

## 5 連続式蒸留焼酎

### 5-1 試料の採取

3-1 による。

### 5-2 性 状

3-2 による。

### 5-3 比 重

#### A) 浮ひよう法

検体をシリンダーにとり、比重浮ひようを用いて 15℃における示度を読み、検体の比重とする。

(注) 1 3-3 A)浮ひよう法(注)1~4 を参照のこと。

2 密度浮ひようを用いて 15℃ の密度を測定した場合は、0.99997 で除して比重 (15/4℃) とする。

#### B) 振動式密度計法

振動式密度計を用いて 15℃における検体の密度を測定し、0.99997 で除して比重 (15/4℃)に換算する。

(注) 3-3 B)振動式密度計法(注)1~4 を参照のこと。

### 5-4 アルコール分

3-4 による。ただし、A) 蒸留-密度(比重)法 3-4-1 の水蒸気蒸留法が使用できる検体はアルコール分が 30 度未満のものに限る。また、アルコール分が 30 度を超える検体にあつては A) 蒸留-密度(比重)法 3-4-1 の蒸留操作において、検体採取量の 98%まで留液を回収する。

(注) 検体がエキス分を含まないことが判明している場合は、A) 蒸留-密度(比重)法において蒸留操作を省略して差し支えない。

### 5-5 エキス分

3-7 による。ただし、S は 5-3 による比重とする。

### 5-6 香 気 成 分

#### 5-6-1 試薬

##### 香気成分標準溶液

ノルマル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、酢酸イソアミル、カプロン酸エチル、酢酸エチル及びアセトアルデヒドをそれぞれエチルアルコールに溶解後希釈して、検体のアルコール分±2 度以内のエチルアルコール濃度の標準溶液系列を作成する。

#### 内部標準溶液

ノルマルアミルアルコール 1 g とカプロン酸メチル 0.2 g をそれぞれ検体のアルコール分±2度以内のエチルアルコール溶液に溶かして 1 ℓ とする。

(注) 各試薬はすべて特級以上の規格のものを用いる。

#### 5-6-2 装置及び分析条件

##### 検出器

水素炎イオン化検出器(FID)とする。

##### キャピラリーカラム

材質：石英ガラス、内径：0.25 mm、長さ：60 m、固定相：ポリエチレングリコール、膜厚 0.25 μm とする。

##### 試料導入部温度

150～250℃とする。

##### カラム槽温度

50℃とする。

##### 検出器温度

250℃とする。

##### キャリアーガス

ヘリウム又は窒素、流量 5 ml/分、カラム入口圧 200kPa とする。

##### スプリット比

1:20 とする。

(注) 上記の装置及び分析条件は目安であり、最適条件は使用する機種により異なるので、各ピークが完全に分離するよう適宜設定する。

#### 5-6-3 試験操作

香気成分標準溶液 1 ml に内部標準溶液 0.1 ml を加えてよく混合し、この 1～5 μℓ をガスクロマトグラフに注入する。得られる各香気成分と内部標準のピーク面積から次式によって面積比率 (R) を算出する。

面積比率 (R) = 各香気成分のピーク面積 / 内部標準のピーク面積

ただし、ノルマルプロピルアルコール、イソブチルアルコール及びイソアミルアルコールに対する内部標準はノルマルアミルアルコール、酢酸エチル、酢酸イソアミル、カプロン酸エチル及びアセトアルデヒドに対する内部標準はカプロン酸メチルとする。

各濃度の香気成分標準溶液について面積比率を求め、各香気成分濃度と面積比率との間で検量線を作成する。

次に、検体 1 ml を同様に処理して得られる面積比率から、検量線を用いて検体中の各香気分量を求める。

#### 5-7 メチルアルコール

11-7 による。ただし、検体が無色ならば蒸留する必要はない。

## 5-8 総酸(遊離酸)

### 5-8-1 試薬

#### N/100 水酸化ナトリウム溶液

3-5-1 の N/10 水酸化ナトリウム溶液を正確に 10 倍に希釈する。

この試薬の力価 F は 3-5-1 に倣って標定する。

#### フェノールフタレイン指示薬

3-6-1 による。

### 5-8-2 試験操作

検体 50 ml をとり、フェノールフタレイン指示薬数滴を加え、N/100 水酸化ナトリウム溶液で淡桃色を呈するまで滴定する。この滴定値を a ml とし、次式によって検体の酸度として表示する。

$$\text{酸度} = a \times F / 5 \quad (\text{小数点以下 2 けたを四捨五入})$$

酢酸として算出する場合は次式による。

$$\text{酢酸}(\text{mg}/100 \text{ ml}) = \text{酸度} \times 6$$

## 5-9 アルデヒド

### 5-9-1 試薬

#### N/50 亜硫酸水素ナトリウム溶液

亜硫酸水素ナトリウム(無水) 0.5 g を水に溶かして 500 ml とし、褐色ガラスびんに貯える。この試薬は作製の翌日より約 1 週間は安定である。

#### N/100 ヨウ素溶液

ヨウ素 1.27 g とヨウ化カリウム 40 g を水に溶かして 1 l とし、褐色ガラスびんに貯える。

#### デンプン溶液

可溶性デンプン 1 g を少量の水に溶かし、煮沸水中に注ぎかき混ぜ、1 分間煮沸し、冷却後 100 ml とし、ろ過して使用する。この試薬は使用の都度調製する。

#### N/10 チオ硫酸ナトリウム溶液

チオ硫酸ナトリウム( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 約 26 g 及び炭酸ナトリウム(無水) 約 0.2 g を、新しく煮沸し冷却した水に溶かして 1 l とする。

この試薬の力価 F の標定は次による。

(標定法) N/10 重クロム酸カリウム溶液( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 294.21$  JIS K 8517 の標準試薬 4.9035 g を水で正確に 1 l にしたもの) 30 ml を共栓フラスコにとり、水 50 ml、ヨウ化カリウム 2 g 及び濃塩酸 5 ml を加え、密栓して 10 分間暗所に放置する。

次に、水 100 ml を加えて遊離したヨウ素を、標定しようとするチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。終末点近くで指示薬としてデンプン溶液約 2 ml を加え、紫色が消えるまでの滴定値を a ml とすれば、力価 F は次式によって求められる。

$$F = 30/a$$

この試薬は使用の都度標定し直さなければならない。

## N/100 チオ硫酸ナトリウム溶液

使用時に前記の N/10 チオ硫酸ナトリウム溶液を、新しく煮沸し冷却した水で正確に 10 倍に希釈する。

### 5-9-2 試験操作

検体 10 ml を 200 ml 容共栓フラスコにとり、これに水を約 40 ml 及び N/50 亜硫酸水素ナトリウム溶液 5 ml を加え、時々振り混ぜながら、20°C で 30 分間放置した後、N/100 ヨウ素溶液 10 ml 及びデンプン溶液約 2 ml を加え、N/100 チオ硫酸ナトリウム溶液で紫色が消えるまで滴定する。その滴定値を b ml とし、水 10 ml を同様に処理して得た滴定値を c ml とすれば、検体中のアルデヒド量は次式によって求められる。

$$\text{アルデヒド (mg/100 ml)} = 0.22 \times F \times (b - c) \times 10$$

(注) アルデヒド量の多いもの (10 mg/100 ml 以上) については検体を適宜希釈するか、又は検体の採取量を減ずる。

## 5-10 フルフラール

### 5-10-1 試薬

#### アニリン酢酸溶液

新たに蒸留したアニリン 9 ml を氷酢酸 5.7 ml と混和し、混合液 3 ml にエチルアルコールを加えて 100 ml とする。この試薬は、暗所に保存すれば 1 週間は安定である。

#### フルフラール標準溶液

新たに蒸留したフルフラール 1 g を 100 ml のエチルアルコールに溶かし、この 1 ml を 50% (v/v) エチルアルコールで希釈し、100 ml とする。この試薬 1 ml はフルフラール 0.1 mg を含む。この試薬を必要に応じて希釈し、5 ml 中にフルフラール 0.01~0.2 mg を含む標準溶液系列を作成する。

### 5-10-2 試験操作

検体 5 ml をとりアニリン酢酸溶液 15 ml を加え、よく振り混ぜて 15~20°C に 1 時間放置後標準溶液と比色し、その数値を 20 倍して検体 100 ml 中のフルフラール mg 数とする。

## 5-11 着色度

検体について、430 nm 及び 480 nm における吸光度を測定し、3-8 と同じ式によって着色度を算出する。

## 5-12 砂糖

### A) 滴定法 (レーン-エイノン法)

#### 5-12-1 試薬

##### 20% 塩酸

濃塩酸 53.3 ml に水を加えて 100 ml とする。

##### 1N 水酸化ナトリウム溶液

水酸化ナトリウム 4 g を水に溶かして 100 ml とする。

10%水酸化ナトリウム溶液

メチレン・ブルー溶液

3-9-3 による。

フェーリング溶液

3-9-3 による。

この試薬の力価 F の標定は次による。

(標定法) フェーリング溶液 10 ml を 200 ml 容三角フラスコにとり、標準転化糖溶液約 18 ml を加えて沸騰させ、なお沸騰を続ける程度に火力を弱めて 2 分間沸騰を続けた後、ビュレットより標準転化糖溶液を滴下し、硫酸銅の青色がほとんど無くなってから、メチレン・ブルー溶液 4 滴を加え煮沸しつつ更に液を滴下し、青色が消失したところを終点とする。

滴下は沸騰を始めてから 3 分以内に終わらせる。使用した標準転化糖溶液の全量を a ml とすれば、力価 F は次式によって求められる。

$$F = 20.36/a$$

標準転化糖溶液はショ糖(特級) 4.75 g を水 90 ml に溶かし、濃塩酸 5 ml を加え、20~30℃で 3 日間放置後、水を加えて 500 ml として冷所に保存し、使用に際してその 25 ml をとり、10%水酸化ナトリウム溶液で中和した後水を加えて 100 ml とする。

#### 5-12-2 試験操作

検体 50 ml を 250 ml 容メスフラスコにとり、20%塩酸 10 ml を加え、60℃で 30 分間放置後、1N 水酸化ナトリウム溶液を加えて中和し、水を加えて 250 ml とする。

この加水分解液 50 ml をビュレットにとり、5-12-1 の力価の標定法に倣って滴定する。この滴定値に力価 F を乗じ、この数値より第 4 表を用いて転化糖として求めた値を c とし、次式によって検体中の砂糖量を求める。

$$\text{砂糖 (g/100 ml)} = 4.75 \times c$$

#### B) インベルターゼ処理法

##### 5-12-3 試薬

0.1M クエン酸緩衝液

A 液

クエン酸ナトリウム ( $\text{COONaCH}_2\text{C}(\text{OH})(\text{COONa})\text{CH}_2\text{COONa} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 29.4g を水で溶かして 10 とする。

B 液

クエン酸 ( $\text{COOHCH}_2\text{C}(\text{OH})(\text{COOH})\text{CH}_2\text{COOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) 21.0g を水で溶かして 10 とする。

A 液と B 液を適量混合して使用するインベルターゼの至適 pH に調整する。

インベルターゼ酵素液

インベルターゼを、上記クエン酸緩衝液に 3 単位/ml となるよう溶解し、酵素液を調製する。

1 単位は、使用するインベルターゼの至適 pH 及び至適温度において 1 分間に砂糖か

ら  $1\mu\text{mol}$  のブドウ糖を生成する酵素量をいう。

#### ブドウ糖測定試薬

3-10-1 による。

#### 5-12-4 試験操作

検体  $0.2\text{ml}$  にインベルターゼ酵素液  $0.8\text{ml}$  を加え、至適温度で  $30$  分間反応させる。生成したブドウ糖を 3-10-2 に倣って反応させ、 $505\text{nm}$  における吸光度を測定する。

別に検体の代わりに砂糖を  $1\text{ml}$  中に  $0\sim 1.6\text{mg}$  含む標準溶液系列を用いて同様に操作し、砂糖濃度と吸光度との間で検量線を作成する。この検量線を用いて、検体中の砂糖量を求める。

#### 5-13 紫外部吸収

検体について  $275\text{nm}$  における吸光度を測定する。吸光度が  $1$  を越えるときは、検体を水で適宜希釈してから測定する。紫外部吸収の算出は 3-12 による。

#### 5-14 アセトアルデヒド

##### A) 酵素法

#### 5-14-1 試薬

$0.1\text{M}$  リン酸緩衝液 ( $\text{pH}9.0$ )

二リン酸カリウム(無水) ( $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$ )  $33.03\text{g}$  を水に溶かして  $\text{pH}$  を  $9.0$  に調整し、 $1\text{l}$  とする。

#### 基質溶液

ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド(NAD) を  $0.3\sim 1\text{mg/ml}$  となるように、上記緩衝液に溶解する。

#### 酵素液

アルデヒド脱水素酵素を  $5\sim 10$  単位/ $\text{ml}$  となるように、上記緩衝液に溶解する。

#### 5-14-2 試験操作

$0.1\text{M}$  リン酸緩衝液  $3\text{ml}$  を、 $20\sim 25^\circ\text{C}$  で  $5$  分間予熱加温する。これに検体を  $0.2\text{ml}$  加えて穏やかに混和し、 $20\sim 25^\circ\text{C}$  で  $3$  分間反応させた後、 $340\text{nm}$  における吸光度を測定する。これに、酵素液  $0.05\text{ml}$  を添加し、 $20\sim 25^\circ\text{C}$  で  $5$  分間反応させた後、再び同波長における吸光度を測定する。両者の吸光度の差を  $\Delta E_s$  とする。

別に検体の代わりに水を用いた空試験を行い、ブランクの吸光度の差を  $\Delta E_b$  とする。検体中のアセトアルデヒド量は次式によって求められる。

$$\text{アセトアルデヒド}(\text{g/l}) = 0.1136 \times (\Delta E_s - \Delta E_b)$$

##### B) ガスクロマトグラフ法

5-6 に倣って検体中のアセトアルデヒド量を求める。