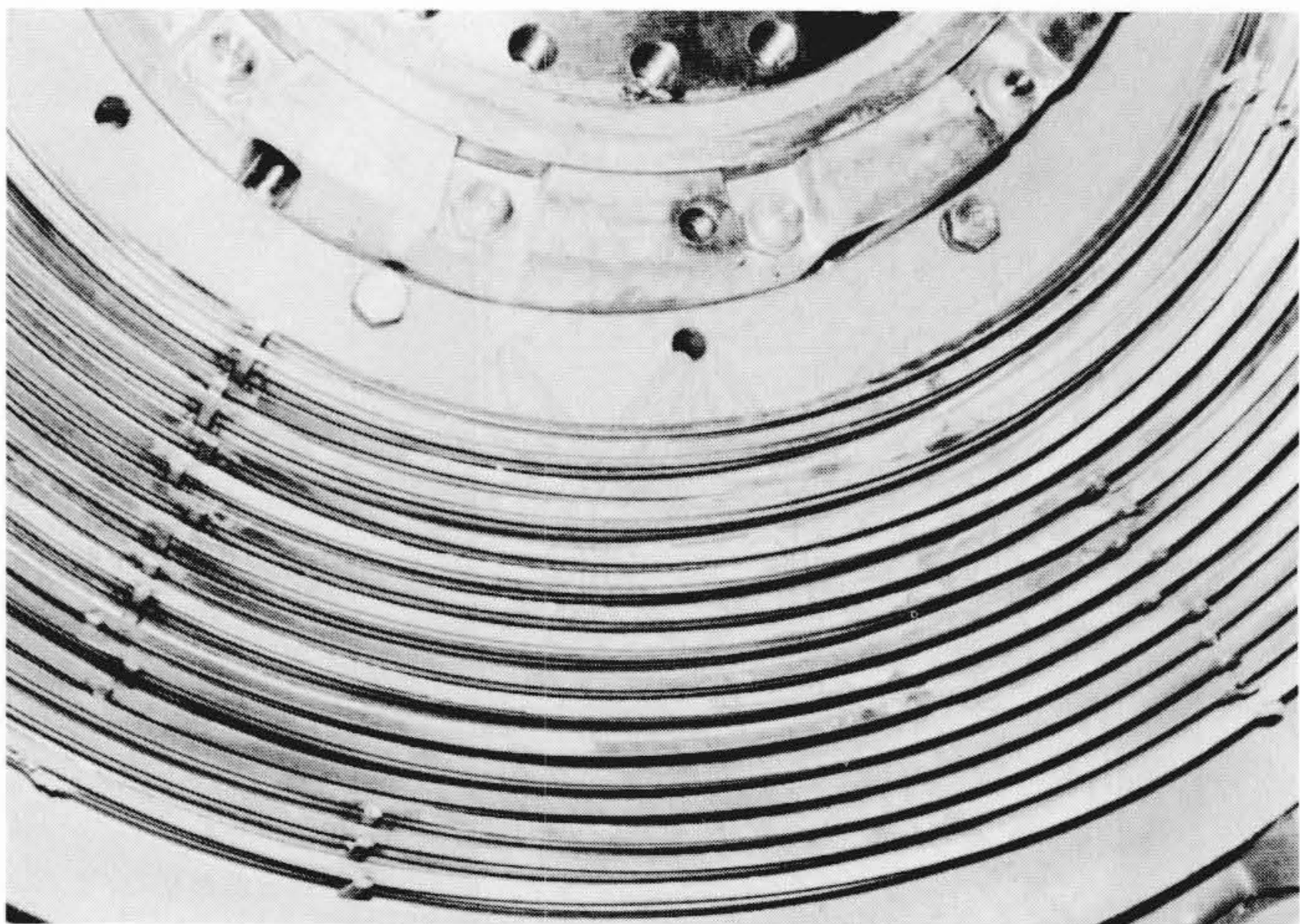


図8 スラリー処理後の内部状況(高性能E形) Vリングの傾斜面にわずかの付着がみられる程度で、詰まりはみられない(炭酸カルシウム、二水石膏スラリー処理後)。

培養液中の蛋白類が生成する場合が多い。この生成した蛋白は、抽出後の抽残培養液とともに一部排出されるが、大部分は多孔円筒部に詰まるため1ロット処理後、4~5 MPa {40~50 atm} の高圧水で洗浄を行なっているのが現状である。この蛋白の生成量は培養条件、抗生物質の種類により大幅に異なるが、多量に生成する場合には短時間でロータ内に蛋白が詰まり、抽出性能の低下、液の分離不良を起こすため、遠心抽出装置の適用が困難な場合もあった。

今回開発したVリング構造の高性能E形(図3)の出現により、抗生物質の抽出工程で洗浄などの操作が容易となり、また多量の蛋白を生成する培養液への遠心抽出装置の適用が可能となった。抽出性能も従来形に比べ30%程度向上したため、適用装置もロータ直径が小形の装置でよく、価格的に大幅低減となる。

図9に、ある抗生物質の抽出精製プロセス例を示す。同図によると培養液は事前に汙過されて菌体を除き汙液として供給される。更に、アルカリを添加して所定のpHに調整された後、第1段遠心抽出装置に送入され抽剤で抗生物質を抽出する。この抽出工程では蛋白類が生成するため、高性能E形(Vリング構造)を適用することが有利である。排出された廃汙液相は、汙液に溶解した抽剤を回収するため抽剤回収塔に送られる。抽出工程で抗生物質を抽出した抽剤相は、第2段遠心抽出装置に送入され、酸水溶液で抽剤中の抗生物質を逆抽出する。抗生物質を抽出した水溶液は、次の精製工程へ送られる。廃抽剤相は抽剤精製塔へ送られ精製される。この逆

表1 高性能E形、UE形及び従来形の特性比較 表中の○は最適を、○は適を、△はやや難ありを、×は不可を示す。

項目	従来形	高性能E形	高性能UE形
処 理 量 (%)	100	100	100
抽 出 性 能 (%)	100	130	150
固 形 物 あ り	△	◎	×
固 形 物 な し	△	○	◎
内 部 洗 浄 の 難 易	難	易	難
一定性能を得るための装置価格	高	中	安

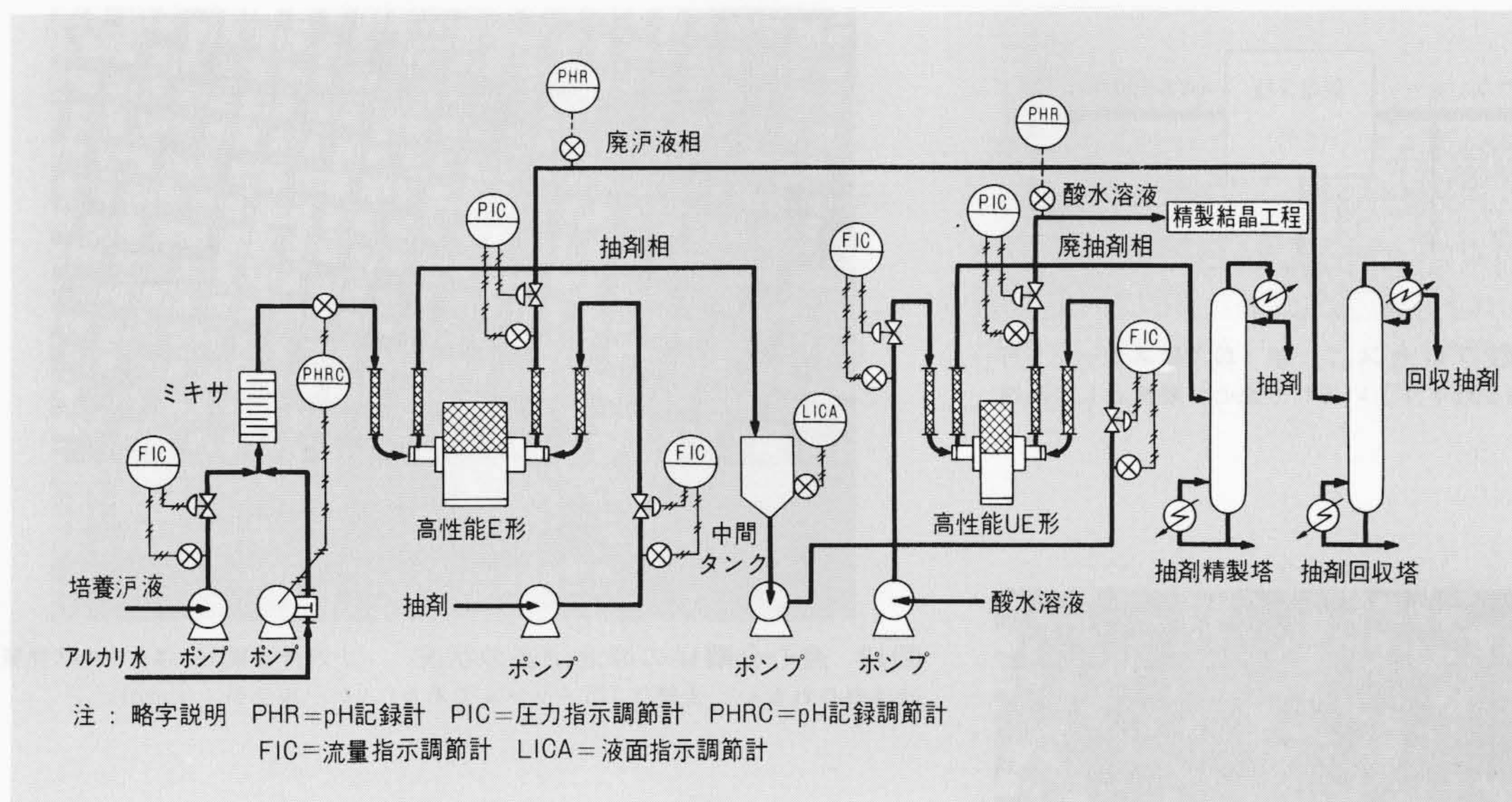


図9 抗生物質の抽出精製プロセス 1段目の抽出は、蛋白が生成するため、Vリング構造のE形とし、2段目の逆抽出は蛋白の生成がないため高性能UE形とすることにより装置が小形となり、経済的である。

抽出工程は固形物の生成がないため、高性能UE形を用いればロータ径の小形のものを採用できるため経済的に有利であるといえる。

5.2 金属の抽出製錬プロセス

近年、非鉄金属関連で原鉱石の有価金属の品位が低下してきている。このため、従来見逃されてきた微量の金属も完全に回収しようという状況にあり、その回収方法として溶媒抽出法の採用が拡大しつつある。更に、(1)抽出剤(Extractant)が高価であることから、抽出剤の損失を極力最小限にとどめること、(2)抽出時乳化現象があること、(3)目的の金属を効果的に抽出する(選択性の向上)こと、(4)高価な抽出剤の仕掛量の減少、などの要求から高い遠心力をもち、装置容積が小さく短時間の接触が行なえる遠心抽出装置に目が向けられている。対象金属としては、ウラン、トリウム、ニッケル、コバルト、希土類金属、モリブデン、バナジウム、亜鉛などがある。これら金属の抽出製錬への拡大要因としては、抽出剤の価格、抽出装置及び付属装置価格並びにランニングコストが重要と考えられるが、高性能遠心抽出機の開発は装置コストの低減、及びランニングコストの低減に役立つといえる。

金属抽出での問題は上記のとおりであるが、運転上の問題としては、浸出液中の微量の固形物(微粒砂)、及び金属反応物の溶剤への不溶解による固形物の析出などによるロータの詰まり、水溶液相と溶剤相界面に生成する固形物の蓄積などがある。このようなプロセスに対しては、図3に示すVリング構造の高性能E形を適用すれば、従来形の適用に比べて抽

出性能、固形物排出、ロータ洗浄のいずれの観点からみても有利であるといえる。

図10に金属抽出の代表的なプロセスとして、ウラン抽出プロセスを示す。この場合、遠心抽出装置の採用により有機溶剤の仕掛量はミキサセトラと比較すると $\frac{1}{10}$ ～ $\frac{1}{20}$ の少量で済み、ウラン抽出工程での鉄などの不純物の抽出量もミキサセトラの約半分である。一般に金属抽出プロセスでは、抽出工程、洗浄工程及び逆抽出工程により構成されており、図10と同様の構成となる。

5.3 油中の脱スラッジ・脱塩プロセス

発電用燃料としての原油、重油のウェートは、全発電用燃料に対し重油44%、原油32%(1977年度)²⁾であり、昨今はエネルギー源の脱石油化の趨勢にあるものの、まだ石油に対する依存度は高い。

これら原油、重油からの脱水、脱スラッジ、脱塩などの要求が燃焼器側から生じてくる。これらの要求に対し、前述の高性能E形が適応でき、そのプロセスの一例を図11に示す。同図によると、第1段の脱スラッジ工程で原油中の水分、スラッジを遠心分離することにより(遠心力による加速度 $15,000 \sim 40,000 \text{ m/s}^2$ {約 $1,500 \sim 4,000 \text{ G}$ })原油中の水分は約 $800 \sim 1,000 \text{ ppm}$ となり、Na分も $2 \sim 5 \text{ ppm}$ と低下する。この脱スラッジ工程での分離前原油と分離後の原油を325メッシュの金網2枚を重ねて濾過した状態を図12、13に示す。

図12(a)ではワックス状物質が金網上にみられ、同図(b)はこれを燃焼させた写真を示したものである。処理前原油では、

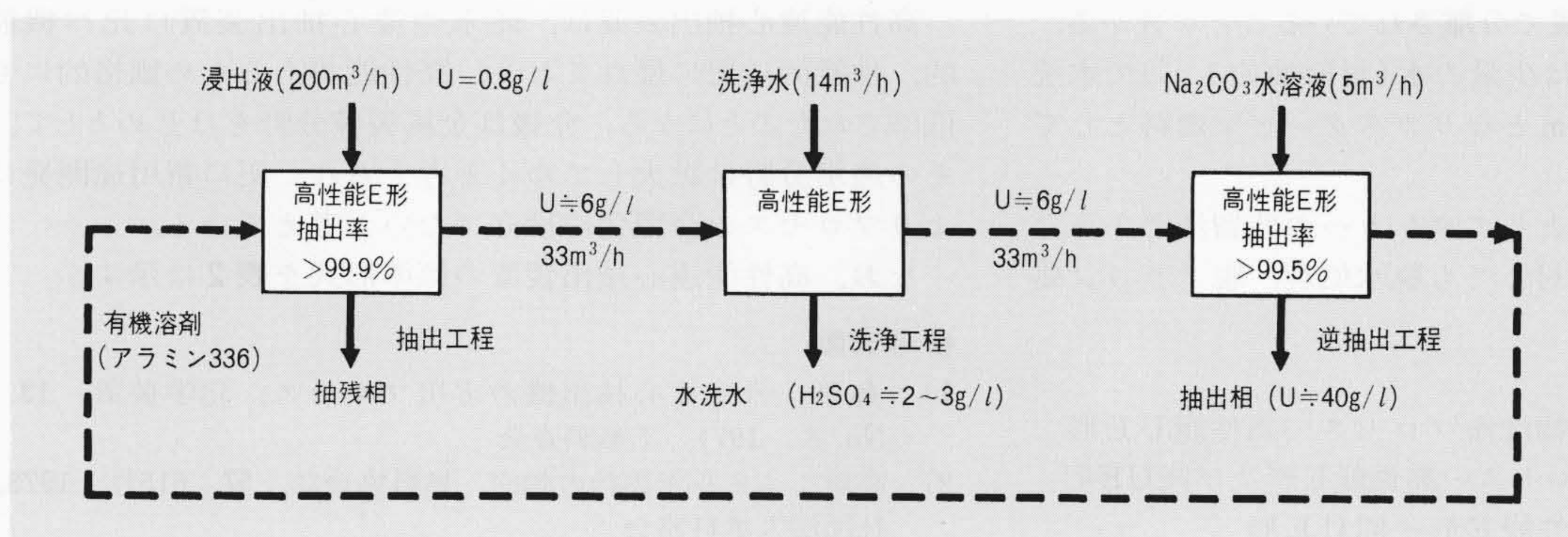


図10 ウラン抽出プロセス例 ウラン鉱石からのウラン回収プロセスの抽出セクションの一例を示した。

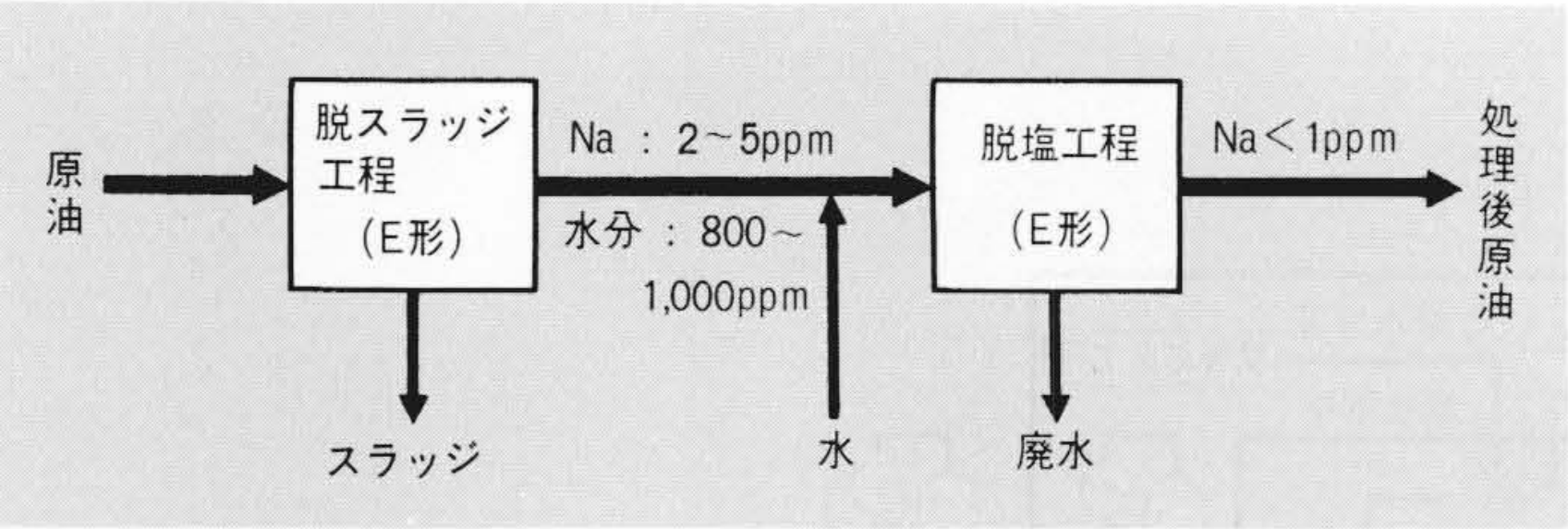


図11 原油の脱スラッジ，脱酸プロセス 第1段で脱スラッジを行ない，次に少量の水を添加して脱塩を行なう。いずれも遠心分離機として高性能E形を適用した。

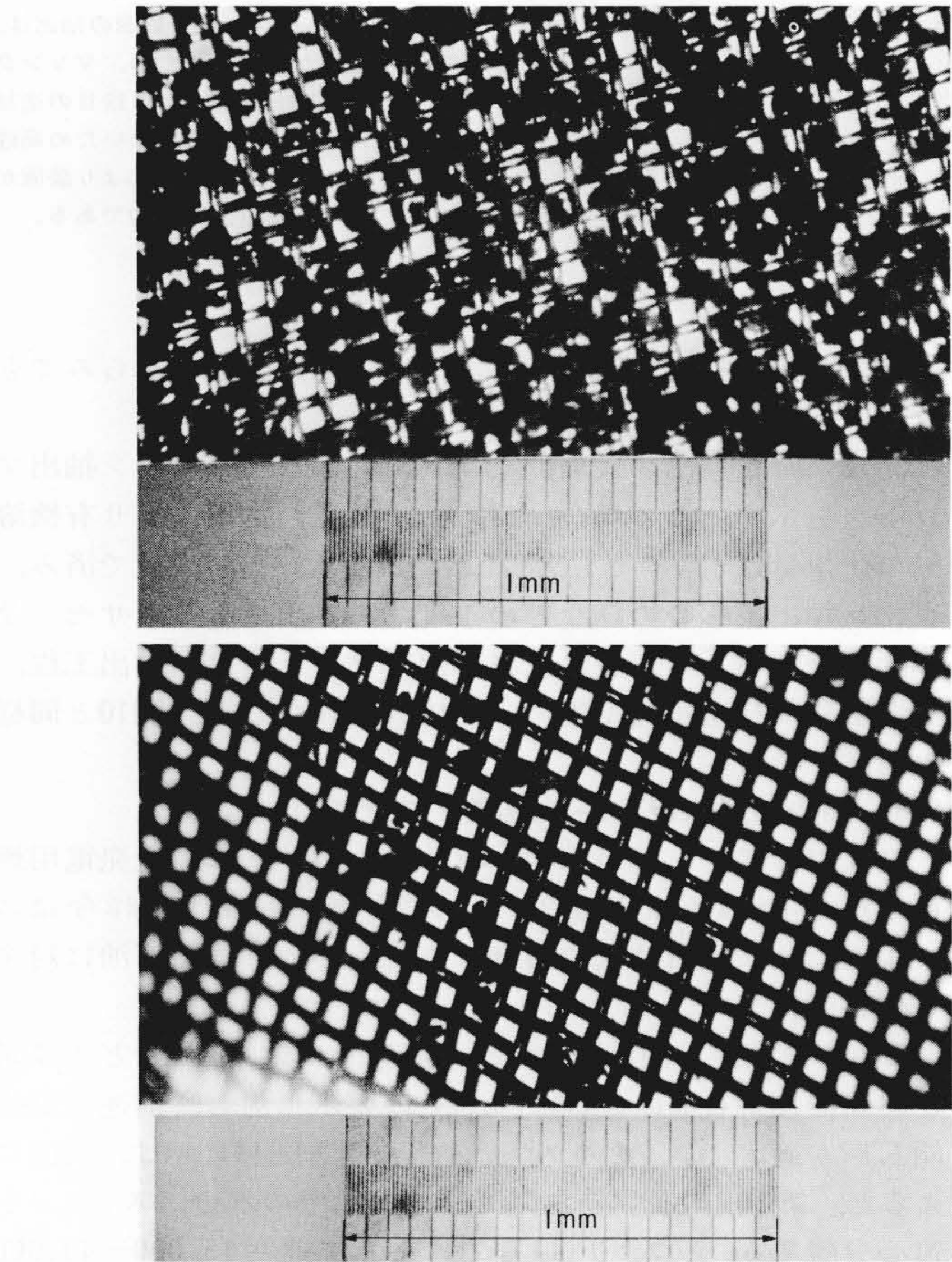


図12 原油汙過後の状況 写真(a)は汙過直後の状況を，写真(b)は(a)を燃焼させた後の状況を示すもので，砂粒がみられる。金網は 325 メッシュである (スケール全長：1 mm)。

ワックス状物質，微粒砂が混入していることが分かる。

図13は高性能E形により分離した後の原油を同様な方法で汙過した状況を示したもので，金網上にはワックス状物質，砂などは見られず，E形装置で分離されていることが分かる。脱スラッジ工程を出た原油は少量の水(対原油約1%)で水洗することにより，Na<1ppmとなりガスタービン燃料として使用できる状態となる。

そのほか，類似な応用面としてタンカーの残留油のようにスラッジ，水分の多い油に対しても脱水処理，脱スラッジ処理が可能である。

5.4 その他プロセス

- (1) ポリマー溶液中の不純物洗浄プロセス…高性能UE形
- (2) 潤滑油の脱酸～水洗プロセス…高性能E形及び同UE形
- (3) 潤滑油酸処理洗浄…高性能E形+同UE形

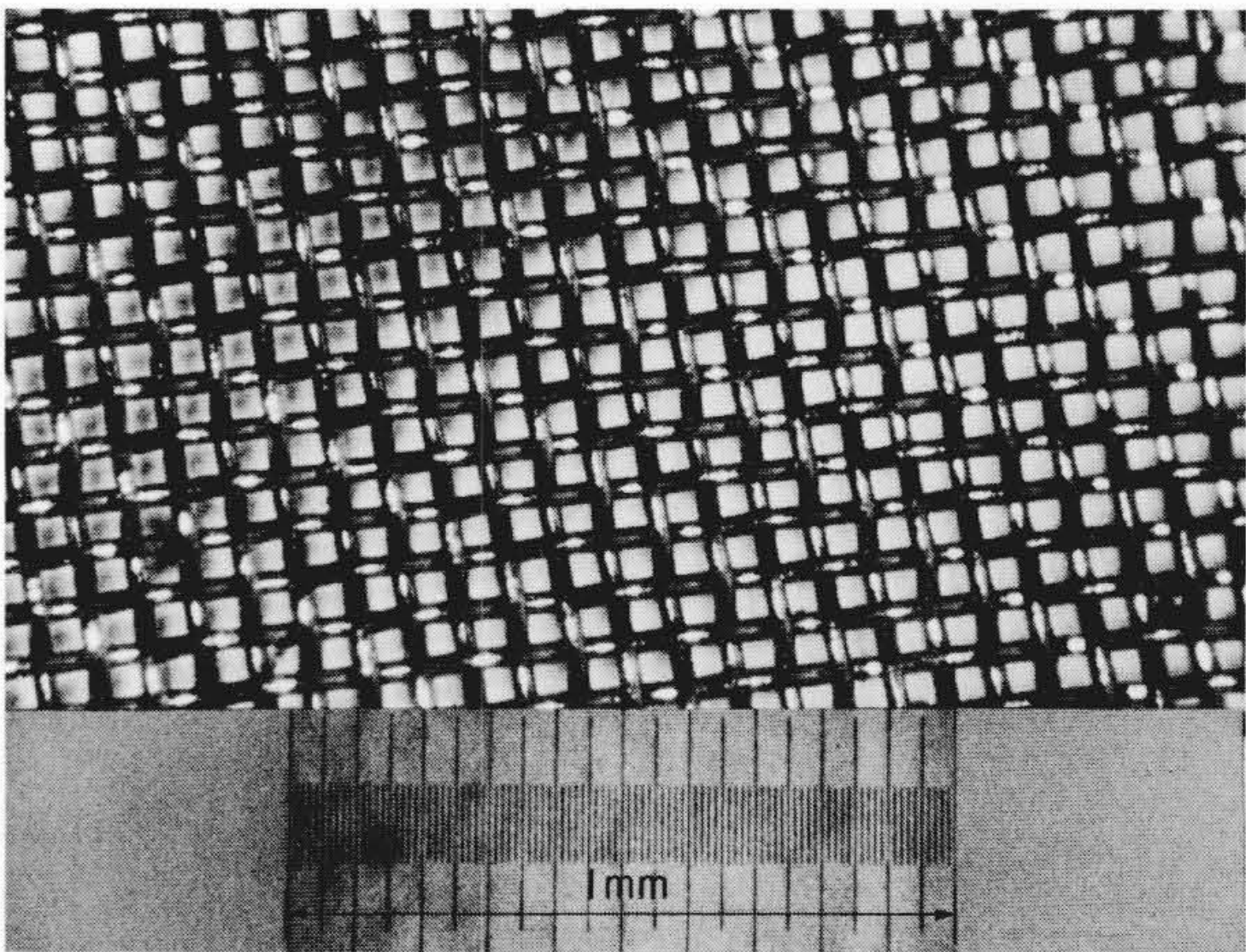


図13 遠心分離後の原油汙過の状況 汙過後金網上にはタール状物質，砂はみられない。金網は325メッシュである(スケール全長：1 mm)。

表 2 高性能遠心抽出装置標準形式 全処理量は水－燈油系の概略値を，回転数は重液比重が1以下の場合の最高回転数を，重液比重が1を超える場合は上記値を√重液比重で割った値が，最高回転になる。

形 式	回 転 数 (rpm)	動 力 (kW)	全処理量 (m ³ /h)	ロータ内径 (mm)	ロータ内幅 (mm)
(U) EP-02	4,500	3.7	0.48	400	20
(U) ES-07	2,800	11	4	600	70
(U) ES-15	"	15	8.5	"	150
(U) ES-30	"	18.5	17	"	300
(U) ES-45	"	18.5	25	"	450
(U) ES-60	"	22	34	"	600
(U) EM-07	1,900	11	4.5	900	70
(U) EM-15	"	15	9	"	150
(U) EM-30	"	18.5	18	"	300
(U) EM-45	"	22	27	"	450
(U) EM-60	"	30	36	"	600
(U) EM-90	"	37	54	"	900
(U) EL-07	1,400	15	5	1,200	70
(U) EL-15	"	18.5	10	"	150
(U) EL-30	"	22	20	"	300
(U) EL-45	"	30	30	"	450
(U) EL-60	"	37	40	"	600
(U) EL-90	"	45	60	"	900
(U) EL-120	"	55	80	"	1,200

- (4) 原油洗浄(脱塩)…高性能E形
- (5) 廃水中の有効成分回収…高性能E形
- (6) 動植物油の脱ガム，脱酸，水洗…高性能E形及び同UE形
- (7) その他各種抽出精製…高性能E形及び同UE形

6 結 言

高性能遠心抽出装置は，従来の遠心抽出装置に比べ機能的，性能的に更に優れており，高性能であるため價格的にも低減されたことになる。今後は金属製錬分野をはじめとして，その適用分野は拡大してゆくと考えられ，更に新用途開発によりプロセスの合理化に役立てたいと考えている。

なお，高性能遠心抽出装置の標準形式を表2に示す。

参考文献

1) 藤原：日立遠心抽出機の応用プロセス，化学装置，13，No. 8，1971，工業調査会

2) 高垣：エネルギー需給の動向，燃料協会誌，57，615号，1978，社団法人燃料協会