

11 ウイスキー

11-1 試料の採取

3-1 による。

11-2 性 状

3-2 による。

11-3 比 重

5-3 による。

11-4 アルコール分

5-4 による。ただし、アルコール分が 50 度を超える検体にあつては、A) 蒸留-密度(比重)法の 3-4-1 において、水でアルコール分を 50 度以下に希釈したのち蒸留操作を行い、測定された値に希釈倍率を乗じてアルコール分を算出する。

11-5 香 気 成 分

5-6 による。

11-6 着 色 度

5-11 による。ただし、濃色の検体には、2 mm など短い光路長の吸収セルを使用する。

11-7 メチルアルコール

A) 比色法

11-7-1 試薬

A 液 過マンガン酸カリウム溶液

過マンガン酸カリウム 15 g とリン酸(85%) 75 ml を水に溶かして 500 ml とする。

B 液 シュウ酸溶液

硫酸(1:1) 500 ml にシュウ酸 ($(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 25 g を溶かす。

C 液 フクシン亜硫酸溶液

a 塩基性フクシン 0.5g を乳鉢ですりつぶし約 300 ml の熱水に溶かして放冷する。

b 亜硫酸ナトリウム(無水) 5 g を水約 50 ml に溶かす。

c よくかき混ぜながら b 液に a 液を注ぎ、混合した液に濃塩酸 5ml を加え、更に水を加え 500 ml とする。この試薬 500 ml に 10N 硫酸 40 ml を加え、5 時間以上放置してから使用する。

(注) C 液は紅色を呈してはならない。

メチルアルコール標準溶液

5%(v/v) エチルアルコール溶液(メチルアルコールを含まないもの)中に 20~200

mg/ℓ のメチルアルコール(特級)を含む標準溶液系列をつくる。

11-7-2 試験操作

検体を 3-4-1 に倣って蒸留した留液をアルコール分 5±1 度に調製し、その 5ml を試験管にとり、A 液 2 ml を加えて 15 分間 30℃ に放置した後、B 液 2 ml を加えて脱色し、C 液 5 ml を加えてよく振り混ぜ 30℃ に 30 分間保ち、同様に処理したメチルアルコール標準溶液系列と比色して、その数値に希釈倍率を乗じて検体中のメチルアルコール量(mg/ℓ)とする。

B) ガスクロマトグラフ分析法

11-7-3 試薬

メチルアルコール標準溶液

メチルアルコール(特級)を 10~40%(v/v)エチルアルコール溶液で希釈し、100~500 mg/ℓ を含む標準溶液系列をつくる。

内部標準溶液

アセトン(特級)10 g を水に溶かして 1 ℓ とする。

11-7-4 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。

カラム槽

昇温機構を有するものとする。

キャピラリーカラム

材質：石英ガラス、内径：0.25 mm、長さ：30 m、固定相：ポリエチレングリコール、膜厚：0.5 μm とする。

試料導入部温度

250℃とする。

カラム槽温度

40℃で試料を導入し同温度で 5 分間保持した後、10℃/分の昇温速度で 100℃まで昇温し、同温度で 2 分間保持する。

検出器温度

250℃とする。

キャリアーガス

ヘリウム、流量 1 ml/分、カラム入口圧 114 kPa とする。

スプリット比

1:100 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。

11-7-5 試験操作

メチルアルコール標準溶液 1.0 ml にアセトン溶液 0.1 ml を加えてよく混合し、この 1 μℓ をガスクロマトグラフに注入する。得られるメチルアルコールとアセトンの

ピーク面積から次式によって面積比率 (R) を求める。

面積比率(R) = メチルアルコールのピーク面積 / アセトンのピーク面積

各濃度のメチルアルコール標準溶液について面積比率を求め、メチルアルコール濃度と面積比率との間で、検量線を作成する。

次に、検体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メチルアルコール量(mg/ml)を求める。

なお、メチルアルコール、内部標準及び検体中の成分(特に酢酸エチル)が重ならず、添加回収試験で定量性が確認されれば、11-7-3~11-7-5 に示す以外の方法によってもよい。

11-8 カラメル

11-8-1 試薬

A液

アセトン 50 ml、酢酸エチル 20 ml、イソアミルアルコール 20 ml、リン酸(85%) 5 ml 及び水 5 ml を順次混和し、均一になるよう攪拌する。

B液

リン酸二ナトリウム($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) 25 g を水に溶かして 100 ml とする。

11-8-2 試験操作

検体 2.5 ml を 20 ml 容試験管にとり、これに A 液 5ml と B 液 1.5 ml を加えてよく攪拌した後静置する。液が上下 2 層に分かれたら水層(下層)の着色を見る。着色されていればカラメルが存在する。