

3.2 逆浸透法によるクエン酸溶液の濃縮

松久保好太郎

Concentration of Citric Acid Solution by Reverse Osmosis Method

Koutarou Matsukubo

逆浸透法によるクエン酸溶液の濃縮を容積 200 ml の回分式試験器を用いて実験したところ、50 kg/cm² の加圧下で、1～15% の希釈溶液をいずれも約 20% にまで濃縮できたが、それ以上の濃度になると透過液量が激減し、濃縮できなかった。

1. まえがき

海水の淡水化などに利用され、注目されている逆浸透法は、熱を加えず、機械的圧力だけで分離や濃縮ができる¹⁾ので、熱による変性の心配がなく、エネルギー消費量も少なくて済むことから食品工業に適した処理方法として期待されている。食品工業の分野で現在、工業的規模で行われているのは、欧米におけるチーズホエーの回収濃縮であるが、わが国では、大豆煮汁からの蛋白回収²⁾、馬れいし³⁾よでん粉廃水処理⁴⁾、しょう油の精製⁵⁾、果汁の濃縮⁶⁾などが研究されているが、今後、膜の改良研究が進み、pH や使用温度範囲が広がり、分離能のすぐれたものが開発されれば、利用面は、さらに拡大されるものと思われる。

従来の逆浸透膜は、pH の許容範囲が狭く、クエン酸のような低い pH の溶液処理には適していなかったが、最近開発されたアクリロニトリル系の合成高分子膜は、pH 1～10 の広い範囲に使用できる⁸⁾ので、0.5～1.5% のクエン酸水溶液を調製して濃縮を検討した。

2. 実験方法

2.1 試料

試薬特級クエン酸 $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ (分子量 210.14) を蒸留水に溶解して、0.5～1.5% の水溶液を調製して使用した。

2.2 逆浸透膜

住友化学工業特製のアクリロニトリル系高分子膜、SOLOX 膜 SC-0200 を直径 76 mm の円板状に切断 (有効面積 36.3 cm²) して使用した。

2.3 装置

バイオエンジニアリング㈱〔現アルバックサービス㈱〕製、逆浸透試験器 RO-3 型 (内容積 200 ml) を用い、逆浸透膜、東洋 No. 2 ろ紙、ナイロンペーパー、ステンレススチール多孔質板の順に重ねてセットし、マグネチックスターラー上に置いて使用した。

2.4 操作および測定方法

試験器を水流サッカーに連結して減圧に保ちながら供試液を注入し、N₂ ガスボンベに連結し、かく拌しながら 50 kg/cm² に保ち、透過液の液量と滴定酸度を経時的に測定した。

濃縮液の液量およびその濃度は、供試液と透過液の差から算出した。最終の濃縮液の液量と濃度は、試験器から取り出して測定した値とはほぼ一致した。

3. 実験結果

3.1 5% クエン酸溶液の濃縮実験

約 5% のクエン酸溶液 100 ml を逆浸透器にとり、室温 (30℃) で、かく拌しながら 50 kg/cm² で 3 時間 30 分間維持し、濃縮試験した結果を表 1 に示した。

表1 5%クエン酸溶液の濃縮実験結果

	液量 ml	pH	クエン酸		
			濃度%	含量g	比%
供試液	100	1.68	4.91	4.91	100
透過液	77.3	2.38	0.19	0.15	3.05
濃縮液	22.7	1.41	20.96	4.76	96.95

表で明らかなように濃縮率4.27倍で、約21%にまで濃縮されたが、濃縮液へのクエン酸回収率は約97%で、約3%が透過液として流出した。なお、この場合の単位面積当りの平均流速はつぎのとおり計算される。

$$77.3 \div 210 \div 36.3 = 0.01014$$

すなわち、 $0.01014 \text{ ml/cm}^2 \cdot \text{min}$ となる。

3.2 透過液および濃縮液の経時変化

1~15%のクエン酸溶液を逆浸透処理した場合の透過液量は、図1のように濃度が高くなるに従って少くなる。

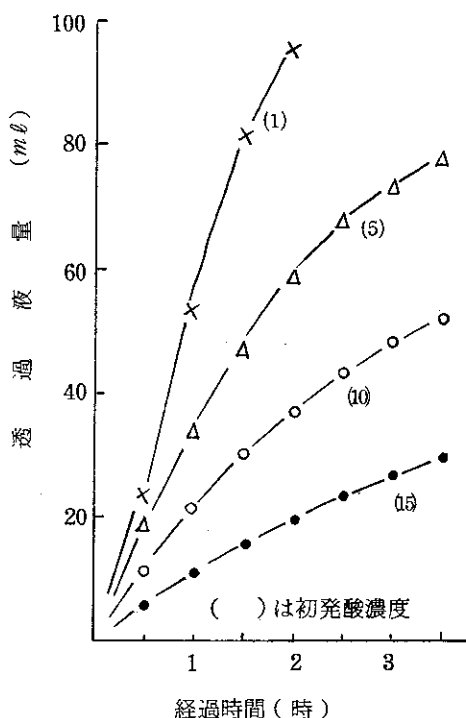


図1 透過液量の経時変化

また濃縮液の濃度が、約20%に達するまでは濃縮されるが、それ以上に濃度を高めることは、この圧力では、ほとんど不可能である。最初の濃度が1~15%の場合、3時間~3時間30分でほぼ限界に達した。図2に濃縮液の濃度の経時変化を示した。

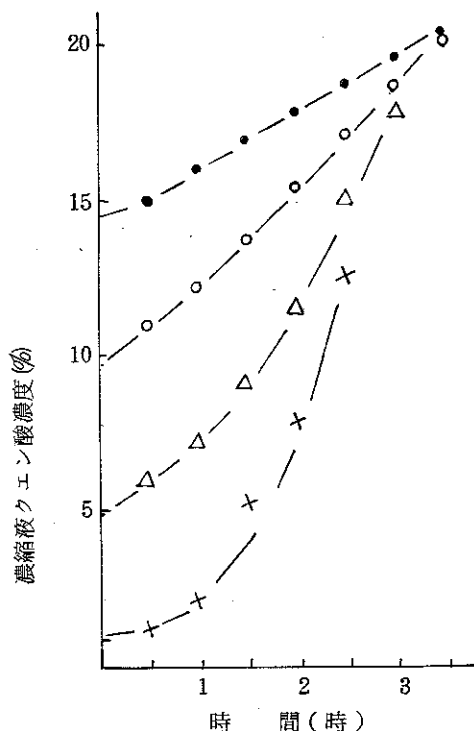


図2 濃縮液濃度経時変化

3.3 クエン酸濃度と透過速度

逆浸透法では、濃度が大になると透過速度は急激に減少するが、図3は、クエン酸濃度5%の供試液を逆浸透法で濃縮した場合の濃縮液の濃度と単位膜面積、時間当りの透過速度 ($\text{ml/cm}^2 \cdot \text{min}$) の関係を表したものである。

5.0 kg/cm^2 の圧力では、20%位が濃縮の限界のようで、それ以上濃度を高めることは極めて困難である。

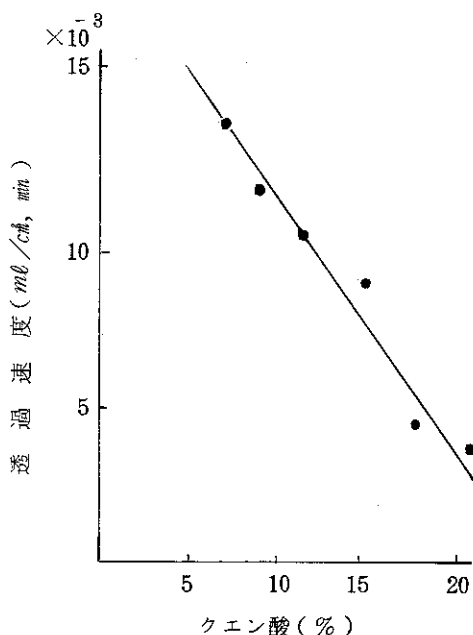


図3 酸濃度と透過速度の関係

3.4 あとがき

200 ml容の逆浸透試器にアクリロニトリル系合成高分子膜をセットし、窒素ガスボンベと連結して、50 kg/cm²に維持し、1~15% (pH 1.8~2.2) のクエン酸溶液の濃縮を行った結果、どの濃度のものも3~3.5時間で、約20%まで濃縮された。

透過速度は、濃度が高くなると急に低下し、この圧力では、20%以上に濃縮することは困難である。

低いpHの溶液も新しい膜の開発によって処理できるようになり、クエン酸の場合、1%以下のものから約20%までの濃縮に適している。

クエン酸製造工場で濃縮の対象になるのは、石灰塩の硫酸分解液であるが、その濃度は40%を超えるので、この方法は適用できない。石膏の洗浄液など希薄な溶液の処理には役立つものと思われる。

なお、この実験に用いた逆浸透膜は、住友化学工業㈱製ソルロックスで、サンプルを提供して頂いた同社新規模事業部の平野弘道氏に深謝します。

文 献

- 1) 木村, 大矢, 鈴木; “逆浸透プロセス”, 食品工業調査会 (1973)
- 2) 大矢; 食品工業技術情報 Vol. 11, No. 2 P 7 (1979)
- 3) 石岡; 食品工業技術情報 Vol. 11, No. 3 P 13 (1979)
- 4) 木村; 食品工業, 12下-1983, P 22 ㈱光琳
- 5) 鈴木; バイオエンジニアリング技術資料 (1974)
- 6) 後藤, 芳賀, 荒井, 木村; 食品産業センター技報 No. 7, P 9 (1983)
- 7) 難波; 食品工業, 12下-1983, P 28 ㈱光琳
- 8) 木村; 食品工業, 12下-1983, P 22 ㈱光琳