

ロバテル遠心抽出機の特性

Characteristics of ROBATEL Centrifugal Extractor



技術開発本部
川 沢 啓 司
Keiji Kawabuchi

Extracting operation is widely applied to the separation and purification for the pharmaceutical, chemical, fine chemical, perfume, oils and fats and metal industries, and the applicable field is increasing now.

ROBATEL centrifugal extractor is a multistage countercurrent liquid-liquid one using centrifugal force which has a high extraction effect in short retention time, and is widely used in many industrial fields.

This paper introduces the characteristics of this equipment which has been confirmed through the tests of various kinds of liquids.

まえがき

抽出操作は医薬品、化学、ファインケミカル、香料、油脂、金属などの高付加価値物質の分離・精製分野で幅広く適用されており、今後ともその適用分野は増加すると期待される。

当社は、フランスのロバテル社との業務提携により一昨年よりロバテル遠心抽出機の販売を開始した。現在までに社内テスト、社外テストを多数行い、納入の実績も増加しつつある。これらのテスト結果を基に本装置の特性を報告する。

1. 装置概要

本遠心抽出機は、一般の向流多段ミキサーセトラーに遠心力を加えることにより、非常に短時間で効率良く混合・分離を行う原理である。一つのローター内に多段に組込んだタイプがLXタイプであり、各段を横に並列にならべたタイプがBXPタイプである¹⁾。

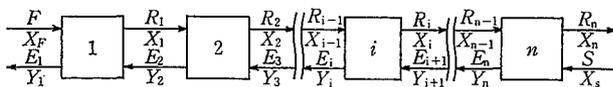
2. 向流多段抽出の考え方²⁾³⁾

本装置の量的計算方法は、ミキサーセトラーの向流多段抽出の考え方が適用される。この連続操作の概念図は第1図のように示される。

全体の物質収支は、

$$F+S=E_1+R_n=M$$

溶質については、



F: Quantity of feed to be extracted [kg/h] X_F : Concentration of solute in feed [kg/kg]
S: Quantity of solvent [kg/h] X_S : Concentration of solute in solvent [kg/kg]
R: Quantity of raffinate [kg/h] X_i : Concentration of solute in raffinate [kg/kg]
E: Quantity of extract [kg/h] Y_i : Concentration of solute in extract [kg/kg]

第1図 向流多段抽出の概念図

Fig. 1 Schematic diagram of counter-current multistage extraction

$$FX_F+SX_S=E_1Y_1+R_nX_n=MX_M$$

$$X_M = \frac{FX_F+SX_S}{M} = \frac{FX_F+SX_S}{F+S}$$

さらに、各段の物質収支から

$$F-E_1=R_{i-1}-E_i=R_n-S=O \quad (i=2, 3, 4, \dots, n)$$

$$FX_F-E_1Y_1=R_{i-1}X_{i-1}-E_iY_i=R_nX_n-SX_S=OX_O \quad (i=2, 3, 4, \dots, n)$$

これらの式から、第2図のように E_{i+1} と R_i とを結ぶ直線は全てO点で交わることがわかる。この点を操作点という。

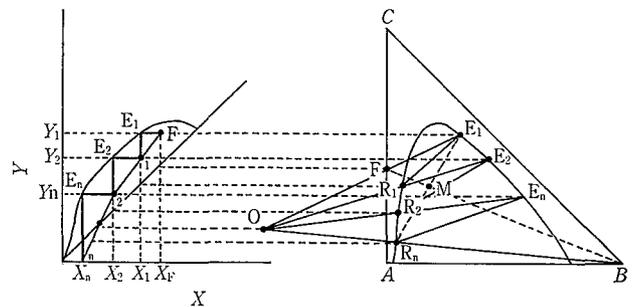
$$R_{i-1}X_{i-1}-E_iY_i=OX_O \quad \text{あるいは}$$

$$\frac{R_{i-1}}{E_i} = \frac{Y_i-X_O}{X_{i-1}-X_O} \quad \text{は、操作線である。}$$

X-Y曲線とこの操作線から作図法により段数を求めることができる。

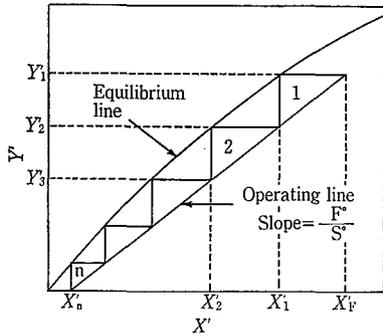
原料中の溶媒と抽剤がまったく溶解しない場合は、原料中の溶媒量 F^0 [kg]、抽剤量 S^0 [kg] とすると、全体の物質収支から、

$$F^0X_F'=F^0X_n'+S^0Y_1'$$



第2図 三角座標およびX-Y図による図計算

Fig. 2 Graphical calculation by ternary diagram and equilibrium line



第3図
X'-Y' 図による向流
多段抽出の図計算
Fig. 3
Graphical calculation
of countercurrent
stages

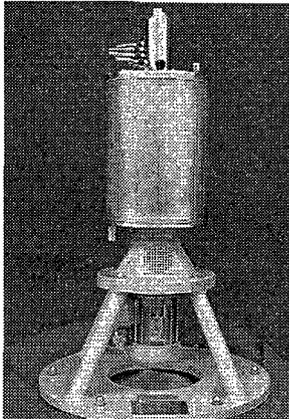


写真1
パイロットテスト用
LX 204
Photo. 1
Pilot testing LX 204

$$\frac{F^0}{S^0} = \frac{Y_1'}{X_{F'} - X_n'}$$

$$X' = \frac{X}{1-X}, \quad Y' = \frac{Y}{1-Y}$$

この式は操作線を表す式で、X'-Y' 線図では直線となる。第1段から第i段までについては次式のようなになる。

$$\frac{F^0}{S^0} = \frac{Y_1' - Y_{i+1}'}{X_{F'} - X_i'}$$

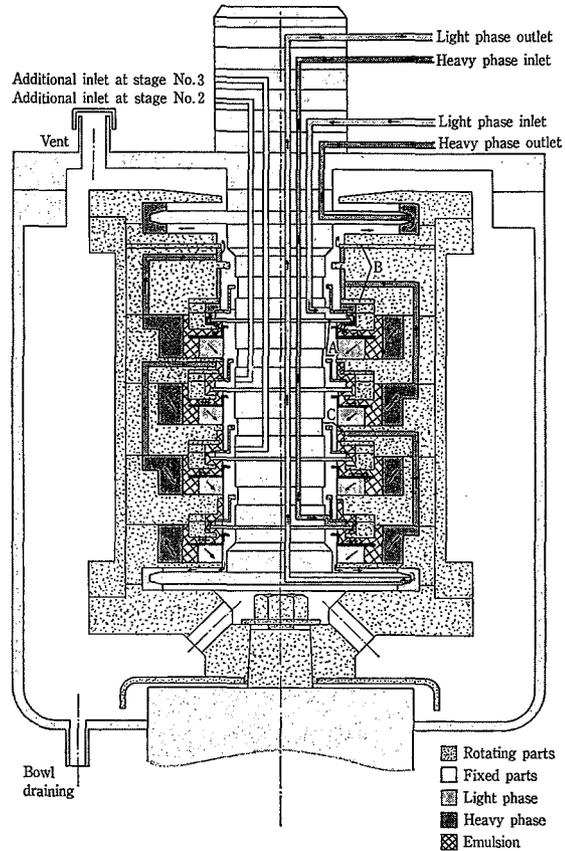
これを第3図に示すが、平衡線が与えられ操作線が決まれば、その間で階段作図を行うことにより所要段数nや、各段の抽出相・抽残相の濃度などが決まり、また最大、最小液量比なども求められる。

3. 装置の特性

抽出機の性能は、定常状態までの立ち上がり時間、抽出率・段効率、処理量、分離性能、運転操作性などにより決定される。本装置の各種特性をパイロットテスト装置LX 204(写真1)を使い各種の液でテストを行い確認したので次に説明する。装置の断面構造図は第4図に示す。

LX 204の仕様

- 抽出段数 : 4段(2-4段の抽出が可能)
- ロータ径 : φ200 mm
- ロータ内液容量 : 1.8 l
- 回転数 : 最高 3500 rpm (インバータにより
通常 3000 rpm) 可変



第4図 パイロットテスト用 LX 204 の断面図
Fig. 4 Cross section sketch of pilot testing LX 204

- モータ動力 : 1.5 kW
- 全処理量 : 最大 250 l/h (2相合計)
(比重比 1.25, 流量比 1 の場合)
- 材質 : SUS 316 相当

3. 1 定常状態までの立ち上がり時間

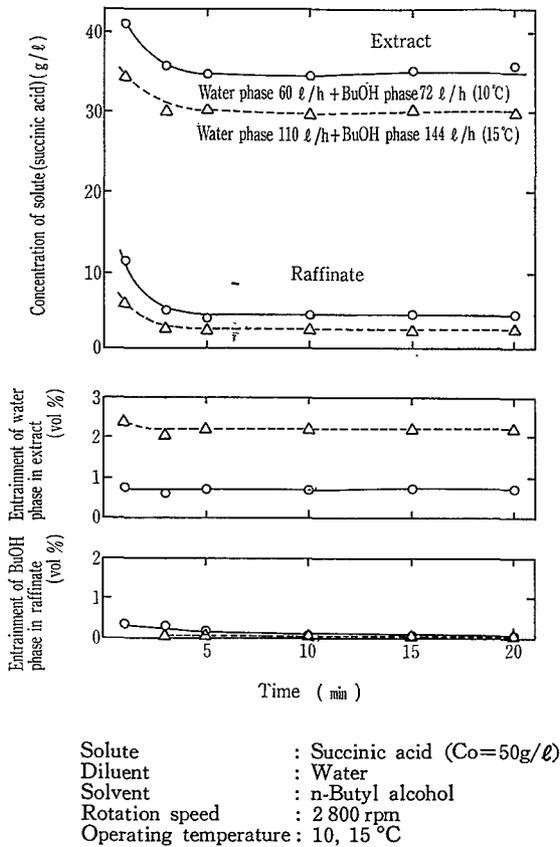
本装置は、2相の比重比から適正な重液相のオーバーフローの堰を予めセットしておけば、液を通液させるのみでそのまま抽出運転に入ることが可能である。

運転の開始は、装置を回転させた後、重液相、軽液相の順に通液させるが、軽液相が装置から吐出されてからの抽出相・抽残相の時間変化を第5図に示す。各相での溶質濃度及び分離性能が安定化するまでの時間は約10分以内と非常に短い時間で定常状態に達することがわかる。各液の性状により若干の差はあるが、一般には約10~15分程度である。これは、各段毎に混合と分離が行われ、また2相の界面が重液相のオーバーフローの堰の高さにより容易にコントロールされるためである。

3. 2 堰の高さと界面位置の関係

角速度ωで回転する流体中の回転中心から半径rの位置での流体に働く遠心加速度は、

$$a = r\omega^2$$



第5図 運転立ち上がり時における溶質濃度及び分離性能の時間変化
 Fig. 5 Change of solute concentration and separating effect at start-up of operation

比重を ρ として、微小幅 dr での圧力差は、

$$dp = a\rho dr = \rho\omega^2 r dr$$

これを積分すると、

$$P_2 - P_1 = \int_{r_1}^{r_2} \rho\omega^2 r dr = \left(\frac{1}{2}\right)\rho\omega^2 r_2^2 - \left(\frac{1}{2}\right)\rho\omega^2 r_1^2$$

第6図のように、重液相・軽液相の液面を r_H, r_L , 界面の位置を r_i , 重液相・軽液相の比重を ρ_H, ρ_L とすると、両相の圧力のバランスより、

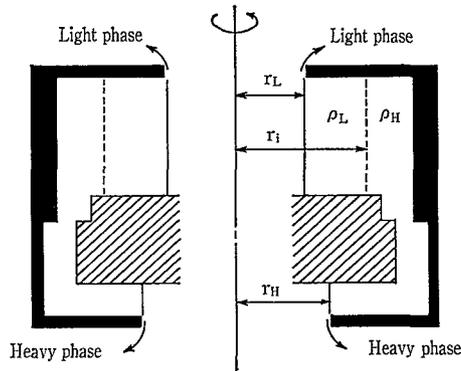
$$\rho_L(r_i^2 - r_L^2) = \rho_H(r_i^2 - r_H^2)$$

$$r_i^2 = \frac{\rho_H r_H^2 - \rho_L r_L^2}{\rho_H - \rho_L} \quad \text{となる。}$$

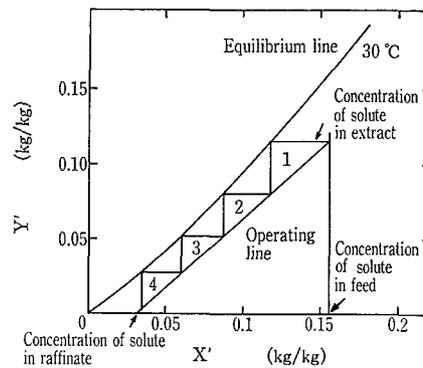
両相の比重比を、 $x(\rho_H/\rho_L)$ とすると、

$$r_i = \sqrt{\frac{x r_H^2 - r_L^2}{x - 1}} \quad \text{となる。}$$

堰上のオーバーフローの厚さを無視すると、界面の位置は比重比と重液相・軽液相の堰の高さで決定されることになる。



第6図 遠心抽出機分離部及び堰
 Fig. 6 Separating section and weir of centrifugal extractor



第7図 LX 204 の段効率
 Fig. 7 Stage efficiency of LX 204

ロバテル遠心抽出機では、軽液相の堰の高さは一定にし、比重比により重液相の堰の高さを内径の違う数種類のディスクを選定することにより界面の位置の調整が行われる。そのため、予め適切な堰を選定しておけば、流量や流量比の変化に対し特に調整を必要としない。

3.3 段効率

抽出は、溶質の2相への溶解度の差を利用して一定の分配率で分離していくものであり、抽料と抽剤の量が決めれば、目的の抽出率を得るための必要な理論段数は必然的に決まる。この理論段数にできるだけ近い装置段数で抽出できる装置が望まれる。

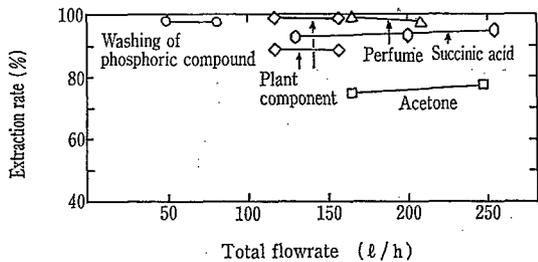
水(溶媒) - アセトン(溶質) - トルエン(抽剤)の系でのテストを行い、その抽出結果より第3図を使い本装置の段効率を計算した。4段の装置での結果を第7図に示すが、段効率は100%であった。対象液によりこの数値は異なると考えられる。金属抽出での遠心抽出機とミキサーセトラでの比較テストでは、同じ装置段数で同程度ないし、遠心式が若干良い抽出率となっており、段効率はほぼ同じという結果になっている。

3.4 抽出率

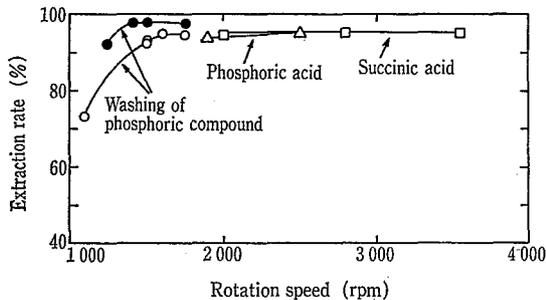
抽出率は、装置段数・処理量・2相の流量比・回転数・運転温度などにより変化する。抽出率と処理量・回転数・抽剤比とのそれぞれの関係を第8, 9, 10図に示す。

処理量との関係では、処理量が増加するほど抽出率は若干低下する傾向があると考えられるが、分離性が良好な範囲ではほとんど差がないといえる。

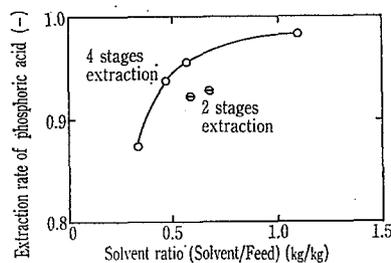
回転数との関係では、1500 rpm 付近を境にそれ以下で



第 8 図 全処理量と抽出率との相関
Fig. 8 Relation between total flowrate and extraction rate



第 9 図 回転数と抽出率との相関
Fig. 9 Relation between rotation speed and extraction rate



第10図
リン酸抽出での抽剤比と抽出率の関係
Fig. 10
Relation between extraction rate and solvent ratio in extraction of phosphoric acid

は抽出率が低下し、それ以上ではほぼ一定となっている。
抽剤比との関係では、当然のことではあるが抽剤比が大きいほど抽出率は高くなる。実装置の場合は目標抽出率に対する最少の抽剤使用量の選択が必要となる。

3.5 処理量—滞留時間

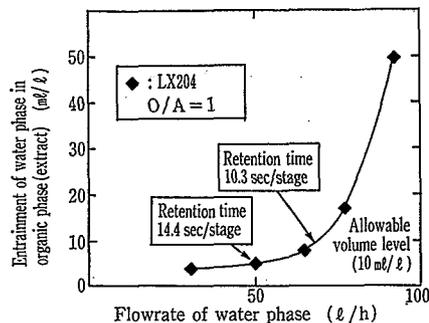
処理量は、2相の比重比・流量比・粘度・界面張力・回転数・運転温度などにより異なる。

LX204 でのこれまでのテスト結果では、2相合計の全処理量は、約100~250 l/h で滞留時間は1段当り6~15秒(流量比1として)と非常に短い時間となっている。

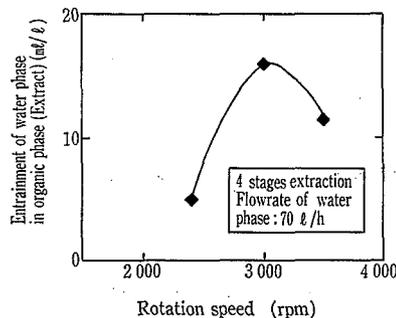
水—アセトン—トルエンの系で、ミキサーセトラーと比較すると遠心抽出機の滞留時間は約 1/30 という結果であった。金属抽出での処理量と分離性の相関を第11図に示すが、同条件でのミキサーセトラーの結果及び有機相中の水相の許容量範囲内での遠心抽出機の1段当りの滞留時間は、10.3~14.4 秒となり、ミキサーセトラーの滞留時間の10分に対し約 1/40~1/60 であった。

一般的に、本遠心抽出機の1段当りの滞留時間は、ミキサーセトラーの約 1/30~1/60 程度と考えられる。

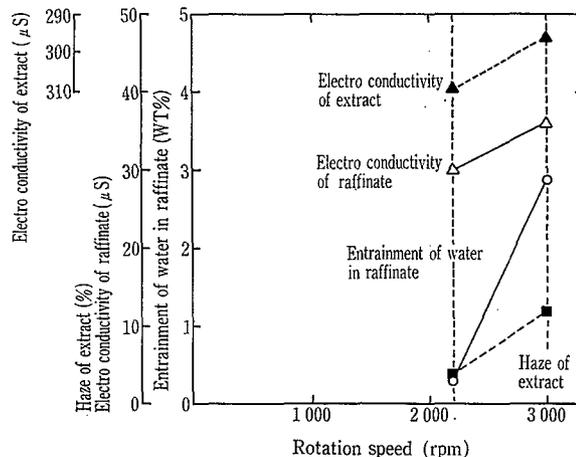
処理量は、回転数にほぼ比例する。



第 11 図 金属抽出での処理量と分離性の相関
Fig. 11 Relation between flowrate and separating effect in metal extraction



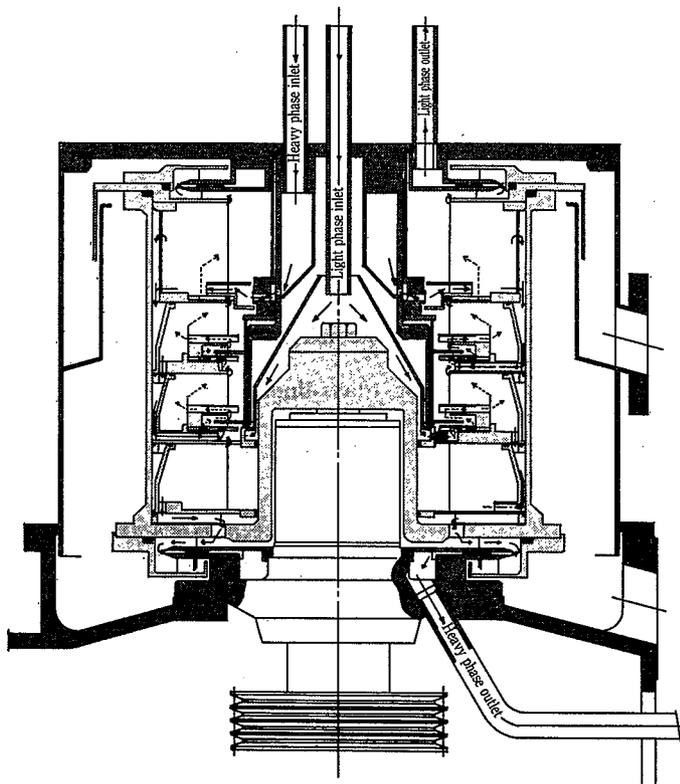
第 12 図
金属抽出における回転数が分離性に及ぼす効果
Fig. 12
Effect of rotation speed on separating effect in metal extraction



第 13 図 ポリマー溶液中の塩の抽出における回転数が抽出性能に及ぼす効果
Fig. 13 Effect of rotation speed on extraction effect in extraction of salt in polymer solution

3.6 分離性

2液の比重比が小さい液液系の場合やエマルジョン化傾向のある液液系の場合は、遠心力の作用により短時間で分離が可能である。しかし、本装置は混合と分離を同じ回転数で行う機構になっているため、エマルジョン化傾向が非常に大きい場合は、第12、13図にも示されるように、回転数を高くすることにより高遠心力で分離するよりも、回転数を低くすることにより混合の強さを小さくし、また必要であれば処理量も少なくし滞留時間を長くして抽出する方が効果がある場合が多い。その場合の回転数は、分離性・抽出率の面から 1500~2300 rpm 程度が適している。



第14図 改良型装置（2段抽出+1段重液分離+1段軽液分離）
 Fig. 14 Modified type with 2 stages extraction, 1 stage separation for heavy phase and 1 stage separation for light phase

また、このパイロッド装置では、予備として第2段目、第3段目の混合部にも液を供給できる構造になっており、これらを使うことにより4段を抽出段と重液相または軽液相の分離段として使うことも可能である。この抽出結果から、第14図のような改良型装置も製作することが可能である。

4. フッ素樹脂製遠心抽出装置

SUS製のLXタイプを中心にその特性を説明したが、ロバテル遠心抽出機としては、そのほかに耐薬品性に優れたフッ素樹脂のPVDF（ポリビニリデンフルオライド）製のBXPタイプ（写真2）も製作しており、金属・貴金属の精製、腐蝕性液を使用する医薬品・化学の分野に広く使用されている。また、新製品として、LXタイプで接液部が全てPVDF製のLX204（写真3）も開発されている。

むすび

これからの抽出機は、コンパクト化・連続化・省力化・

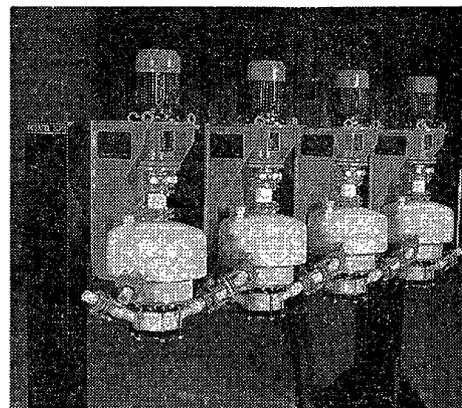


写真2 PVDF製BXPタイプ
 Photo. 2 BXP type made of PVDF

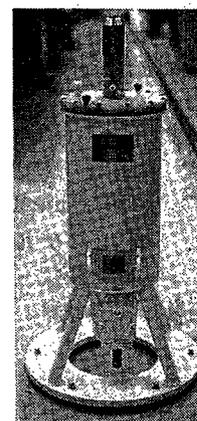


写真3
 PVDF製LX 204
 Photo. 3
 LX204 made of PVDF

省エネルギー化、デッドストックの減少ということが、より以上に要求されてくると考えられる。当社の遠心抽出機はこのような要求に十分対応できるものと考えている。今後共、一層の技術向上をはかり、ユーザーのニーズにより対応していく所存である。

なお、当社ではテスト用装置として遠心抽出機 LX204、BXP（PVDF 製）130 × 4段、実験用ミキサーセトラ（PVDF 製）を準備しておりますのでご利用ください。

【参考文献】

- 1) 神鋼フアウドラー技報 Vol. 31, No. 2 (1987) p. 7
- 2) 藤田重文ほか：化学工学Ⅱ, (1980), 東京化学同人
- 3) 藤田重文：化学工学演習, (1984), 東京化学同人