

【技術分類】 2－1－2 素材／香料の抽出・精製・合成技術／蒸留

【技術名称】 2－1－2－1 蒸留

【技術内容】

種々の天然香料や合成香料の分離・精製的手段として、蒸留は古くから一般的に用いられているものであり、重要な単位操作のひとつである。「水蒸気蒸留」は別の項目で述べるので、ここではそれを除外する。

蒸留装置は種々の器具、装置を組み合わせて作られるが、その主要なものは蒸留塔（分留塔）である。材質はステンレス製のものが多いが、被蒸留物質の変性や、金属の物質への混入を防止するためにガラスライニングしたものが香料工業では頻繁に用いられる。

蒸留には、常圧蒸留、減圧蒸留、加圧蒸留、水蒸気蒸留、炭酸ガス蒸留、分子蒸留、共沸蒸留等がある。

・減圧蒸留

蒸留される物質がその沸点において不安定なものに適用され、用いられる圧力範囲は0.1MPa～ 10^{-6} MPa程度である。香料精製への応用例としては、ボアドローズ油、ハウショウ油などからのリナロールの分離、シトロネラ油からのゲラニオール、シトロネラ油からのゲラニオール、シトロネロールの分離などがある。

・炭酸ガス蒸留

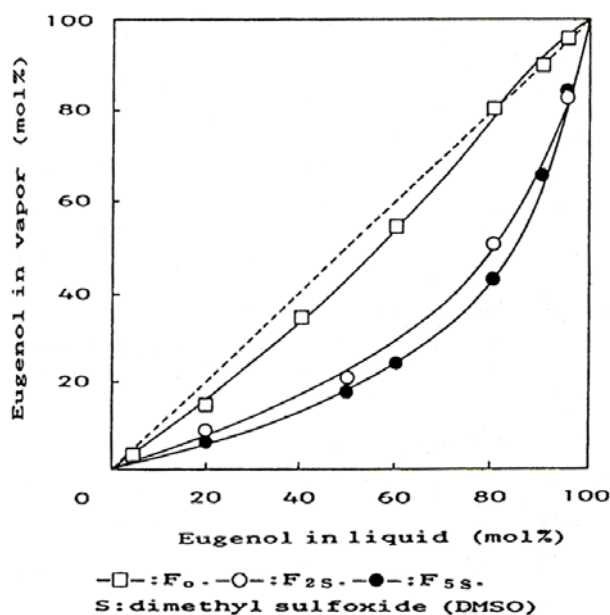
水蒸気蒸留では留出物の大部分が水であり、それゆえの問題も含むので水の代わりに炭酸ガスを通じて行う蒸留。応用例としては、脂肪やオイルからの香気成分の回収がある。

・分子蒸留

圧力が 10^{-8} MPa以下の高真空中で、蒸発液面と凝縮面との距離が平均自由行程よりも短くなるようにして行う蒸留である。この方法は最も低温度で行いうる蒸留であり、特に熱分解や重合を起こしやすい物質や、分子量の非常に近い物質の分離に用いられる。

上記の蒸留に組み合わせて、蒸留系内に様々な物質を添加することにより、比揮発度を変化させて蒸留操作を行う場合がある。

【図表 1】

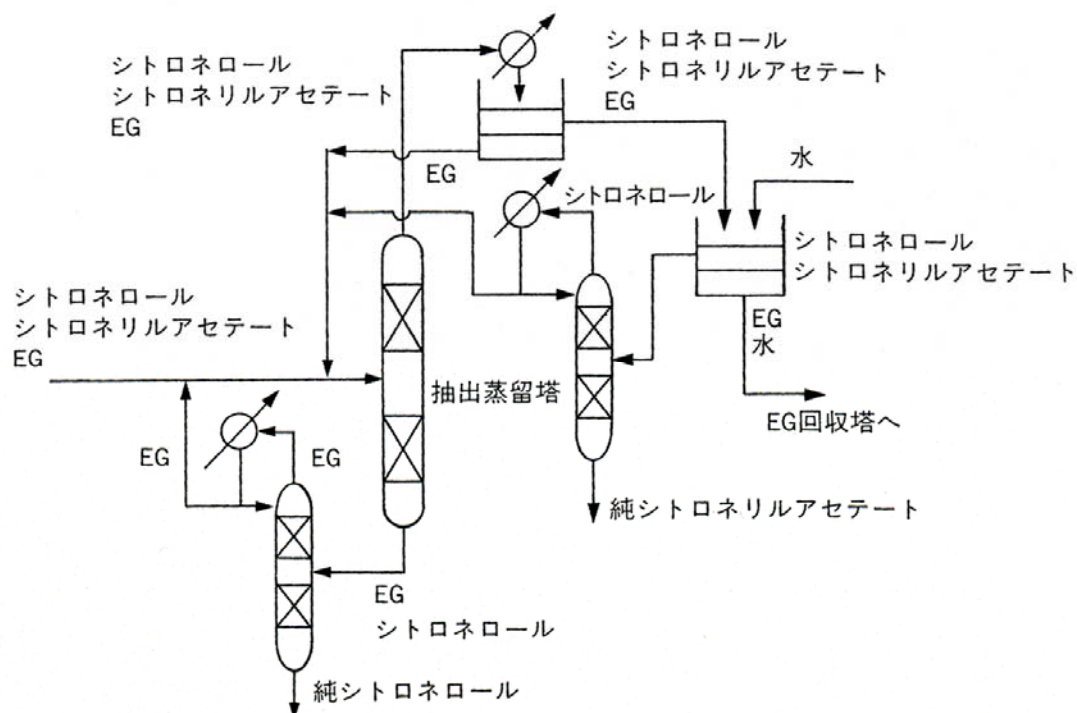


出典：「調香、可溶化、蒸留における物理化学的研究」、香料 No.171 1991 年 9 月、赤星亮一、堀家静子著、日本香料協会発行、133 頁 Fig.6 Liquid-vapor diagram for the system eugenol-cinnamic alcohol containing demethyl sulfoxide at 100-105 °C

【図表 1 の説明】抽出蒸留の例で、オイゲノール／シンナミックアルデヒドの混合物にジメチルスルホキシド (DMSO) を添加して純オイゲノールを得る方法である。DMSO を溶剤として用いた場合の気液平衡線図を図表 3 に示す。F₀ (□印) は DMSO 無添加の場合で共沸混合物を形成するが、DMSO を 2 倍モル、5 倍モル添加すると F_{2S} (○印)、F_{5S} (●印) で示すように共沸点が解消され分離が容易になる。

抽出蒸留の製造工程への応用例を図表 2 に示す。

【図表 2】



出典：「蒸留の話」、高砂香料時報 No. 116 1994 年、板倉啓祐著、高砂香料工業株式会社発行、33 頁 図 4 抽出蒸留 シトロネロール／シトロネリルアセテートの分離

【図表 2 の説明】シトロネロール中の少量のシトロネリルアセートを除去する目的で、エチレングリコールを添加して蒸留し、純シトロネロールを取得する製造工程図例である。

【出典／参考資料】

特許庁公報 周知・慣用技術集（香料）第 I 部 香料一般 1999 年 1 月 29 日、日本国特許庁発行、61－65 頁

フレーバー研究法－その原理と方法－ 1974 年 12 月 15 日、R. Teranishi 著、杉沢博、小林彰夫訳、株式会社南江堂発行、36－65 頁

「調香、可溶化、蒸留における物理化学的研究」、香料 No. 171 1991 年 9 月、赤星亮一、堀家静子著、日本香料協会発行、125－133 頁

「蒸留の話」、高砂香料時報 No. 116 1994 年、板倉啓祐著、高砂香料工業株式会社発行、30－35 頁

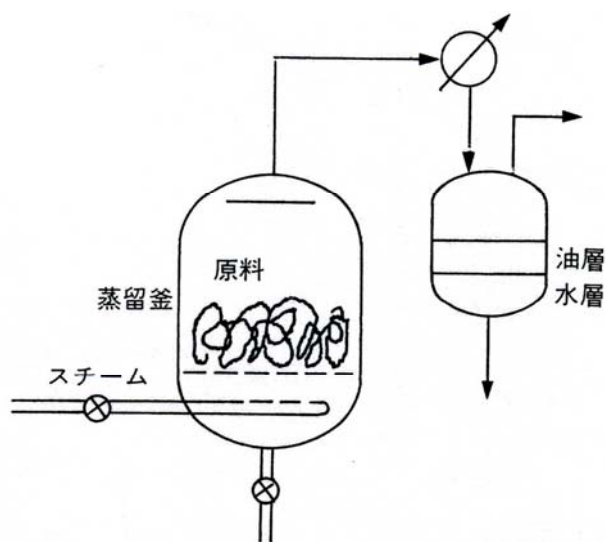
【技術分類】 2－1－2 素材／香料の抽出・精製・合成技術／蒸留

【技術名称】 2－1－2－2 水蒸気蒸留

【技術内容】

水蒸気蒸留法は香気成分の主要な抽出方法のひとつであり、方法が簡便で多量処理に対応することができる。特に植物の花、葉、幹などから精油を取得する方法として広く用いられる。精油の蒸気圧と水の蒸気圧の和が釜内圧に等しくなると沸騰して蒸発するので各成分は沸点よりかなり低温度で留出できる。水蒸気蒸留として最も広く採用されている方法を図表 1 に示す。

【図表 1】

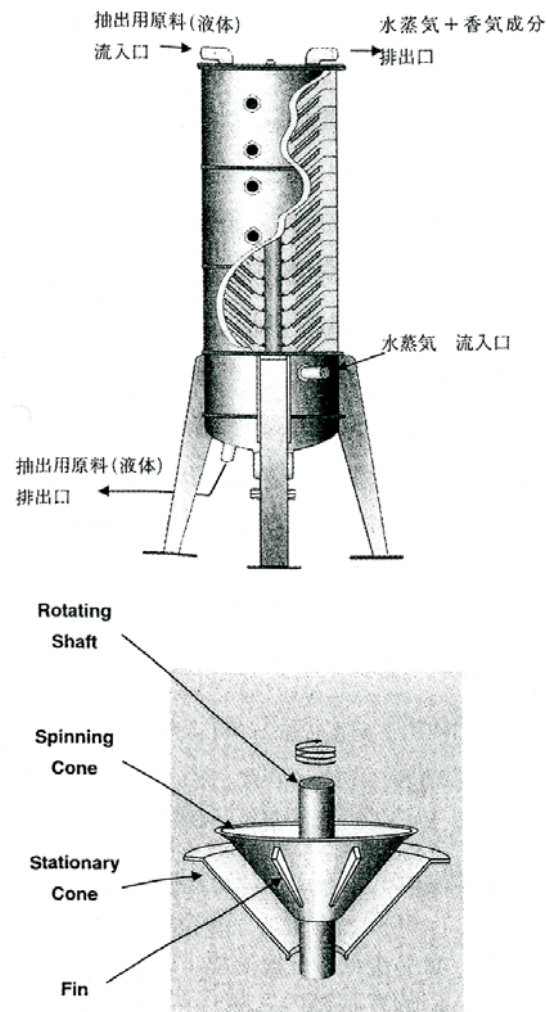


出典：「蒸留の話」 高砂香料時報 No. 116 1994 年、板倉啓祐著、高砂香料工業株式会社発行、31 頁 図 1 水蒸気蒸留

【図表 1 の説明】 蒸留釜内の格子の上に植物原料を積み、下部より蒸気を吹き込む。留出分は冷却されて油層、水層に分離する。原料が直接熱水に触れないので必要以上の加熱が不要で収率、品質ともに良いものが得られる。

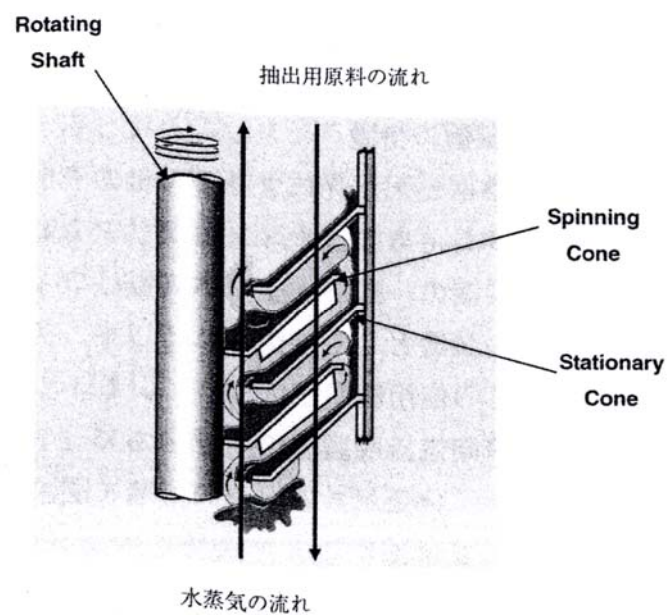
水蒸気蒸留装置の改良型として、スピニングコーンカラム（SCC）抽出装置が開発されている。SCC 抽出装置は気－液向流接触装置の一種であり、その構造を図表 2 に、装置内の抽出用原料と水蒸気の流れを図表 3 に示す。

【図表 2】



出典：「スピニング コーン カラム(SCC)抽出装置を応用したセイボリー香料の開発」、Foods & Food Ingredients Journal of Japan Vol. 210 No. 11 2005 年、山本孝著、FFI ジャーナル編集委員会発行、1087 頁 図2 SCC 抽出装置の構造

【図表 3】



出典：「スピニング コーン カラム(SCC)抽出装置を応用したセイボリー香料の開発」、Foods & Food Ingredients Journal of Japan Vol. 210 No. 11 2005 年、山本孝著、FFI ジャーナル編集委員会発行、1087 頁 図 3 SCC 抽出装置内の抽出用原料と水蒸気の流れ

【図表 2、3 の説明】 SCC 装置内で水蒸気は装置底部から送り込まれ、上部へと移動しながら、装置上部から供給され流下する抽出用原料と向流状態で接触し、香気成分を抽出する。カラム内を上昇した水蒸気はコンデンサーで冷却され香気成分を含む水層を取得する。鰹節からの水蒸気蒸留を SCC 装置にて実施したところ、SCC 抽出装置から得られた鰹節抽出物においては、鰹節の一番出汁には確認されなかった 1-penten-3-ol, 1-octen-3-ol, eugenol, trans-isoeugenol, 6-dimethoxy-4-propylphenol などの香気成分が確認された。(トータルイオンクロマトグラム分析結果割愛) これらの成分のうち、特に 2,6-dimethoxy-4-propylphenol は、鰹節の香りに大きく寄与している成分である。そして、SCC 抽出装置から得られた鰹節抽出物は、鰹節全体の香りを再現していることが確認された。

【出典／参考資料】

「スピニング コーン カラム(SCC)抽出装置を応用したセイボリー香料の開発」、Foods & Food Ingredients Journal of Japan Vol. 210 No. 11 2005 年、山本孝著、FFI ジャーナル編集委員会発行、1086－1088 頁

「蒸留の話」 高砂香料時報 No. 116 1994 年、板倉啓祐著、高砂香料工業株式会社発行、30－35 頁