

# 蒸留装置操作システムの開発

鹿児島大学工学部 教授 幡手 泰雄

現在の焼酎製造における解決すべき大きな課題は、その香りや味覚の多様化に如何に答えるかであると考えられる。このような要求を実現するために、もろみ調製法の改良が行われているが、本研究では、蒸留システムの改良によって本課題の解決をはかる事を目的として①微量成分の気液平衡挙動の測定、②微量成分を含むエタノール水溶液の蒸留システム及びそのモデル化の検討、③焼酎もろみの熱変性の検討、④回分精留システムのための微量成分の段効率の測定及び、⑤焼酎もろみの蒸留試験等について研究を行った。

## 1. 微量成分の気液平衡挙動の測定

Table 1に示したように、水-エタノール系における微量のアルコール類、ジオール類、高級脂肪酸エステル類、エステル類、アルデヒド類、ケトン類及び有機酸類についての常圧あるいは減圧下の気液平衡関係の測定を行った。

## 2. 微量成分を含むエタノール水溶液の蒸留システム及びそのモデル化の検討

試験研究用の菅原式単式蒸留機に10種の微量成分を加えたエタノール水溶液を用いて蒸留実験を行った。これはもろみ(固液混合物)に起因する複雑な現象をさけ、化学工学的観点から

単式蒸留機の性能を見るためである。Table 2に示す操作条件で実験を行った。Figs. 1, 2はRun No. 3における微量成分の濃度を留出液分率に対して示した。Fig. 3にこの単式蒸留機のモデルに基づいて行った微量成分の蒸留曲線の計算値

Table 1 水-エタノール系微量成分の気液平衡データ

分類	物質名	備考
アルコール類	メタノール n-プロピルアルコール イソブタノール イソアミルアルコール	常圧, 180mmHg, 95mmHg
	$\beta$ -2757533-4	常圧
ジオール類	エチレングリコール ジエチレングリコール 1.3Propanediol 1.4Butanediol 1.5Penanediol 1.6Hexanediol	常圧
高級脂肪酸 エステル類	リノール酸エチル パルチミン酸エチル オレイン酸エチル	常圧
エステル類	酢酸エチル 酢酸イソアミル	常圧, 190mmHg, 95mmHg
アルデヒド類	アセトアルデヒド イソブチルアルデヒド クロトンアルデヒド フルフラール	常圧, 190mmHg, 95mmHg
	アセトアル	常圧
ケトン類	ジアセチル	常圧, 190mmHg, 95mmHg
有機酸	琥珀酸 酢酸 プロピオン酸	常圧, 190mmHg, 95mmHg

を示したが、実測値の傾向をよく表わしている。

### 3. 焼酎もろみの熱変性の検討

ここでは、加熱時間によりもろみが変わるように変化するかを調べた。

Fig 4 に加熱下の微量有機酸濃度の経時変化を示した。

いずれの実験においてもクエン酸、酢酸、乳酸の微量有機酸は、加熱すると含有量が増加する傾向が見られた。特に、ピログルタミン酸の増加が著しいことが分かった。

Table 2 操作条件

Run No.	Prepared solution	Distillation time [h]	Charge [kg]	Total of distillate [kg]	Residue [kg]	Steam blown into still [kg]
2	Prepared solution	1.80	62.0	18.89	73.90	30.8
3	Prepared solution	3.58	62.0	19.66	77.80	35.5
4	Prepared solution	1.82	61.9	20.94	73.48	32.5

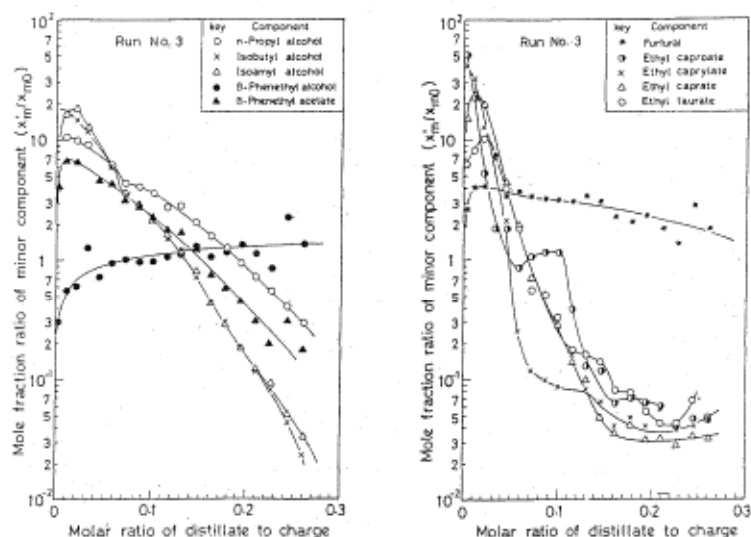


Fig.1 調製液 (Run No.3) の微量成分

蒸留曲線 (初期仕込み濃度基準)

### 4. 回分精留システムのための微量成分の段効率の測定

オルダーショー型精留塔を使用し、水-エタノール共沸混合物中に微量成分を仕込み、微量成分の塔頂と塔底の濃度比を測定することで段効率を測定した。Fig 5 は連続還流による各微量成分の濃度比を、還流比に対してプロットした。本図より n-プロピルアルコールの段効率は 0.85 程度、イソブチルアルコールの段効率は 0.8 程度と見積もれる。

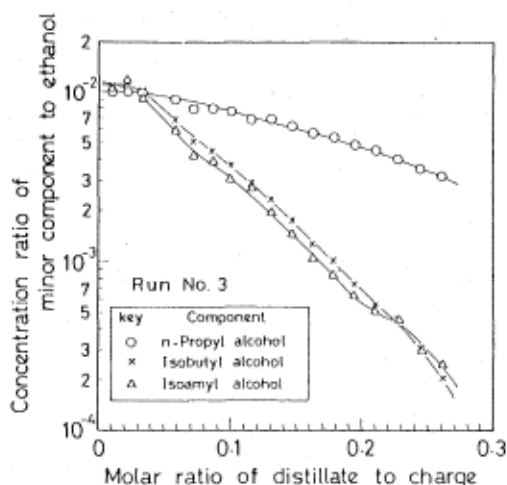


Fig.2 調製液 (Run No.3) の微量成分

蒸留曲線

## 5. 焼酎もろみの蒸留試験

内田式単式蒸留機を用いて蒸留試験を行った。Table 3に操作条件を示した。

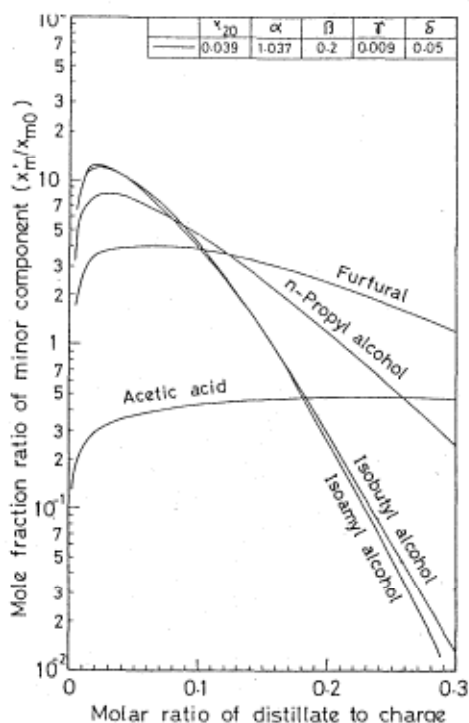


Fig. 3 モデルによる微量成分蒸留曲線計算値

Fig. 6はモル単位で表わした累積留出量で、この曲線の傾きが蒸留速度である。Fig 7に代表的な実験結果を示した。この図から次のことがいえる。

- (1) 比較的多量に存在するアルコール類（*n*-プロピル、イソブチル、イソアミル、 $\beta$ -フェネチル）は蒸留時間による変化が比較的小さい。減圧蒸留をしても余り変わらない。
- (2) 酢酸は蒸留時間を長くすると急速に低下する。減圧蒸留をしても同様に低い。
- (3) 酢酸エチル、酢酸イソアミルは、蒸留時間によって大きく変化している。減圧蒸留をすると濃度が低くなる。
- (4) 酢酸

Key	Organic acid	Symbol	Organic acid
○	citric acid	◇	phyroglutamic acid
△	malic acid	●	lactic acid
□	succinic acid	▲	formic acid

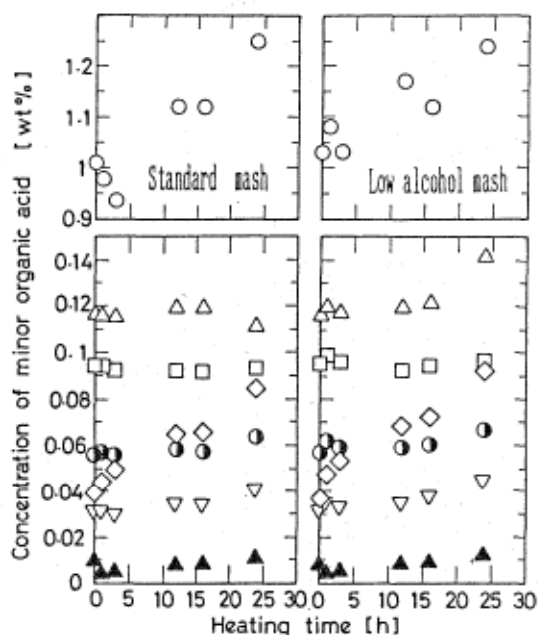


Fig. 4 加熱による微量有機酸の経時変化

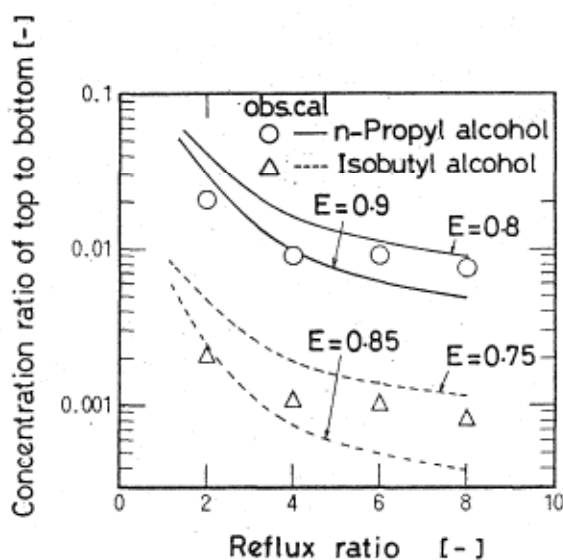


Fig. 5 微量成分の濃度比に及ぼす還流比の影響 (連続還流、760mmHg)

$\beta$ -フェネチルは、蒸留時間によって余り変わらず、減圧蒸留ではむしろ高い濃度になっている。

(5)カプロン酸エチル、カプリル酸エチル、カプリ

ン酸エチル、ラウリン酸エチルは、蒸留時間によって濃度が増大するものも低下するものもある。減圧蒸留をすると著しく低下する。(6)パルミチン酸エチル、オレイン酸エチル、リノール酸エチルは、蒸留時間により変化するものもしないものもある。一般には減圧蒸留をすることでこれらの濃度は低下する。なおパルミチン酸、オレイン酸等の濃度がRun No.12で極端に低くなっているのは、蒸留中期や後期においてもガスクロマトグラフにかからない位低い濃度でずっと留出しているのを濃度零として計算しているためであろうと思われる。

Table 3 操作条件

Run No.	Pressure [kPa]	Heating	Distillation time [h]	Charge [kg]	Total of distillate [kg]	Residue [kg]	Steam blown into still [kg]
9	12.7	indirect	3.55	71.0	23.36	61.2	13.6
10	101	direct	2.45	100.0	27.33	125.6	52.9
11	101	direct	1.17	100.0	37.90	105.1	43.0
12	101	direct	4.25	98.9	25.97	125.0	51.0

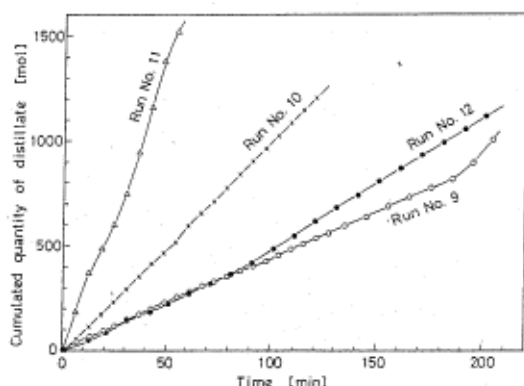


Fig. 6 各操作条件における留出曲線

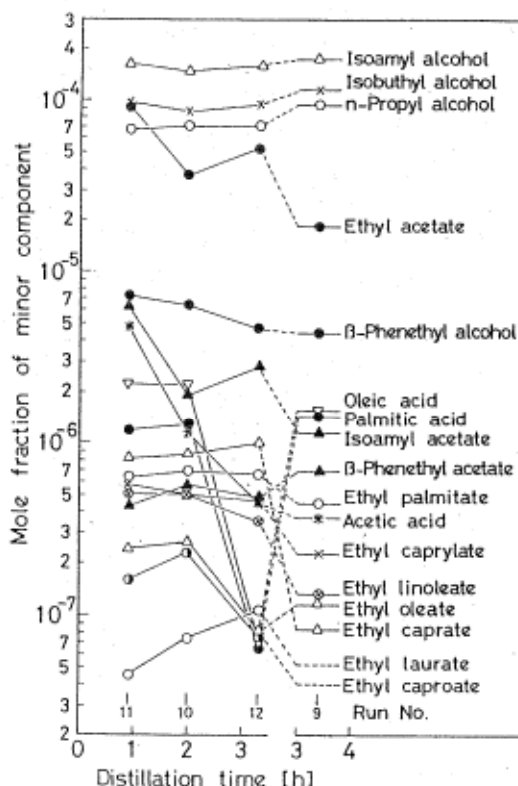


Fig. 7 各操作条件における留出液組成