

삼상 유동층 추출기에서 대두유의 침출 특성

김존식 · 연주민 · 우광재 · 강 용[†]

충남대학교 화학공학과
(1999년 5월 17일 접수, 1999년 11월 15일 채택)

Soybean-Oil Leaching in a Three-Phase Fluidized Bed Extractor

Jun-Sik Kim, Ju-Min Youn, Kwang-Jae Woo and Yong Kang[†]

Department of Chemical Engineering, Chungnam National University, Taejeon 305-764, Korea
(Received 17 May 1999; accepted 15 November 1999)

요 약

삼상 유동층 추출기(직경 0.102 m × 높이 1.5 m)에서 대두유의 침출 특성을 고찰하였다. 노르말 헥산과 압축공기를 각각 액상용매와 기상으로 사용하였으며 고체상으로 조쇄대두(cracker)와 압편대두(flake)를 사용하였다. 유동고체입자의 형태와 추출온도, 추출시간 그리고 기상유속이 대두유의 침출특성 및 오일의 추출에 미치는 영향을 검토하였다. 본 연구의 실험결과, 동일 추출조건에서 대두로부터 오일의 추출효율은 기상유속과 온도가 증가함에 따라 증가하였으며, 유동고체입자가 압편대두인 경우가 조쇄대두인 경우보다 오일의 추출효율이 높은 것으로 나타났다. 한편, 유동층을 이용한 추출장치에서 압편대두와 조쇄대두의 추출효율은 추출된 추출시간이 40분 경과한 후에 0.996와 0.992로 기존의 다단식 추출장치와 비교하여 추출효율이 높게 나타났으며, 대두의 원료로 조쇄대두를 사용하더라도 기존장치에서 압편대두를 사용할 경우의 추출효율을 나타내어 유동층 추출장치를 사용할 경우 대두를 전처리하기 위한 비용을 절감할 수 있는 것으로 나타났다.

Abstract – Characteristics of soybean oil leaching have been investigated in a three-phase fluidized bed extractor(0.102 ID×1.5 m Height). *n*-Hexane and compressed air have been used as a liquid solvent and a gas phase, respectively. The cracked(cracker) and flaked(flake) soybeans have been used as a fluidized solid phase. Effects of gas phase velocity, extraction time temperature and fluidized solid types on the extraction efficiency in the extractor have been discussed. As a result of experiments, the extraction efficiency has increased with increasing gas phase velocity and extraction temperature during the same extraction time. The efficiency has exhibited higher value in the flake bed extractor than that in the cracker bed. It has been found that the extraction efficiency has been higher in using the fluidized-bed extractor in the comparison with that of commercial unit. Moreover, the cracker, which needs pretreatment in using the previous process, can be used without modification in the fluidized-bed extractor, thus, the cost can be discarded considerably in using the fluidized-bed extractor.

Key words: Soybean Oil, Leaching, Extraction, Three-Phase Fluidized Bed

1. 서 론

삼상 유동층 반응기의 응용 기술은 석탄의 변환, 석유화학, 생물화학 등 여러 분야에서 널리 이용되고 있지만 침출장치로 사용되거나 관련 연구가 이루어진 예는 극히 드문 형편이다. 침출(leaching) 또는 고체추출(solid extraction)은 액체용매를 이용하여 불용성 고체와 섞여 있는 혼합물에서 용질을 용해시켜 필요한 성분을 얻어내는 것이므로 다상의 접촉과 흐름특성을 가진 유동층의 장점을 이용한 침출 기술의 개발은 긴요하다고 하겠다[1-4].

대두와 같이 오일농도가 20% 미만인 경우에 헥산과 같은 용매를 사용하여 오일을 추출하는 것이 효과적인데, 이러한 침출에 있어 고체-액체간의 접촉효과를 증대시키기 위하여 원료의 전처리 과정이 필

요하다 하겠다. 이는 지금까지 추출기가 침투(percolation) 또는 고체-분산(immersion)에 의한 것으로 추출원료의 전처리 과정에 의하여 추출효율이 좌우되기 때문이다. 현재 대두유를 비롯한 식용유지의 침출에 사용되고 있는 장치로는 확산 배터리(diffusion battery) 같은 고정상 추출기와 버킷 승강기(bucket elevator) 또는 나선형 컨베이어(screw conveyor) 등을 이용한 이동상 추출기, 로토셀 추출기(Rotocel extractor) 등이 이용되고 있으나, 이들 장치는 대부분 1920-1940년대에 설계된 추출기로 장치의 규모에 비해 단위 시간당 처리량이 적고 추출효율도 높지 않은 것으로 나타나 있다[5-9]. 따라서, 원료의 전처리 과정을 줄이며 추출시간을 단축하고 추출효율을 올릴 수 있는 경제적인 추출기의 개발을 위해 새로운 이동상 추출기나 고압 추출기에 대한 연구가 이루어지고 있다[10-13].

그러나, 액체-고체 간의 접촉현상이 활발하고 물질전달 및 열전달 효과가 우수한 삼상 유동층을 침출장치로 이용할 경우 추출효율의 증

[†]E-mail: kangyong@hanbat.chungnam.ac.kr

가와 추출시간 단축에 의한 처리량의 증가를 기대할 수 있으며 대두유 침출공정의 가열·압편 과정을 생략하여 원료의 전처리 비용을 절감시킬 수 있을 뿐만 아니라 다양한 원료에 적용할 수 있는 장점을 가지고 있으므로 침출장치로 적합하다고 할 수 있다[14]. 따라서, 본 연구에서는 삼상 유동층을 이용하여 효과적으로 대두유를 추출할 수 있는 삼상 유동층 추출기의 개발에 필요한 기초 실험적 연구를 수행하였다. 즉, 삼상 유동층 추출기에서 유동고체입자(cracker, flake), 추출온도, 체류시간과 기상 및 액상유속 등 조작변수가 대두유의 침출특성에 미치는 영향을 고찰하였다. 이와 같은 본 연구의 결과는 유동층 추출기의 설계, 조작 및 응용의 기초자료로 활용될 수 있을 것으로 사료된다.

2. 실험

본 연구의 실험에서 사용한 삼상 유동층 추출기는 Fig. 1에서 보는 바와 같이 직경이 0.102 m이고 높이가 1.5 m인 스테인레스 스틸관을 사용하였다. 분산판은 perforated plate 형태를 사용하였는데 액상의 분산을 위해서는 직경 2 mm의 구멍을 삼각파치로 균일하게 배치하여 다공판을 만들었으며, 기상의 주입을 위해서는 액상 분배기 중간에 직경 6.35 mm의 관을 삽입한 후 용접하였고 이 관에 직경 1 mm

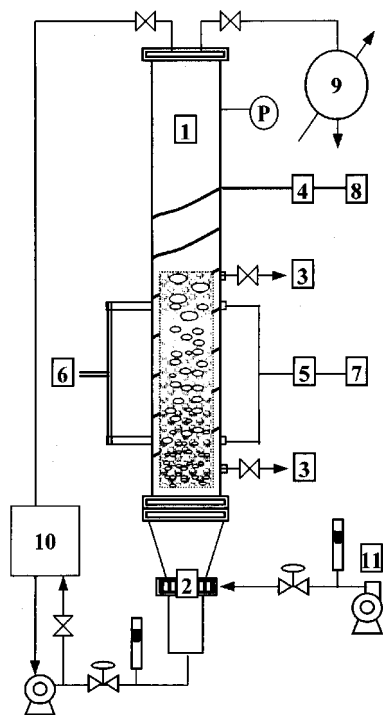


Fig. 1. Experimental apparatus.

- | | |
|---------------------|---------------------------|
| 1. Main column | 7. Temperature controller |
| 2. Distributor | 8. Power supply |
| 3. Sampling valve | 9. Condenser |
| 4. Heater | 10. Reservoir |
| 5. Thermocouples | 11. Air compressor |
| 6. Liquid manometer | |

의 오리피스를 만들어 사용하여서 액상과 기상이 동일면에서 추출기에 주입되도록 하였다. 추출기 내부의 온도를 일정 추출온도로 유지하기 위해 유동층 외벽에 2 kW 용량의 가열코일을 설치하여 가열하였고 유동층 내부의 온도는 iron-constantan J-type의 열전대를 사용하여 측정하였으며 온도조절기를 통하여 제어하였다.

추출용매로는 노르말 헥산(*n*-hexane)을 사용하였으며 액상유속은 8-18 cm/s이었고, 기상은 압축공기를 사용하였는데 유속범위는 1-5 cm/s이었다. 대두유의 추출에 사용한 용매는, 일정량을 추출이 진행되는 일정시간동안 유동층으로 연속적으로 재순환시켰으며, 추출시간에 따라 용매의 일정량을 시료로 채취하여 용매에 녹아있는 대두유의 양을 측정하였다. 추출원료로는 대두를 사용하였으며 추출하기 쉽도록 전처리한 것으로 대두를 직경 2-5 mm로 조쇄한 것(조쇄대두, cracker1: 2-5 mm, cracker2: 2-2.5 mm)과 그것을 다시 두께가 0.3-0.35 mm, 지름 12-18 mm로 압편한 것(압편대두, flake)을 사용하였다. 대두유의 침출에 있어 추출용매에 대두의 유분이 녹아 있는 혼합용액을 미셀러(miscella)라 하며 본 실험과 관련된 추출용매인 노르말 헥산과 고체상인 조쇄대두와 압편대두의 물리적 특성을 Table 1에 나타내었다.

추출용매와 고체상이 동일한 질량비율인 추출조건에서 각 조작변수의 변화에 따라 대두로부터 오일의 추출효율을 측정하였다. 추출효율은 미셀러의 농도 변화로부터 잔류오일농도를 예측하여 식 (1)에 의해 결정하였으며 이를 고체상(대두)의 잔류오일농도 측정결과와 비교 검토하였다. 추출된 미셀러의 농도변화는 Abbe 굴절계를 이용하여 굴절률의 변화로 측정하였다. 이는 미셀러 농도가 35%에 이를 때까지 미셀러 농도와 굴절률은 선형적인 관계가 있으므로 각 조업조건에 따른 미셀러의 굴절률 변화를 측정하여 추출효율을 결정하였다.

$$\text{추출효율}(\eta) = \frac{\text{원료의 오일농도} - \text{잔류오일농도}}{(\text{대두})\text{원료의 오일농도}} = \frac{C_{R0} - C_{Rt}}{C_{R0}} \quad (1)$$

고체상의 잔류오일농도는 로터리 증발기를 이용하여 시료(약 10 g)를 105±1 °C로 건조 후 에틸에테르로 8시간 추출하여 구하였다.

3. 결과 및 고찰

3-1. 충공극률

삼상 유동층 추출기에서의 충공극률은 유체와 고체의 접촉 및 접촉 효율 그리고 다상의 흐름 형태에 큰 영향을 미치므로 대두로부터 오일의 추출효율을 결정하는 중요한 요소가 된다. 따라서, 본 연구에서는 삼상 유동층에서 고체 입자의 유동특성에 큰 영향을 미치는 액상 유속이 충공극률에 미치는 영향을 검토하였다. Fig. 2에 나타난 것처럼 액상유속의 증가에 따라 충공극률은 증가하였으며 유동고체입자가 조쇄대두(cracker)일 경우가 압편대두(flake)일 때보다 높은 유속에서 유동화가 이루어졌다. 이는 압편대두의 겉보기 밀도가 조쇄대두의 밀도보다 작기 때문으로 해석할 수 있다(Table 1). 또한, 조쇄대두를 유동화하는 경우가 압편대두의 경우 보다 액상유속의 증가에 따라 충공극률이 증가하는 율이 증가하는 경향을 나타내고 있는데 이는 조쇄대두의 형상이 구형에 가까워 일단 유동화가 되기 시작한 조건에서는 편상인 압편대두보다 유동화 되기 쉽기 때문으로 해석할 수 있다. 한편, 기상의 흐름이 있는 경우에는 유동층 내부에서 상승하는 기

Table 1. Physical properties of liquid and solid at 25 °C

Liquid phase	Density[kg/m ³]	Refractive index[-]	Boiling point[°C]	Solid phase	Diameter[mm]	Bulk density[kg/m ³]
<i>n</i> -Hexane	682	1.372	69	Cracker1	2-5	652
				Cracker2	2-2.5	663
				Flake	12-18	264
					(thickness = 0.35)	

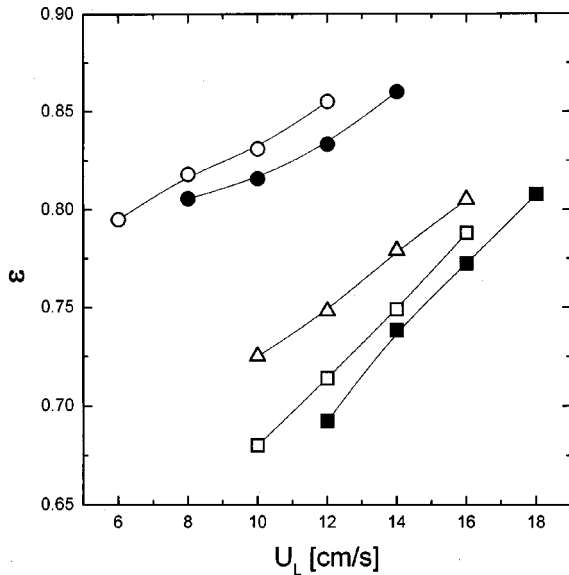


Fig. 2. Effects of liquid phase velocity on bed porosity in the three-phase fluidized bed extractors.

particle	cracker1	cracker1	cracker2	flake	flake
U _G [cm/s]	0	3.0	3.0	0	3.0

포의 존재 때문에 유동층 내부에서 층팽창의 효과가 증가되므로 층공극률은 증가하는 것으로 해석할 수 있다.

3-2. 대두유의 추출특성

삼상 유동층 추출기에서 조업조건의 변화에 따라 대두로부터 추출된 오일의 양은 추출용매에 녹아 있는 오일의 양을 측정하여 결정하였는데, 이는 대두에 남아 있는 잔류 오일을 측정하여 추출된 오일의 양을 결정한 값과 일치하였다. 추출용매에 녹아 있는 대두유의 양을 측정하여 결정한 대두유의 추출효율에 유동고체입자의 형태가 미치는 영향을 Fig. 3에 나타내었다. Fig. 3에서 볼 수 있듯이, 일정 추출조건

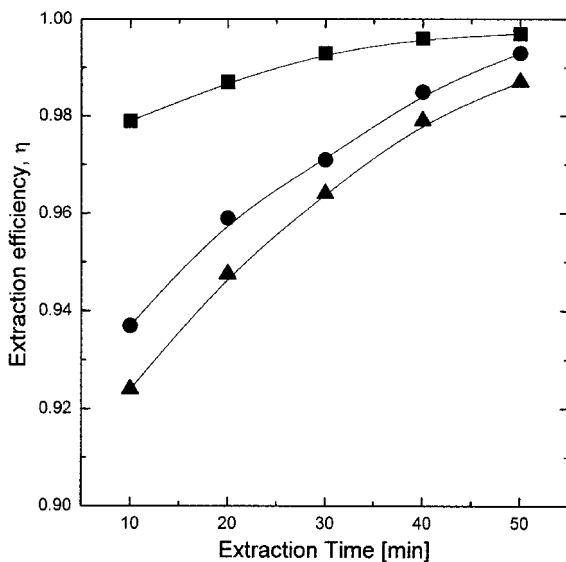


Fig. 3. Effects of solid type on η in the three-phase fluidized bed extractors ($U_G=3$ cm/s, $U_L=10$ cm/s, Temp.=50 °C).

particle	flake	cracker1	cracker2
----------	-------	----------	----------

에서 살펴본 것으로 압편대두를 유동고체입자로 사용한 경우가 조쇄대두를 이용한 경우보다 대두유의 추출효율이 크게 나타났다. 그러나, 추출시간이 지남에 따라 압편대두와 조쇄대두 그리고 조쇄대두의 크기에 따른 추출효율의 차이는 점차 감소하는 것을 알 수 있다. 이는 압편대두의 경우가 조쇄대두의 경우보다 액체-고체간의 접촉면적이 넓어서 접촉효과가 크기 때문에 오일의 추출 초기에는 추출효율이 높은 것으로 나타났으나, 추출이 진행되면서 유동입자가 편상인 경우보다 구형에 가까운 경우가 유동화의 연속 조작에는 보다 효율적이며 유동입자의 유동성(fluidity)을 증가시켜 주기 때문에 대두로부터 오일의 추출효율은 조쇄대두인 경우가 압편대두의 경우보다 좀 더 효과적으로 추출시간이 증가함에 따라 증가한다고 할 수 있다. 뿐만 아니라, 압편대두를 만들기 위해서는 과도한 전처리 비용이 필요하므로 오일추출의 최적화를 위해서는 처리량과 비용을 고려하여 조건에 맞는 입자 형태의 선정이 필요하다 하겠다. 특히, 조쇄대두의 입경이 2-2.5 mm인 cracker2의 경우 입경이 큰 일반 조쇄대두(cracker1)보다 더 높은 추출효율을 나타냈다. 따라서 기존의 장치들은 추출효율을 높이기 위하여 추출원료를 반드시 압편으로 전처리하여 추출하였지만 유동층 추출기를 이용할 경우 조쇄대두의 직접 사용이 가능하므로 대부분의 전처리 비용이 압편 과정에서 소요된다는 경제성을 감안하면 매우 큰 비용절감을 기대할 수 있다.

한편, 삼상 유동층에서 대두로부터 오일의 추출 시 추출온도가 오일의 추출효율에 미치는 영향을 Fig. 4에 나타내었다. Fig. 4에서 볼 수 있듯이 추출온도의 증가는 오일의 추출효율을 증가시키는 것으로 나타났다. 이와 같은 결과로 유동층 추출장치에서 추출 온도의 증가는 일정량의 추출에 필요한 추출시간의 감소를 가져온다고 할 수 있다.

조쇄대두를 원료로 사용한 경우 유동층 내부에 기체의 유입이 오일의 추출효율에 미치는 영향을 Fig. 5에 나타내었다. Fig. 5에서, 기상 유속이 0인 경우는 오일의 추출 메커니즘이 대부분 추출용매의 침투에 의한 것이므로 매우 낮은 추출효율을 나타내고 있으며 유동층에 유입되는 기상유속이 증가함에 따라서 오일의 추출효율은 더욱 높아지는 것으로 나타났다.

오일이 추출된 고체상을 로터리 증발기를 이용하여 잔류오일농도를 측정하여 대두로부터 오일의 추출효율을 측정한 Othmer 등과 Karnofsky

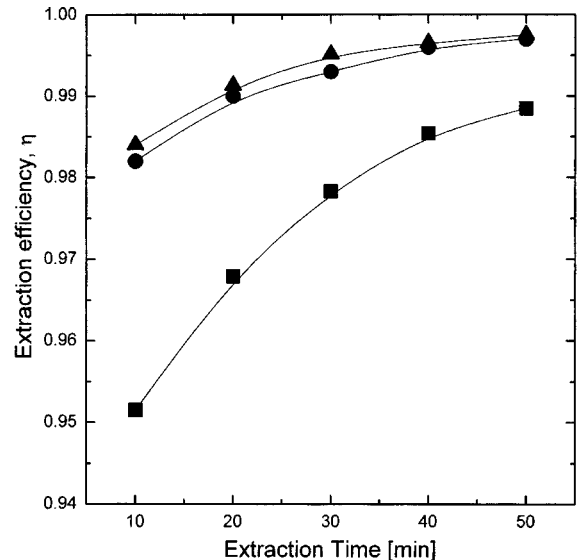


Fig. 4. Effects of temperature on η in the three-phase fluidized bed extractors ($U_G=3$ cm/s, $U_L=10$ cm/s, flake).

Temp.[°C]	28	50	65
-----------	----	----	----

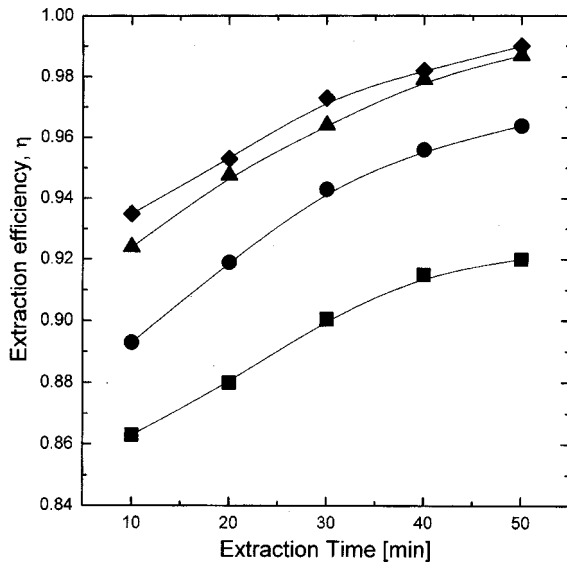


Fig. 5. Effects of gas velocity on η in the three-phase fluidized bed extractors(cracker1, $U_L=10$ cm/s, Temp.=50 °C).

■ ● ▲ ◆
 U_G [cm/s]: 0 1.0 3.0 5.0

[6, 16-17]의 실험결과와 본 연구의 결과를 비교하여 Fig. 6에 나타내었다. Fig. 6에서 볼 수 있듯이 추출시간이 진행됨에 따라 대두로부터 오일의 추출효율은 기존의 다단계 추출장치보다 현저히 증가하는 것을 알 수 있다. 따라서, 기존의 다단식 추출장치를 사용하여 추출시간이 추출시간이 40분 경과한 후의 추출효율이 0.98 정도 되는 공정을 상용화하여 현재 사용하고 있는 것과 비교할 때 본 실험결과 압

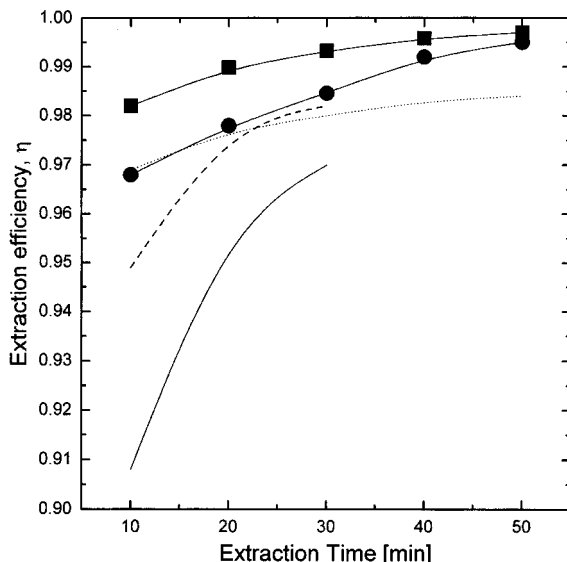


Fig. 6. Effects of extraction time on η in the three-phase fluidized bed extractors.

particle	flake cracker2	flake	flake	flake
thickness[mm]:	0.35	0.25	0.36	0.44
Temp.[°C]	50	27	69	69
U_L [cm/s]	10	-	-	-
U_G [cm/s]	3.0	-	-	-
	Present study	Othmer data(1955)	Kamofsky(1949)	

편대두 그리고 조쇄대두의 추출시간이 40분일 때 추출효율이 0.99 이상으로 나타나고 있으므로 유동층을 이용한 대두로부터 오일의 추출 공정이 기존의 공정들 보다 매우 경제적이며 효과적이라 할 수 있다. 더구나, 기존의 오일 추출장치들은 주로 원료대두로 압편대두만을 사용하며 추출효율을 높이기 위하여 압편대두의 두께를 보다 얇게 하여 대두의 전처리에 많은 비용을 사용하였으나, 유동층 추출장치를 사용할 경우에는 조쇄대두를 원료로 하여도 기존의 장치에 비하여 높은 추출효율을 얻을 수 있으므로 오일의 추출효율 증가에서 오는 경제적 측면뿐만 아니라 대두의 전처리에 사용하는 비용도 매우 절감할 수 있다 하겠다.

4. 결 론

본 연구의 실험결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

- (1) 유동층 추출기를 사용한 대두로부터 오일의 추출효율은 추출온도와 기체의 유속이 증가함에 따라 증가하였다.
- (2) 유동층 추출기에서 유동입자의 형태가 조쇄대두인 경우보다 압편대두인 경우가 추출효율이 높았지만 추출시간이 증가함에 따라 조쇄대두와 압편대두로부터 오일의 추출효율의 차이는 현저히 감소하였다.
- (3) 유동층 추출기를 사용하여 대두로부터 오일을 추출할 경우, 압편대두만 사용하여야 하는 기존의 다단식 추출공정과 비교하여 조쇄대두를 사용하여도 추출효율이 기존의 추출공정보다 높게 나타났다.

사용기호

- C : concentration [wt%]
 d_p : particle diameter [mm]
 T : temperature [°C]
 U_L : liquid phase velocity [cm/sec]
 U_G : gas phase velocity [cm/sec]

그리스 문자

- ϵ : bed porosity [-]
 ρ : density [kg/m³]
 η : extraction efficiency [-]

하첨자

- L : liquid phase
 G : gas phase
 S : solid phase
 R : residual oil

참고문헌

1. Kang, Y., Kim, J. S., Woo, K. J., Nam, C. H., Kim S. H. and Kim, S. D.: *HWAHAK KONGHAK*, **36**, 275(1998).
2. Kim, S. D., Yu, Y. H. and Han, P. W.: *Chem. Eng. Commun.*, **68**, 57 (1988).
3. Donald E. Cormack, John M. Kenchington, Colin R. Phillips and Patrick J. Leblanc: *Can. J. Chem. Eng.*, **55**, 572(1977).
4. Treybal, R. E.: *Mass-Transfer Operations*, 3rd ed., p. 739, McGraw-Hill(1980).
5. Schwartzberg, H. G.: *Chem. Eng. Prog.*, April, 67(1980).
6. Schwartzberg, H. G. and Chao, R. Y.: *Food Tech.*, Feb., 73(1982).

7. Bernardini, E.: *J. Am. Oil Chemists Soc.*, **53**, 275(1976).
8. Hutchins, R.P.: *J. Am. Oil Chemists Soc.*, **53**, 279(1976).
9. Stein, W. and Glaser, F. W.: *J. Am. Oil Chemists Soc.*, **53**, 283(1976).
10. Eggers, R., Sievers, U. and Stein, W.: *J. Am. Oil Chemists Soc.*, **62**, 1222(1985).
11. Turkay, S., Satioglu, K. N., Sasmaz, D. A. and Gulbaran, E.: *J. Am. Oil Chemists Soc.*, **62**, 1663(1985).
12. Karnofsky, G.: *J. Am. Oil Chemists Soc.*, **63**, 1011(1986).
13. Kim, J. S., Woo, K. J., Kim, S. J. and Kang, Y.: *Theories and Applications of Chem. Eng.*, **4**(2), 2905(1998).
14. Canessa, C. E. and Snyder, H. E.: *J. Am. Oil Chemists Soc.*, **68**, 675 (1991).
15. King, W. H.: *J. Am. Oil Chemists Soc.*, **54**, 193(1977).
16. Bredeson, D. K.: *J. Am. Oil Chemists Soc.*, **54**, 489A(1977).