二缶式回分蒸留機による焼酎醪蒸留における留出成分の制御

佐無田 隆・園田 直・西 祐馬
(町田酒造株式会社)

平成 21 年 9 月 28 日受理

Control of the Components in the Distillate of *Shochu*-Mash by Means of a Batch Distiller Having a Still and a Re-distillation Still.

Takashi SAMUTA, Naoshi SONODA, Yuuma NISHI

(Machida Shuzo Co., Ltd, 3321, Ogachi, Tatsugouchou, Oshimagun, Kagoshima 894-0105, Japan)

In the distillation of moromi mash, partially condensed liquid in a pot-still-type distiller flows into the liquid in the bottom still. The distillation time is delayed by the condensed liquid because the alcohol in the condensation is in need of vaporization. The longer the distillation time, the higher the concentration of furfurals is in the distillate. A new type batch distiller having a bottom still and a re-distillation still was investigated. In this distiller, the partially condensed liquid did not flow into the bottom still, but it flowed into the re-distillation still. In the first half of the distillation, steam was blown into the moromi mash in the bottom still, and the steam blown into the moromi mash was stopped at an alcohol concentration in the moromi mash of under 1.0 vol%, and then the steam was blown into the liquid in the re-distillation still. The concentration of alcohol in the distillate was higher, but the acidity and the concentration of furfurals in the distillate was lower than those of the normal-type distiller. The compositions of the distillates were affected by the length of heating time in the bottom still, volume of condensed liquid in the re-distillation still until the first drop of distillate, and the type of the cap in the re-distillation still.

Key words: 回分蒸留機, batch distiller, 再留, re-distillation, 分縮, partial condensation, フルフラール, furfural, 制御, control

緒 言

単式蒸留機に醪を張り込んで蒸留する時、留出液のフルフラールや揮発酸の濃度はなるべく低く、アルコール回収率はなるべく高いことが望ましい。単式蒸留機は理論段数を高くすると酸度は低くなるが分縮液量が増え、蒸留時間が長くなり、フルフラール留出量が増加する。したがって、単式蒸留機では理論段数の大きな蒸留機を用いて、前半は留出速度を大きく、後半小さくして蒸留すると酸度及びフルフラール濃度は低

くなることを既報^{1,2)}で報告した。しかし、単式蒸留機で理論段数を制御できる運転要素は加熱量と分縮器のみで理論段数の制御巾が小さく、したがって酸度及びフルフラール濃度の制御可能な巾も小さい。

単式蒸留機底部の蒸留缶に醪を張り込んで加熱し、発生した蒸気を冷却機で凝縮させて蒸留酒を製造する時、蒸留機内部で生じた分縮液は蒸留缶に流入する。蒸留缶に流入した分縮液中のアルコールは再度蒸発させねばならないから、蒸留缶に流入した分縮液は蒸留時間を引き延ばす原因となる。醪の蒸留時間が長いほ

ビフルフルールの生成量が増加し、フルフルールの留
出量も増加するから、蒸留機内で生じる分縮液を蒸留
缶に流入させず分離して別途蒸留すれば、醪の加熱時
間は短縮され、留出するフルフルール量は減少すると
考えられる。1 基の蒸留機の中に原料を加熱・蒸発さ
せる蒸発缶と蒸留機内で生じる分縮液を集め、加熱・
蒸発させる再留缶を有する回分式蒸留機³⁾について検
討した結果を報告する。

実験方法

1. 新規な蒸留方法の原理

本法の原理を Fig. 1 により説明する。単式蒸留機の
内部に蒸発缶を置き、その上を軽いキャップで覆い、
蒸発缶内に醪等の原料を張り込んで加熱し沸騰させ
ると、発生した蒸気はキャップの下を通して蒸留機内
に入り、蒸気はさらに上昇して冷却器の方へ流れる。蒸
気の一部は蒸留機内で凝縮（分縮）して流下し、蒸留
機壁と蒸発缶で囲まれた空隙の下方に溜まる（以後蒸
留機壁と蒸発缶で囲まれた空隙を再留缶という）。蒸
発缶液のアルコール濃度が予め定めた濃度まで低下
した時、蒸発缶液の加熱を停止し、以後は再留缶に溜
まった分縮液を加熱して蒸留し、留出液のアルコール濃

度が予め定めた値より低くなった時、蒸留を終了する。
以上のような蒸留機の構造及び蒸留操作によると、再
留缶上部で生じた分縮液は蒸発缶には流入しないから、
一定量の原料液を蒸留する時、蒸発缶液のアルコール
濃度が一定濃度まで低下するのに要する時間は、分縮
液が蒸発缶に流入する従来の単式蒸留機より短縮され、
蒸発缶で生成するフルフルール量は減少する。

Fig. 1 の構造は蒸留機の高さが低い利点はあるが、
蒸留機内部の清掃等が困難と考えられ、実用的には
Fig. 2 のように 1 段目を蒸発缶、2 段目を再留缶とし、
蒸発缶で発生した蒸気を蒸気流路により再留缶上方へ
導く構造の方が機能的である。

2. 再留缶の形式

Fig. 2 において、蒸発缶に原料を張り込んで加熱す
ると、発生した蒸気は蒸気流路の上にかぶせたキャ
ップを蒸気圧で持ち上げて再留缶内に入る。キャップが
浅く蒸気が再留缶上部に直接流入するような再留缶を
以後短キャップ型という。短キャップ型の場合、キャ
ップの形状が蒸留機内の蒸气流に影響するので平板型
(Fig. 3-A) 及び球状型 (Fig. 3-B) について検討した。
これに対し、キャップが深く下端が再留缶液内に達す
る場合は、蒸発缶で発生した蒸気はキャップの下から

Fig.1 The principle of new method of batch distillation.

The distiller with a still and a re-distillation still.

Fig.2 Schematic diagram of the experimental apparatus.

Fig.3 The types of the re-distillation still.

- A, flat cap type;
B, spherical cap type;
C, bubble cap type.

再留缶液に吹き込まれ、再留缶液をバブリングさせながら蒸留することとなる。このような再留缶を以後バブルキャップ型 (Fig. 3-C) という。

3. 実験装置

Fig. 2 に示す実験装置において、蒸発缶は容量 2,000ml のガラス製セパラブルフラスコ、再留缶はガラス製で内径 12cm、高さ 15cm であり、再留缶底部中央に内径 1.5cm、高さ 8.5cm の蒸気流路を設けた。蒸気流路及び再留缶の底は断熱性を大きくするため 2 重構造とした。平板型キャップ (Fig. 3-A) はプラスチック製 (直径 3cm、厚さ 3mm、重さ 2.6g)、球状型キャップ (Fig. 3-B) はガラス製 (直径 2cm、重さ 1.8g) とした。バブルキャップ (Fig. 3-C) はアルミ製で内径 5cm、深さ 10cm、重量 7.3g であった。蒸留中に安定を保ち、また、蒸発缶内の圧力を一定とするため下端にガラス製フロートをつけた。蒸留開始時に再留缶に溜まる液量は蒸留機の温度によって影響される。蒸留開始時に再留缶に溜まる液量 (以後初期再留缶液量という) を調節する必要がある場合は、実験開始時から濃縮塔上部に設けた冷却器に冷水を流し、再留缶液が予め定めた液量に達したとき冷却水を停止した。

4. 蒸留方法

(1) 短キャップ型

蒸発缶にエタノール水溶液 (16.0 vol%) または発酵の終了した黒糖焼酎醪 500 ml を入れ、マントルヒーターで外部から緩やかに加熱し、70℃ に達した後は蒸発缶液に水蒸気を注入して蒸留した。留出液は 12.5 ml (原料体積の 2.5 %) ごとに分割採取した。蒸発缶液も同時に採取して分析し、蒸発缶液のアルコール濃度が 1.0 vol% 以下となった時、蒸発缶への水蒸気注入を停止し、その後は再留缶液に水蒸気を注入して蒸留した。蒸発缶液温度が 70℃ に達してから蒸発缶液加熱停止までの時間を蒸発缶液加熱時間とした。蒸発缶の加熱を停止すると蒸発缶内が減圧となり、再留缶から蒸気が逆流するので、蒸発缶の温度計挿入口を開放し大気圧に保った。対照としては 2 段目の再留缶部分を取り外して通常の単式蒸留機の形状とし、蒸発缶に同一の原料を入れ水蒸気を注入して蒸留し、留出液を同様に分割採取した。留出速度は $5.8 \sim 8.7 (\text{L} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1})$ とした。留出速度は蒸発缶横断面積基準の値である。

(2) バブルキャップ型

前半は短キャップ型と同様に蒸発缶液に水蒸気を注入して加熱し、発生する蒸気をバブルキャップの下部から再留缶液に注入してバブリングさせた。蒸発缶液

のアルコール分が 1.0 vol%以下となった時、蒸発缶液中への水蒸気注入を停止し、以後はバブルキャップ下部から再留缶液中に水蒸気を注入して蒸留した（蒸発缶液への蒸気注入パイプを回転して上向きとし、蒸気を上向きに流した）。蒸発缶液への水蒸気注入停止直後に蒸留水 100ml を加えて蒸発缶液の温度を下げ蒸発を停止した。留出液及び蒸発缶液の採取及び分析は短キャップ型と同様に行った。

5. 分析方法

アルコール、酸度及びフルフラール、275nm における吸光度（以後 OD275 と記す）、留出液の香気成分は前報²⁾と同様に測定した。留出液を分割して採取した各試料から一定量ずつ取り混合してアルコール分未調整混合試料とした。混合する範囲は初留から留出液アルコール分約 10 vol%までとした。また、アルコール分未調整試料に蒸留水を加えてアルコール分 25 vol%混合試料とした。

結果及び考察

1. エタノール水溶液の蒸留

(1) 蒸発缶液のエタノール濃度変化（球状型）

二缶式蒸留機の基本的な機能を検討するため黒糖焼酎醪のアルコール濃度に近い 16.0 vol%エタノール水溶液 500ml を原料として蒸留し、蒸留時の蒸発缶液、再留缶液及び留出液のエタノール濃度変化を測定した（Run 1）。再留缶は球状型（Fig. 3-B）を用い、初期再留缶液量は 50ml（原料の 10%）とした。対照（Run 2）は再留缶を取り外して通常の単式蒸留機とし、同様に蒸留した。測定結果を Fig. 4 に示した。留出率 2.5%における蒸発缶液のエタノール濃度は、対照が 13.0 vol%であったのに対し Run 1 は 7.45 vol%と低かった。その原因は初期再留缶液量が 50ml に達するまで留出させなかったための時間遅れが原因である。再留缶に 50ml 溜まるのに要した時間は 11 分間であり、それを含めて Run 1 における蒸発缶液の加熱時間（蒸発缶液エタノール濃度 0.75 vol%まで）は 44 分間であった。対照の蒸留缶加熱時間（留出液エタノール濃度 10.75 vol%まで）は 91 分間であったから、Run 1 の蒸発缶液加熱時間は Run 2 の 48.4%であった。分縮液量は装置の大きさや構造によって異なるが、二缶式蒸留機では蒸発缶液の加熱時間が大幅に短縮できることは明らかである。したがって、本装置は焼酎醪を蒸留

する場合にフルフラール生成量の減少に効果があると推察された。

(2) 再留缶液及び留出液のエタノール濃度変化

Run 1 において、蒸発缶液のエタノール濃度低下に従って留出液のエタノール濃度は急激に低下し、留出率 12.5%の時は、再留缶液エタノール濃度より低くなった。初期再留缶液量が 50ml に達した時、再留缶液のエタノール濃度は 60.5 vol%であったが、蒸留の進行に伴いエタノール濃度の低い分縮液が再留缶液に流入しても再留缶液のエタノール濃度は大幅には低下しなかったと推察された。

留出率 2.5%において Run 1 は蒸発缶液濃度 7.45 vol%に対し留出液エタノール濃度は 78.25 vol%、対照も蒸留缶液濃度 13.0 vol%に対し留出液エタノール濃度は 79.0 vol%と高かったが、Run 1 の再留缶液蒸留開始時（留出率 15%時）は、再留缶液エタノール濃度が 21.5 vol%と高かったのにもかかわらず留出液は 64.5 vol%と低かった。その原因は、Run 1 において蒸発缶加熱から再留缶液加熱に切り替わった時、蒸留機上部及び「わたり」の機壁はそれまでの蒸留により温度が高くなっており、その部分での分縮液量が少なかったためと推察された。

2. 醪蒸留における醪加熱時間の影響（球状型）

留出液組成へは醪加熱時間の影響が大きいと考えられたので、蒸発缶に醪 500ml（アルコール 15.90 vol%、酸度 7.4）を張り込み、球状型により醪加熱時間を変えて蒸留を行った。留出率がそれぞれ 12.5%（Run 3）、15.0%（Run 4）及び 17.5%（Run 5）に達するまで蒸発缶の醪に蒸気を注入し、以後は再留缶に溜まった液に蒸気を注入して蒸留した。Table 1 に示すように蒸発缶加熱時間は Run 3 は 45 分間、Run 4 は 51 分間、Run 5 は 56 分間であった。Run 6 は対照として再留缶を取りはずして蒸留したが、蒸留時間は 91 分間であった。

アルコール留出曲線（Fig. 5）には明らかな差が認められた。原料の 2.5%相当量毎に採取した留出液について、初留区分からアルコール濃度約 10 vol%までの区分の試料を混和して分析した結果を Table 1 に示した。蒸発缶加熱時間の短い試料ほどアルコール分未調整の混合試料のアルコール濃度は高く、アルコール濃度を 25.0 vol%に調整した混合試料では、OD275 は蒸発缶加熱時間の短い試料ほど低かった。官能検査の

Fig.4 Changes in concentrations of ethanol in the liquid of the bottom still, the re-distillation still, and the distillate in the distillation of ethanol solution(16.0 vol%) by means of the spherical cap type.

Fig.5 The effects of the heating section of the bottom still on the concentration of alcohol in the distillates in the distillation of *shochu*-mash by means of the spherical cap type.

結果を Table 1 に合わせて示したが、蒸発缶加熱時間の短い試料の方が高く評価され、蒸発缶加熱時間の短い試料ほど味は軽いと評価された。アルコール回収率は蒸発缶加熱時間の短い試料ほど低かった。

留出液混和液についてガスクロマトグラフにより香気成分を分析した結果を Table 1 に合わせて示した。アセトアルデヒドはバラツキが大きかったが、沸点が低いため、蒸留操作時に揮発した量が多かったためと推察された。酢酸エチルから*i*-アミルアルコールまではバラツキは小さかったが、Run 3, 4 及び 5 の β -フェネチルアルコールは Run 6 (対照) の 1/2 以下であった。 β -フェネチルアルコールは蒸発缶加熱時間の短い試料ほど濃度は低かった。以上のことから、蒸発缶の加熱時間が短いほどフルフラールの留出量は少なく、揮発酸や β -フェネチルアルコールなど高沸点成分の留出量も少なくなると推察された。これは官能検査で蒸発缶加熱時間の短い試料ほど味は軽いと評価されたことと一致する。

3. 再留缶初期液量の影響 (球状型)

再留缶に溜った凝縮液は再度蒸留されるから、留出液組成に及ぼす再留缶液量の影響は大きいと考えられ

た。そこで球状型を用い、再留缶液量が最も少ない場合として初期再留缶液量ゼロ (Run 7)、最も多い場合として蒸発缶液の加熱中に発生する蒸気を全部凝縮させて再留缶に溜めた場合 (Run 8) を比較した。実験結果を Fig 6, A ~ C に、留出液の分析値を Table 2 に示した。Run 9 は通常の単式蒸留機型 (対照) である。Run 7 は蒸発缶加熱を開始時には蒸留機の温度が低いので凝縮液が再留缶に少量溜まり、留出液が出始めた時 (初留時) の再留缶液量は 45ml (原料の 9%) であったが、その後も分縮液が溜まり蒸発缶液加熱終了時 (蒸発缶液アルコール濃度 0.1 vol%) には 195ml (原料の 39%) になった。

一方、蒸発缶液の加熱中に発生する蒸気を全部凝縮させて再留缶に溜め (Run 8)、蒸発缶加熱終了 (蒸発缶液アルコール濃度 0.25 vol%) 後に再留缶液を加熱した。留出液が出始めた時の再留缶液量は 200ml (原料の 40%) であった。したがって、蒸発缶液加熱中に再留缶に溜まった液量は Run 7 と 8 に大きな差はなかった。しかし、Run 7 は蒸留開始時に再留缶に凝縮液が少量溜まり、蒸留機の温度が高くなってからは分縮と留出が同時に起きるのに対し、Run 8 は全量

Table 1 Analytical results of distillate by means of the spherical-cap-type re-distillation still.

Run No.	3	4	5	6 control
Bottom still				
boiling section (distillate to charge, %)	0 ~ 12.55	0 ~ 15.0	0 ~ 17.5	—
alcohol concentration in bottom still (vol%)	6.15 ~ 1.35	6.75 ~ 0.45	6.30 ~ 0.00	—
heating time of bottom still (min)	45.0	51.0	56.0	91.0
Re-distillation still.				
initial liquid volume to charge (%) [*]	0.0	0.0	0.0	—
heating time of redistillation still (min)	51.3	49.0	42.6	—
Distillate				
boiling section (distillate to charge, %)	0 ~ 27.5	0 ~ 32.5	0 ~ 35.0	0 ~ 32.5
alcohol concentration in distillate (vol%)	75.25 ~ 9.75	74.25 ~ 7.40	74.25 ~ 11.80	75.25 ~ 11.10
yield of alcohol in distillate (%)	87.17	91.37	92.78	93.21
Analysis of distillate				
[undiluted]				
alcohol (vol%)	50.40	44.70	42.10	45.60
[diluted (alc. 25.0 vol%)]				
acidity	0.35	0.35	0.48	0.69
OD275	0.076	0.130	0.166	0.225
[flavor compounds (mg/l)]				
Acetaldehyde	22.5	14.7	30.0	35.1
Ethyl acetate	90.9	83.7	81.6	91.1
n-Propanol	213.7	202.6	202.7	200.9
Isobutyl alcohol	132.6	124.0	123.0	121.7
Isoamyl alcohol	352.4	328.2	325.4	326.9
Isoamyl acetate	2.5	2.3	2.2	2.3
β -Phenethyl alcohol	6.1	8.8	12.5	23.2
Sensory evaluation of distillate (alc. 25.0 vol%) ^{**}	2.50	3.17	3.33	2.83

^{*}) Liquid volume in the re-distillation still at the beginning of distillation.

^{**}) Sensory evaluation was performed for 5 levels (1: very good; 2: good; 3: normal; 4: bad; 5: very bad).

Fig. 6 The effects of the liquid volume in the re-distillation still (at the beginning of the distillation of the liquid in the re-distillation still) on the composition of distillates by means of the spherical cap type in the distillation of *shochu*-mash.

(A) Alcohol.

(B) Acidity.

(C) Absorbance at 275 nm (OD275).

Table 2 Effect of the liquid volume in the re-distillation still by means of the spherical-cap-type.

Run No.	7	8	9 control
Bottom still			
alcohol concentration at the bottom still heating stopped.	0.10	0.20	—
heating time of bottom still (min).	71	70	92
Re-distillation still.			
liquid volume in the re-distillation still at the first drop of distillate (% , to charge).	9.0	40.0	—
residue liquid in the re-distillation still after the distillation.			
alcohol (vol%)	0.0	0.0	—
acidity	1.03	1.00	—
OD275	0.053	0.038	—
Distillate			
boiling section (distillate to charge, %)	0 ~ 30	0 ~ 27.5	0 ~ 32.5
alcohol concentration in distillate (vol%)	73.75 ~ 8.5	78.25 ~ 8.75	77.75 ~ 12.1
yield of alcohol in distillate (%)	90.81	92.98	94.75
Analysis of distillate			
[undiluted]			
alcohol (vol%)	49.75	56.50	48.50
[diluted (alc. 25.0 vol%)]			
acidity	0.40	0.22	0.84
OD275	0.216	0.219	0.272
[flavor compounds (mg/l)]			
Acetaldehyde	21.4	24.6	14.4
Ethyl acetate	47.9	40.2	35.8
n-Propanol	132.5	125.8	111.0
Isobutyl alcohol	153.1	143.7	144.7
Isoamyl alcohol	289.9	276.1	280.8
Isoamyl acetate	1.4	1.1	1.2
β -Phenethyl alcohol	18.2	8.5	34.7

が再蒸留なので、アルコール、酸度及び OD275 について留出曲線は大きく異なった。アルコールは Run 7 が一旦低下するのに対し、Run 8 は再蒸留なので当然のことながら最初から高濃度であった。酸度は Run 7 は蒸発缶で発生する蒸気の一部が留出する前半では高くなるが、Run 8 は最初から低かった。留出液混合試料 (alc. 25 vol%) の酸度を比較すると Run 7 は対照の約 1/2、Run 8 は 1/4 であった。OD275 は留出曲線は大きく異なったが、留出液混合試料 (alc. 25 vol%) を比較すると大きな差はなかった。その理由としては、蒸発缶液の加熱時間には大きな差はなかったこと、再留缶残液の OD275 は非常に小さかったことから、蒸発缶から一旦蒸発したフルフラールはほとんど留出してしまうためと推察された。

この実験は初留時の再留缶液量が 45ml と 200ml の場合であるから、初留時の再留缶液量を調節することにより、その間における揮発酸や高沸点成分の制御が可能と推察された。

4. 焼酎醪蒸留における再留缶形式の影響

(1) 留出液アルコール濃度の変化

再留缶の形式により留出液組成に変化が認められたので、再留缶形式の留出液組成に及ぼす影響を検討した。再留缶形式は、Run 10 は平板型 (Fig. 3-A)、Run 11 は球状型 (Fig. 3-B)、Run 12 はバブルキャップ型 (Fig. 3-C) とし、Run 13 は通常の単式蒸留機 (対照) として蒸留した。黒糖焼酎醪 (アルコール 16.30 vol%, 酸度 6.60) 500ml を蒸発缶に張り込み水蒸気を注入して加熱した。実験条件は Table 3 に示した。Fig. 7-A に留出液のアルコール濃度変化を示した。図中の矢印は蒸発缶加熱終了点である。単キャップ型 (Run 10、Run 11) の留出液アルコール濃度は、前半 (蒸発缶液加熱中) は対照より早く濃度が低下し、後半、再留缶液の蒸留を開始するとアルコール濃度が一旦増加する特有のパターンを示した。Fig. 7-D に Run 10 及び Run 11 における蒸留機内の温度変化を示した。T1 は蒸発缶液温度、T2 は再留缶液温度、T3 は濃縮塔頂蒸気温度である。前半、蒸発缶加熱時には、

Table 3 Effects of the shape of the cap in the re-distillation still.

Run No.	10	11	12	13 control
Bottom still				
boiling section (distillate to charge, %)	0 ~ 17.5	0 ~ 16.5	0 ~ 17.5	0 ~ 32.5
heating time of bottom still (min)	49	46	47	90
alcohol concentration of the last sampling section (vol%)	—	—	0.45	—
alcohol concentration of liquid residue	0	0	0	—
Re-distillation still.				
shape of cap	flat	spherical	bubble	—
initial liquid volume to charge (%)	0	0	10	—
Distillate				
distillate to charge (%)	0 ~ 30	0 ~ 32.5	0 ~ 25.0	0 ~ 32.5
alcohol concentration (vol%)	80.00 ~ 8.45	78.50 ~ 11.35	83.00 ~ 9.50	79.50 ~ 10.00
yield of alcohol in distillate (%)	94.28	95.40	91.17	95.11
Analysis of distillate				
[undiluted]				
alcohol (vol%)	52.00	44.88	59.50	52.25
[diluted (alc. 25.0 vol%)]				
acidity	0.45	0.66	0.36	0.76
OD275	0.326	0.298	0.210	0.405

Run 10 及び Run 11 の T1 及 T2 はほとんど差がなかった。蒸発缶加熱終了時の T1 は Run 10 は 96.8℃, Run 11 は 96.7℃であった。塔頂蒸気温度 (T3) は平板型 (Run 10) の方が球状型 (Run 11) より約 5℃低く推移した。平板型は蒸発缶から上昇した蒸気が再留缶内に入った時横向きに流れ機壁に衝突して冷却されるため温度低下が大きいと推察された。これに対し球状型は蒸气流に対する抵抗が少なく蒸気がストレートに上昇し、温度低下が小さいと推察された。留出率 12.5%までに再留缶に溜まった流量は、Run 10 は約 160 ml, Run 11 は約 130 ml であり平板型の方が多かった。

本装置は既報¹⁾で報告したように留出液アルコール濃度を一定に保ち定常状態となるような蒸留ができないため、理論段数を測定することはできない。しかし、蒸発缶加熱時について平板型 (Run 10) と球状型 (Run 11) を比較すると、上に述べたように Run 10 は再留缶内及び濃縮塔における温度低下が大きく、また分縮流量も多く、Run 10 の方が Run 11 より理論段数が高いと推察された。即ち、短キャップ型においてはキャップの形状が理論段数に大きく影響すると言える。

Run 12 (バブルキャップ型) は蒸発缶加熱時には再留缶液に下段の蒸気が吹き込まれるため留出液アルコール濃度は最も高く推移したものであり、理論段数

は最も高いことを示している。

後半、再留缶加熱時は装置的には Run 10 と Run 11 は同一条件であり、留出液アルコール濃度差は再留缶液の濃度差を反映している。また、バブルキャップ型 (Run 12) は再留缶液が最初から蒸留されるためアルコールは蓄積せず、Run 10 及び Run 11 のようなピークは出現せずなだらかな蒸留曲線になるものと推察された。

(2) 酸度の変化

留出液の酸度の変化は Fig. 7-B に示した。前半、Run 11 (球状型) は急激に酸度が高くなり、Run 12 が最も低く推移した。これはアルコール濃度変化と逆の現象であり理論段数は Run 11 が最も小さく、Run 12 が最も大きいことを示している。

後半は再留缶に溜まった液の蒸留であるが、前半とは逆になった。即ち、前半に揮発酸が多く留出した Run 11 は再留缶に残存している揮発酸が少ないため後半最も低く推移したと推察された。

(3) 紫外外部吸収の変化

留出液の OD275 は Fig. 7-C に示した。対照は後半増加し続けたのに対し、Run 10, Run 11 は後半、蒸発缶の加熱を停止 (Fig. 7-C の矢印の点) すると急激に低下した。Run 12 (バブルキャップ) は蒸発缶加熱停止後の 1 区分だけは OD275 が増加し、その後急激に低下した。短キャップの場合は蒸発缶から上昇す

Fig. 7 The effects of the type of the re-distillation still on the composition of distillates and temperature in the distiller in the distillation of *shochu*-mash. Arrows in the graph are the ends of the heating section in the bottom still.

Run 10, flat cap type;

Run 11, spherical cap type;

Run 12, bubble cap type.

(A) Alcohol.

(B) Acidity.

(C) OD275.

(D) Changes in temperature in the distiller.

T1, temperature in the liquid in the bottom still;

T2, temperature in the liquid in the re-distillation still;

T3, temperature in the vapor in the column top.

Fig. 8 Changes in concentrations of alcohol and flavor compounds in the distillate by means of the spherical cap type and babble cap type.

(A) Alcohol.

(B) Ethyl acetate

(C) n-Propanol

(D) β -Phenetyl alcohol

る蒸気と再留缶液から発生する蒸気のフルフラール濃度差が大きいため加熱方法が変わった時の変化が大きい、バブルキャップの場合、再留缶液中のフルフラールは連続して蒸発しており、蒸発缶におけるフルフラールの蒸発が停止し下段からのフルフラールの流入がなくても再留缶液のフルフラール濃度は急には低下しないためと推察された。

(4) 留出液の分析結果

留出液の分析結果を Table 3 に示した。アルコール濃度未調整混合試料では、アルコール濃度は Run 12 (バブルキャップ型) が高く、Run 11 (球状型) が最も低かった。留出液混合試料 (alc. 25.0 vol%) で比較すると、酸度は Run 12 (バブルキャップ型) が最も低く、Run 11 (球状型) が最も高かったが、アルコールと逆の現象で理論段数の差が現れている。一方 OD275 は Run 10 が最も大きかった。Run 10 が Run 11 より OD275 が大きくなったのは Run 10 の蒸発缶加熱時間が Run 11 より 4 分間長く、前半 (蒸発缶加熱時) の採取試料が 1 点多かったことが影響していると推察された。

5. 香気成分の動向

香気成分の動向を検討するため別途蒸留を行った。球状型 (Run 14) 及びバブルキャップ型 (Run 15)

を用い、初期再留缶液量を 50ml とし、蒸発缶への蒸気注入は留出率 15% までとして醪 500ml (アルコール 15.90 vol%, 酸度 6.0) を蒸留し、留出液中の香気成分の動向を検討した。Run 16 は通常の単式蒸留機 (対照) である。留出液の分析結果を Table 4 に示した。アルコールの留出曲線は Fig. 8-A に示したが、Run 14 と 15 はそれぞれ Run 11, 12 (Fig. 7-A) と同様な傾向を示した。

(1) 留出液中の酢酸エチルの濃度変化 (Fig. 8-B)

酢酸エチル (bp. 76.8℃) について留出率と留出液中の濃度の測定結果を Fig. 8-B に示した。球状型 (Run 14) では酢酸エチルは前半は低く、後半、再留缶液の蒸留が始まると一時的に高くなった。これは、蒸留初期に再留缶に溜まった凝縮液中の酢酸エチルが前半にはほとんど蒸発せず、再留缶液の加熱を開始すると急に蒸発したことを示している。これに対し、バブルキャップ型 (Run 15) では酢酸エチルは連続的に蒸発するため、対照と類似した留出曲線となったと推察された。

(2) n-プロパノール (Fig. 8-C)

n-プロパノール (bp. 97.2℃) は、球状型 (Run 14) と対照 (Run 16) においてはアルコール (Fig. 8-A) に近い形の留出曲線となったが、バブルキャッ

Table 4 Analytical results of distillate by means of the spherical or bubble cap type re-distillation still.

Run No.	14	15	16 control
Bottom still			
boiling section (distillate to charge, %)	0 ~ 15.0	0 ~ 15.0	—
alcohol concentration of the last sampling section (vol%)	0.45	0.90	—
heating time of bottom still (min)	52.0	60.0	68.0
Re-distillation still.			
shape of cap	spherical	bubble	—
initial liquid volume to charge (%)	10	10	—
Distillate			
distillate to charge (%)	0 ~ 30	0 ~ 22.5	0 ~ 30
alcohol concentration (vol%)	78.25 ~ 12.90	82.00 ~ 13.25	75.00 ~ 15.85
yield of alcohol in distillate (%)	94.14	88.66	93.13
Analysis of distillate			
[undiluted]			
alcohol (vol%)	51.00	64.00	47.50
[diluted (alc. 25.0 vol%)]			
acidity (ml)	0.50	0.28	0.86
OD275	0.228	0.195	0.244
Ethyl acetate (mg/l)	65.7	63.2	75.2
n-Propanol (mg/l)	154.1	165.9	167.3
β -Phenethyl alcohol (mg/l)	12.4	4.7	16.5

プ型 (Run 15) では留出率 12.5% が最大となるピークが認められた。n- プロパノールは蒸発缶加熱開始後早い時期から蒸発するが、バブルキャップ型では初期には再留缶液温度が低いいため再留缶に蓄積し、再留缶液温度の上昇に伴い n- プロパノールの蒸発量が増加したためと推察された。

(3) β -フェネチルアルコール (Fig. 8-D)

β -フェネチルアルコールは沸点の低いアルコール類と比べ留出状況は全く異なった。球状型 (Run 14) では前半の蒸発缶加熱時には対照と同様の傾向、つまり対照を留出率 15% までに縮めたような留出状況であり、後半の再留缶蒸留時には急激に低下後上昇した。球状型は分縮量が少ないため、前半は対照と同様に留出し、後半は最初温度が低いため留出量が少なく、温度上昇に伴い留出量が増えたと推察された。球状型の β -フェネチルアルコールは Run 11 の酸度 (Fig. 7-C) と同様な傾向を示した。

これに対し、バブルキャップ型 (Run 15) は前半の蒸発缶加熱時には留出量が少なく、再留缶蒸留開始後は徐々に増加した後ほぼ一定の高さとなった。 β -フェネチルアルコールは沸点が高いため、前半は再留缶液に蓄積し、後半再留缶液加熱後に液温の上昇に従い留出したと推察された。

6. 本装置の特徴に関する考察

(1) 制御要因の留出液成分に及ぼす影響

本装置は再留缶キャップ形状により大きく短キャップ型とバブルキャップ型に分けられる。短キャップ型により醪を蒸留する場合に留出液組成については次のような制御要因が考えられる。

① 蒸発缶の加熱方法

A 蒸発缶液加熱停止時の缶液アルコール濃度

B 蒸発缶の蒸発速度

② 再留缶の蒸留方法

C 再留缶液加熱停止時の留出液アルコール濃度

D 再留缶蒸留速度

③ 初期再留缶液量

④ 再留缶の理論段数

E 再留缶のキャップの形状

F 濃縮塔における分縮器の利用

本装置においては上記①, ②, ③及び④の組合せにより留出液の組成は従来の単式蒸留機より幅広い制御が可能である。Fig. 5 の Run 3 ~ 5 に示すように上記

A の濃度が高いほど留出液の酸度や高沸点成分濃度は低くなり味は軽くなるが、アルコール収率は低くなる。また上記 C の濃度が高いほど留出液の酸度や高沸点成分濃度は低くなり味は軽くなることは、従来の単式蒸留機における留出液の再蒸留と同様である。

また、Fig. 6, A ~ C に示したように初期再留缶液量を調節することにより、従来の単式蒸留機のような蒸留から全量再蒸留に相当するような蒸留までが可能である。再留缶上部を保温して再留缶内の分縮量を少なくすると理論段数が小さくなり、現在本格焼酎製造の一部で使用されている木樽製蒸留機のような蒸留ができ、蒸発缶で発生するアルコール含有蒸気を全量を一旦凝縮させて再留缶に溜めてから再蒸留すれば、現在ウイスキー製造において行われているような再蒸留を 1 回の蒸留操作で行うことができると考えられる。

一方 Fig. 7, A ~ D に示すように再留缶の形式が留出液組成に影響が大きいのはキャップの形状により再留缶の理論段数が変化するためであるが、前報で報告したように単式蒸留機の理論段数は濃縮塔に分縮器を設けることにより制御できるから、本装置の場合も分縮器を利用するとキャップの形状の影響は小さくなる。

さらに、蒸発缶の蒸発速度 (B) はフルフラール生成に関係し、また、再留缶の蒸留速度 (D) と共に再留缶の理論段数に影響する。

(2) 本装置制御上の問題点

上述したように本装置により醪を蒸留する場合は蒸発缶液の蒸発停止時期が非常に重要である。本実験においては留出率 2.5% 毎に蒸発缶液を採取して分析し、蒸発缶液のアルコール濃度が 1.0 vol% 以下になった時蒸発缶加熱停止した。しかし、実用規模の装置においては蒸留のつど 100℃ に近い蒸発缶液を採取して分析するのは困難と考えられる。100℃ に耐えられる応答の速いアルコールセンサーがあれば便利であるが、現場的には缶液温度で判断することになるであろう。

(3) バブルキャップ型蒸留機の特徴

バブルキャップ型においては、再留缶液は最初からバブリングされ全量が再蒸留されるため理論段数が高いという特徴がある。短キャップ型において、蒸発缶加熱における全蒸発量を再留缶に一旦溜めて再蒸留を行う方法 (Run 8) に近い。しかし、バブルキャップ型では常に全量が再蒸留されるため、留出液成分の制

御可能な中は小さい。また、蒸発缶液加熱から再留缶液加熱に移行した時、再留缶液が蒸発缶へ逆流しない工夫が必要である。今回の実験では下段の液面上に水蒸気を注入し、バブルキャップを利用して再留缶液を蒸留したが、同時に蒸発缶液も液面が加熱される欠点があり、装置的には検討が必要である。

要 約

回分式蒸留機の蒸発缶に醪を張り込んで加熱する時、蒸発缶から発生する蒸気の一部が蒸留機内で凝縮して生じる分縮液を蒸発缶には流入させず、別に設けた再留缶に流入させ、蒸発缶液のアルコール濃度が予め定めた濃度以下となった時、蒸発缶の加熱を停止し、以後は再留缶に溜まった分縮液を加熱して蒸留する方法について検討した。

1. 16.0 vol%エタノール水溶液を原料として蒸留し二缶式蒸留機の基本的な機能を検討した。蒸発缶は缶液のエタノール濃度が0.75 vol%となるまで加熱し、以後は再留缶に溜まった凝縮液を蒸留したが、蒸発缶

液の加熱時間は対照の約1/2であった。

2. 蒸発缶加熱時間の短い試料ほど高沸点成分が減少し、きき酒の結果では蒸発缶への蒸気注入時間の短い試料ほど蒸留酒の味は軽くなった。

3. 留出液組成への初期再留缶液量の影響は大きく、初期再留缶液量が多いほど留出液の酸度は低くなった。

4. 焼酎醪の蒸留において、再留缶の形式は留出液組成に影響し、再留缶の形式は再留缶の理論段数に影響すると推察された。再留缶の理論段数は分縮機の利用によっても制御が可能である。

5. 球状型及びバブルキャップ型を用い留出液の香気成分の動向を検討した。

文 献

- (1) 佐無田隆, 園田 直, 西 祐馬, 根上輝治: 醸協 **103**, 885 ~ 893 (2008)
- (2) 佐無田隆, 園田 直, 西 祐馬: 醸協 **104**, 555 ~ 565 (2009)
- (3) 佐無田隆: 公開特許公報 (A), 特開 2008-62178 (2008)