

焼酎蒸留粕の圧搾ろ液を減圧蒸留して得られる凝縮液の特性

宮崎大学工学部 (学) ○安井 賢太郎 (正) 増田 純雄  
 鹿児島工業高等専門学校 (正) 山内 正仁 (正) 木原 正人

1. はじめに

焼酎蒸留粕（以下、焼酎粕）はロンドン条約（廃棄物その他の海洋投棄による海洋汚染の防止に関する条約）において、現在、除外品目とされているが、今後の海洋投棄禁止に備え、陸上処理法が検討されている。

筆者らは、陸上処理法の 1 つとして、焼酎粕を圧搾ろ過し、圧搾残渣物の飼料化と圧搾ろ液を減圧蒸留した凝縮液の回収化を行い、焼酎粕すべてを有効利用する方法の検討を行っている。

本論文では、焼酎粕と稲ワラを混合粉碎後、圧搾ろ過し、そのろ液を減圧蒸留して得られた凝縮液の特性について報告する。

2. 実験装置と実験方法

実験装置は圧搾ろ過装置（図-1）と減圧蒸留装置（ウォーターバス付ロータリーエバポレーターにバキュームポンプとバキュームコントローラーを取り付けたもの）である。実験は甘藷蒸留粕（以下、甘藷粕）100g に稲ワラ 3g を添加し、混合粉碎したもの（以下、混合試料）を圧搾ろ過装置で圧搾ろ過（条件；目開き 100 $\mu$ m、圧搾時間 10 分）した。次に、圧搾ろ液を 1L の回転フラスコに 300ml 入れ、ウォーターバスで所定の温度 60 $^{\circ}$ C、70 $^{\circ}$ C、80 $^{\circ}$ C で減圧蒸留を行った。凝縮液はバキュームコントローラーで圧力を調整し、凝縮液を 50ml ずつ 100ml まで回収した。なおフラスコの回転数は 150rpm とした。得られた凝縮液の成分はガスクロマトグラフィー、高速液体クロマトグラフィーを用いてアルコール、アルデヒド及び有機酸類を測定した。

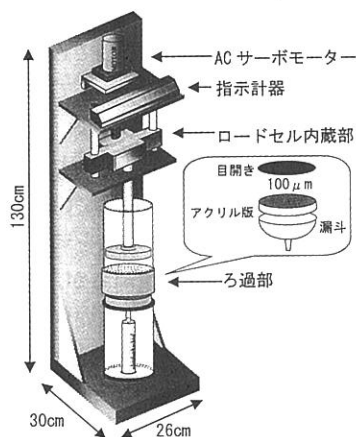


図-1 圧搾ろ過装置

3. 実験結果と考察

図-2 に圧搾ろ過における圧力を変化させた時の圧搾残渣物の含水率と圧搾ろ液の SS 濃度の関係を示す。図から明らかのように、残渣物の含水率は圧力の増加と共に低下することが分かる。SS 濃度は、圧力 5kPa で 780mg/L と低い値が得られているが、圧力の増加に伴い SS 濃度も増加している。このことは、圧搾開始時に微細な SS が目開きから押し出され、その後稲ワラによる繊維膜が形成され、ろ過されるために、圧力を増加させると、SS 濃度が高くなったと考えられる。また、20kPa において含水率が高くなり、SS 濃度が低下したのは、高压による目詰まりが原因で、固液分離能が低下し、押し出される微細な SS が減少したと考えられる。以上の結果より、減圧蒸留に用いるろ液は SS 濃度が低く、また、圧搾残渣の飼料化を行う場合、含水率 86%程度が最適<sup>1)</sup>であることから、10kPa で圧搾ろ過されたろ液を用いた。

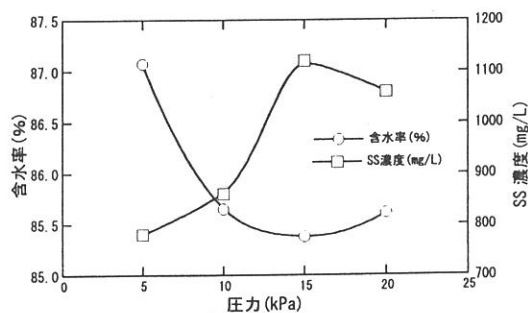


図-2 圧力と含水率及び SS 濃度の関係

図-3 は減圧蒸留時の圧力と蒸留温度を変化させたときの蒸留時間の変化である。蒸留して最初の凝縮液 50ml（以下、凝縮液①）と次の凝縮液 50~100ml（以下、凝縮液②）を回収するのに要する時間はほぼ等しく、また蒸留温度を固定し、圧力を下げると蒸留時間が短縮できることが分かる。圧力を固定し、蒸留温度を下げると、圧

連絡先：〒889-2192 宮崎市学園木花台西 1-1 宮崎大学 TEL:0985-58-7342 FAX:0985-58-7344

力が高いところでは、圧搾ろ液が沸騰しなくなるので、凝縮液の回収には、蒸留温度に合わせて圧力も変えることが必要である。

凝縮液①、②の pH は共に 3.5~4.0 の間であり、いずれの蒸留温度、圧力条件でも凝縮液①より凝縮液②の pH が低くなった。このことは凝縮液①よりも凝縮液②のギ酸、酢酸の濃度が高いことから分かる。

表-1、2 に減圧蒸留時の圧力と蒸留温度を変化させたときの凝縮液①、②の各成分を示す。表-1、2 から明らかのように、凝縮液の主成分はエタノールであり、凝縮液①、②のエタノール濃度は、17000~23000mg/L、1000~4000mg/L の範囲であった。凝縮液①でほとんどのエタノールを回収できたことが分かる。凝縮液のエタノール濃度と、図-3 の蒸留時間を考慮すると、蒸留温度 70℃、圧力 21kPa で、蒸留開始直後に得られる凝縮液 50ml が最も有効であると考えられる。凝縮液②を得られた後、さらに減圧蒸留したが回収した凝縮液中にアルコール成分はほとんどなかった。凝縮液①において圧力を下げるとエタノール濃度が低くなる原因として、急激な圧力低下により、蒸留に多量の熱エネルギーが奪われ、回転フラスコ内の温度が低下したためだと考えられる。また凝縮液①、②を比べると沸点の低い成分はほとんど減圧蒸留開始直後に回収されることが分かる。

以上の結果と、焼酎粕が 90℃以上の高温で排出されることから、この廃熱を減圧蒸留に利用し、得られたアルコールを生物学的脱窒の有機炭素源として有効利用できると思われる。

#### 4.おわりに

圧搾ろ液を減圧蒸留して得られた凝縮液の各成分を分析し、以下のような結果が得られた。1) 甘藷粕中のエタノールは、すべての温度、圧力条件において蒸留開始直後に多く回収され、濃度は約 20000mg/L (約 2%) であった。2) 凝縮液の pH は、ギ酸、酢酸の濃度に依存する。3) エタノールを回収する最適条件は、蒸留温度 70℃、圧力 21kPa、蒸留時間約 10 分であった。このことから蒸留して初期段階で得られる凝縮液を生物学的脱窒の有機炭素源として利用できることが分かった。

なお、本研究の遂行にあたり、平成 14 年度 文部科学省、科学研究費 (基礎研究◎) の助成ならびに、凝縮液の成分分析に、宮崎県食品開発センター応用微生物部の皆様に御協力を頂いた。ここに記して謝意を表したい。

#### 参考文献

- 1) 増田ら：植物性産業廃棄物の飼料化に関する研究，環境工学研究論文集 第 37 巻，2000
  - 2) 二田ら：焼酎蒸留粕を減圧蒸留して得られる凝縮液の性状特性，平成 12 年度 土木学会西部支部研究発表会 講演概要集，2001
  - 3) 法元ら：焼酎蒸留粕の固液分離における圧力の影響に関する研究，平成 13 年度 土木学会西部支部研究発表会 講演概要集，2002
- 化学実験ハンドブック：化学実験ハンドブック編集委員会著，技報堂出版，1984

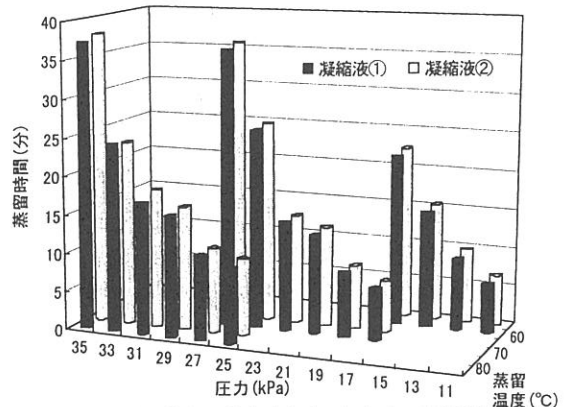


図-3 圧力と蒸留温度を変化させたときの蒸留時間

表-1 凝縮液①の成分表

成分	アルコール					有機酸		アルデヒド	
	メタノール	エタノール	n-プロピルアルコール	i-ブチルアルコール	β-フェニルアルコール	ギ酸	酢酸	フルフラール	
沸点(°C)	64.7	78.3	97.2	88.2	122.1	100.5	118.1	161.6	
蒸留温度および蒸留圧力	35(kPa)	233	19824	3.2	0.8	77.6	4.1	152	59.9
	33	261	22217	3.6	1.2	73.8	0	132	63.6
	31	230	20606	3.4	0.8	67.2	3.8	140	61.6
	29	233	20625	3.3	1.0	64.9	4.7	141	58.9
	27	142	18585	2.7	0.9	45.1	4.3	162	24.8
	25	139	18224	2.7	0.9	41.5	4.4	157	23.1
	27(kPa)	198	23873	3.5	1.4	65.9	0	123	25.3
70(°C)	25	182	21551	3.3	1.3	63.7	0	133	23.2
	23	169	21211	3.2	2.1	58.5	1.2	149	6.4
	21	167	20366	3.2	2.1	55.6	1.4	161	5.4
	19	150	17955	2.6	1.4	38.7	1.9	150	11.8
	17	147	17495	2.6	1.4	37.3	2.2	156	10.9
60(°C)	17(kPa)	185	22788	3.4	1.2	52.3	0	125	23.0
	15	155	19450	2.9	1.2	46.4	0.6	132	22.6
	13	145	18271	2.8	1.2	41.3	0.9	133	21.2
	11	140	17248	2.7	1.2	37.9	1.1	135	19.3

表-2 凝縮液②の成分表

成分	アルコール					有機酸		アルデヒド	
	メタノール	エタノール	n-プロピルアルコール	i-ブチルアルコール	β-フェニルアルコール	ギ酸	酢酸	フルフラール	
沸点(°C)	64.7	78.3	97.2	88.2	122.1	100.5	118.1	161.6	
蒸留温度および蒸留圧力	35(kPa)	23	1180	0	0	72.0	4.7	174	8.2
	33	37	2006	0	0	69.4	1.5	168	10.6
	31	48	2968	0	0	64.2	4.7	169	14.3
	29	57	3642	0	0	65.3	5.5	185	15.3
	27	39	3553	0	0	45.8	5.4	211	8.0
	25	42	4018	0	0	43.6	5.5	214	8.0
	27(kPa)	22	1594	0	0	62.5	0	157	4.3
70(°C)	25	36	3482	0	0	59.1	0.8	170	5.7
	23	39	3439	0	0	57.2	1.9	196	0
	21	45	4178	0	0	56.6	1.9	203	0
	19	52	4918	0	0	43.1	3.2	206	4.8
	17	51	4897	0	0	41.7	3.4	213	4.8
60(°C)	17(kPa)	36	3212	0	0	53.5	0.8	164	5.7
	15	46	4541	0	0	50.1	1.3	177	7.8
	13	55	5658	0	0	47.5	1.7	184	9.6
	11	60	6398	0	0	45.9	2.0	190	10.4