

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4358525号
(P4358525)

(45) 発行日 平成21年11月4日(2009.11.4)

(24) 登録日 平成21年8月14日(2009.8.14)

(51) Int.Cl. F 1
C 1 2 G 3/12 (2006.01) C 1 2 G 3/12

請求項の数 1 (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2003-13070 (P2003-13070)
(22) 出願日 平成15年1月22日(2003.1.22)
(65) 公開番号 特開2004-222567 (P2004-222567A)
(43) 公開日 平成16年8月12日(2004.8.12)
審査請求日 平成17年12月14日(2005.12.14)(73) 特許権者 000110918
ニッカウキスキー株式会社
東京都港区南青山5丁目4番31号
(74) 代理人 100088616
弁理士 渡邊 一平
(74) 代理人 100089347
弁理士 木川 幸治
(74) 代理人 100098213
弁理士 樋口 武
(72) 発明者 細井 健二
千葉県柏市増尾字松山967番地 ニッカ
ウキスキー株式会社 生産技術センター内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 酒類の精製方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

内部に充填した強塩基性陰イオン交換樹脂を食塩で再生した後、更に亜硫酸水素ナトリウムで再生してなる単床式カラムと、前記単床式カラム内に充填した強塩基性陰イオン交換樹脂の12～18%容量の強塩基性陰イオン交換樹脂を内部に充填し、食塩のみで再生してなる亜硫酸トラップカラムとを使用し、精製処理を行おうとする酒類を、前記単床式カラム、前記亜硫酸トラップカラムの順に通液することを特徴とする酒類の精製方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、強塩基性陰イオン交換樹脂のみを使用した酒類の精製方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来の焼酎の精製に使用するイオン交換処理法では、内部に充填した強塩基性陰イオン交換樹脂を食塩(NaCl)で再生した後、更に亜硫酸水素ナトリウム(NaHSO₃)で再生してなる単床式カラムと、強塩基性陰イオン交換樹脂と強酸性陽イオン交換樹脂をそれぞれ水酸化ナトリウム(NaOH)と塩酸(HCl)で再生して混合充填してなる混床式カラムとを使用していた。処理の手順としては、まず、単床式カラムに処理を行おうとする酒類を通液して、アルデヒド等の不快カルボニル成分を取り除き、次に混床式カラムを通してフーゼル油、エステル類、有機酸類、灰分などを取り除く(当該従来技術に関す

10

20

る先行技術文献は特に見当たらない。)。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、前記の単床式カラムと混床式カラムとを使用した従来の精製方法では、不快カルボニル成分が効果的に取り除かれる一方で、フルーティーで好ましい香気成分までも減少させてしまうため、結果的に雑味は無いが芳香に乏しいプレーンな酒質となってしまう。

【0004】

本発明は、このような従来の事情に鑑みてなされたものであり、不快な香りの原因となる成分(不快カルボニル成分)のみを選択的に取り除き、それらの成分にマスキングされて

10

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明によれば、内部に充填した強塩基性陰イオン交換樹脂を食塩で再生した後、更に亜硫酸水素ナトリウムで再生してなる単床式カラムと、内部に充填した強塩基性陰イオン交換樹脂を食塩のみで再生してなる亜硫酸トラップカラムとを使用し、精製処理を行おうとする酒類を、前記単床式カラム、前記亜硫酸トラップカラムの順に通液することを特徴とする酒類の精製方法、が提供される。

【0006】

20

【発明の実施の形態】

本発明は、内部に充填した強塩基性陰イオン交換樹脂を食塩で再生した後、更に亜硫酸水素ナトリウムで再生してなる単床式カラムと、内部に充填した強塩基性陰イオン交換樹脂を食塩のみで再生してなる亜硫酸トラップカラムとを使用して酒類の精製処理を行うものであり、前述の従来方法で用いられていたような混床式カラムを使用しないことに独自性を有する。

【0007】

単床式カラムと混床式カラムとの両方を使用した従来の精製方法では、精製処理を行おうとする酒類を単床式カラムに通液した際に、当該カラムの再生に使用した亜硫酸水素ナトリウム由来の亜硫酸が一部酒中に混入するが、この亜硫酸を他のエステル類などの成分と

30

【0008】

これに対し、本発明においては、同様に単床式カラムに通液した際に酒中に混入した亜硫酸を、亜硫酸トラップカラムで取り除く。この亜硫酸トラップカラムは、単床式カラムと同様に内部に強塩基性陰イオン交換樹脂を充填したものであるが、当該樹脂を食塩のみで再生して使用する小型のカラムである。

【0009】

本発明者らの実験によれば、酒中に混入した亜硫酸は、強塩基性陰イオン交換樹脂と強酸性陽イオン交換樹脂をそれぞれ水酸化ナトリウムと塩酸で再生して混合充填した混床式カラムを使用しなくても、強塩基性陰イオン交換樹脂を食塩で再生しただけの亜硫酸トラップカラムを通過させるだけで十分に取り除けることが確認された。

40

【0010】

そして、食塩で再生しただけの強塩基性陰イオン交換樹脂(C L型強塩基性陰イオン交換樹脂)は、フーゼル油やエステル類といった香気成分のイオン交換能力は持たないため、混床式カラムの代わりに亜硫酸トラップカラムを使用することによって、それら香気成分に由来するフルーティーな香りを残すことができる。

【0011】

なお、C L型強塩基性陰イオン交換樹脂は、前記のとおり香気成分のイオン交換能力は無いが、若干の香気成分が樹脂に吸着される可能性があるため、亜硫酸トラップカラム内に充填する強塩基性陰イオン交換樹脂の量は、単床式カラム通液後の酒類に含まれる亜硫酸

50

を取り除くために必要な最小限の量とすることが望ましい。具体的には、後述の実施例結果に示すように、単床式カラム内に充填する強塩基性陰イオン交換樹脂の12～18%容量程度を、亜硫酸トラップカラム内に充填する強塩基性陰イオン交換樹脂量とすることが好ましい。

【0012】

本発明において、精製処理の対象となる酒類は特に限定されるものではなく、焼酎（麦焼酎、米焼酎、芋焼酎、黒糖酒、そば焼酎、コーン焼酎、粕取り焼酎、泡盛等）、ウイスキー、ブランデー、ジン、ウオッカ、テキーラ、ラム、白酒、アラック等の全てのスピリッツ（蒸留酒）、清酒、ビール、ワイン、酒精強化ワイン、中国酒等の全ての醸造酒及び混成酒（リキュール）を含む全ての酒類を精製処理の対象とすることができる。

10

【0013】

【実施例】

以下、本発明を実施例に基づいて更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0014】

（実施例1）

アンバーライトIRA401（米国ローム・アンド・ハース社製の強塩基性イオン交換樹脂）を50ml充填したカラムを作製し、これに10%NaCl水溶液をSV4で30分間通液した後に水押しし、その後、蒸留水をSV9で通水して40分間洗浄した。その後、更に8%NaHSO₃をSV4で30分間通液した後に水押しし、蒸留水洗浄を行ってカラム再生し、単床式カラムを得た。

20

【0015】

また、これとは別に、アンバーライトIRA401を前記単床式カラムにおける充填量（50ml）に対して6%容量（3ml）、12%容量（6ml）、18%容量（9ml）となるように充填した3つのカラムを作製し、これらにそれぞれ10%NaCl水溶液をSV4で30分間通液した後に水押しし、その後、蒸留水をSV9で通水して40分間洗浄してカラム再生し、強塩基性イオン交換樹脂量の異なる3つの亜硫酸トラップカラムを得た。

【0016】

前記単床式カラムにこれらの亜硫酸トラップカラムをそれぞれ直列に連結し、アルコール度数45%のスピリッツAをSV6で通液して精製処理を行い、処理後のスピリッツAに含まれていた亜硫酸濃度を測定した。結果は表1に示すとおりであり、亜硫酸トラップカラムの樹脂量は、単床式カラムの樹脂量の12%容量程度あれば、単床式カラム通過後のスピリッツA中に混入した亜硫酸を十分に除去できることがわかった。

30

【0017】

また、この精製処理の際の樹脂の吸着によって、スピリッツAのフルーティーな香気、どの程度減少するか調べたところ、表2の結果に示すように、前記の樹脂量が12%容量の亜硫酸トラップカラムを用いた場合には、フルーティーな香気を与えるエステル成分の吸着による減少はほとんど無いことがわかった。

【0018】

【表1】

亜硫酸トラップカラムの強塩基性陰イオン交換樹脂量*	処理したスピリッツA中に含まれる亜硫酸の濃度
6%	4.5ppm
12%	0ppm
18%	0ppm

*単床型カラムに充填された強塩基性陰イオン交換樹脂量に対する割合

40

【0019】

【表2】

50

一般成分	未処理	単床型カラムに対し 12%容量の樹脂を充填した亜硫酸トラップカラムで処理後
Et. lactate	13.6ppm	14.1ppm
i-Amylacetate	1.7ppm	1.7ppm
Et. caproate	2.0ppm	2.0ppm
Et. caplylate	10.8ppm	10.7ppm
2-phenyl-ethylacetate	1.2ppm	1.2ppm

【0020】

(実施例2)

前記実施例1と同様にして作製した単床式カラムと亜硫酸トラップカラム（単床式カラムに対して12%容量の樹脂を充填したもの）とを直列に連結し、これにアルコール度数45%に調整したスピリッツBをSV6で通液して精製処理を行った。こうして精製処理を施したスピリッツB、従来のイオン交換処理法（単床式カラム+混床式カラム）で精製処理したスピリッツB、及び未処理のスピリッツB（コントロール）について、一般成分分析を実施し、その結果を表3に示した。また、6人のパネラーによる官能評価を、最低0点～最高5点の6段階評価で行い、その結果を表4に示した。

10

【0021】

【表3】

一般成分	スピリッツB 未処理	スピリッツB 本発明方法による処理	スピリッツB 従来方法による処理
Furfural	15.4ppm	0ppm	0ppm
Et. lactate	48.9ppm	37.8ppm	0ppm
i-Amylacetate	12.7ppm	10.1ppm	5.1ppm
Et. acetate	127.9ppm	113.9ppm	36ppm

20

【0022】

【表4】

未処理		本発明方法による処理		従来方法による処理	
パネラーのコメント	得点 合計	パネラーのコメント	得点 合計	パネラーのコメント	得点 合計
粗い、重い、雑味	6	きれい、フルーティー	17	うすい、おとなしい	7

30

【0023】

(実施例3)

前記実施例2と同様にして、アルコール度数45%に調整したスピリッツCの精製処理を行い、処理後のスピリッツCと未処理のものとで不快成分（ダイアセチル）の含有量を比較した。結果は表5に示すとおりであり、本発明の精製方法によって不快成分が除去できることがわかった。

【0024】

【表5】

	未処理	本発明方法による処理
ダイアセチル	4.48ppm	0.26ppm

40

【0025】

(実施例4)

前記実施例2と同様にして、アルコール度数45%の未貯蔵のモルトウイスキーの精製処理を行った。処理後のモルトウイスキーを、未処理のモルトウイスキー及び従来のイオン交換処理法（単床式カラム+混床式カラム）で精製処理したモルトウイスキーとともに、前記実施例2と同様の官能評価に供した。結果は表6に示すとおりであり、本発明の精製方法によって精製したモルトウイスキーは、従来のイオン交換処理法で精製したものよりも良好な香気残り、フルーティー・エステル香が際立っていた。

50

【 0 0 2 6 】

【表 6】

未処理		本発明方法による処理		従来方法による処理	
パネラーのコメント	得点 合計	パネラーのコメント	得点 合計	パネラーのコメント	得点 合計
粗い、重い、ややこもる、麦	10	フルーティー、樹脂、香り高い、エステル香強い	13	取れすぎ、軽く華やか、焼酎的	7

【 0 0 2 7 】

(実施例 5)

前記実施例 2 と同様にして、アルコール度数 6 3 % の榿樽貯蔵したモルトウイスキーの精製処理を行った。処理後のモルトウイスキーを、未処理のモルトウイスキー及び従来のイオン交換処理法（単床式カラム + 混床式カラム）で精製処理したモルトウイスキーとともに、前記実施例 2 と同様の官能評価に供した。結果は表 7 に示すとおりであり、本発明の精製方法によって精製したモルトウイスキーは、従来のイオン交換処理法で精製したものよりも良好な香気が残り、特に果実香とウイスキーらしいピート感を感じさせるものとなっていた。また、未処理の熟成の効いたモルトウイスキーとも異なった香味を示した。

【 0 0 2 8 】

【表 7】

未処理		本発明方法による処理		従来方法による処理	
パネラーのコメント	得点 合計	パネラーのコメント	得点 合計	パネラーのコメント	得点 合計
熟成、こく、麦、甘さ	15	果実香、ピート感、可能性あり	12	クリーン、モルト香取れすぎ、プレーン	8

【 0 0 2 9 】

(実施例 6)

前記実施例 2 と同様にして、アルコール度数 6 0 % のブランデーの精製処理を行った。処理後のブランデーを、未処理のブランデー及び従来のイオン交換処理法（単床式カラム + 混床式カラム）で精製処理したブランデーとともに、前記実施例 2 と同様の官能評価に供した。結果は表 8 に示すとおりであり、本発明の精製方法によって精製したブランデーは、従来のイオン交換処理法で精製したものよりも良好な香気が残り、特に桃やパッションフルーツのような果実香を感じさせるものとなっていた。

【 0 0 3 0 】

【表 8】

未処理		本発明方法による処理		従来方法による処理	
パネラーのコメント	得点 合計	パネラーのコメント	得点 合計	パネラーのコメント	得点 合計
まるみ、もわっとしている、特徴弱い	9	桃のきれいな香り、パッションフルーツ、華やかでバランスがよい	18	焼酎的、軽快、プレーン	10

【 0 0 3 1 】

(実施例 7)

前記実施例 2 と同様にして、アルコール度数 4 4 % の麦焼酎の精製処理を行った。処理後の麦焼酎を、未処理の麦焼酎及び従来のイオン交換処理法（単床式カラム + 混床式カラム）で精製処理した麦焼酎とともに、前記実施例 2 と同様の官能評価に供した。その結果、本発明の精製方法によって精製したもののみ、麦焼酎特有の雑味や焦げ臭が無くなり、かつプレーンにはならずフルーティーで華やかな酒質の麦焼酎となっていた。

【 0 0 3 2 】

(実施例 8)

前記実施例 2 と同様にして、アルコール度数 4 4 % の米焼酎の精製処理を行った。処理後

10

20

30

40

50

の米焼酎を、未処理の米焼酎及び従来のイオン交換処理法（単床式カラム + 混床式カラム）で精製処理した米焼酎とともに、前記実施例 2 と同様の官能評価に供した。その結果、本発明の精製方法によって精製したもののみ、米焼酎特有の粗さ、ダイアセチル香、雑味、焦げ臭が無くなり、かつプレーンにはならずフルーティーで華やかな酒質の米焼酎になっていた。

【 0 0 3 3 】

（実施例 9）

前記実施例 2 と同様にして、アルコール度数 2 5 % の芋焼酎の精製処理を行った。処理後の芋焼酎を、未処理の芋焼酎及び従来のイオン交換処理法（単床式カラム + 混床式カラム）で精製処理した芋焼酎とともに、前記実施例 2 と同様の官能評価に供した。その結果、本発明の精製方法によって精製したもののみ、芋焼酎特有の芋臭さ、雑味、焦げ臭が無くなり、かつプレーンにはならずフルーティーで華やかなマスカットの香りのする酒質の芋焼酎になっていた。

10

【 0 0 3 4 】

（実施例 1 0）

前記実施例 2 と同様にして、アルコール度数 1 6 % のシェリー酒の精製処理を行った。処理後のシェリー酒を、未処理のシェリー酒及び従来のイオン交換処理法（単床式カラム + 混床式カラム）で精製処理したシェリー酒とともに、前記実施例 2 と同様の官能評価に供した。その結果、本発明の精製方法によって精製したもののみ、シェリー酒特有の酸化臭が無くなり、かつプレーンにはならずフルーティーで華やかなサワーの香りのする酒質のシェリー酒になっていた。

20

【 0 0 3 5 】

（実施例 1 1）

前記実施例 2 と同様にして、アルコール度数 1 7 % の中国酒（黄酒）の精製処理を行った。処理後の中国酒を、未処理の中国酒及び従来のイオン交換処理法（単床式カラム + 混床式カラム）で精製処理した中国酒とともに、前記実施例 2 と同様の官能評価に供した。その結果、本発明の精製方法によって精製したもののみ、中国酒特有の酸化臭が無くなり、かつプレーンにはならずフルーティーで華やかな酒質の中国酒になっていた。

【 0 0 3 6 】

【発明の効果】

30

以上説明したように、本発明の酒類の精製方法によれば、好ましい香気成分は極力減少させずに、加熱、酸化、発酵等により発生する不快成分の主体となるカルボニル成分を選択的に除去することができる。そして、その結果、それら不快成分にマスキングされて潜在的に存在していたフルーティーな香気ははっきりと感じられるようになり、より好ましい酒質へと変化する。また、本発明は、従来の単床式カラムと混床式カラムとを用いた精製方法に比して、豊かな芳香を残すことができるため、焼酎のみならず、加熱臭、焦げ臭、酸化臭、発酵臭等の不快臭や雑味のある世界中のあらゆる酒類・飲料類に応用することで、フレッシュ感のある新たな飲料の製造が可能となる。

フロントページの続き

(72)発明者 小路 博志

茨城県守谷市緑1丁目1番21号 アサヒビール株式会社 商品技術開発本部 酒類研究所内

審査官 水落 登希子

(56)参考文献 特開平05-317029(JP,A)

国際公開第02/004593(WO,A1)

醸造論文集, 1985年, Vol.40, p.93-101

Chem.Eng.Commun., 1980年, Vol.6, p.357-364

埼玉県公害センター研究報告, 1991年, Vol.18, p.26-30

熊本県保健環境科学研究所報, 1996年, Vol.26, p.91-93

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C12G 3/12

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamII)