(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2016-195561
(P2016-195561A)
(43)公開日　平成28年11月24日(2016.11.24)

(51)Int.Cl.			F I			テーマコード（参考）
C13B	20/00	(2011.01)	C13B	20/00		4C057
C07H	1/06	(2006.01)	C07H	1/06		
C07H	3/04	(2006.01)	C07H	3/04		
C01D	5/00	(2006.01)	C01D	5/00	Z	

審査請求 未請求　請求項の数 4　ＯＬ　（全 17 頁）

(21)出願番号　特願2015-76838(P2015-76838)
(22)出願日　平成27年4月3日(2015.4.3)

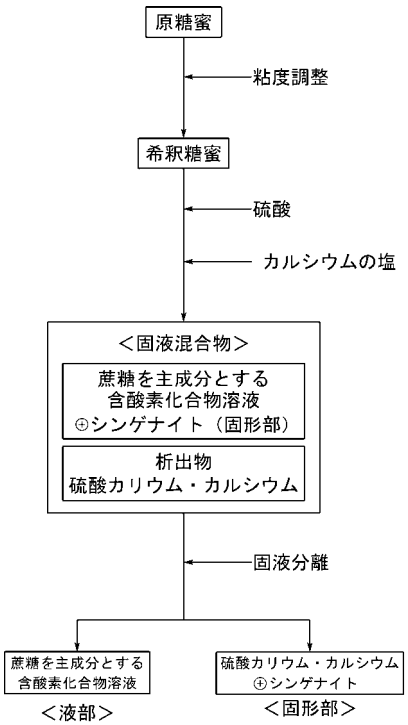
（出願人による申告）平成２４～２７年度独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構、バイオマスエネルギー技術研究開発／戦略的次世代バイオマスエネルギー利用技術開発事業（次世代技術開発）　水熱処理とゼオライト触媒反応による高品質バイオ燃料製造プロセスの研究開発により考案された発明であり、産業技術力強化法第１９条の適用を受ける特許出願

(71)出願人　591155242
鹿児島県
鹿児島県鹿児島市鴨池新町１０番１号
(74)代理人　100114627
弁理士　有吉　修一朗
(74)代理人　100182501
弁理士　森田　靖之
(74)代理人　100190975
弁理士　遠藤　聡子
(74)代理人　100194984
弁理士　梶原　圭太
(72)発明者　安藤　浩毅
鹿児島県霧島市隼人町小田１４４５－１
鹿児島県工業技術センター内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】糖蜜に含まれる含酸素化合物と塩類とを分画する方法

(57)【要約】
【課題】糖蜜を処理して画分を得る工程において、塩類を析出させることにより、遠心分離器、または濾過器などのごく一般的な固液分離装置による固液分離を可能にして、含酸素化合物と塩類を簡単かつ効率的に分画することができる、糖蜜に含まれる含酸素化合物と塩類を分画する方法を提供する。
【解決手段】糖蜜に含まれる含酸素化合物と塩類とを分画する方法は、糖蜜の粘度を所要の低い粘度となるように調整する粘度調整工程と、粘度調整工程により所要の低い粘度とした糖蜜に、硫酸と、カルシウムの塩、水酸化物、塩化物または酸化物とを添加し、複塩である硫酸カリウム・カルシウムを析出させる析出工程と、析出工程により得られた固液混合物を固液分離し、液部であり蔗糖を含む含酸素化合物の溶液と、固形部である硫酸カリウム・カルシウムとを分画する分画工程とを備える。
【選択図】図１



【特許請求の範囲】
【請求項１】
糖蜜の粘度を所要の低い粘度となるように調整する粘度調整工程と、
該粘度調整工程により所要の低い粘度とした糖蜜に、硫酸と、カルシウムの塩、水酸化物、塩化物または酸化物とを添加し、複塩である硫酸カリウム・カルシウムを析出させる析出工程と、
該析出工程により得られた固液混合物を固液分離し、液部であり蔗糖を含む含酸素化合物の溶液と、固形部である硫酸カリウム・カルシウムとを分画する分画工程とを備える
糖蜜に含まれる含酸素化合物と塩類とを分画する方法。
【請求項２】
前記粘度調整工程における糖蜜の粘度調整が、糖蜜の加温、および糖蜜に対し水または水溶性の溶媒を添加することにより行われる
請求項１の糖蜜に含まれる含酸素化合物と塩類とを分画する方法。
【請求項３】
前記粘度調整工程における糖蜜の粘度調整後の固液の重量比が１：１となるように調整されている
請求項２の糖蜜に含まれる含酸素化合物と塩類とを分画する方法。
【請求項４】
前記硫酸の添加量、および前記カルシウムの塩、水酸化物、塩化物または酸化物の添加量は、前記糖蜜に含まれるカリウムイオンのモル濃度に対し、硫酸イオンのモル濃度が0.5～1.0倍量、かつカルシウムイオンのモル濃度が0.08～0.15倍量となる量である
請求項１、２または３の糖蜜に含まれる含酸素化合物と塩類とを分画する方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、糖蜜に含まれる含酸素化合物と塩類とを分画する方法に関するものである。更に詳しくは、糖蜜を処理して、塩類を析出させることにより、遠心分離器、または濾過器などのごく一般的な固液分離装置による固液分離を可能にして、含酸素化合物と塩類を簡単かつ効率的に分画することができる、含酸素化合物と塩類を分画する方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
サトウキビから砂糖を精製する際に生じる副産物である糖蜜（廃糖蜜ともいわれる）は、糖分以外の成分も含んだ粘度が高い黒褐色の液体である。このサトウキビ由来の糖蜜には、多くの有用な成分が含まれていることが分かっている。その組成は、糖分、塩類、水分、蛋白質、有機酸、ポリフェノールなどであり、近年、糖蜜そのものだけではなく、糖蜜を各種方法で分画して得られる画分を有効に利用するために、様々な研究が行われている。
【０００３】
糖蜜を分画して得られる画分を、各種分野で利用する技術はすでにあり、一例としては特許文献１に記載された「糖蜜分画物」がある。この糖蜜分画物は、さとうきび由来の糖蜜類である糖蜜および／または糖蜜アルコール発酵蒸留残渣および／または黒糖アルコール発酵蒸留残渣より得られる分子量２万以下の美白作用および／または消臭作用を有する糖蜜分画物であり、食品、嗜好品、化粧品、石鹸やシャンプーなどのトイレタリー品、洗剤、医薬部外品、環境分野などで安価で広く使用できるものとされている。
【０００４】
なお、糖蜜分画物としては、上記の他にも、いわゆる各種含酸素化合物が考えられる。含酸素化合物としては、例えば溶剤または種々の化成品の中間原料として有用なアルコール類などがあげられる。糖蜜に限らず、様々な材料から得られた含酸素化合物を、例えば発酵原料、化学品原料、飼料、プラスチック、燃料などとして利用する技術は公知であり、すでに広く活用されている。また、特許文献１の明細書の段落番号〔００２６〕、〔０

０２７〕、〔００２８〕および〔００２９〕には、糖蜜分画物から、残留する塩類をイオン交換樹脂処理、電気透析処理、あるいは合成吸着剤処理などにより除去することが開示されている。

【０００５】

このように、糖蜜分画物から、残留する塩類を除去、または低減することで、画分としての塩類の、容易かつ効果的な利用を図ると共に、塩類を除去、または低減した含酸素化合物などの糖蜜分画物において、脱塩が有効な場合では、脱塩による各種機能性、および有用性の向上を図ることができる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【０００６】

【特許文献１】特開２０１２－２１９０８６号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００７】

上記従来の発明の明細書に記載の、糖蜜分画物から、残留する塩類をイオン交換樹脂処理、電気透析処理、あるいは合成吸着剤処理などによって分画する場合では、いずれも高価な装置が必要であるだけでなく、処理に長時間を要する。すなわち、糖蜜分画物に残留している塩類を分画する際には、塩類が析出するなどして固液が分離しているわけではなく、塩類が溶液中に溶けた状態から分画するので、処理に長時間を要し、作業効率がよくないという課題があった。

【０００８】

本発明は、以上の点に鑑みて創案されたものであり、糖蜜を処理して画分を得る工程において、塩類を析出させることにより、遠心分離器、または濾過器などのごく一般的な固液分離装置による固液分離を可能にして、含酸素化合物と塩類を簡単かつ効率的に分画することができる、糖蜜に含まれる含酸素化合物と塩類を分画する方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【０００９】

（１）本発明は、糖蜜の粘度を所要の低い粘度となるように調整する粘度調整工程と、該粘度調整工程により所要の低い粘度とした糖蜜に、硫酸と、カルシウムの塩、水酸化物、塩化物または酸化物とを添加し、複塩である硫酸カリウム・カルシウムを析出させる析出工程と、該析出工程により得られた固液混合物を固液分離し、液部であり蔗糖を含む含酸素化合物の溶液と、固形部である硫酸カリウム・カルシウムとを分画する分画工程とを備える糖蜜に含まれる含酸素化合物と塩類とを分画する方法である。

【００１０】

（２）本発明は、前記粘度調整工程における糖蜜の粘度調整が、糖蜜の加温、および糖蜜に対し水または水溶性の溶媒を添加することにより行われる、上記（１）の発明に係る糖蜜に含まれる含酸素化合物と塩類とを分画する方法である。

【００１１】

まず、糖蜜の粘度調整を糖蜜の温度の調整により行う場合は、糖蜜を加温し、温度を例えば５０℃程度に上昇させることによって、水などで希釈することなく糖蜜の粘度をある程度低下させることが可能になる。また、水または水溶性の溶媒を添加することで糖蜜の粘度を低下させる場合は、これにより希釈されるので、カルシウムの塩、水酸化物、塩化物または酸化物などの添加物が分散しやすく、混ざりやすくなる。望ましくは、糖蜜を加温して粘度を低下させた後、水または水溶性の溶媒を添加し、希釈するのがよい。

【００１２】

（３）本発明は、前記粘度調整工程における糖蜜の粘度調整後の固液の重量比が１：１となるように調整されている、上記（２）の発明に係る糖蜜に含まれる含酸素化合物と塩類とを分画する方法である。

【００１３】
この場合、この固液比で粘度が好適に調整されることにより、希釈糖蜜に対し硫酸が混ざりやすくなり、カルシウムの塩、水酸化物、塩化物または酸化物もよく分散し溶解して、糖蜜とこれら添加物を効率よく反応させることができる。
【００１４】
（４）本発明は、前記硫酸の添加量、および前記カルシウムの塩、水酸化物、塩化物または酸化物の添加量は、前記糖蜜に含まれるカリウムイオンのモル濃度に対し、硫酸イオンのモル濃度が0.5～1.0倍量、かつカルシウムイオンのモル濃度が0.08～0.15倍量となる量である、上記（１）、（２）または（３）の発明に係る糖蜜に含まれる含酸素化合物と塩類とを分画する方法である。
【００１５】
この場合は、糖蜜に含まれるカリウムのうち７０～８０％程度を回収することができる。すなわち、硫酸の添加量、およびカルシウム塩、水酸化物、塩化物または酸化物の添加量を、上記モル濃度となるように調整することにより、カリウムの除去率を、現実的な上限値（８０％程度）に近い好ましい範囲（７０～８０％）に収めることができる。
【００１６】
なお、硫酸の添加量、およびカルシウムの塩、水酸化物、塩化物または酸化物の添加量が、糖蜜に含まれるカリウムイオンのモル濃度に対し、硫酸イオンのモル濃度が0.5倍量、かつカルシウムイオンのモル濃度が0.08倍量となる量に満たない場合は、カリウムの回収率が、現実的な上限値より相当に低くなり、カリウムを効果的に回収できないため実用性に劣る。
【００１７】
また、硫酸の添加量、およびカルシウムの塩、水酸化物、塩化物または酸化物の添加量が、糖蜜に含まれるカリウムイオンのモル濃度に対し、硫酸イオンのモル濃度が1.0倍量（等倍量）、かつカルシウムイオンのモル濃度が0.15倍量となる量を超えても、カリウムの回収率が、現実的な上限値からほとんど上がらない。
このため、上記モル濃度を超える量を添加した場合は、超えた分が実質的に無駄になる。更には、固形部である沈殿物が増えるため、得られる液部が少なくなり、好ましくない。
【００１８】
（作用）
本発明の糖蜜に含まれる含酸素化合物と塩類とを分画する方法によれば、糖蜜を処理して画分を得る工程において、塩類である硫酸カリウム・カルシウムを析出させることにより、遠心分離器、または濾過器などのごく一般的な固液分離装置による固液分離を可能にして、含酸素化合物と塩類を簡単かつ効率的に分画することができる。
【００１９】
すなわち、糖蜜の粘度を所要の低い粘度となるように調整する粘度調整工程を経ることにより、糖蜜を流動しやすくして、添加物が混合しやすいようにすることができる。これにより、糖蜜と添加物との反応が効率よく行われる。
【００２０】
粘度調整工程により所要の低い粘度とした糖蜜に、硫酸と、カルシウムの塩、水酸化物、塩化物または酸化物とを添加し、複塩である硫酸カリウム・カルシウムを析出させる析出工程を経ることにより、糖蜜に含まれる含酸素化合物と、塩類を固液混合した態様で、液部（主に含酸素化合物溶液）と固形部（塩類）に分離することができる。
【００２１】
そして、この分離態様とすることにより、例えば遠心分離器、または濾過器などのごく一般的な固液分離装置を使用して固液分離をすることが可能になる。
【００２２】
析出工程により得られた固液混合物を固液分離し、液部であり蔗糖を含む含酸素化合物の溶液と、固形部である硫酸カリウム・カルシウムとを分画する分画工程を経ることによ

り、画分としての含酸素化合物溶液、および塩類である硫酸カリウム・カルシウムを得ることができる。

【００２３】

このような分画により塩類（無機塩の複塩）である硫酸カリウム・カルシウムを除去、または低減した含酸素化合物において、脱塩が有効な場合では、脱塩による各種機能性、および有用性の向上を図ることができる。また、得られた硫酸カリウム・カルシウムは、カルシウム塩およびカリウム塩として存在し、例えば肥料の材料として、容易かつ効果的な利用を図ることができる。

【発明の効果】

【００２４】

本発明は、糖蜜を処理して画分を得る工程において、塩類を析出させることにより、遠心分離器、または濾過器などのごく一般的な固液分離装置による固液分離を可能にして、含酸素化合物と塩類を簡単かつ効率的に分画することができる、糖蜜に含まれる含酸素化合物と塩類を分画する方法を提供できる。

【図面の簡単な説明】

【００２５】

【図１】本発明の糖蜜に含まれる含酸素化合物と塩類とを分画する方法の工程を示す説明図である。

【図２】硫酸の添加量の調整に伴う含酸素化合物溶液の回収率と、カリウムの回収率を示すグラフである。

【発明を実施するための形態】

【００２６】

本発明を図１を参照して詳細に説明する。

本発明の方法を適用するサトウキビ由来の原糖蜜の組成の一例を挙げれば、水分が２０ｗｔ％、糖分が４５ｗｔ％、塩類が２０ｗｔ％、その他（ポリフェノール、有機酸、蛋白質など）が１５ｗｔ％である。なお、上記原糖蜜以外にも、サトウキビジュース、またはその濃縮液を、発明の方法を適用する材料として使用することもできる。

【００２７】

本発明の分画方法を各工程ごとに説明する。

図１を参照する。

＜粘度調整工程＞

原糖蜜の粘度を所要の低い粘度となるように調整し、所要の固液比（固液の重量比）を有する希釈糖蜜を得る。この粘度調整工程を経ることにより、糖蜜を流動しやすくして、硫酸やカルシウムの塩などの添加物が混合しやすいようにすることができる。

【００２８】

特に、糖蜜の加温と、その後の水などの溶媒による希釈によって、粘度調整を行った後の希釈糖蜜の固液の重量比が１：１となるように好適に調整されていると、希釈糖蜜に対し硫酸が混ざりやすくなり、カルシウムの塩、水酸化物、塩化物または酸化物もよく分散し溶解するので、希釈糖蜜とこれら添加物は効率よく反応する。

【００２９】

上記のように、原糖蜜を水で希釈し、希釈糖蜜の固液比が、糖蜜：水＝１：１となるように粘度調整を行う場合、具体的には、原糖蜜の含水率を測定し、原糖蜜からその水分量（含水量）を除いた重量と、含水量と希釈水分量をあわせた重量が同じになるように希釈する。

【００３０】

例えば、１０００ｇの原糖蜜の含水率が２５ｗｔ％であった場合、含水量は２５０ｇであり、水以外の部分の重量は７５０ｇである。したがって、原糖蜜に水を５００ｇ混ぜて希釈することで、固液比１：１の希釈糖蜜が１５００ｇ得られる。

【００３１】

＜析出工程＞

粘度調整工程により所要の低い粘度とした希釈糖蜜に、硫酸と、カルシウムの塩、水酸化物、塩化物または酸化物とを添加し、よく混合させて複塩である硫酸カリウム・カルシウムを析出させる。この際、条件（例えば希釈糖蜜の固液比が１：１になるなど）によっては、固形部である沈殿物（シンゲナイト：$K_2Ca(SO_4)_2/H_2O$）が生じる。

【００３２】

この析出工程を経ることにより、糖蜜に含まれる蔗糖を主成分とした含酸素化合物と、同じく糖蜜に含まれ析出した塩類である硫酸カリウム・カルシウムを固液混合した態様で、液部（含酸素化合物）と固形部（塩類）に分離することができる。化学反応式は次の通りである。

$$2K^{+}+Ca^{2+}+2(SO_4^{2-}) \Leftrightarrow K_2Ca(SO_4)_2$$

【００３３】

＜分画工程＞

析出工程により得られた固液混合物を固液分離し、液部であり蔗糖を含む含酸素化合物の溶液と、固形部である硫酸カリウム・カルシウムとを分画する。この分画工程を経ることにより、画分としての含酸素化合物、および塩類である硫酸カリウム・カルシウムを得ることができる。

【００３４】

このような分画により得られた、塩類である硫酸カリウム・カルシウムを除去、または低減した含酸素化合物において、脱塩が有効な場合では、脱塩による各種機能性、および有用性の向上を図ることができる。

【００３５】

すなわち、例えば発酵原料、飼料、化学品原料、プラスチック、あるいは燃料などの材料となる含酸素化合物において、カリウムの含有量が低減されたものを使用する場合、それぞれ次のような有用性がある。まず、発酵原料では、微生物の生育阻害（発酵阻害）の低減、精製工程の付加低減を図ることができる。

【００３６】

また、飼料では、家畜や家禽に対する利尿作用の抑制、すなわち屎尿排を低減させることができる。化学品原料では、製造工程での影響を改善できる。より具体的には、触媒変換効率の向上につながる。プラスチックでは、不純物の削減につながる。また、燃料とするときには、発熱量（総カロリー）が増えるのに加えて、特に固体燃料では燃焼後の灰分量が低減される。

【００３７】

更に、硫酸カリウム・カルシウムは、カルシウム塩およびカリウム塩として存在し、例えば肥料の材料として使用する場合、ほぼそのままの態様で使用することも可能であるので、容易かつ効果的な利用を図ることができる。

【実施例】

【００３８】

〔実施例１〕

ここで、まず、希釈糖蜜（固液比１：１）の作り方について説明する。

上記したように、原糖蜜を水で希釈し、希釈糖蜜の固液比が、糖蜜の固形部：水＝１：１となるようにする。例えば、糖蜜１０００ｇの含水率が２５ｗｔ％であった場合、含水量は２５０ｇであり、水以外の部分の重量は７５０ｇである。つまり、原糖蜜１０００ｇを５０～６０℃に加温し、水を５００ｇ混ぜて希釈することで、固液比１：１の希釈糖蜜１５００ｇを得ることができる。その後に、遠心分離器で析出した塩類を分離し、希釈液（含酸素化合物）１３５０ｇ、固形部（塩類、シンゲナイト）を得た。なお、硫酸および酢酸カルシウムの添加量（％）は、希釈液１００に対する添加割合とした。

【００３９】

表１の実施例１、および図２を参照する。

図２は、硫酸の添加量の調整に伴う含酸素化合物溶液の回収率と、カリウムの回収率を

示すグラフである。なお、図示の便宜上、図２では省略しているが、硫酸の添加量の調整に酢酸カルシウムの添加量の調整も伴うものである。

【００４０】

実施例１では、希釈糖蜜の固液比（固液の重量比）が１：１であり、硫酸の添加量を、２％、４％、６％、８％の四段階に違えて測定している。また、添加するカルシウム塩は酢酸カルシウムであり、添加量は２％、４％、６％、８％の四段階に違えて測定してある。それぞれ処理時間は２時間であり、常温（２０℃）での測定である。

【００４１】

そして、固液混合物の態様で固液が分離した後の、遠心分離後の液部（含酸素化合物溶液）の硫酸濃度は、硫酸濃度を６％、８％に高くして添加したものは、処理後において高くなっており、硫酸濃度を２％、４％に低くして添加したものは低くなっている。また、液部のカリウム濃度は、処理後においてすべて低くなっており、これによりカリウムの除去効果が認められた。

【００４２】

表２を参照する。

表２は、実施例１における液回収率とカリウム回収率を示す。希釈糖蜜のカリウム濃度が３．３ｗｔ％で、硫酸の添加量を、４％、６％、８％としたものは、カリウムの回収率が、７０．９～７９．３％のように、ほぼ７０～８０％の好ましい範囲に収まっている。

また、後述〔比較例３〕で説明するように、同条件で処理時間を５時間とした場合も、液回収率とカリウム回収率に大きな変動はなく、処理時間が２時間と５時間の違いでは、処理にほぼ影響しないことがわかった。

【００４３】

なお、液回収率とカリウム回収率の定義は、それぞれ次の通りである。

液回収率＝（（回収した液の重量）／（希釈糖蜜の重量＋硫酸重量＋酢酸Ｃａ重量））×１００

カリウム回収率＝（（糖蜜中のＫ初期濃度×原液量－回収液中のＫ濃度×回収液量）／（糖蜜中のＫ初期濃度×原液量））×１００

また、上記で、液回収率の「液」は、含酸素化合物溶液を意味している。

【００４４】

表３を参照する。

表３は、実施例１において、上記したようにカリウム回収率が、ほぼ７０～８０％の好ましい範囲に収まるようにするための、硫酸の添加量、およびカルシウムの塩である酢酸カルシウムの添加量が、糖蜜に含まれるカリウムイオンのモル濃度に対し、硫酸イオンのモル濃度が0.5～1.0倍量、かつカルシウムイオンのモル濃度が0.08～0.15倍量の範囲とすることが好ましいことを説明する表である。

【００４５】

すなわち、加えて図２および表２に示すように、希釈糖蜜のカリウム濃度が３．３ｗｔ％、モル濃度で０．０８４４mol/Lのとき、硫酸を４％の濃度で添加すると、カリウムの回収率はほぼ７０％まで上昇するが、硫酸をそれ以上の濃度で加えても、カリウムの回収率の顕著な上昇（液中のカリウム濃度の顕著な減少）は見られない。

【００４６】

したがって、希釈糖蜜に含まれるカリウムイオンのモル濃度に対して、硫酸イオンは０．５(0.0399/0.0844)～１．０(0.0798/0.0844)倍量（等倍量）のモル濃度、カルシウムイオンは０．０８(0.006/0.0844)～０．１５(0.013/0.0844)倍量のモル濃度の量を添加することで、７０～８０％のカリウムを除去することができることが分かる。

【００４７】

【００４８】

【表１】

	希釈した糖蜜溶液						遠心分離後					
	固液比	硫酸添加量	カルシウム(Ca)塩の種類	添加量	処理時間	処理温度	液部	固形部	液部の硫酸濃度		液部のカリウム(K)濃度	
							回収率	回収率	前(初期)	後	前(初期)	後
		%		%	h		%	%	%	%	%	%
実施例1	1:1	8	酢酸 Ca	8	2	常温	48.7 (28.3g)	49.9 (29g)	0.5 ↗	1.0	3.3 ↘	1.4
	1:1	6	酢酸 Ca	6	2	常温	49.2 (27.6g)	49.3 (27.6g)	0.5 ↗	0.6	3.3 ↘	1.6
	1:1	4	酢酸 Ca	4	2	常温	56.5 (30.6g)	42.2 (22.8g)	0.5 ↘	0.4	3.3 ↘	1.7
	1:1	2	酢酸 Ca	2	2	常温	81.5 (42.4g)	17.4 (9.07g)	0.5 ↘	0.4	3.3 ↘	2.5
実施例2	1:1	2.5	酢酸 Ca	2.5	2	常温	75	23	0.8 ↘	0.4	4.7 ↘	3.4
	1:1	5	酢酸 Ca	5	2	常温	59	39	0.8 ↘	0.3	4.7 ↘	2.5
	1:1	7.5	酢酸 Ca	7.5	2	常温	44	53	0.8 ↘	0.3	4.7 ↘	1.7
実施例3	1:1	5	酢酸 Ca	2.5	2	常温	69	30	0.8 ↗	2.4	4.6 ↘	2.9
	1:1	5	酢酸 Ca	5	2	常温	62	36	0.8 ↘	0.2	5.0 ↘	2.8
実施例4	1:1	5	硫酸 Ca	2.5	2	常温	68	31	0.5 ↗	2.3	3.5 ↘	2.7
	1:1	5	酢酸 Ca	2.5	2	冷蔵	64	35	0.5 ↗	2.4	3.5 ↘	2.8
	1:1	5	酢酸 Ca	2.5	2	45℃	69	30	0.5 ↗	1.3	3.5 ↘	2.4
実施例5	1:1	5	酢酸 Ca	2.5	2	40℃	70	28	0.5 ↗	2.4	3.5 ↘	2.7
	1:1	5	酢酸 Ca	2.5	2	50℃	64	34	0.5 ↗	1.7	3.5 ↘	2.5
	1:1	5	硫酸 Ca	2.5	2	60℃	69	27	0.5 ↗	2.1	3.5 ↘	2.8
	1:1	5	硫酸 Ca	2.5	2	70℃	67	28	0.5 ↗	2.6	3.5 ↘	2.8
実施例6	1:1	5	塩化 Ca	2.5	2 ～24	常温	68	31	0.6 ↗	1.8	4.2 ↘	2.9
	1:1	5	酢酸 Ca	2.5	2 ～24	常温	67	32	0.6 ↗	2.2	4.2 ↘	2.7
	1:1	5	酸化 Ca	2.5	2 ～24	常温	60	40	0.6 ↗	2.5	4.2 ↘	3.0
実施例7	1:1	2.5	酢酸 Ca	2.5	24	常温	77	22	0.5 ↘	0.4	3.5 ↘	2.8
	1:1	2.5	酢酸 Ca	2.5	24	冷蔵(4℃)	75	24	0.5 →	0.5	3.5 ↘	2.8
	1:1	5	酢酸 Ca	2.5	24	常温	69	30	0.5 ↗	1.8	3.5 ↘	2.2
	1:1	5	酢酸 Ca	2.5	24	冷蔵(4℃)	70	29	0.5 ↗	2.5	3.5 ↘	2.6
実施例8	1:1	8	酢酸 Ca	6	2	常温	54.5 (62.2g)	44.4 (50.6g)	0.5 ↗	2.1	3.3 ↘	1.6
	1:1	8	酢酸 Ca	8	2	常温	49.4 (57.4g)	49.1 (57g)	0.5 ↗	1.0	3.3 ↘	1.4
	1:1	8	酢酸 Ca	10	2	常温	53.0 (31.3g)	45.7 (27g)	0.5 →	0.5	3.3 ↘	1.6
	1:1	8	酢酸 Ca	12	2	常温	55.0 (33.4g)	43.6 (26.2g)	0.5 ↘	0.3	3.3 ↘	1.8
	1:1	8	酢酸 Ca	26	2	常温	50.3 (67.4g)	48.6 (65.2g)	0.5 →	0.5	3.3 ↘	1.2

【表２】

硫酸添加	K	液中のK	固のK(g)	K回収率	液回収率
8	3.3	0.68	2.62	79.3	48.7
6	3.3	0.79	2.51	76.1	49.2
4	3.3	0.96	2.34	70.9	56.5
2	3.3	2.04	1.26	38.3	81.5
0	3.3	3.30	0.00	0.0	100

【００４９】

【表３】

	添加量(%)	分子量	モル量	SO_4^{2-}のモル量(A)	Ca^{2+}のモル量(A)	K^+のモル量(B)	A/B
硫酸4%のモル数	4	98.08	0.0408	0.0399		0.0844	0.473
硫酸8%のモル数	8	98.08	0.0816	0.0798			0.946
酢酸Ca4%のモル数	4	158.14	0.0253		0.0064		0.076
酢酸Ca8%のモル数	8	158.14	0.0506		0.0128		0.152

【００５０】

〔実施例２〕

表１を参照する。

実施例２では、希釈糖蜜の固液比（固液の重量比）が１：１であり、硫酸の添加量を、

２．５％、５％、７．５％の三段階に違えて測定している。また、添加するカルシウム塩は酢酸カルシウムであり、添加量は２．５％、５％、７．５％の三段階に違えて測定してある。それぞれ処理時間は２時間であり、常温（２０℃）での測定である。

【００５１】

そして、固液混合物の態様で固液が分離した後の、遠心分離後の液部（含酸素化合物溶液）の硫酸濃度は、硫酸濃度を２．５％、５％、７．５％としたものは、すべて処理後において低くなっている。液部のカリウム濃度は、処理後においてすべて低くなっており、これによりカリウムの除去効果が認められた。また、硫酸およびそれに対する酢酸カルシウムの添加量を増やすと、カリウム濃度が低くなり、一方で液部の回収率が悪くなることが分かった。

【００５２】

〔実施例３〕

表１を参照する。

実施例３では、希釈糖蜜の固液比（固液の重量比）が１：１であり、硫酸の添加量を、何れも５％として測定している。また、添加するカルシウム塩は酢酸カルシウムであり、添加量は２．５％、５％の二段階に違えて測定してある。それぞれ処理時間は２時間であり、常温（２０℃）での測定である。

【００５３】

そして、固液混合物の態様で固液が分離した後の、遠心分離後の液部（含酸素化合物溶液）の硫酸濃度は、添加した硫酸濃度が同じであるにもかかわらず、酢酸カルシウム２．５％のものは、処理後において低くなっているが、酢酸カルシウム５％のものは、逆に高くなっている。また、液部のカリウム濃度は、処理後においてすべて低くなっており、これによりカリウムの除去効果が認められた。

【００５４】

〔実施例４〕

表１を参照する。

実施例４では、希釈糖蜜の固液比（固液の重量比）が１：１であり、硫酸の添加量を、すべて５％として測定している。また、添加するカルシウム塩は酢酸カルシウムであり、添加量はすべて２．５％で測定してある。それぞれ処理時間は２時間であり、処理温度のみ、常温（２０℃）、冷蔵（４℃）、４５℃と三段階に違えて測定している。

【００５５】

そして、固液混合物の態様で固液が分離した後の、遠心分離後の液部（含酸素化合物溶液）の硫酸濃度は、すべて処理後において高くなっている。また、液部のカリウム濃度は、処理後においてすべて低くなっており、これによりカリウムの除去効果が認められたが、上記処理温度の条件の違いではそれほど大きな変動はなかった。

【００５６】

〔実施例５〕

表１を参照する。

実施例５では、希釈糖蜜の固液比（固液の重量比）が１：１であり、硫酸の添加量を、すべて５％として測定している。また、添加するカルシウム塩は酢酸カルシウムであり、添加量はすべて２．５％で測定してある。それぞれ処理時間は２時間であり、処理温度のみ、４０℃、５０℃、６０℃、７０℃と四段階に違えて測定している。

【００５７】

そして、固液混合物の態様で固液が分離した後の、遠心分離後の液部（含酸素化合物溶液）の硫酸濃度は、すべて処理後において高くなっている。また、液部のカリウム濃度は、処理後においてすべて低くなっており、これによりカリウムの除去効果が認められたが、上記処理温度の条件の違いではそれほど大きな変動は認められなかった。

【００５８】

〔実施例６〕

表１を参照する。

実施例６では、希釈糖蜜の固液比（固液の重量比）が１：１であり、硫酸の添加量を、何れも５％として測定している。また、添加するカルシウム塩は、塩化カルシウム、酢酸カルシウム、酸化カルシウム（水酸化カルシウム）であり、添加量は、何れも２．５％で測定してある。それぞれ処理時間は２～２４時間であり、常温（２０℃）での測定である。

【００５９】

そして、固液混合物の態様で固液が分離した後の、遠心分離後の液部（含酸素化合物溶液）の硫酸濃度は、何れも処理後において高くなっている。また、液部のカリウム濃度は、処理後において何れも低くなっており、これによりカリウムの除去効果が認められたが、上記カルシウムの塩の違いによる大きな変動は認められなかった。

【００６０】

〔実施例７〕

表１を参照する。

実施例７では、希釈糖蜜の固液比（固液の重量比）が１：１であり、硫酸の添加量を、２．５％、２．５％、５％、５％として測定している。また、添加するカルシウム塩は酢酸カルシウムであり、添加量はすべて２．５％で測定してある。それぞれ処理時間は２４時間であり、処理温度を常温（２０℃）、冷蔵（４℃）、常温（２０℃）、冷蔵（４℃）と違えて測定している。

【００６１】

そして、固液混合物の態様で固液が分離した後の、遠心分離後の液部（含酸素化合物溶液）の硫酸濃度は、添加した酢酸カルシウムの添加量が同じであるにもかかわらず、硫酸の添加量２．５％のものは、処理後において低くなるか同じであるが、硫酸の添加量５％のものは、逆に高くなっている。また、液部のカリウム濃度は、処理後においてすべて低くなっており、これによりカリウムの除去効果が認められた。

【００６２】

〔実施例８〕

表１を参照する。

実施例８では、希釈糖蜜の固液比（固液の重量比）が１：１であり、硫酸の添加量を、８％、８％、８％、８％、８％として測定している。また、添加するカルシウム塩は酢酸カルシウムであり、添加量は６％、８％、１０％、１２％、２６％の五段階に違えて測定してある。それぞれ処理時間は２時間であり、常温（２０℃）での測定である。

【００６３】

そして、固液混合物の態様で固液が分離した後の、遠心分離後の液部（含酸素化合物溶液）の硫酸濃度は、酢酸カルシウム濃度を６％、８％として添加したものは、処理後において高くなっており、酢酸カルシウム濃度を１０％、１２％、２６％として添加したものは低くなっている。また、液部のカリウム濃度は、処理後においてすべて低くなっており、これによりカリウムの除去効果が認められた。

【００６４】

実施例８から、硫酸８％に対し、酢酸カルシウムの濃度を６～１２％の範囲で変えても、カリウム濃度の減少に大きな変化はない。また、酢酸カルシウム２６％の添加で、カリウム濃度が１．２ｗｔ％に下がっているので、量論値に近いほどカリウムの除去（回収）効果は上がることが分かった。しかし、液の回収率は固液分離の比率（液部の回収率）に顕著な違いは見られないので、カリウム濃度の初期値が３．３ｗｔ％である場合、硫酸８ｗｔ％の添加の時、酢酸カルシウムの添加量は８％で十分である。

【００６５】

〔比較例１〕

表４を参照する。

比較例１では、希釈糖蜜の固液比（固液の重量比）が１：１であり、硫酸のみ、濃度８％で添加し、カルシウム塩は、添加せずに測定した。それぞれ処理時間は２時間であり、常温（２０℃）での測定である。

【００６６】
そして、固液混合物の態様で固液が分離した後の、遠心分離後の液部（含酸素化合物溶液）の硫酸濃度は、処理後において高くなっている。また、液部のカリウム濃度は、処理後においてやや低くなっており、若干のカリウムの回収ができたことが認められた。
【００６７】
〔比較例２〕
表４を参照する。
比較例２では、希釈糖蜜の固液比（固液の重量比）が１：１であり、希釈糖蜜に硫酸を添加せず、カルシウム塩として酢酸カルシウムのみ、濃度２６％で添加して測定した。そして、固液混合物の態様で固液が分離した後の、遠心分離後の液部（含酸素化合物溶液）の硫酸濃度は、処理後において若干高くなっている。また、液部のカリウム濃度は、処理後においてやや低くなっており、若干のカリウムの回収ができたことが認められた。
このことから分かるように、硫酸のみ、または酢酸カルシウムのみを加えても、若干のカリウムの回収効果は認められるが、相互のカリウム濃度の減少に大きな差はなかった。
【００６８】
〔比較例３〕
表４を参照する。
比較例３では、希釈糖蜜の固液比（固液の重量比）が１：１であり、硫酸は添加せず、添加するカルシウム塩は、硫酸カルシウムであり、添加量は、１％、３％、５％、１０％で違えて測定してある。それぞれ処理時間は２時間であり、常温（２０℃）での測定である。
【００６９】
そして、固液混合物の態様で固液が分離した後の、遠心分離後の液部（含酸素化合物溶液）の硫酸濃度は、何れも処理後においてやや高くなっている。また、液部のカリウム濃度は、処理後において何れも高くなっており、添加した硫酸カルシウムの沈殿物が確認された。これによりカリウムの除去効果は認められず、硫酸を添加しなければ、カルシウムの塩が硫酸カルシウムであっても、カリウムの除去ができないことが分かった。
【００７０】

【表４】

	希釈した糖蜜溶液						遠心分離後							
	固液比	硫酸添加濃度	カルシウム(Ca)塩の種類	添加量	処理時間	処理温度	液部	固形部	液部の硫酸濃度			液部のカリウム(K)濃度		
							回収率	回収率	前(初期)		後	前(初期)		後
		%		%	h		%	%	%		%	%		%
比較例1	1:1	8	酢酸 Ca	0	2	常温	92.8 (50.3g)	5.8 (3.1g)	0.5	↗	6.9	3.3	↘	2.8
比較例2	1:1	0	酢酸 Ca	26	2	常温	77.1 (48.6g)	21.3 (13.4g)	0.5	↗	0.6	3.3	↘	2.6
比較例3	1:1	−	硫酸 Ca	1	2	常温			0.8	→	0.9	4.7	→	4.8
	1:1	−	硫酸 Ca	3	2	常温			0.8	→	0.9	4.7	→	4.8
	1:1	−	硫酸 Ca	5	2	常温			0.8	→	0.9	4.7	→	4.8
	1:1	−	硫酸 Ca	10	2	常温			0.8	→	1.0	4.7	→	5.5
比較例4	1:1	8	酢酸 Ca	8	5	常温	48.4 (19.7g)	54.1 (22g)	0.5	↗	1.0	3.3	↘	1.4
	1:1	6	酢酸 Ca	6	5	常温	54.2 (21.9g)	48.6 (19.7g)	0.5	↗	0.5	3.3	↘	1.6
	1:1	4	酢酸 Ca	4	5	常温	58.9 (23.2g)	43.8 (17.3g)	0.5	↘	0.3	3.3	↘	1.7
	1:1	2	酢酸 Ca	2	5	常温	81.8 (30.7g)	21 (7.86g)	0.5	↘	0.4	3.3	↘	2.5

【００７１】

〔比較例４〕

表５を参照する。

比較例４では、希釈糖蜜の固液比（固液の重量比）が１：１であり、硫酸の添加量を、２％、４％、６％、８％の四段階に違えて測定している。また、添加するカルシウム塩は酢酸カルシウムであり、添加量は２％、４％、６％、８％の四段階に違えて測定してある。それぞれ処理時間は５時間であり、常温（２０℃）での測定である。

【００７２】

そして、固液混合物の態様で固液が分離した後の、遠心分離後の液部（含酸素化合物溶液）の硫酸濃度は、硫酸濃度を６％、８％に高くして添加したものは、処理後において高くなっており、硫酸濃度を２％、４％に低くして添加したものは低くなっている。また、液部のカリウム濃度は、処理後においてすべて低くなっており、これによりカリウムの除去効果が認められた。

なお、上記のように同条件で処理時間を５時間とした場合も、液回収率とカリウム回収率に大きな変動はなく、処理時間が２時間と５時間の違いでは、処理結果にほぼ影響しないことがわかった。

【００７３】

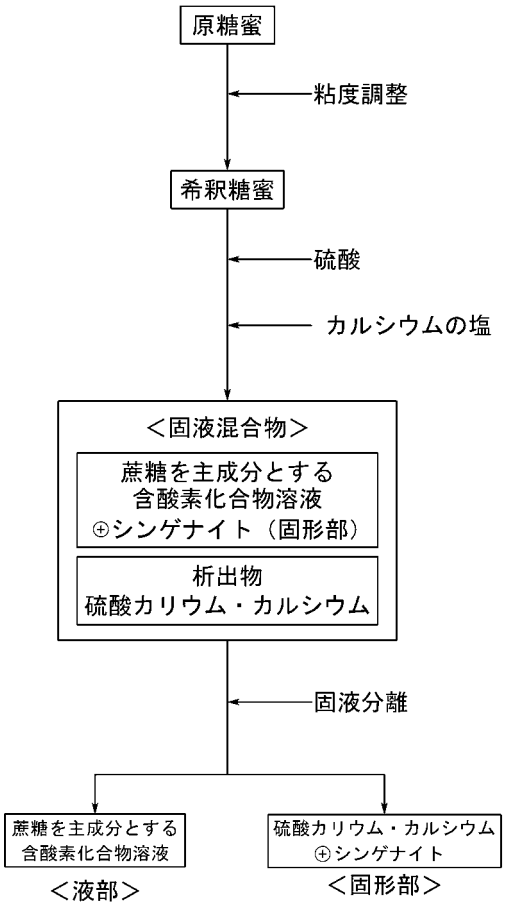
【表５】

硫酸添加	K	液中のK	固のK(g)	K回収率	液回収率
8	3.3	0.67	2.63	79.8	48.4
6	3.3	0.85	2.45	74.4	54.2
4	3.3	1.00	2.30	69.7	58.9
2	3.3	2.07	1.23	37.3	81.8
0	3.3	3.30	0.00	0.0	100

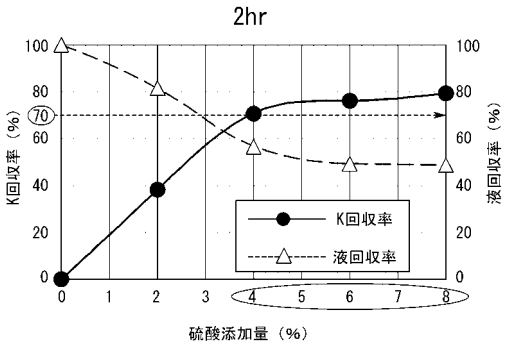
【００７４】

本明細書で使用している用語や表現は、あくまでも説明上のものであって、なんら限定的なものではなく、本明細書に記述された特徴と等価の用語や表現を除外する意図はない。

【図１】


原糖蜜
粘度調整
希釈糖蜜
硫酸
カルシウムの塩
＜固液混合物＞
蔗糖を主成分とする
含酸素化合物溶液
⊕シンゲナイト（固形部）
析出物
硫酸カリウム・カルシウム
固液分離
蔗糖を主成分とする
含酸素化合物溶液
＜液部＞
硫酸カリウム・カルシウム
⊕シンゲナイト
＜固形部＞

【図２】


2hr
K回収率（%）
液回収率（%）
100
80
70
60
40
20
0
0
1
2
3
4
5
6
7
8
K回収率
液回収率
硫酸添加量（%）

フロントページの続き

(72)発明者　西元　研了
鹿児島県霧島市隼人町小田１４４５－１　鹿児島県工業技術センター内
(72)発明者　大谷　武人
鹿児島県霧島市隼人町小田１４４５－１　鹿児島県工業技術センター内

Ｆターム(参考) 4C057 AA08　BB01　BB03