

報 文

[醸工 第41巻, 第1号, p, 1~6, 1963]

醸造醪の濾過, 圧搾に関する研究 (第1報)

醤油, 清酒醪に対する恒圧濾過方程式の検討

永井史郎・五十嵐操・田口久治・寺本四郎 (大阪大学工学部醸酵工学教室)

Studies on the Filtration and Compression of Fermentation Mash (I)

On the constant pressure filtration of Shoyu and Sake mashes

Shiro Nagai, Misao Igarashi, Hisaharu Taguchi and Shiro Teramoto

(Dept. Ferment. Techn., Facult. Engin., Osaka Univ.)

Four kinds of Shoyu and Sake mashes were filtered at constant pressure (0~6 Kg/cm²) and vacuum conditions (200~650 mmHg). The average specific resistance of these slurries and resistance of filter medium containing the first layer of cake were determined by Wiley and Brown's filtration equation. In both cases, we obtained the following values:

average specific resistance; $\bar{\alpha}_m = (1.1 \sim 3.18) 10^{12} \Delta p^{0.87 \sim 0.99}$

resistance of filter medium; $R_m = (1.98 \sim 4.9) 10^{11} \Delta p^{0.9 \sim 1.2}$

These values were nearly equal to the average specific resistance of the slurries for ignition-plugs.

The filtration equations of these fermentation mashes were derived from experimental data, expressing time in terms of pressure, surface area, and volume of filtrate, and enabled prediction of filtration parameters with acceptable accuracy for engineering purposes. For example, for the mash of Shoyu manufactured by natural process; $\theta = 18.5 \Delta p^{-0.02} (V/A)^2 + 2 \Delta p^{-0.1} (V/A)$

緒 論

多数の研究者によつて, 種々のスラリーに適用されるように, 濾過, 圧搾装置が改良され, 新しい型式が多く考案されている。濾過理論に関しては, 本邦においても, 佐藤¹⁾, 白戸²⁾ 氏等により多数の報告があるが, 濾過特性の濾過装置に対する適用に関しては未知のことが多い。特に相当以前から醸造醪の濾過の合理化が問題となつており, 既に2, 3の新しい試みも発表されているにもかかわらず, 醸造醪の濾過においては一般に圧縮性ケーキを作る場合が多く工業的に連続濾過は甚だ困難とされており, その基礎研究は皆無といつてよい状態である。本報告では醸造醪中の醤油諸味を主としてとりあげ, 連続濾過への基礎的試料を得るため, まずスラリーの濾過特性を追求し, あわせて清酒醪と醤油諸味の比抵抗の差異を明らかにせんするものである。筆者等は圧縮性ケーキに対する Wiley³⁾等の次に示す濾過方程式を採用して濾過特性を検討した。

$$\frac{dV}{d\theta} = \frac{\Delta p \cdot g_c \cdot A^2}{\mu (\alpha'_m c \Delta p^s V + \gamma_m A \Delta p^m)} \dots\dots\dots(1)$$

積分して

$$\frac{\Delta p \cdot \theta}{(V/A)} = \frac{\alpha'_m \cdot c \cdot \mu}{2g_c} (\Delta p^s V/A) + \frac{\gamma_m \mu}{g_c} \Delta p^m \dots\dots\dots(2)$$

又平均比抵抗及び濾材抵抗は次式によつて求めた。

$$\bar{\alpha}_m = (1-s) \alpha'_m \Delta p^s = \alpha''_m \Delta p^s \dots\dots\dots(3)$$

$$R_m = \gamma_m \Delta p^m \dots\dots\dots(4)$$

実 験 方 法

スラリーは淡口醤油諸味3種 (丸大豆天然仕込み, A; 脱脂大豆天然仕込み, B; および脱脂大豆速醸仕込

み, C) および濃口醤油諸味 (脱脂大豆天然仕込み, D) を使用した. なお清酒様醪 (E) については実験室で製造したものを用いた.

濾布は中尾濾布K.Kの木綿67号を使用した. なお, w の測定には赤外線水分測定器を使用し, 濾液の食塩濃度は常法によりクロム酸カリを指示薬として定量した.

(1) 加圧濾過

Fig. 1 に示すような $A = 78.5[\text{cm}^2]$ の水平濾過機を用い, 1, 2, 4, 6 $[\text{Kg}/\text{cm}^2]$ にて恒圧濾過を行なった. 実験方法はスラリー, 600g を濾過機に装入し圧縮空気タンクの圧力と連結し圧力を一定に保った. そして最初の濾液滴が流出した瞬間より計時した. なお, 濾過時間は流出濾液10g毎に記録した.

(2) 真空濾過

Fig. 2 に示すような $A = 100[\text{cm}^2]$ の水平濾過機を用い真空圧力200, 350, 500, 650mmHgで行なつた. 400g のスラリーを濾過機に装入, 真空ポンプで減圧, 一定圧力の下で, 流出濾液量を各時間毎に測定した.

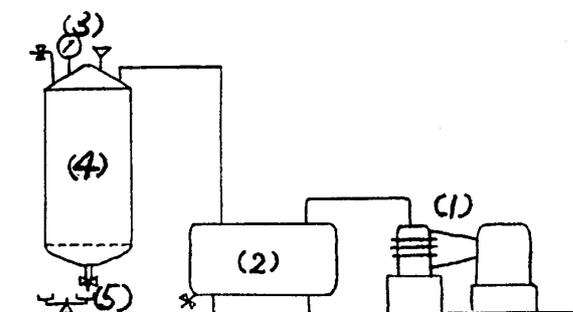


Fig. 1. Experimental apparatus for constant pressure filtration

- (1) compressor 1/2HP (2) air tank (3) pressure guage (4) pressure filter (5) balance

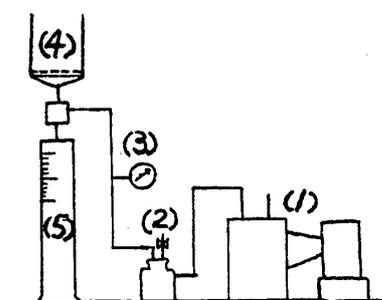


Fig. 2. Apparatus (vacuum filtration)

- (1) vacuum pump (2) vacuum controller (3) vacuum guage (4) vacuum filter (5) mesocylinder

実験結果及び考察

使用したスラリーの $\rho[\text{g}/\text{cm}^3]$ および μ [c.p.] を Table 1 に示す.

次に一例としてサンプルAのV対 θ 曲線を Fig. 3 に示す. Fig. 3 においてケークが圧縮性を示すため, 2, 4, 6, Kg/cm^2 の

Table 1. ρ and μ of each slurry

試料	A	B	C	D	E
$\rho[\text{g}/\text{cm}^3]$	1.17 ₃₂ ^{°C}	1.175 ₃₁ ^{°C}	1.171 ₃₁ ^{°C}	1.197 ₂₉ ^{°C}	1.02 ₂₉ ^{°C}
μ [c.p.]	1500 ₃₂ ^{°C}	900 ₃₁ ^{°C}	470 ₃₁ ^{°C}	1400 ₂₈ ^{°C}	200 ₂₉ ^{°C}

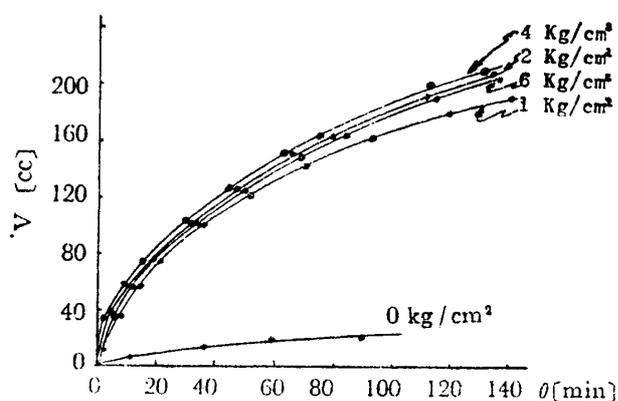


Fig. 3. V vs. θ (sample A)

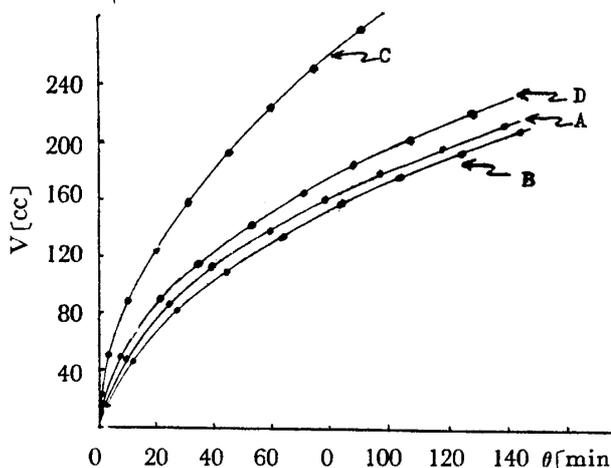


Fig. 4. V vs. θ ($\Delta p = 2\text{Kg}/\text{cm}^2$)

各操作条件で, ほとんど曲線は一致した。しかし自然濾過の場合に比し加圧がかなり有効であることを示した。他のスラリーについてもほぼ同様の傾向を示す。

Fig. 4 は A, B, C, D, 4 種の醤油諸味と清酒様醪 E につき $\Delta p = 2 [\text{Kg/cm}^2]$ の時の V 対 θ を示す。図中 A, B, D はその傾向がほぼ一致するが, C のみ濾過速度の大きいことを示す。なお真空濾過の場合もほぼ同じ傾向を示した。

次に各操作圧力で得られた V, θ の値より $\frac{\Delta p \theta}{(V/A)}$ 対 (V/A) をプロットした結果すべてのスラリーに対し直線関係が得られ, いずれも圧縮性ケーキの性質を示すことが判明した。Fig. 5 は一例としてサンプル B の場合を示す。

Fig. 5 における 4 本の直線の勾配は (2) 式における $\frac{\alpha''_{mC\mu}}{2g_c} \Delta p^s$ を示すので, 各操作圧力の下で勾配を求め, この値を Δp に対して両対数グラフ上にプロットすると Fig. 6 の直線を得る。醤油諸味 A, B, C, D, 清酒様

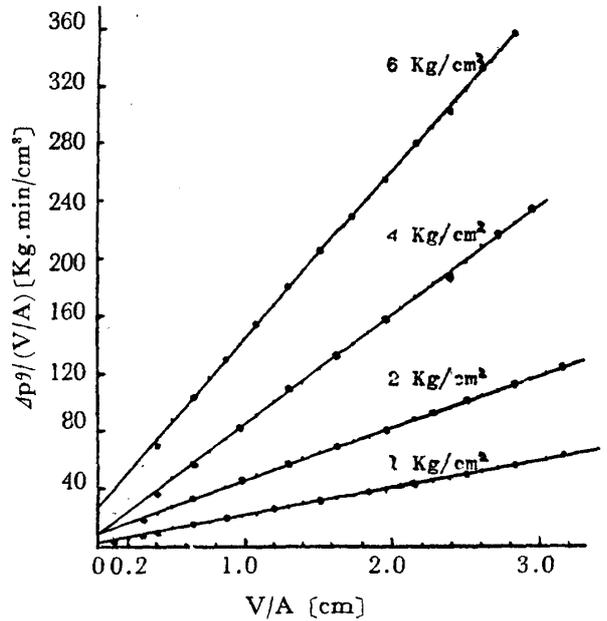


Fig. 5. $\frac{\Delta p \cdot \theta}{(V/A)}$ vs. V/A (sample B)

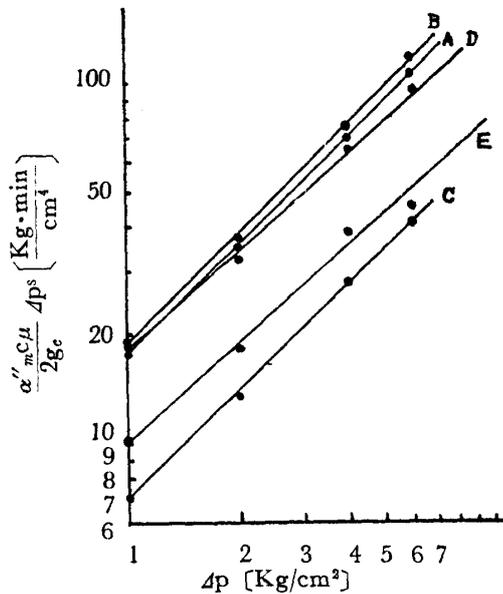


Fig. 6. Δp vs. $\frac{\alpha''_{mC\mu}}{2g_c} \Delta p^s$
(constant pressure filtration)

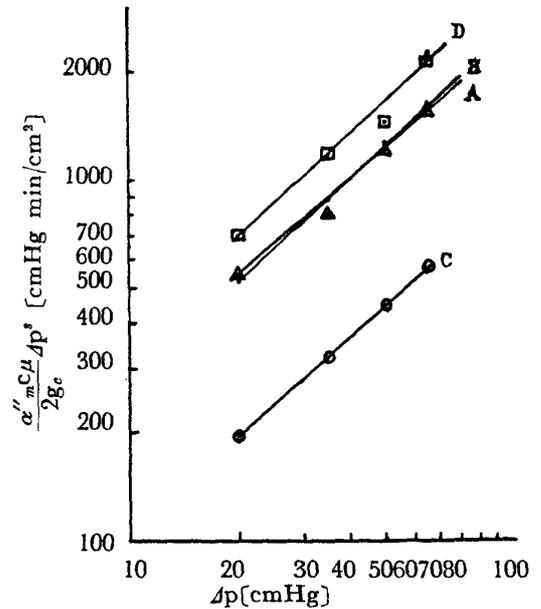


Fig. 7. Δp vs. $\frac{\alpha''_{mC\mu}}{2g_c} \Delta p^s$
(vacuum filtration)

醪 E について, いずれの場合も直線関係が得られた。加圧の場合を Fig. 6 に真空の場合を Fig. 7 に示す。

Fig. 6 及び Fig. 7 より $\frac{\alpha''_{mC\mu}}{2g_c} \Delta p^s$ 及び s を求めその結果を Table 2 に示す。

表中, 圧縮指数は A, B, C, D, について加圧濾過の場合は, 真空濾過に較べ大であり, ほとんど 1 に近いことが判明した。

Table 2. The value of $\frac{\alpha''_{mC\mu}}{2g_c}$ and s ($\Delta p = 1 \text{ Kg/cm}^2$)

試料		A	B	C	D	E
$\frac{\alpha''_{mC\mu}}{2g_c}$	加圧	18.5	19	7	18.5	10
	真空	23.4	23.7	8.82	32.9	—
S	加圧	0.982	0.992	0.955	0.865	0.9
	真空	0.895	0.974	0.915	0.915	—

次に α''_m を求めるために必要な c 及び μ の値を Table 3 に示す。な

お、 $g_c = 9.8 \frac{\text{kg}\cdot\text{m}}{\text{Kg}\cdot\text{sec}^2}$ とした。

Table 2 および 3 の値より平均比抵抗 $\bar{\alpha}_m$ を求めると、式(3)を使つて Table 4 の値を得た。

Table 4 の如く、サンプル C の平均比抵抗は A, B に較べ小さく、濾

過速度も大きいことがうなずける。なお平均比抵抗は、およそ澱粉乳 $10^{12} \left[\frac{1}{\text{m}^2} \right]$ 炭酸カルシウム $10^{14} \left[\frac{1}{\text{m}^2} \right]$ 点火栓用泥で $10^{15} \left[\frac{1}{\text{m}^2} \right]$ と報告されており、本実験の醤油諸味で $10^{15} \left[\frac{1}{\text{m}^2} \right]$ 、清酒様醪は $5 \times 10^{15} \left[\frac{1}{\text{m}^2} \right]$ であつた。したがつてこれら醸造醪の平均比抵抗は点火栓用泥のそれと匹敵するものである。

なお一般に比抵抗は圧縮圧力の増大と共に急激に増大し、空隙率 ϵ はともに減ずることが認められているが⁽⁴⁾⁽⁵⁾⁽⁶⁾、この点に関しては、圧搾実験において更に詳細に検討を試みるものである。

Table 3. The value of μ , c and α''_m

	試料	A	B	C	D	E
$\mu \times 10^{-8} [\text{kg}/\text{m}\cdot\text{sec}]$	加圧	2.4 _{31°C}	2.87 _{31°C}	2.4 _{31°C}	3.32 _{29°C}	1.42
	真空	2.44 _{32°C}	2.65 _{31°C}	2.34 _{32°C}	3.01 _{32°C}	—
$c \times 10^3 [\text{kg}/\text{m}^3]$		0.402	0.297	0.310	0.431	0.15
$\alpha''_m \times 10^{12}$	加圧	2.19	2.60	1.11	1.52	5.5
	真空	2.8	3.18	1.47	3.0	—

Table 4. The value of α_m obtained by calculation

	$\bar{\alpha}_m \times 10^{12} [\text{m}/\text{Kg}]$	
	加圧濾過	真空濾過
A	$2.19 \times \Delta p^{0.982}$	$2.8 \times \Delta p^{0.895}$
B	$2.60 \times \Delta p^{0.992}$	$3.18 \times \Delta p^{0.974}$
C	$1.11 \times \Delta p^{0.955}$	$1.47 \times \Delta p^{0.915}$
D	$1.52 \times \Delta p^{0.865}$	$3.0 \times \Delta p^{0.915}$
E	$5.5 \times \Delta p^{0.90}$	—

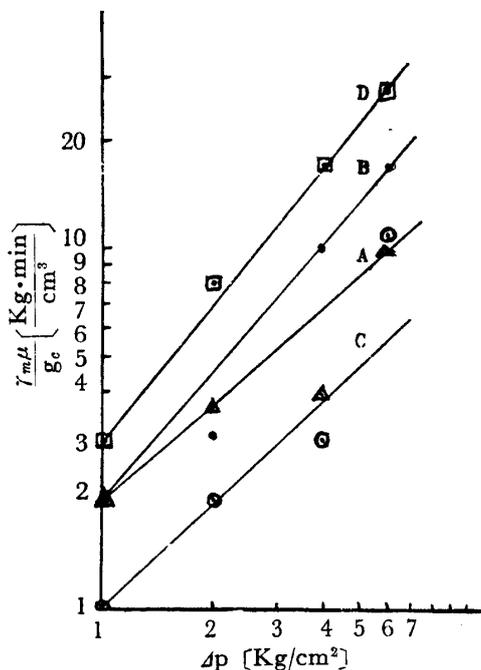


Fig. 8. Δp vs. $\frac{\gamma_m \mu}{g_c}$ (constant pressure filtration)

次に Fig 5 における 4 本の直線の切片と(2)式における $\frac{\gamma_m \mu}{g_c} \Delta p^m$ とより、前述の様に Δp に対し両対数グラフ上にプロットすれば、Fig. 8, Fig. 9 のようになる。

すべての場合において $\frac{\gamma_m \mu}{g_c} \Delta p^m$ の値は小さく正確に求めることは困難であつた。しかし近似的に直線を引きこれより $\frac{\gamma_m \mu}{g_c}$ および m を求めると Table 5 の如くなる。

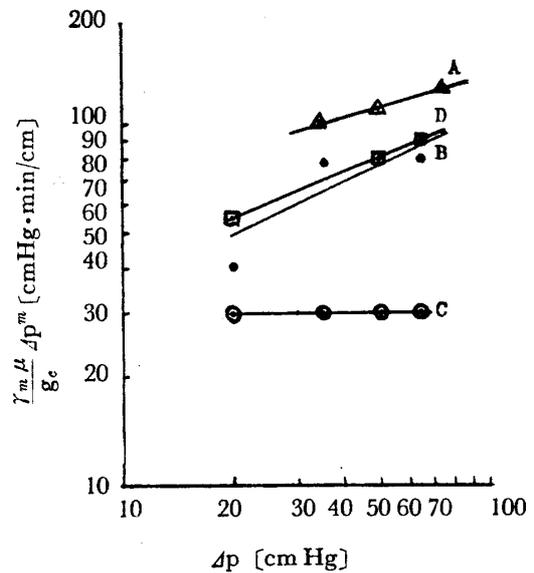


Fig. 9. Δp vs. $\frac{\gamma_m \mu}{g_c} \Delta p^m$ (vacuum filtration)

Table 5. The value of $\frac{\gamma_m \mu}{g_c}$ and m

	試料	A	B	C	D
$\frac{\gamma_m \mu}{g_c}$	加圧	2	2	1	3
	真空	1.78	1.2	0.79	1.26
m	加圧	0.9	1.2	0.9	1.2
	真空	0.36	0.4	0	0.43

Table 6. The value of R_m obtained by calculation

	$R_m \times 10^{11} [1/m]$	
	加圧濾過	真空濾過
A	$4.9 \times \Delta p^{0.9}$	$4.36 \times \Delta p^{0.86}$
B	$4.1 \times \Delta p^{1.2}$	$4.4 \times \Delta p^{0.4}$
C	$2.45 \times \Delta p^{0.9}$	$1.98 \times \Delta p^0$
D	$5.3 \times \Delta p^{1.2}$	$2.47 \times \Delta p^{0.43}$

なお, 清酒様醪の場合 $\Delta p = 4, 6 \text{ Kg/cm}^2$ において $\frac{\gamma_m \mu}{g_c} \Delta p^m$ が負となる現象が起り, これに関して佐藤氏¹⁾は直線で補外した図解の誤りであろうとのべており, 洗滌効果に近い原因によるのではないかと考えている。

Table 5 より γ_m を計算し, これと式(4)とより R_m を求めると Table 6 の値を得た. もちろんこの R_m はケーキの第一層を含むものである. 醤油諸味 C の R_m は前述の $\bar{\alpha}_m$ と同様小さく, 濾過の容易さを示している。

以上 $\bar{\alpha}_m$ および R_m を求めたが, Table 2 および Table 5 を使い, 濾過方程式を求めると次の様な実験式を得る。

$$\begin{array}{ll}
 \text{A:} & \begin{array}{l} \text{加圧 } \theta = 18.5 \Delta p^{-0.018} \left(\frac{V}{A}\right)^2 + 2 \Delta p^{-0.1} \left(\frac{V}{A}\right) \\ \text{真空 } \theta = 23.4 \Delta p^{-0.106} \left(\frac{V}{A}\right)^2 + 1.78 \Delta p^{-0.688} \left(\frac{V}{A}\right) \end{array} \\
 \text{B:} & \begin{array}{l} \text{加圧 } \theta = 19 \Delta p^{-0.008} \left(\frac{V}{A}\right)^2 + 2 \Delta p^{0.2} \left(\frac{V}{A}\right) \\ \text{真空 } \theta = 23.7 \Delta p^{-0.026} \left(\frac{V}{A}\right)^2 + 1.2 \Delta p^{-0.6} \left(\frac{V}{A}\right) \end{array} \\
 \text{C:} & \begin{array}{l} \text{加圧 } \theta = 7 \Delta p^{-0.046} \left(\frac{V}{A}\right)^2 + \Delta p^{-0.1} \left(\frac{V}{A}\right) \\ \text{真空 } \theta = 6.82 \Delta p^{-0.086} \left(\frac{V}{A}\right)^2 + 0.79 \left(\frac{V}{A}\right) \end{array} \\
 \text{D:} & \begin{array}{l} \text{加圧 } \theta = 18.5 \Delta p^{-0.185} \left(\frac{V}{A}\right)^2 + 3 \Delta p^{0.2} \left(\frac{V}{A}\right) \\ \text{真空 } \theta = 32.9 \Delta p^{-0.085} \left(\frac{V}{A}\right)^2 + 1.26 \Delta p^{-0.67} \left(\frac{V}{A}\right) \end{array}
 \end{array}$$

結 論

1. 平均比抵抗 $\bar{\alpha}_m = (1.1 \sim 3.18) 10^{12} \Delta p^{0.866 \sim 0.99}$ で, 加圧, 真空濾過両者の差はほとんど認められなかつた. 濾材抵抗 $R_m = (1.98 \sim 4.9) 10^{11} \Delta p^{0.9 \sim 1.2}$ で両者の差はほとんどなかつた。

2. 濾過し易いスラリーである脱脂大豆速醸仕込みの試料の $\bar{\alpha}_m, R_m$ は一番小さく, 他の 1/2 位であつた. 醤油諸味に較べ清酒様醪の比抵抗は大であつた。

3. 醤油諸味の濾過方程式を夫々求めた。

Nomenclatures

A : filter cloth area [cm²]

V : filtrate volume [cm³] at time θ [min]

Δp : pressure drop [Kg/cm²]

R_m : resistance of medium (involve the first layer of cake) $\left[\frac{1}{m}\right]$

γ_m : constant dimensionless

$\bar{\alpha}_m$: average specific resistance [m/kg]

α''_m : constant dimensionless

c : dry cake weight per unit filtrate [kg/m³]

w : slurry concentration in kg solid per kg slurry [kg/kg]

ρ : filtrate density [kg/m³]

μ : filtrate viscosity [kg/m·sec]

s : compressible power

m : plugging power

なお本実験の試料を分譲下された東丸醤油 K. K., 丸金醤油 K. K., 中尾フィルター工業 K. K. に深謝致します。

文 献

- (1) 佐藤敬夫: 新化学工学講座, 12巻, (1955).
 (2) 白戸紋平: 化学工学, 23~12, 823 (1959). (5) Tiller, F.M.: *Chem. Eng Progr.* **49**, 467 (1953).
 (3) Wiley and Brown: *Unit Operation* 246 (1951). (6) Tiller, F.M.: *Ind. Eng. Chem.* **53**, 529 (1961).
 (4) 岡村幸雄, 白戸紋平: 化学工学, 19~3, 111 (昭和 37, 11, 16 受付)

〔醸工 第41巻, 第1号, p 6~10, 1963〕

醸造醪の濾過, 圧搾に関する研究 (第2報)

恒圧濾過における空隙率について

永井史郎・五十嵐操・田口久治・寺本四郎 (大阪大学工学部醸酵工学教室)

Studies on the Filtration and Compression of Fermentation Mashs (II)

On porosity during constant pressure filtration based on Kozeny's law

Shiro Nagai, Misao Igarashi, Hisaharu Taguchi and Shiro Teramoto

(Dept. Ferment. Techn., Facult. Engin., Osaka Univ.)

Since the filtration resistance depends upon the porosity, the resistance steadily increases as the liquid passes through the cake if the solids are compressible. In order to treat quantitatively the filtration problem in addition to the various parameters, it is necessary to know the relationships among the rate of flow, pressure on the liquid, and the porosity. Tiller calculated the P_x -distribution curve within filter-cakes in constant pressure filtration, and determined the relationships between the solid pressure and porosity based upon the Kozeny's permeability law. So we made compression experiments, using the Shoyu and Sake mashs, and applied the experimental data to the plotting the P_x -distribution curve. After this we calculated the equilibrium porosity and obtained the following experimental equations;

$$\text{for Shoyu mash; } \epsilon = 0.81 P_s^{-0.086}$$

$$\text{for Sake mash; } \epsilon = 0.74 P_s^{-0.071}$$

The relationships between the porosity and x/L for fermentation mashs were in agreement with the results obtained by Tiller, using compressible slurries, e.g. kaoline.

緒 言

前報において筆者は Wiely の恒圧濾過式を醸造醪に適用して, 平均比抵抗および濾材の抵抗を求めたが, これら圧縮性スラリーの濾過機構を論ずるためには, 以上の結果だけでは充分と難しい。一般に濾過進行中において, ケーキの蓄積と共に比抵抗は増加し空隙率は減少することが認められている。これについて Tiller¹⁾等は最近非常に興味ある報告を行なっている。筆者らもこの両者の相関を追求して, 濾過機構を詳細に解明しようとした。すなわち Tiller 等は Kozeny-Carman の透過式を採用し, 次の様な仮定のもとに実験を行なっている。

- (1) ケーキの平衡空隙率 ϵ は固体圧縮圧 P_s によつてきまる。
- (2) この平衡空隙率 ϵ はそのまま濾過進行中の P_s を示す位置の ϵ を示す。
- (3) Kozeny-Carman 式中の $k \cdot S_0^2$ は ϵ により変化しないこと。

Grace²⁾, 白戸氏³⁾等は上述の仮定のうち(3)の仮定に対し, $k \cdot S_0^2$ が変化することを認めているが, 醸造醪の場合, swelling effect が大きく, $k \cdot S_0^2$ を求めることが困難であるので今回は $k \cdot S_0^2$ は一定と考えて実験を行なつた。

本報においては醸造醪の固体圧縮圧と空隙率との関係について報告するものである。