

# 麦焼酎蒸留粕の濃縮試験－4

## －濃縮に伴う凝縮水の組成－

樋田 宣英  
食品工業部

### Condensation of Barley-Shochu Distiller-4

#### －Composition of Vaper Condensation－

Nobuhide HIDA

Food Science and Technology Devision

## 1. 緒言

焼酎蒸留粕の処理において、濃縮操作は多くのシステムに必要で、一連のプロセスのなかでも重要な技術のひとつである。

我々は、多糖類分解酵素と薄膜プレート循環式濃縮機との組み合わせで、従来、高濃縮が困難とされていた焼酎蒸留粕を含水率60%前後まで濃縮する技術をパイロットプラントで確認してきた。一方、同時に副生する凝縮水は、独特の臭気を有しエチルアルコールを主成分とした有機物濃度は、10000ppm程度の高濃度を示し実機を想定した場合、濃縮率に応じ多量の凝縮水の処理が必要となる。

現在稼働中の濃縮施設や粕処理プラントでは凝縮水を活性汚泥法やUASB法などの生物処理や再留などによる処理も試みられているが、生物処理では微生物増殖阻害、栄養塩不足のためバルキングが発生しやすいことが経験的に指摘されている。以上のことより凝縮水の経済的な処理・再利用技術の確立は、一連のシステムの構築上必要である。

今回、凝縮水の処理・再利用のための凝縮水の性状把握として低・高沸点化合物の分析したので報告する。

## 2. 方法

### 2.1 試料の調整

県内焼酎製造場より得た麦焼酎減圧蒸留粕を既報<sup>1)</sup>に従い多糖類分解酵素で処理した後、ナイロンメッシュにより濾過した試料を薄膜流下式循環濃縮装置により4～5倍濃縮した際に排出する凝縮水、および現在稼働中の蒸留粕濃縮設備より排出された凝縮水を冷蔵保存し試験試料とした。

### 2.2 低・高沸点有機物の分析

#### 2.2.1 低沸点成分の分析

凝縮水の低沸点有機物としてアルコール発酵由来の残

存エチルアルコールやn-プロピルアルコール、イソブチルアルコール、イソアミルアルコールなどのフーゼル油の存在が予想されるため、ガスクロマトグラフ（以下GC）で分析を行った。分析試料は、凝縮水を直接注入した。

#### 2.2.2 高沸点成分の分析

凝縮水の高沸点有機物は、品温が高いと透明で冷却すると白濁する。油分の液表面への浮遊が認められることから発酵時に原料中の脂質および代謝有機酸とエチルアルコールより生成する脂肪酸エチルの存在が予想されるため、凝縮水をエチルエーテルで抽出し減圧濃縮しGCで分析した。

### 2.3 高速液体クロマトグラフによる有機物の分析

GCでは凝縮水中に存在するものの定量できない成分として有機酸、フルフラールなどが予想される。これらの成分の分析のため逆相系カラムでフォトダイオードアレイ検出器により波長範囲190～350nmで高速液体クロマトグラフ（以下HPLC）およびBTBを反応指示薬としたポストラベル分析を実施した。

### 2.4 その他の分析

全有機体炭素（以下TOC）、BODなどその他の項目は、JIS-K0102により分析した。

## 3. 結果と考察

### 3.1 凝縮水の調整と一般性状

薄膜流下式循環濃縮機により連続的に焼酎蒸留粕100～200Lを4～5倍濃縮し、ペーパーをコンデンサーにより冷却しペーパーコンデンスポンプより排出した凝縮水を集めた。装置稼働時の内部容量は30L程度とし濃縮状況にあわせ連続的に粕を供給した。定常運転時の缶内真空度は、500mmHg、品温75℃であった。

凝縮水は、焼酎蒸留時の後留成分に類似した独特の香気を有し、排出時は無色透明な液体で冷却すると白濁し

た。有機物指標としてTOCは5000~7000ppmであり対応するBODは3000~4000ppmでTOCに比べ低値を示すことから難分解性の成分を含有することが推定された。

n-ヘキサン抽出物は100~200ppmあり生物処理する場合注意を要する濃度であった。

また凝縮水は、無機塩を含まず緩衝能が低い。特に蒸留粕の濃縮までの保存状態が悪いと酸敗し揮発性有機酸として凝縮水に移行するため低pHになり生物処理する場合中和が必要となる。また生物処理においては栄養塩として窒素、リンの添加は、見かけ上のBODが低いのでBOD:N:P=100:4:1の標準値以上の添加量を要する。

### 3.2 低・高沸点有機物の分析

#### 3.2.1 低沸点成分の分析

蒸留粕を濃縮する際に発生する凝縮水中の低沸点有機物は、エチルアルコール0.2~0.8%, n-プロピルアルコール20~80ppm, 酢酸エチル10~50ppmの成分であり大部分がエチルアルコールであった。他のフーゼル成分は焼酎蒸留時にエチルアルコールとともに製品に共沸留去するため低値であった。

#### 3.2.2 高沸点成分の分析

冷却による油分除去、イオン交換、活性炭処理などにより精製される麦焼酎中には、脂肪酸エステルなどの高沸点成分の移行は少ないが、蒸留粕の濃縮においては、脂肪酸エステルが共沸成分として凝縮水に移行することが考えられる。

凝縮水中の主な高沸点成分は、β-フェネチルアルコールとカプリル酸エチルであり70ppm程度含有された。カプリン酸エチルや酢酸フェニルエチルなども微量存在した。これらの成分は、水に難溶であり生物処理する場合、活性汚泥への親和性が弱くバルキングの原因となる。

### 3.3 高速液体クロマトグラフによる有機物の分析

フォトダイオードアレイ-HP LCでモニターされた成分は、280nm付近に入maxを持つフルフラールと推定され30~200ppm検出された。ペントースの分解産物であるフルフラールは焼酎蒸留において2次的に生成し、主に後留成分に留出する。独特の臭気を持ち、5員環アルデヒドであることから生物処理における微生物増殖阻害因子と考えられる。

ポストカラム-HP LC分析では、揮発性有機酸として酢酸が5~800ppm存在した。酢酸は、蒸留粕中の残存エチルアルコールの酢酸発酵に由来するものと考えられた。過度に放置した蒸留粕は、嫌気性となり酪酸発酵やプロピオン酸発酵がおき悪臭を呈した。

以上のことより濃縮工程は、作業環境、濃縮物の品質確保の面から蒸留後できるだけ早い時期に行うべきであ

る。また揮発性有機酸の組成は、蒸留粕の履歴を知る上で重要な指標と考えられる。

以上、凝縮水中の成分組成をTable1に示す。

Table 1 凝縮水中の成分

成分名	沸点 (°C)	含有範囲 (ppm)
エチルアルコール	78	2000~ 8000
酢酸エチル	77	10~ 50
n-プロピルアルコール	97	20~ 80
i-ブチルアルコール	108	0~ 10
i-アミルアルコール	131	0~ 20
カプリル酸エチル	208	10~ 60
カプリン酸エチル	241	5~ 10
β-フェネチルアルコール	220	70~100
酢酸フェニルエチル	232	5~ 20
フルフラール	162	30~200
酢酸	118	5~800
-----		
n-ヘキサン抽出物	—	100~ 200
TOC	—	5000~ 7000
BOD	—	3000~ 4000

## 4. まとめ

焼酎蒸留粕の濃縮時に副生する凝縮水の処理・再利用技術の確立のため凝縮水の性状把握を行い、下記の結果を得た。

- (1)低沸点成分は、エチルアルコール0.2~0.8%, n-プロピルアルコール20~80ppmを主成分とし酢酸エチル, i-ブチルアルコール, i-アミルアルコールを含有した。
- (2)高沸点成分は、β-フェネチルアルコール, カプリル酸エチルであった。
- (3)粕の保存状態により酢酸発酵により酢酸が生成し凝縮水に移行しpH低下の原因となった。
- (4)ペントースの分解産物としてフルフラールが30~200ppm含有した。

本試験の実施にあたってご協力頂いた、本格焼酎技術開発機構の委員各位に深謝します。

### 参考文献

- 1)樋田宣英, 弘蔵守夫:平成8年 大分県産業科学技術センター研究報告 p135~137