8,300 ℓ 規模での返し仕込み法による米焼酎の製造と製品の評価

木田建次, 中川 優, 張 文学, 森村 茂

(熊本大学工学部物質生命化学科)

平成 10 年 5 月 20 日受理

Production and Evaluation of *Shochu* produced from a 8,300 ℓ *Morimi*-mash containing Post-distillation Slurry using a Newly Developed Recycling Process.

Kenji KIDA, Masaru NAKAGAWA, Wen Xue ZHANG, Shigeru MORIMURA

(Department of Applied Chemistry and Biochemistry, Faculty of Engineering,

Kumamoto University, 2-39-1 Kurukami, Kumamoto-shi, Kumamoto-ken, 860-8555)

In order to commercialize a newly developed recycling process, *shochu* was made using a fermentor with a working volume of 8,300 ℓ. 1,500 kg of rice was added twice, on the first and the third day, to 5,300 ℓ of post-distillation slurry which had been discharged from the vacuum-distillation process used in the conventional method. No problem was experienced in the newly developed recycling process using a two step addition of cooked rice, although the fermentor volume was increased from 1,800 ℓ to 8,300 ℓ for commercial use. The concentration of ethanol produced in a 7-d fermented mash reached 17.0% v/v and the concentration of glucose was less than 0.4 g/l⁻¹. The 9-d fermented mash was then subjected to vacuum distillation and the production yield of pure ethanol was 470.5 ml (kg of added rice)⁻¹. This value was almost identical to the yield obtained in the 1,800 ℓ-scale experiment reported in our previous paper and was higher than the average yield (450 ml kg⁻¹) obtained with the conventional method. With respect to the quality of the *shochu* the acetaldehyde concentration and acidity were slightly higher than the value obtained using the conventional method. However, these values decreased during the storage period. The acetaldehyde concentration and acidity were reduced to 25% and 75%, respectively, after a 10-d storage. Also, this *shochu* obtained a better score in the sensory test than that produced by the conventional method.

Key words: 焼酎蒸留残液, 返し仕込み, 生存能の高い焼酎酵母, 実証試験

緒 言

焼酎業界では焼酎蒸留残液の効率的処理技術の開発, また酒税のアップに伴う製造コストの削減が重要な課題となっている。

我々は, これらの問題点を解決するために設備費の投資を必要としない新規な焼酎製造技術の実用化研究に取り組んできた。酒質を低下させないために自己消化法^{1,2)}により生存能が高く, 香気性豊かな焼酎酵母 S

20 E 12 株を取得した³⁾。この酵母を用いて返し仕込み法による小仕込み試験を行い, 酢酸イソアミル濃度が高く, アセトアルデヒド含量の少ない良質の米焼酎の製造を可能とした⁴⁾。また, 1,800 ℓ 規模での実証試験では, 掛米を 1 日目と 3 日目に行う 2 段掛け返し仕込みにより醪粘度の問題を解決した⁵⁾。

本報では, 本技術を普及するために球磨地方では最大規模の 8,300 ℓ の醪量で返し仕込みによる米焼酎の製造を行い, 従来法および返し仕込み法で得られた製

品の成分分析と評価、貯蔵期間中の製品の変化と評価を行ったので報告する。

実験方法

1. 使用菌株

前報⁵⁾で最優秀株として選抜した生存能が高く香気性豊かな焼酎酵母 S 20 E 12 株を実証試験に供した。なお、生存能を維持するために前報⁵⁾に記載した方法に従って継代培養を行った。

2. 従来法による米焼酎の製造

Brix 10%の麴汁培地を4本の300 ml三角フラスコに100 mlずつ分注し、120℃、15分間滅菌した。この滅菌した麴汁培地に2%YPD斜面培地より菌株を1白金耳それぞれ植菌し、25℃で2日間静置培養した。この前培養液400 mlを滅菌済み5 ℓ Jar-Fermentor (MD-300, 丸菱) に接種し、130 rpm、25℃の条件で1日間培養し、これを酒母とした。一次仕込みは、一次仕込み槽に麴3,360 kg、汲水4,400 ℓを添加した後、初発菌数が 7.5×10^5 cells/mlとなるように酒母を加えて行った。二次仕込みは、一次最終醪(7日目)を4本の醱酵タンクに均等に分け、それぞれの醱酵タンクに掛米2,160 kgおよび汲水4,200 ℓを加え、醱酵を開始した。醱酵後期の経日変化を調べるために醱酵日数を8日から13日間とした。蒸留は、それぞれの二次最終醪8,150 ℓを減圧蒸留装置に入れ、減圧度-68~-70 cmHgの条件で行った。

3. 返し仕込み法による米焼酎の製造

9日目の最終醪8,150 ℓの醪を減圧蒸留した蒸留残液4,800 ℓ (Table 1 参照) と洗浄水200 ℓそして他の蒸留釜から得た残液300 ℓを醱酵タンクに入れ、1日目と3日目に掛米1,500 kgを段掛けする、すなわ

ち段掛け比率50:50で返し仕込みを行った。醱酵終了後、従来と同様の条件で減圧蒸留を行った。

4. 製品の貯蔵試験

返し仕込み法により製造した原酒を蒸留直後、10日後、以降20日毎に貯蔵タンクから採集し、貯蔵中の成分変化を調べた。

5. 分析方法

総菌数、生菌数、香気成分、硫黄濃度、 α -アミノ態窒素濃度、グルコアミラーゼ活性、耐酸性 α -アミラーゼ活性の測定や分析は、前報⁵⁾に記載した方法に従い、生成エタノール濃度は浮ひょう法⁶⁾により行った。また、醪の酸度や醪中に残存するグルコース濃度の測定は、酵素活性測定に使用した濾液と同様にして調製した濾液を用いて行った⁵⁾。酸度は、醪濾液10 mlを中和(pH 7.2)するのに要するN/10 NaOH溶液量とした。グルコース濃度は、濾液を10倍に希釈した後、F-キットグルコース法(ペーリンガー・マンハイム)により測定した。醪温度は、樽入れ前に水銀温度計で醪の中部(醪の表面から150~200 cm付近)を測定することにより行った。また醪のpHは、簡易型pHメーター(カスタニーACTD-12, HORIBA)を用いて測定した。

実験結果および考察

1. 従来法による米焼酎の製造

返し仕込みによる米焼酎の製造にとっては、従来の二次仕込みは終了後速やかに蒸留する方が適していると報告してきた⁵⁾。そこで、8,300 ℓの醪量で二次仕込みを行った時の醱酵日数を把握するために醱酵後期の経日変化を調べた。Fig.1に示したように、生成エタノール濃度は、8日後に16.7%に、そしてその後

Table 1 Physical properties of post-distillation slurry.

	Temperature (℃)	pH (-)	Viable cell number (10^7 cells/ml)	Viability (%)	Acidity (ml)	Citric acid (g/l)
Post distillation Slurry	39.5	3.45	0.5	3.4	10.55	4.76
	-NH ₂ (mg/l)	Glucose (g/l)	Glucosylase (U/ml)	α -Amylase (U/ml)	Sulfur compounds (mg/l)	Volume (l)
Post distillation Slurry	1,442	3.36	4.53	25.4	301.0	5,300

Post distillation slurry was obtained by distillation of the mash after 8 days using the conventional method.

Fig.1 Time course of the second stage fermentation using the conventional method in a commercial-scale fermentor with a working volume of 8,300 ℓ.

12日後まで徐々に増加して17.0%に達した。また、残存グルコース濃度は8日後以降0.4 g/ℓ以下とほとんど変化しなかった。酵母の生存率は、8日後から11日後にかけて若干の減少が見られたものの、既に報告した傾向^{4,5)}と異なり極端な減少は見られず約60%と高い値を維持した。しかし10日後以降 α -アミノ態窒素が若干増加する傾向を示したことから、醱酵はこれまでの結果^{4,5)}と同様に8~9日間で終了していると判断した。

2. 8,300 ℓ 規模での返し仕込みによる米焼酎の製造

醪量を8,300 ℓと最大規模にしたが、掛米を段掛けすることにより、1,800 ℓ規模同様、返し仕込み初期での醪粘度の問題は全くなかった。その時の醱酵経過

をFig.2に示した。醪中のグルコース濃度は、醱酵開始2日目に42 g/ℓと最大値を示した後5 g/ℓ以下に減少したが、段掛けを行うことにより4日後に約27 g/ℓに増加し、その後醱酵が進むにつれて徐々に減少した。醪中の生成エタノール濃度は2日後に10.0%に達し、7日後には17.0%に増加していた。酵母の生存率は、2日後以降70%以上を維持していたが、6日後から若干減少し、それでも9日後でも約64%と高い値を示した。耐酸性 α -アミラーゼ活性およびグルコアミラーゼ活性は、醱酵中期から後期にかけて減少した。このように生存率や酵素活性は、これまで報告してきた実験室規模や1,800 ℓ規模の返し仕込みと同様な傾向^{4,5)}を示した。醪中のクエン酸濃度は、4.6 g/ℓから徐々に低下し5日後にはほぼゼロとなり、

Fig.2 Time course of fermentation using the newly developed recycling process using a two-step addition with a rice ratio of 50:50 in a commercial-scale fermentor with a working volume of 8,300 ℓ.

これに伴い酸度も10から6付近まで低下した。一方、醪中の硫黄濃度は5日後以降増加傾向を示したが、 α -アミノ態窒素濃度が一定していること、また生存率がほとんど低下しなかったことから、返し仕込み期間中に酵母の自己消化は起こらなかったと考える。

3. 従来及び返し仕込みで製造した焼酎の取得歩合と製品評価

返し仕込み10日目の最終醪を減圧蒸留した時のアルコール取得歩合は、1 kgの掛米あたり470.5 mlであった。この取得歩合は、1,800 ℓ 規模での取得歩合481 ml/kg⁵⁾より若干低かったが、従来法で取得歩合が良いとされている450 ml/kgより約5%高いものであった。Table 2は8,300 ℓ 規模で製造した蒸留直後の製品(25%)の香気成分および製品酸度、pHを示

している。また、参考として1,800 ℓ 規模の2段掛け返し仕込み(段掛け比率60:40)で製造した蒸留直後の製品の分析値を併記した。蒸留直後の返し仕込みによる製品は、従来法による製品に比べてアセトアルデヒド濃度が高い値を示し、そのためか製品酸度も高く、pHも低かった。しかし、良くない製品とされる焼酎に含まれる濃度42.0 mg/ℓ⁷⁾よりも低い値であった。香気成分で重要な酢酸イソアミルは、1,800 ℓ 規模では返し仕込み法による製品の方が高い値を示したが⁵⁾、8,300 ℓ 規模では従来法による製品の方が高い値を示した。しかし、製品中の酢酸イソアミル濃度は、7.5 mg/ℓと熊本国税局平成9年酒類鑑評会の入賞酒の平均値7.0 mg/ℓ⁸⁾よりも高かった。この製品の官能評価を行ったところ、癖がなく味は良いとの意

Table 2 Flavor compounds in *shochu* produced by the newly developed recycling process using a two-step addition with a rice ratio of 50:50 for a 8,300 ℓ *moromi* mash or 60:40 for a 1,800 ℓ *moromi* mash.

Flavor compounds	(units; mg/l)			
	Fermentor volume			
	8,300 l		1,800 l	
	Conventional	Newly developed recycling process	Conventional	Newly developed recycling process
Acetaldehyde	7.6	25.2	6.7	15.2
Ethyl acetate	49.1	65.2	74.9	93.4
n-Propyl alcohol	148.7	119.3	222.7	83.5
Isobutyl alcohol	258.8	193.6	244.3	184.4
Isoamyl acetate	12.0	7.5	11.1	15.6
Active amyl alcohol Isoamyl alcohol	562.7	419.4	617.6	372.2
Acidity (ml)	0.57	2.10	0.65	1.70
pH (-)	4.88	4.18	4.74	4.26

Table 3 Change of flavor compounds in *shochu* obtained by the newly developed recycling process during storage.

Flavor compounds	(units; mg/l)					
	Storage periods (days)					
	0	10	30	50	70	90
Acetaldehyde	20.1	4.9	5.0	4.9	4.9	4.8
Ethyl acetate	72.1	67.9	67.3	67.2	67.6	66.8
n-Propyl alcohol	84.7	83.2	83.7	82.7	82.6	81.3
Isobutyl alcohol	204.1	203.8	202.1	203.3	198.2	196.3
Isoamyl acetate	10.5	5.9	5.9	6.1	5.9	5.9
Active amyl alcohol Isoamyl alcohol	381.8	380.7	378.8	378.6	376.8	372.6
β-Phenethyl alcohol	27.3	26.3	26.3	25.1	23.9	23.1
Ethyl n-caprylate	0.5	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
β-Phenethyl acetate	2.9	2.6	2.5	2.3	2.1	2.2
Ethyl laurate	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
Ethyl myristate	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
Ethyl linoleate	0.4	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
Ethyl oleate	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
Ethyl stearate	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
Acidity (ml)	2.1	1.5	1.3	1.5	1.4	1.4
pH (-)	4.2	4.1	4.1	4.1	4.1	4.1

N.D., Not detected.

Analysis was carried out after dilution with water until the concentration was 25 v/v% ethanol.

見が多かったが、香りに若干の難点があるとの指摘もあった。これは、蒸留直後特有のアセトアルデヒドを主体とするガス臭のためと考えられる。

4. 熟成期間中の香気成分の変化と評価

減圧蒸留で製造された原酒は、一般に3~6カ月貯蔵された後、割水し出荷される。これは蒸留直後のガス臭を原酒から除去し、酒質を落ち着かせるためである。そこで、8,300 ℓ 規模で得られた原酒を貯蔵し、

一定期間毎に採取し、割水した後、成分分析を行った。Table 3に示したように、ほとんどの香気成分は蒸留直後から90日にかけて徐々に減少したが、アセトアルデヒドだけ熟成開始後10日間で約25%に激減し、その後一定していた。これに伴い製品酸度も2.1から1.5に低下し、その後1.4で安定した。そして、製品のpHも4.2から5.1に上昇していた。このことから返し仕込みによる製品は、少なくとも10日間の貯蔵

によりアセトアルデヒドの大部分は除去され、製品酸度も落ち着きを見ることがわかった。この60日間熟成した製品の官能試験を大分と福岡の焼酎メーカー3人の方に3点法（1. 良；2. 普通；3. 難あり）で評価していただいた。従来法による製品は、総合評価点1.5で、香りについては少々ゴム様臭があるが良好、味についてはキレは良いが辛いと評価された。一方、返し仕込みによる製品は、総合評価点1.0で香りが良くて上立ち香は従来法と大差はなく口中でなめらかで欠点はないという評価を得た。このように、短期間熟成することにより返し仕込みで得られた製品は、従来法で得られた製品よりも高い評価が得られ、品質的にも優れた製品であると判断された。

Table 2 に示した1,800 ℓ 規模で製造し、約30日間熟成した製品についても、球磨焼酎酒造組合で行われた鑑評会で8人のパネラーにより5点法で評価された。出品数25点のうち評価点24点（平均3点）で合格したものは11点であったが、この中に返し仕込みおよび従来法で製造した両製品が含まれており、全員から3点の評価を受けた。

以上、返し仕込み法による焼酎の製造は、排出される蒸留残液量を半減するだけでなく、製麴や一次仕込み回数も半減し、しかも収得歩合および酒質においても優れた製造プロセスであると言える。

要 約

返し仕込み法による米焼酎製造技術を普及するために、球磨地方では最大規模に相当する8,300 ℓ 醗量で実証試験を行った。得られた結果を以下に要約する。

(1) 掛米を2段掛けすることにより醗酵初期の醗粘度の問題もなく8～9日間で醗酵は終了していた。そ

して、9日目の醗を蒸留して得られた製品のアルコール収得歩合は470 ml/kg と高い値であった。

(2) 製造された製品は、蒸留直後にはアセトアルデヒド濃度および製品酸度が高かったが、約10日間の貯蔵により両成分ともに減少し、落ち着きを見せた。また、この製品は官能試験において従来法で得られた製品よりも高い評価を得た。

本研究の遂行にあたりご指導、ご助言を賜りました熊本国税局鑑定官室長嶋崎孝行氏、主任鑑定官木曾邦明氏および鑑定官室の諸氏に厚く御礼申し上げます。なお、本研究は日本酒造組合と球磨焼酎酒造組合、熊本大学工学部物質生命化学科との共同研究で実施したものである。

文 献

- 1) 原 昌道, 佐々木雅晴, 小幡孝之, 野白喜久雄：醸協, **71**(4) 301 (1976)
- 2) 原 昌道, 梅津正敏, 戸塚 昭, 飯村 穰：醸協, **74**, (9) 629 (1979)
- 3) 中川 優, 森村 茂, 木田建次：醸協, **92**, (9) 651 (1997)
- 4) 木田建次, 中川 優, 西迫博行, 森村 茂：醸協, **92**, (10) 759 (1997)
- 5) K. KIDA, M. NAKAGAWA, H. NISHISAKO, S. MORIMURA: *J. Inst. Brew.*, in press (1998)
- 6) 国税庁所定分析法注解：第四回改正, 西谷尚道(監修), (財)日本醸造協会, 15 (1998)
- 7) 西谷尚道, 大内弘造, 飯村 穰, 秋山裕一：醸造試験場報告, **154**, 15 (1982)
- 8) 熊本国税局：平成8年度焼酎調査書, 9 (1996)