

ブランデーの蒸溜における溜液の 成分変化に就て

加賀美 元 男

(昭和29年1月30日受理)

On the Variance of Composition in the Distillates of a Grape Brandy

Moto-o KAGAMI

This paper is presented on the variance of composition in the distillates of grape brandy distilled by pot-still and rectifir.

The work of Frey⁽¹⁾ described the composition of the first and last runnings in the fractionation of plum brandy, however, little was actually known as to what was the composition of the different portions of the distillate and residues of grape brandy distillation.

The experimental results indicate that the larger amount of the "fusel oil" is in the high-alcoholic portion of the distillate, and that the acids (volatile acids) in the raw wine are found only in small amount in the fractions on distillation.

The results also show that the first running contains the largest proportion of esters, which rather quickly drops to a normal amount throughout the remainder of the distillation, and during the sencond distillation aldehyde is lost, which is probably caused by further oxidation into acids.

ブランデーを蒸溜する際、溜液の成分が初溜から終溜に至る間に変化することに就て、従来、余り実際的には研究されていない、Frey⁽¹⁾はプラムブランデーの初溜及び後溜液の成分に就て実験を行つてゐるが、工程の異なつた部分に於て如何なる現象が表われてゐるか、蒸溜廢液及び溜液の異なる区分に於て、どの様な成分上の差異があるか等に関しては殆んどわかつてゐないようである。著者はブランデーを蒸溜する過程に溜液の成分がどのように変化するかを追究する為、当研究所のポットスチル及びプレート塔を有する精溜機を使用し、蒸溜試験を行つたので、その結果をここに報告する。なお、ブランデーの蒸溜

方式には一般に単式蒸溜と連続式蒸溜との2通りの方法があり、これらの優劣に就ては、最近 Devos⁽²⁾ 及び Dietrich⁽³⁾ 等のフランス及びドイツに於ける報告があり、Devos によれば単式蒸溜方法は連続式の場合よりも費用がかさむが、優良なブランデーが生成されると云ふ。また Dietrich はポットスチルは、連続式蒸溜機によりアルコール分 80~90% のブランデーを得るのに対し、60~70% のブランデーを生成するだけであり、また、蒸気の消費高も不利であつて、連続式の蒸溜機は設備費がかさむが、操業の短縮によつて償却されると報告している。

供 試 料

1. ブドウ酒 A

昭和26年8月30日山梨県浅間村で採取したブドウ 647 kg (Adirondac) を用い、破碎後、蔗糖 82.5 kg を補糖し約 5% (25 l) の酒母を加えて醸酵せしめ、8日後圧搾して 450 l のブドウ酒 (Table 1) と圧搾粕 13.6 kg を得た。

2. ブドウ酒 B

昭和26年9月20日山梨県富士見村で採取したブドウ 75 kg (Golden Queen) を用い、破碎後、蔗糖 9.6 kg を補糖し 2.5 l の酒母を加えて醸酵せしめ、15日後圧搾して 55 l のブドウ酒 (Table 1) と圧搾粕 1.2 kg を得た。

Table 1. Analyses of the Wines used

	Wine	A (Adirondac)	B (Golden Queen)
Specific Gravity		0.9956	0.9945
Alcohol % by vol.		13.64	13.18
Total acids (as tartaric)	g/100cc	0.9765	0.5625
Volatile acids (as acetic)	"	0.0744	0.1362
Total esters (as tartaric)	"	0.4158	0.2962
Volatile esters (as acetic)	"	0.0074	0.0164
Aldehyde (as acetaldehyde)	"	0.0130	0.0025
Fusel oil	"	0.0217	0.0304
Reducing Sugar (as Glucose)	"	0.87	0.20
Extract	"	3.07	2.92

実験方法及び成績

A. ポットスチルによる蒸溜

ポットスチルは直径 90 cm, 高さ 120 cm の銅製である。まづ、ブドウ酒(A)約 220 l を入れ、蒸気を通し蒸溜を開始する。蒸気はコイルにより蒸溜機の底部へ廻り、溜液は約 20分

で流出して来た。ヘッドといわれる溜液の最初の部分は、幾分濁つていて、これが清澄となり初溜分 (A1) として取り除かれた直後から中溜分 (A2~4) として約 70 l を得た。ヘッドの溜出時間は、約 3 分で、中溜分の溜出時間は、約 90 分であつた、更に蒸溜を続け溜液のアルコール分が約 5 vol % になるまでの溜液 (A5) をとり蒸溜を停止し、ポットスチル中の廢液 (A6) を取り去つた。これが第1回の蒸溜 (1 サイクル) で、次に新しいブドウ酒約 220 l を注入し第 2 回の蒸溜を行つた。第 1 回の中溜分約 70 l と第 2 回目の中溜分約 65 l を混合した結果、中溜分 (A) 134.9 l を得た、(Table 2)

Table 2. Fractionation of the Primary Disillation by Pot-still with the Wine A

Sample No.	Fractions	Times of running (min)	Obtained (cc)
A 1	Heads (blended average)	3	5,000
A 2	1 st Middle run	90	69,700
A 3	2 nd "		
A 4	3 rd "		
A 5	Tails (blended average)	30	30,000
A 6	Still Slop	—	280,000
A 7	Middle run (blended)	—	134,900

Table 3. Fractionation of the Second Distillation by Pot-still with the Sample No. A 7

Sample No.	Fractions	Times of running (min)	Obtained (cc)
A A 1	Heads	2	2,000
A A 2	1 st Middle run (immediately after heads cut off)	—	70,300
A A 3	2 nd "	20	
A A 4	3 rd "	20	
A A 5	4 th "	10	
A A 6	Tails	35	20,000
A A 7	Lees water	—	60,000
A A 8	Final Product	—	70,300

次に上記の中溜分 (A7) 134.9 l を再びポットスチルに入れ蒸気を通じ再溜を開始した、蒸溜液は、第1回の蒸溜の場合と同様に、初溜分、中溜分及び後溜分に分け、初溜分 (AA1) を分離するのに約 2 分、中溜分 (AA2~5) に 50 分、後溜分 (AA6) に 35 分を要した。中溜分は原料酒精により適当に調合されブランデーとして製品となる部分である。⁽⁴⁾

初溜分の分離は Graham⁽⁶⁾も述べている如く、ブランデーの副成分（特にエステル）の含有率が初溜分の除去によつて大きく影響され、しかもブランデーの同種のものの特徴はエステルの含有量によつて左右されるので、⁽⁶⁾ 初溜分の分離は最小限に止めた。試料は、Table 3 の如く採取し、これらの試料の分析結果は Table 5 に示す。分析方法は、一般法⁽⁷⁾によつた。

B. 精溜機による蒸溜

精溜機はカップ式のプレート塔（プレート数8段）を頂部に有する銅製の蒸溜機で、大きさは直径53cm、高さ75cmで、ポットスチルと同様にスチームコイルによつて加熱され、冷却器が2段になつていて、最初の冷却器で大部分のアルコールを凝縮せしめて、これをプレート塔に還流し、次の冷却器では更に低温でアルコールを完全に凝縮せしめるようになつていて、ブドウ酒（B）約55 lを蒸溜するのに約80分を要した。溜液はポットスチルの場合と同様に初溜分（B1~3）、中溜分（B4~8）及び後溜分（B9~11）の3部分に分け、Table 4 の如く試料を採取した。これらの試料の分析結果は Table 5 に示す。

Table 4. Fractionation by Rectifier with the Wine B

Sample No.	Fractions	Times of running (min)	Obtained (cc)
B 1	1 st. Heads (very first run)	—	
B 2	2 nd " (just before heads cut off)	5	
B 3	Heads (blended)	—	1,500
B 4	1 st. Middle run	—	
B 5	2 nd "	10	
B 6	3 rd "	20	
B 7	4 th "	10	
B 8	Middle run (blended)	60	5,400
B 9	1 st Tails	—	
B 10	2 nd "	14	
B 11	Tails (blended)	—	4,500
B 12	Still slop	—	45,000

考 察

1. アルコール

ポットスチル及び精溜機共に、最初の溜液のアルコール分は、次の2~3分経過後に於ける溜液のものよりも低いことが認められたが、これは先の蒸溜の際に最後に残つた溜液がパイプの中で混和されるためであると考えられる。なお、生成されたブランデーのアルコール分は、ポットスチルのものは66%であり、精溜機のもの81%であつた。また蒸溜操作中にアルコール分の損失される割合は、前者の場合では8.3%、後者の場合は9.4%であつた。

Table 5. Analyses of the Samples

Sample No.	Specific gravity	Alcohol % by vol.	grams per 100 cc			
			Acids as acetic	Esters as acetic	Aldehyde as acetoald	Fusel oil
A 1	0.9182	58.14	0.0113	0.1243	0.1640	0.0865
A 2	0.9068	63.22	0.0294	0.0974	0.1261	0.0750
A 3	0.9514	40.56	0.0290	0.0194	0.0183	0.0536
A 4	0.9860	10.58	0.0290	0.0073	0.0070	0.0253
A 5	0.9902	7.08	0.0342	0.0120	0.0070	0.0203
A 6	1.0177	0.07	0.0851	0.0006	0.0005	0.0003
A 7	0.9533	39.38	0.0291	0.0133	0.0831	0.0495
AA1	0.8858	71.92	0.0250	0.0803	0.0810	0.1237
AA2	0.8577	82.43	0.0295	0.0581	0.0960	0.1957
AA3	0.8700	77.96	0.0293	0.0113	0.0057	0.1513
AA4	0.9249	54.95	0.0290	0.0121	0.0021	0.0938
AA5	0.9484	42.41	0.0287	0.0130	0.0015	0.0483
AA6	0.9860	10.58	0.0272	0.0081	0.0006	0.0101
AA7	0.9966	2.29	0.0207	0.0029	0	0.0002
AA8	0.9002	66.04	0.0291	0.0183	0.0415	0.0891
B 1	0.9457	44.00	0.0069	0.1269	0.1502	0.2857
B 2	0.8388	88.72	0.0056	0.1111	0.0849	0.3846
B 3	0.8877	71.18	0.0060	0.1230	0.1276	0.3600
B 4	0.8380	88.97	0.0060	0.1109	0.0801	0.2666
B 5	0.8699	78.00	0.0138	0.0913	0.0175	0.1326
B 6	0.8996	66.29	0.0249	0.0564	0.0101	0.1111
B 7	0.9081	62.65	0.0263	0.0289	0.0076	0.0928
B 8	0.8617	81.00	0.0117	0.0861	0.0299	0.1195
B 9	0.9118	61.04	0.0263	0.0212	0.0075	0.0900
B 10	0.9941	4.07	0.0365	0.0107	0	0.0195
B 11	0.9711	25.00	0.0280	0.0181	0.0030	0.0637
B 12	1.0130	0	0.1539	0.0019	0	0.0017

2. フーゼル油

溜液中のフーゼル油の含有量は、大体アルコールと同じように変化し大部分のフーゼル油は溜液のアルコール分の高い部分に溜出されている。その割合はポットステルの場合第1回の蒸溜では廢液中には、フーゼル油は約1%しか残存せず、また、初溜分(A1)に6%、後溜分(A5)には8%しか溜出されているに過ぎず、85%は中溜の部分(A2~4)に溜出されている。初溜分及び後溜分中にあるフーゼル油は除去されるのではなく、次のサイクルと共に再溜されるのである。次の再溜の過程に於て、初溜分(AA1)はフーゼル油の3.7%を含み、一方後溜分(AA6)は3%、蒸溜殘液(AA7)は0.2%を含有しており、全体として、溜液中に存在するフーゼル油の6.9%を占めていることがわかる。ここに再び初溜分及び後溜分は再溜の為にポットステルへ返えされるので、結局、極く少量のフーゼル油が除去されるだけであつてアルコールとの分別は實際的に余り行はれていないことがわかるのである。

精溜機によるフーゼル油の溜出状態は、計算の結果、4.4%が廢液 (B12) 中に残り、54.5%は後溜分及び初溜分中に溜出し、41%が中溜分 (B8) に含まれていることを示し、これをポットスチルの場合と比較すると、フーゼル油の除去率は、かなり大きいことが認められる。

3. 酸

ポットスチルによる第1回の蒸溜成績をみると、ブドウ酒中の酸の約 $\frac{1}{5}$ は蒸溜され、 $\frac{4}{5}$ は廢液 (A6) に残ることがわかる。酸の蒸溜に関する曲線 (Fig. 1. A) は殆んど水平な直線であつて、再溜に於ても、ほぼ同様な結果を示し溜出液中の酸の含有量は溜出当初から終りまで殆んど一定であることを示している。再溜の各区分の分析結果得られた酸度を基礎にして計算すると、原溜液 (A7) 中の総酸の1.3%は初溜分 (AA1) 中に分離され、14%は後溜分 (AA6) に分けられ、52.7%が中溜分 (AA2~5) に含まれている。従つて蒸溜廢液 (AA7) 中に残留して除かれるものは32%である。プレート塔を有する蒸溜機の場合の酸は、蒸溜の進行に伴つて徐々に上昇する傾向を示し、また、廢液 (B12) 中に除かれたものは、ブドウ酒中のその約92%であつた。

4. エステル

ポットスチルによる第1回の蒸溜と再溜との両方に於て、初溜分はエステルの最も含有量の高い溜液であるが、それ以後は正常な量に急激に低下することが認められた。(Fig. 1) 再溜に於ては原溜液 (A7) 中に見られるエステルの約10%は蒸溜廢液 (AA7) 中に除かれ、2.0%は初溜分 (AA1) 及び後溜分 (AA6) 中に見られ、残りの70%が中溜分の中に含まれる。また、精溜機による場合のエステルはポットスチルに於ける蒸溜と同じような行動を示し、その比率を計算すると中溜分 (B8) には52.2%、初溜分 (B3) 中に20.6%、後溜分 (B11) 中に17.8%が溜出し、廢液 (B12) 中には9.6%存在していることがわかる。

5. アルデヒド

原料ブドウ酒、溜液及び蒸溜廢液中のアルデヒド含有量を比較すると、アルデヒドが蒸溜過程中に形成されることが認められる。Fig. 1はアルデヒドが初溜に於て最も高く、それからは、ほぼ一定量を保つように急激に落ちることを示している。即ち初溜 (A1) に7%、後溜分 (A5) に1.5%が溜出し、廢液 (A6) に1.1%が残存し、その他は再溜されるべき溜液 (A7) 中に存在する。また溜出したアルデヒドの総量の約50%は、蒸溜中に形成されたものである。再溜に於ても、ほぼ同様な傾向を示し、大部分は初溜液の溜出後20~30分の間に蒸溜され、計算の結果は、アルデヒドの総計の5.2%が初溜分 (AA1) に、0.4%が後溜分 (AA6) 中に分けられ、蒸溜廢液 (AA7) 中には存在せず、94.4%が中溜分 (AA2~5) の中に残ることを示し、また、原溜液 (A7) 中の量と溜出物中の量とを比較すると、原溜物中に112g、再溜物中には32gであつて、再溜の過程に71%が損失されていることが認められる。これは恐らく再溜の際、酸化され酸になるものがあることもその原因の一部を占めていることが想像される。また、精溜機による場合は、蒸溜の最初の2

～3分の間に大部分のアルデヒドが溜出して来ることを示し、後溜分の最終の部分にはアルデヒドは存在せず、当然、蒸溜廢液中にも含有されていない。中溜分(B8)中のアルデヒドは原料ブドウ酒中の含有量の約1.2倍となつているが、これはセパレーターの活用如何によつて左右されるものである。

總 括

2種類の原料ブドウ酒からブランデーを蒸溜し、溜液中の成分を分析して次のような事実を明らかにした。

1. フーゼル油はアルコールの蒸溜に従ひ、含有量はアルコールと同じように変化し大部分の量は溜液のアルコール分の強い部分に溜出している。

2. 原料ブドウ酒中の酸(揮発酸)は、溜液の中には極く一部分(約 $\frac{1}{6}$)が蒸溜されるだけである。

3. エステルは最初の溜液に大半溜出され、その後は正常な量にやや急激に降下することが認められた。

4. アルデヒドは再溜の際、酸への酸化によると考えられる原因によつて大半(71%)が失はれた。

終りに臨み、本報告に対し御校閲を賜つた当研究所副所長 小原教授に深く感謝します。

- (1) Frey, A. and Malenke, E. : *Z. Untersuch. Lebensm.*, **67**, 467 (1935) ; *Chem. Abst.* **29**, 7575⁶ (1935)
- (2) Devos, P. : *Inds. arg. et aliment.*, **65**, 41 (1948) ; *Chem. Abst.*, **42**, 6983¹ (1948)
- (3) Dietrich, K. R. : *Branniweinwirt.*, **4**, 165 (1950) ; *Chem. Abst.*, **45**, 7746^a (1951)
- (4) Walter, Erich : *Deut. Destillateur Ztg.*, **56**, 456 (1935) ; *Chem. Zenter.*, **II**, 3025 (1935) ; *Chem. Abst.*, **30**, 7776⁵ (1936)
- (5) Graham, W. O. : *Austalian Brewing Wine J.*, **58**, No. 6, 40 ; No. 7, 31 ; No. 8, 26 (1940) ; *Analyst*, **66**, 122 (1941) *Chem. Abst.*, **36**, 2989⁹ (1942)
- (6) Valaer, Peter : *Ind. Eng. Chem.*, **31**, 339 (1939)
- (7) 松 山 : 農芸化学分析書 (1950)

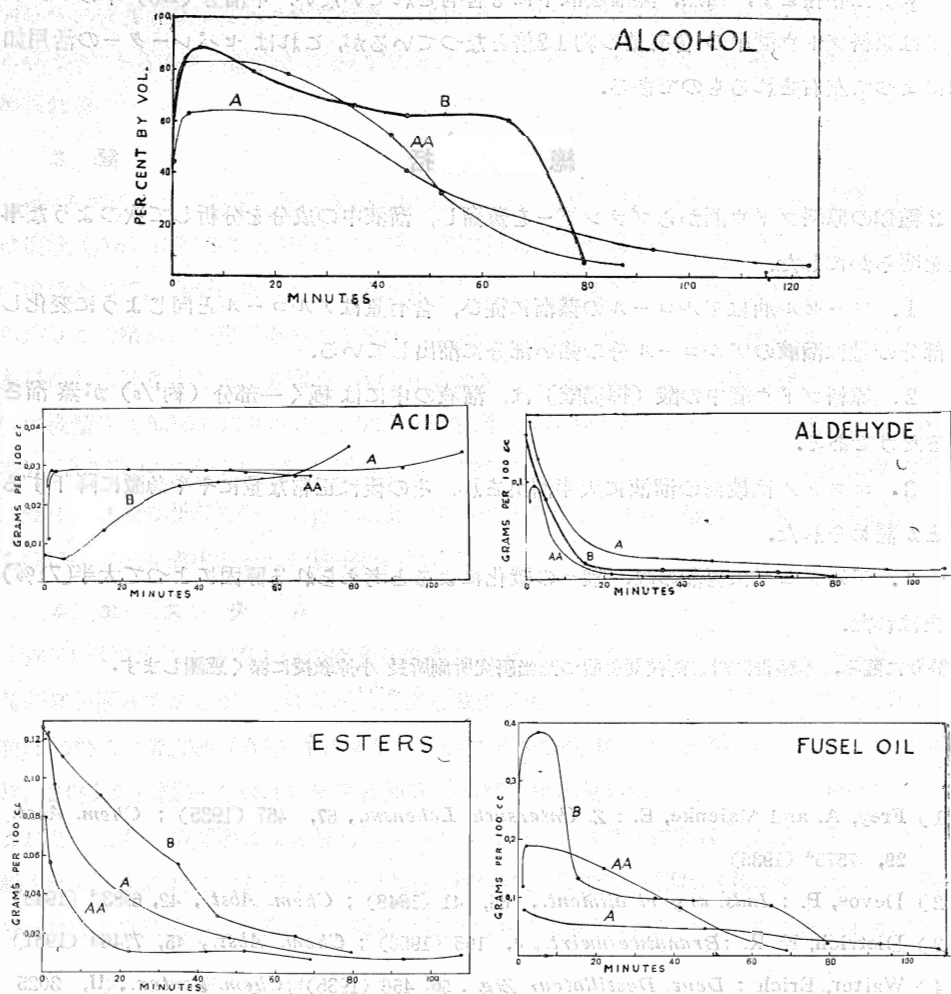


Fig. 1. Results of the Distillations

A. Primary distillation by pot-still, AA Second distillation
by pot-still, B. Distillation by rectifier.