

1-4 薄膜蒸発装置の乙類しょうちゅう 蒸留への適用試験

浜崎幸男, 山口 巖, 南園博幸, 西野勇美

下で実験を行なった。本体の伝熱面積は $0.2 m^2$ であった。なお各実験区ともそれぞれ2~3回のくり返しを行ないその平均値をもって結果とした。

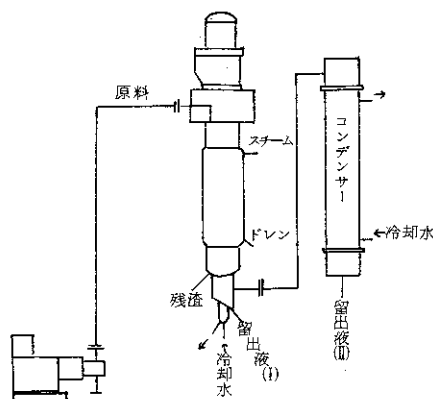
〔はじめに〕

現在の乙類しょうちゅう製造工場では大部分が1回のもろみ投入量が1,000L位の規模の単式蒸留機を使い2.5~3時間かかって蒸留を行なっている。1回のもろみ投入量が5,000Lという大きな蒸留機もあるが現在の手法をもってしてはこのような大きな蒸留機ではどうしても製品の味が薄くなりがちであるといわれている。このような理由から製造量が大きな工場においても現在なお内容量が1,000L位の小さな蒸留機を多数備えて蒸留を行なっているのが現状である。このような多数の蒸留機を管理するのは仲々困難であり、発酵もろみまでは折角良好な経過をとってきたにもかかわらず蒸留過程で全てを悪くする結果になっている場合が極めて多い。さらに長時間加熱を続ける結果悪成分の一つといわれているフルフラールが生成しやすい。これらの問題を解決するために蒸留機および蒸留法についていろいろな角度から改良試験が試みられている。吾々はたまたま薄膜蒸発装置の小型機をある目的で貸与されたのを機会にこれを使って蒸留試験を試みようと思ひ基礎試験を行った。この薄膜蒸発装置¹⁾についてはすでに詳しく報告されているのでそれにゆずるが簡単にいえば薄膜にして真空の下に滞留時間を短くし且つまたより低温度で熱影響を及ぼさずに蒸発させる装置である。そこでこの装置を使用すれば1)フルフラール、焦臭の発生を予防できる。2)一仕込槽ごとのもろみについてはワンパスの蒸留が可能であり、蒸留操作の全てを自動制御できる等のメリットがあると期待できる。

実験の方法

I 蒸留装置 神鋼ファウドラ (株) 製のものを一部変更して使った。即ち低真空用の装置を使用し下図のように第2冷却管を接続し、大気圧

蒸 留 装 置

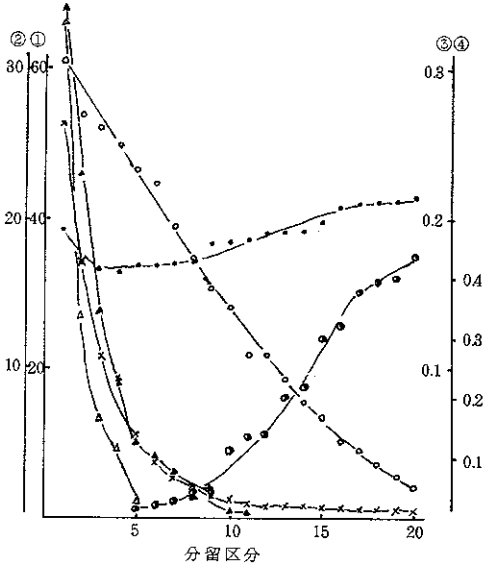


II 分析：アルコールは試薬1級および日本薬局法アルコールを水で薄めて約15% (V/V)の濃度とし、アセトアルデヒド、フルフラール、イソアミルアルコールなどは試薬特級を使った。分析は所定法²⁾によって行なった。

〔結果と考察〕

はじめにイモ製もろみについて実験室でフラスコ蒸留を行ない(冷却水温度5℃)これをフラクションコレクターで20mlづつ分画しそれぞれの区分についてアルコール、酸、アルデヒド、フーゼル油、フルフラール、エステルなどを測定した結果を図1に示した。単式蒸留機の場合、このようにアルデヒド、フーゼル油、エステルなどは初留部から多量に留出し急速に減少する。一方フルフラールは中留部から留出しはじめ後留部になるにつれてその濃度を増す。

図1 蒸留曲線



- ① アルコール濃度% (V/V)
- ② アルデヒド mg/100ml
- ③ フーゼル油 g/100ml
- ④ フルフラール mg/100ml

I 条件の設定

モロミを使つての本実験に先き立ち、いろいろな所見を得るためにまづアルコール溶液を使って基礎的な試験を行なつた。この装置では操作上アルコール収得率、およびアルコール濃度に影響を与える因子としては原料供給量と蒸気圧力の2つがある。そこでいま蒸気圧力を一定として供給量を変えた場合のアルコール濃度とアルコール回収率を示すと図2、3のとおりである。ここでIは本体に内蔵されている冷却塔により冷却されて留出してきた液を示し、IIは第2の冷却塔により冷却留出した液を示した(以下I、IIと略す)。

図2 圧力0.5 kg/cm²の場合

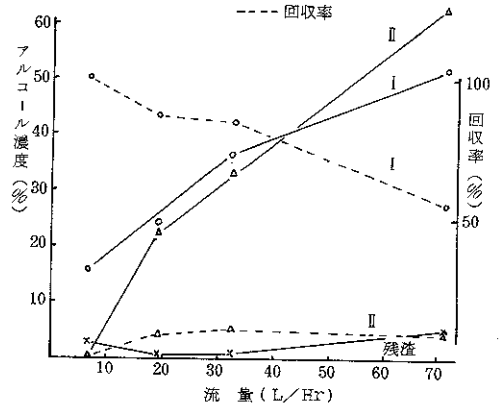
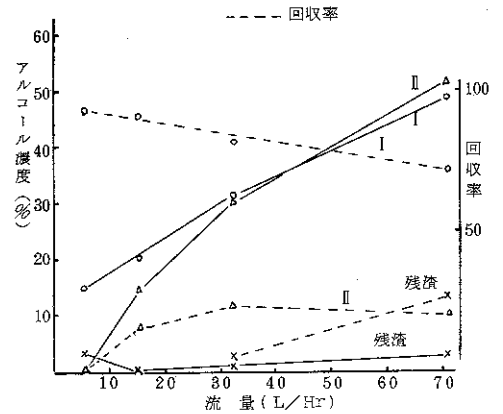


図3 圧力1.0 kg/cm²



これで明らかのように蒸気圧力を一定とした場合には供給量が多くなるにつれてI、IIの区分のアルコール濃度は高くなるが回収率は低下する。圧力0.5 kg/cm²ではその蒸気の温度は約110℃、1 kg/cm²では約120℃である。本装置の場合供給された原料は本体内で薄膜となって流下し本体内部の滞留時間も秒単位という短いものである。それでも供給量が少なければ供給された原料液は殆んど全部蒸発し、次に冷却されて原料のアルコール濃度と殆んど同じ濃度の液が留出される結果となる。そして供給量が増すにつれて蒸発能力以上となりアルコールが水より先に留出する結果留出液の濃度は高くなる。しかし一方では残渣部も多くなりそれだけ回収率が低下する結果とな

る。即ち、 0.5 kg/cm^2 の場合、供給量を 6.5, 19.2, 32.7, 71.1 L/Hr と増すに従い I, II 塔の回収率は合計で 99, 97, 96, 64% と減少し、一方残渣の方には 1.0, 1.7, 4.1, 26% と未回収アルコールが増えてくる。 1.0 kg/cm^2 の場合も同様な傾向を示している。次に供給量を一定にして圧力を変えた場合についての結果を図 4, 5 に示した。この場合には、圧力が大きくなる程アルコールの濃度は低くなるのがわかる。実際のもろみについてはこれとは幾分異なると考えられるが、一応製品のアルコール濃度を 35~36%, 回収率を 85% 以上になるような条件を設定した。

いままでの実験結果からこの条件に大体適うものとしては原料供給量 35 L/Hr の場合で 0.5 kg/cm^2 , 71 L/Hr の場合では 1.0 kg/cm^2 という条件が考えられた。

図 4 流量 32 L/Hr

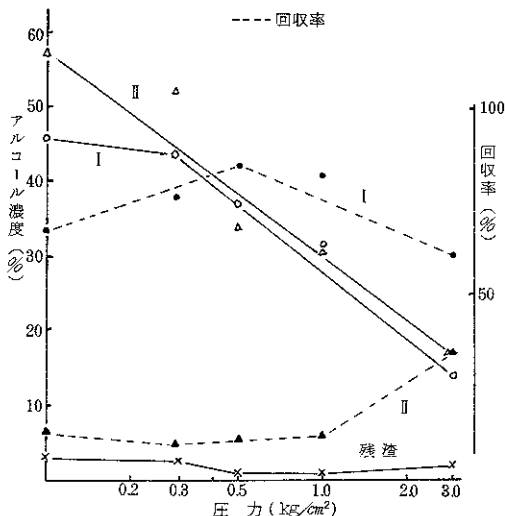
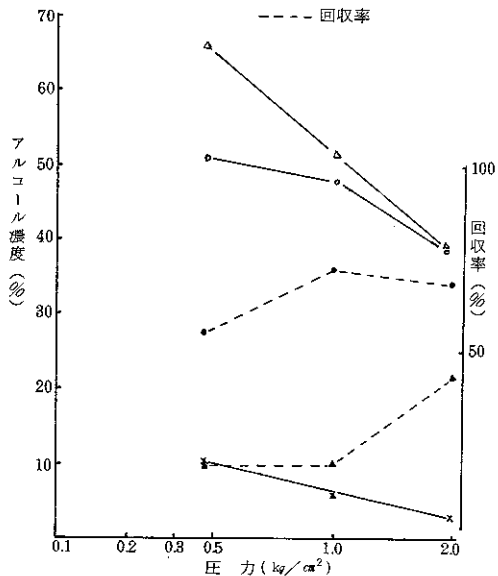


図 5 流量 71 L/Hr



II 各成分の移動

15%のアルコール溶液に適量のアセトアルデヒド、イソアミルアルコール、フルフラールを添加し、次のような条件で蒸留を行ない留出液について各成分の量を測定した。

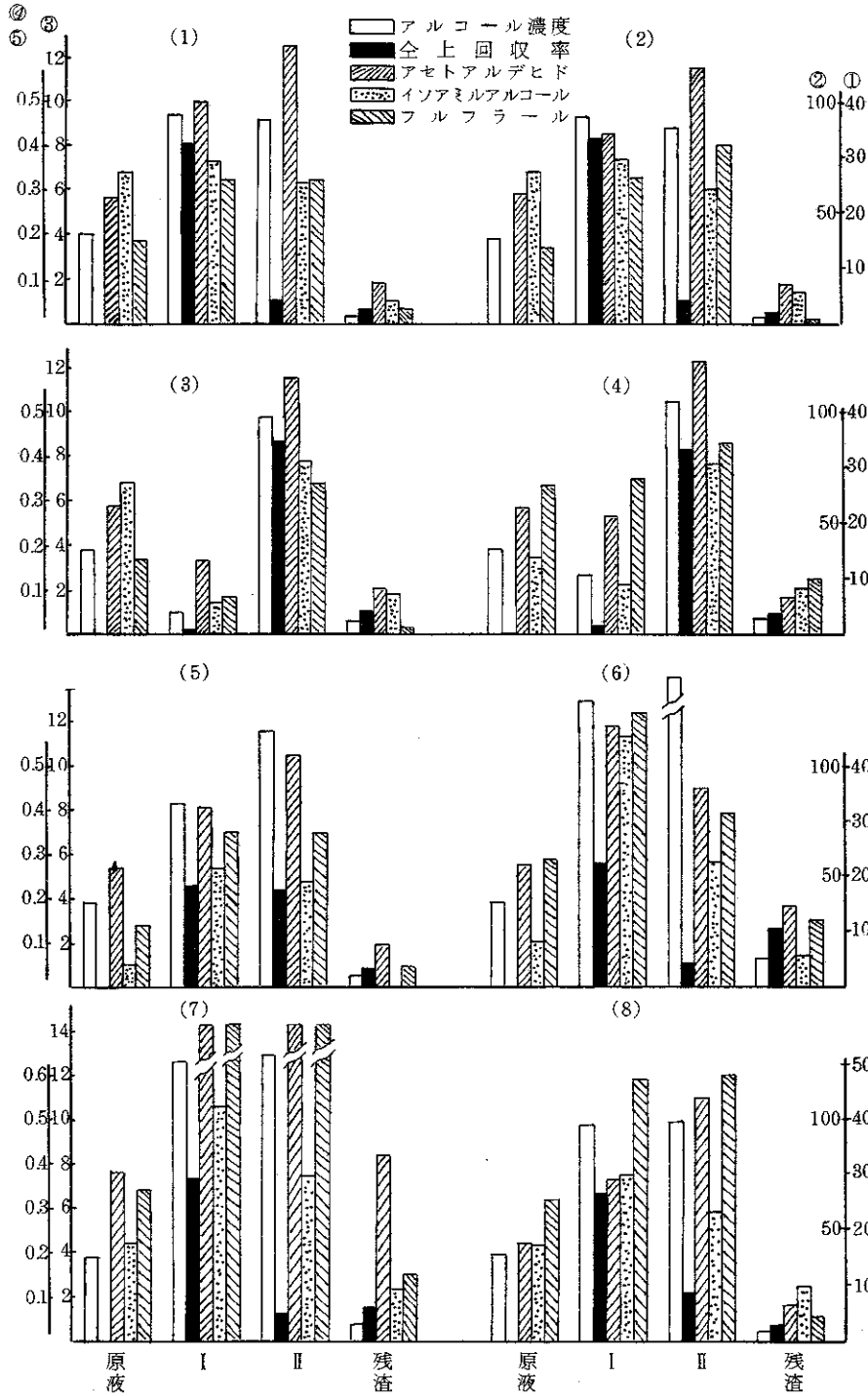
- 1) 圧力 0.5 kg/cm^2 , 供給量 35 L/Hr
I, II には冷却水を十分に流す。
- 2) 圧力, 供給量は(1)に同じ。II 塔の冷却水約 30 L/Hr
- 3) 圧力, 供給量は(1)に同じ。I 塔の冷却水はなく, II 塔には十分流す。
- 4) 圧力, 供給量は(1)に同じ。I 塔の冷却水約 9 L/Hr (冷却水出口温度 63°C)。II 塔には十分流す。
- 5) 圧力, 供給量は(1)に同じ。I 塔の冷却水 120 L/Hr , II 塔冷却水 35 L/Hr (冷却水出口温度 63°C)
- 6) 圧力 0.5 kg/cm^2 , 供給量 71 L/Hr , I, II 塔共に冷却水を十分に流す。
- 7) 圧力 1.0 kg/cm^2 , 供給量 71 L/Hr , 冷却水、は(6)に同じ。

3) 圧力 2.0 kg/cm^2 , 供給量 7 l/Hr , 冷却水(6)に同じ。
各成分の動向を図6に示す。

吾々はこの装置により第I塔で高沸点部の大部分を除去し、第II塔で良質なアルコール製品の分割を期待し実験を行なったが、図6に示したように夫々の成分の分離は余り良好ではなくアルコールとその挙動を共にしている場合が多い。蒸留直

前のイモ製モロミ中におけるこれら成分の含量は明らかでないが、その挙動はこの実験に使った液の場合と同一であろうと推測される。ただしフルフラールについては図1にも示したように蒸留中に大部分が生成されるのでこの薄膜法の蒸留条件の如何によってはこの発生を防ぐことが可能と思われる。

図 6



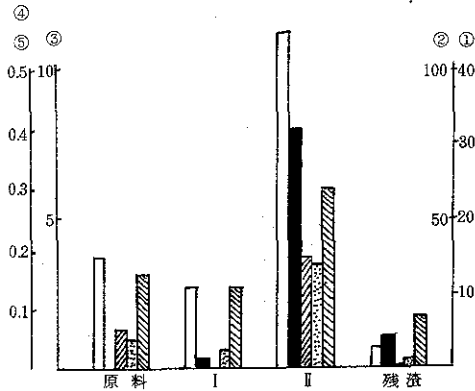
① アルコール濃度 (%)
② 全上回収率

③ アセトアルデヒド $mg/100 ml$
④ イソアミルアルコール $g/100 ml$

Ⅲ 古酒を原料とした場合

Ⅱで述べたように操作をいろいろ変えて実験を行なったが、良好な結果を得るにいたらなかった。8種の操作のうちいろいろな条件を考慮にいれて操作(4)により実験を行なった。結果を7, 8に示す。

図7



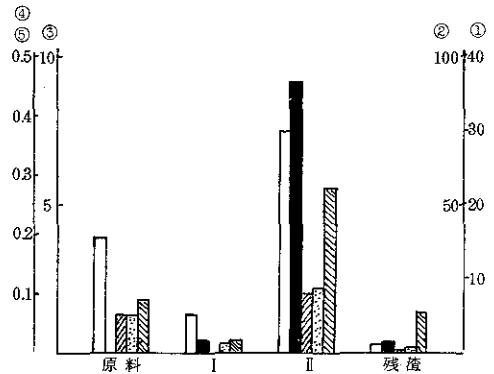
条件 圧力 0.5 kg/cm^2 , 供給量 3.5 L/Hr , アルコール濃度 1.5%

I塔冷却水 $9 \sim 10 \text{ L/Hr}$, (温度 $6.7 \sim 7.0 \text{ }^\circ\text{C}$)

II塔冷却水満開

- ① アルコール濃度 (%)
- ② 全上回収率
- ③ アセトアルデヒド $\text{mg}/100\text{ml}$
- ④ フェーゼル油 $\text{g}/100\text{ml}$
- ⑤ フルフラール mg/ml

図8



条件 圧力 0.5 kg/cm^2 , 供給量 1.9 L/Hr , アルコール濃度 1.5% , 他は図7に同じ。

また当場の職員3名によりきき酒をした結果では、いずれもI塔区分よりII塔区分が良好であり、図7に示した条件による方が図8の条件よりも味が丸くて良好であった。そして古酒のもっていた悪い性質が消えて品質の向上がみられた。

まとめ

薄膜装置による乙類しょうちゅうモロミの蒸留の可能性について検討する目的でまづアルコール溶液に、アセトアルデヒド、イソamilアルコール、フルフラールなどを添加したものを試料液として蒸留条件を検討し、つぎに古酒について蒸留を行ない分析、およびきき酒試験を行なった結果次のことがわかった。

1) 圧力を一定とした場合、供給量が多くなるにつれてアルコールの濃度は高くなるが回収率は低くなる。

2) 供給量を一定とした場合、圧力が大きくなる程アルコールの濃度は低くなる。

3) アルコール濃度 $3.5 \sim 3.6\%$, 回収率 85% 以上になるような条件を設定した場合には、原料供給量 3.5 L/Hr , 圧力 0.5 kg/cm^2 , および原料供給量 7.1 L/Hr , 圧力 1.0 kg/cm^2 の2条件が大体この目的に適うものであった。

4) 各成分を添加しその移行の状態を調べた結果では各成分の分離は悪く、大体アルコールと挙動を共にする様である。

5) 古酒について蒸留を行なった結果では、良好な酒質を有する製品が得られた。

終りに薄膜蒸留装置を貸与していただいた神鋼

ファウドラ-株式会社に謝意を表します。

参考文献

- 1) 戸崎康隆：ケミカル・エンジニアリング
vol 14, 40 (1969)
- 2) 国税庁所定分析法注解

1 - 5 漬物用原料大根の乾燥工程機械化に関する基礎研究

水元弘二 東 邦雄
南園博幸 盛 敏
前田フキ

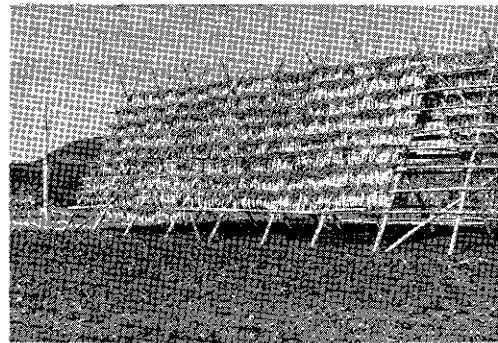
干し大根漬で総称される山川漬、つぼ漬及び上干したくあんは、その特有の風味が大衆の嗜好にマッチして、全国的に需要が高まっている。

この干し大根漬の製造工程における原料大根の乾燥は、畑で掘り出したものを葉つきのまま干し場を組み立て、約30日余掛け干しする。(図1)この工程は自然乾燥によるため、天候に左右され確立した乾燥技術がないため、年により、乾燥時期(12~2月)の降雨や暖冬による腐敗、あるいは降霜による霜害、乾燥中にカラスによる被害などで、農家および漬物業者にとっては大きな損害を被ることが非常に多い。時としてはこれらの原料の干し大根の収穫は皆無に帰することもまれではない。

企業としては、この乾燥工程が非常に不安定な工程の一つであり、その解決が急がれている。

そこで今回大根乾燥の実験を試み、若干の基礎的な成果を得たのでその内容について述べる。

図1 大根の干し場



実験方法

(1) 原料大根について

漬物用原料大根は理想大根と練馬大根の2品種で、実験に供した両大根は山川町、額娃町で栽培したものである。

(2) 乾燥方式

乾燥実験に供した乾燥方式は次表の通りである。

番号	乾燥方式	備 考
A	天 日 乾 燥	当場に竹ざおで高2.3mの干し場をつくった。
B	風 胴 (常温通風)	内径36cm, 長180cmのブリキ製
C	恒 温 室 (通風)	25℃, 38℃の恒温室に扇風機で通風
D	乾 燥 機	穀類乾燥機(文明式)
E	実験室用通風乾燥機	温度室温→100℃の加温装置付