薄荷の乾燥蒸溜法に関する研究

(第2報) 冷却器と分水器の操作

笠野 秀雄*・箭原 信男*

(HIDEO KASANO) (NOBUO YAHARA)

I 緒 言

蒸溜槽 (retort) 内で発生した揮発性の脳油分は、水蒸気とともに誘導管を通つて冷却器 (condenser) で液化され、溜出液は分水器 (oil separator) によつて取卸油と水とに分離される。蒸溜操作上の参考資料を得るため、冷却器温と収油量、メントール含量と凝固点、取卸油の分離速度、脳油の溶解度等について実験を行ったので、その結果を報告する。

II 実験方法

1. 冷却器温と収油量

品種「北進」の乾草 20 kg を小型の pilot still に充填し、釜圧 6 lb/in² (減圧弁) で蒸溜を行い、収油量と油中のメントールとメントンを調査した。冷却器温は冷却器の排出口より溜出する凝縮液の温度で表わした。

2. メントール含量と凝固点

脳分検定の標準油を供試して凝固点を測定した。凝固点は直径 20 mm の乾燥した試験管に供試油約 10 cc を入れ、精密寒暖計を挿入して攪拌しながら予想凝固点より約 5°C 低い温度で冷却し、過冷却を生じ凝固と同時に温度が上昇した時の最高温度をもつて示した。

3. 取卸油の分離速度

品種「万葉」の取卸油をピクノメーターに入れて、恒温水槽内で 30~70°C の比重を測定し、同じ方法で水の比重を測定して油と水の比重差を算出し、この比重差を分離速度とした。

4. 脳油の溶解度

取卸油 (万葉) の溶解度は恒温水槽内で 20~70°C の温度で水に溶解させ、その溶液の比重をピクノメーターで測定し、水の比重とから溶解度を算出した。結晶脳は低温では溶解し難いので、40°C 以上の温度の溶解度を調査した。

III 実 験

1. 冷却器温と収油量

冷却器における冷却温度と収油量との関係を第1表に示したが、冷却器温によつて収油量や油中の成分の含量

第1表 冷却器温と収油量

凝 縮 液 の 温 度 別 (°C)	収油量 (g)	割 合 (%)	対乾草 収油率 (%)	遊 離 メ ントール (%)	化 合 メ ントール (%)	メン トン (%)
0 ~ 20	240	95	1.20	79.39	4.06	6.85
20 ~ 40	250	99	1.25	81.50	4.10	6.04
40 ~ 60	253	100	1.27	81.54	4.07	6.02
60 ~ 80	214	85	1.07	82.65	4.09	5.95
80 ~ 100	78	31	0.39	84.24	4.05	5.84

は著しく変動した。収油量は冷却器温を 40~60°C 並に 20~40°C に操作したときが多く、温度が上昇して 75°C 位の温度になると、冷却不十分のため次第に油分の逸散が増加して収油量が漸減し、80°C 以上では収油が困難な状態となり、冷却が過ぎて 20°C 以下になると、冷却管内に脳油分が凝固して多少収油量が減少した。取卸油の成分含量は冷却器温が高くなるにつれて、遊離メントールが多くメントンが少い傾向を示した。これは冷却器温が高温になると低沸点のメントンの逸散が多く、低温の際には冷却管内に脳が析出したことによるものと考えられる。なお井上等の指摘したように、蒸溜時間は冷却器温の降下とともに長時間を要した。

2. メントール含量と凝固点

凝縮液の温度が下がる冷却管内で溜出中の油が凝固することが認められたので、メントール含量と凝固点 (congealing point) との関係を調査した。取卸油の採脳率の差異による凝固点の変化は第1図に示したように採脳率が高くなるに従つて凝固点が増加し、その上昇はこの成績の範囲ではほぼ直線的な傾向を示し、溜出液の温度が 20°C 以下に下がると、冷却管や分水器的内部で脳油分が凝固する懼があることが明らかとなった。この成績から取卸油のメントール含量と凝固点との関係式を

* 農林省北海道農業試験場作物部
1957 年 6 月 11 日受理

第1図 採脳率と凝固点

求めると、次の1次回帰式が得られる。

$$C. P. = 0.527 m - 21.41$$

$$C. P. = 0.928 M - 60.92$$

但し $C.P.$ = 凝固点 ($^{\circ}C$), m = 採脳率 (割), M = 遊離メントール (%), $M - 42 = 5.8 m$ とする。

3. 取卸油の分離速度

分水器中に溜出した精油の分離速度いわゆる「油の切れ」は、主として溜出した精油と水との比重の差異によって決定されると考えられるので、各温度における取卸油と水との比重差を算出し、その結果を第2表に示した。取卸油の比重は常温では約 0.9 で水よりもやや小さく温度の上昇に伴って油と水の比重は当然小さくなるが、油の比重の低下率は水の比重の低下率に比較して大きいので、油と水の比重差は高温になるほど小さい値を示し、分水器内の溜出液の温度が高くなるにつれて取卸油の分離が早くなり、水の温度が低く油の温度が高い場

第2表 水と取卸油の比重

温度別 ($^{\circ}C$)	水の比重	油の比重	比重差
30	0.9946	0.9009	0.0935
40	0.9912	0.8922	0.0990
50	0.9870	0.8800	0.1070
60	0.9812	0.8730	0.1082
70	0.9768	0.8644	0.1124

合には、油の分離が一層良好となることが知られた。

4. 脳油の溶解度

溜出液の棄水中には溶解あるいはエマルジョンの状態で行くか精油が存在している。棄水に溶解してどの程度精油が流亡するかを知るための参考として、取卸油と結晶脳との水への溶解度を測定した。その結果は第3表の通りである。

第3表 取卸油と結晶脳の溶解度

温度別 ($^{\circ}C$)	水溶液の比重		溶解度 (100 g 中)	
	取卸油	結晶脳	取卸油 (g)	結晶脳 (g)
20	0.9996	—	0.32	—
30	0.9994	—	0.46	—
40	0.9990	0.9997	0.81	0.10
50	0.9987	0.9997	1.09	0.22
60	0.9984	0.9996	1.31	0.25
70	0.9982	0.9996	1.49	0.27

取卸油の溶解度は 20~30 $^{\circ}C$ では 0.3~0.5 で、40~50 $^{\circ}C$ になると 0.8~1.1 と急激な増加をみせ、60 $^{\circ}C$ 以上に達すると増加の割合が緩慢となつた。結晶脳の溶解度は取卸油よりも低いが、溶解度の増加率は取卸油とほぼ同様の傾向があり、40~50 $^{\circ}C$ で 0.1~0.2 で 60 $^{\circ}C$ 以上になると増加の割合が少なくなつた。従つて分水器中の溜出液が高温になると、棄水中に溶解して流亡する精油の量が増加し、特に 40 $^{\circ}C$ 以上になると著増することが窺われた。

IV 考察及び総括

冷却器では水蒸気とこれに伴って溜出する精油蒸気を液化させるためには、水と油の混合蒸気の蒸発熱と、収油に最適の温度まで凝縮液を冷却する必要がある。冷却器の能力については、伊藤、下村²⁾は冷却器がフルに使用され、蒸気が 100 $^{\circ}C$ に入り凝縮して 100 $^{\circ}C$ の水となつて出て行くものとし、冷却水の温度 θ は給水口から排出口に向つて直線的に増加し $\theta + \Delta\theta$ となるものとすれば、冷却器の平均温度差は $100 - (\theta + \Delta\theta/2)$ となり、冷却面積 = F m^2 , 熱貫流率 = K ($Kcal/m^2^{\circ}C$ min), 冷却水量 = W kg/min , 蒸気量 = Q kg/min とすると熱収支から次の関係式のあることを示した。

$$KF\{100 - (\theta + \theta/2)\} = 620Q = W\Delta\theta$$

冷却器には蛇管式、直管式 (リービヒ型)、多管式等があるが、冷却器温が高温になると精油が逸散し、低温過ぎると冷却管内に脳油分が凝固し、特に脳の溜出が増加する蒸溜の後期に多く、急激に冷却したりあるいは冷却し過ぎたりすると、凝縮液の溜出が不同となり蒸溜時間

も要するから、冷却器や分水器によつて異なるが、冷却器温は冷却器より排出する凝縮液の温度を 50~60°C に操作するのが適当と考えられる。蒸気の量や速度は冷却すると減少するから、冷却管は末端になるほど細くしてもよいが、蒸溜槽内の過剰の逆圧を避けるため、冷却管の蒸気の容量は多少大きくした方がよく、冷却器温の極端な変動防止等の点からみて、冷却器は小型よりもむしろ大型の方が実際の操作は容易なようである。

分水器の機能は器内の溜出液からできるだけ早く、完全に精油を分離することにある。薄荷の取卸油は水よりもやや比重が小さいので溜出液の上層に集積し、下層の水は自動的に器外に排出される。薄荷の取卸油は殆んど水に溶解しないが、棄水中には一部精油が存在している。分水器より採油される取卸油 (natural oil, crude oil 又は main oil) は、棄水中より cohobation によつて回収された油 (water oil) と組織が異なり、GUENTHER³⁾ は水溶性の成分は一般に酸化化合物が多く、香料作物の棄水中には植物成分の分解物 (メチルアルコール、ホルムアルデヒド、アセチルアルデヒド、アセトン、低級脂肪酸、窒素化合物、フェノール等) を含み、crude water oil は黒色を呈し不快な香を有するが、この分解物は精油や水洗等によつてある程度除去出来ると述べ FÖLISCH⁴⁾ は 1,000 kg のペパーミントの棄水より 400~500 g の water oil を得たと報じている。和種薄荷 (米国産) の water oil 中には、KREMER⁵⁾ はプレゴン、JENISON, KREMER⁶⁾ はプレゴン、1ーリモネン、ペパーミントの water oil には、KREMER⁷⁾ はメントールの他にアセトン、プレゴン、ピペリトン等の存在を認め、さらに第2表と第3表の結果からは、分水器内の温度が上昇すると水と油の比重差によつて油の分離性はよくなるが、

棄水への精油の溶解が増加し、器内の温度が低くなると取卸油の分離が不良となり、サスペンション等の状態で小油滴となつて流亡する傾向があることが推察された。

従つて溜出液中の脳油分の分離を良好にし、溶解度を減少させるには、冷却器から直接溜出液を油層に導くと水の比重に近い比重を持つた成分を攪乱して流亡を増加させるから、分水器の中央部附近から漏斗を上方に開孔させ、分水器内の上部の温度は下部よりも高くし、開孔部附近より下方の温度は冷却装置の取付け等によつてなるべく降下させ、分水器の円筒の高さや容積は大きくして、できるだけゆつくりと棄水を排出させることが望ましく、棄水とともに流亡する精油の量が多い場合には、棄水を湯釜に還流させた方がよいであろう。溜出液を冷却し過ぎると、分水や濾過等の作業中に取卸油が凝固して操作に支障を来すから、特に蒸溜の時期に低温となる北海道のようなところでは、分水器内の取卸油の温度は少くとも 40°C 以上に保持することが大切である。冷却器や分水器の材質等の点については次の機会に譲りたい。

実験に御協力戴いた山内富士雄、古山三郎の両氏に感謝の意を表する。

文 献

- 1) 井上, 茶村, 宇垣: 岡山農試農産資料, 23 (1951).
- 2) 伊藤, 下村: 北海道工試報告, 147 (1956).
- 3) GUENTHER: *The Essential Oils*, 1 (1948).
- 4) FÖLISCH: *Die Fabrikation und Verarbeitung von ätherischen Ölen* (1930).
- 5) KREMER: *J. Am. Pharm. Assocn.*, 10 (1921).
- 6) JENISON & KREMER: *Ibid*, 14 (1925).
- 7) KREMER: *Am. J. Pharm.*, 97 (1925).