

アプリケーションノート ウイスキーのアルコール濃度

関連業種	食品(アルコール飲料)
使用装置	CHAL-700 SDKシステム用多検体オートサンプラ SD-700 迅速アルコール測定キット、振動式密度計
測定手法	SDK 法(オートサンプラ)
関連規格	国税庁所定分析法と異なる方法で合理的かつ正確であると認められた方法

1. 概要

SDK 法を実施するための SD 式迅速アルコール測定システム(SDK システム)は、振動式密度計・水蒸気蒸留装置・電子天秤・PC・専用ソフトで構成されており、前処理(水蒸気蒸留装置)により、蒸留酒・醸造酒のエタノール、水とエキス分を分離し、得られた留液(エタノール、水)の密度から、アルコール濃度を算出する方法です。

従来アルコール分析では蒸留前後の体積と品温の調節が必要でした。本測定法では、通常実施する温度調整をしながらのメスフラスコでの容量調製の代わりに、振動式密度計と電子天秤を用いて、質量と密度を測定する事により、蒸留前後の体積を品温の調節操作を行わずに計算し(体積=質量/密度)、アルコール分の分析を行います。

これにより、少量試料・簡単な操作で、精度良く、迅速に測定することが可能となりました。

(詳細な算出方法は、「7.計算式」を参照してください。)

ウイスキーにつきまして、アルコール濃度測定を行った結果、各試料において良好な繰り返し性が得られ、SDK システムでの測定が非常に有効であることが判り、2021 年 10 月に国税庁所定分析法と異なる方法で合理的かつ正確であると認められました。

2. 測定上の注意点

- ・蒸留装置は、予備加熱を実施した後ご使用ください。(測定前洗浄をオンにすることで、自動で予備過熱を実施することができます。)
- ・CHAL-700 は、SDKシステム用多検体オートサンプラです。SDK システムが必要です。
- ・固形分を含むもの及び多量の精油成分を含むものを除きます。

3. 分析終了後の処置

振動式密度計:

測定セル内の試薬を排液し、リンス液にてよく洗浄を行ってください。

(CHAL-700 のソフトから実施することが可能です。)

長期間保管される場合は、セルを洗浄後、セルにエタノールを充てんまたは、乾燥してください。

蒸留装置:純水を入れた試料管を3本程度セットし、アルコール測定を実施してください。

4. 装置構成

CHAL-700 SDKシステム用多検体オートサンブラ

SD-700 迅速アルコール測定キット

振動式密度計

※測定に必要な精度を確保するため、オートサンブラを使用してアルコール含量が30～45vol%の試料を測定する場合、正確さ 0.00002 g/cm³以内の振動式密度計を使用する事。

5. 試薬

リンス液①:石鹼水(中性洗剤を水道水で50～100倍に薄めたもの)

リンス液②:蒸留水

6. 分析手順

<測定準備>

- 1)密度比重計の測定温度が15℃で安定している状態で、脱気純水を用いて、校正を行います。(CHAL-700のソフトから実施することが可能です。)
- 2)電子天秤FZ-500iの水準器を確認するなど、正常な状態で校正を行います。(CHAL-700のソフトから実施することが可能です。)

<測定手順>

PCソフトの画面の手順に従い測定します。

液体を測定する基本的な手順は次の通りです。

- 1)試料管に試料50mLを入れ、ターンテーブルにセットします。
- 2)留液管をターンテーブルにセットします。
- 3)CHAL-700による自動測定を開始します。
- 4)アルコール濃度[vol%]が、所定の式により自動で算出されます。

<パラメータ>

アルコール含量が5～30vol%の試料を測定する場合

留液量を試料量+洗液量の1.7倍程度(最低1.5倍)・洗液合併後の留液量として85mL程度とします。表1の推奨パラメータを参照してください。

アルコール含量が30～45vol%の試料を測定する場合

試料を試料採取容器から水蒸気蒸留装置の蒸留管に、適当量(15mL程度)移動します。留液量を試料量+洗液量の2.7倍程度(最低2.5倍)・洗液合併後の留液量として89mL程度とします。表2の推奨パラメータを参照してください。

表1:5～30vol% パラメータ

項目	時間	項目	時間
蒸留時間[s]	170	DIST-700蒸留時間[mm:ss]	02:40
もろみモード	オフ	脱泡時間[s]	0
密度計サンプリング時間[s]	18	蒸留器留液移動時間[s]	65
ノズル洗浄時間[s]	20	蒸留器配管洗浄時間[s]	15
蒸留器サンプリング時間[s]	35	蒸留器洗浄パブリング時間[s]	30
蒸留器配管洗浄時間[s]	15	密度計留液サンプリング時間[s]	40
密度リンス時間[s]	5	蒸留器残渣排液時間[s]	45
密度計水洗い時間[s]	30	蒸留器洗浄時間[s]	20
		蒸留器残渣排液時間[s]	35
		密度計排液前洗浄時間[s]	0

表2:30~45vol% パラメータ

項目	時間	項目	時間
蒸留時間[s]	180	DIST-700蒸留時間[mm:ss]	02:50
もろみモード	オフ	脱泡時間[s]	0
密度計サンプリング時間[s]	30	蒸留器留液移動時間[s]	75
ノズル洗浄時間[s]	20	蒸留器配管洗浄時間[s]	15
蒸留器サンプリング時間[s]	30	蒸留器洗浄バブリング時間[s]	30
蒸留器配管洗浄時間[s]	15	密度計留液サンプリング時間[s]	40
密度リンス時間[s]	5	蒸留器残渣排液時間[s]	45
密度計水洗い時間[s]	30	蒸留器洗浄時間[s]	20
		蒸留器残渣排液時間[s]	35
		密度計排液前洗浄時間[s]	0

7. 計算式

重量法(試料: V_1 mL, 留液: V_2 mL)では、得られた留液のアルコール濃度Aに所定の比率(V_2/V_1)を乗じたものが、試料のアルコール濃度 $X=A \cdot V_2/V_1$ になります。

採取した試料の質量を M_1 [g], 留液の質量を M_2 [g]とすると、蒸留前試料15℃の密度が ρ_1 [g/mL]である場合、蒸留前試料15℃の体積 V_1 [mL]は、

$$V_1 = M_1 / \rho_1 \cdots [a]$$

であり、蒸留後検体15℃の密度が ρ_2 [g/mL]、蒸留後検体15℃のアルコール濃度がA[vol%]である場合、蒸留後の検体に含まれるアルコール濃度の15℃における体積 V_A [mL]は、

$$V_A = (A/100) \cdot (M_2 / \rho_2) \cdots [b]$$

であるから、[b]を[a]で除して百分率にすると X [vol%]が求まります。すなわち

$$X = (V_A / V_1) \cdot 100 = A \cdot M_2 \cdot \rho_1 / (M_1 \cdot \rho_2)$$

です。

8. 測定例

ウイスキー5種類について、SDK法(オートサンブラ)と従来法(国税庁所定分析法)による分析を行い、従来法との差・標準偏差・相対標準偏差を算出しました。

表3:ウイスキー測定におけるオートサンブラ法と従来法の測定値比較

	ウイスキーの種類	従来法との差 [vol%]	オートサンブラ法			従来法		
			測定値 [vol%]	標準偏差 [vol%]	相対標準偏差 [%]	測定値 [vol%]	標準偏差 [vol%]	相対標準偏差 [%]
①	ウイスキーA 5% ブレンデッド	-0.028	5.044	0.0055	0.1086	5.072	0.0084	0.1650
②	ウイスキーB 30% バーボン	-0.058	30.100	0.0224	0.0743	30.158	0.0421	0.1395
③	ウイスキーC 30% シングルモルト	-0.030	30.112	0.0303	0.1007	30.142	0.0259	0.0859
④	ウイスキーD 40% ブレンデッド	0.010	40.324	0.0391	0.0970	40.314	0.0365	0.0905
⑤	ウイスキーE 45% ブレンデッド	0.008	45.202	0.0217	0.0480	45.194	0.0305	0.0675

①~②:5~30vol% パラメータで、③~⑤:30~45vol% パラメータで測定を行いました。

9. まとめ

従来法との差は、0.10 vol%以下であり、従来法と同等の測定結果が得られることが確認できました。

相対標準偏差は1%以内であり、従来法と同等のばらつきであることが確認できました。

これらのことから、SDK法でのウイスキー測定は、非常に有効な方法と言えます。

※記帳義務を履行する際の測定方法として使用される場合は、必ず国税庁ホームページをご参照ください。<http://www.nta.go.jp/taxes/sake/sonota/sokuteihoho/saiyo.htm>

10. 参考文献

- 1) 国税庁所定分析法(国税庁所定分析法の一部を改正する訓令(平成29年3月9日))
- 2) J.Brew.Soc.Japan.Vol.104,No.5,p.387-392
『電子天秤と振動式密度計を用いたアルコール度数測定法』
- 3) J.Brew.Soc.Japan.Vol.109,No.3,p.187-193
『水蒸気蒸留装置及び重量法を組み合わせたアルコール分の迅速分析法』
- 4) J.Brew.Soc.Japan.Vol.111,No.4,p.271-273
『水蒸気蒸留装置及び重量法を組み合わせたアルコール分析法に関する室間共同試験』

<参考データ>

SDK法(オートサンブラ)と従来法(国税庁所定分析法)によるウイスキー測定の詳細結果は下表となります。

表4:オートサンブラ法によるウイスキー測定の詳細結果

	ウイスキーの種類	測定結果[vol%]					
		1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	平均
①	ウイスキーA 5% ブレンデッド	5.04	5.04	5.04	5.05	5.05	5.044
②	ウイスキーB 30% バーボン	30.09	30.14	30.09	30.09	30.09	30.100
③	ウイスキーC 30% シングルモルト	30.15	30.10	30.13	30.07	30.11	30.112
④	ウイスキーD 40% ブレンデッド	40.33	40.32	40.32	40.27	40.38	40.324
⑤	ウイスキーE 45% ブレンデッド	45.21	45.23	45.21	45.18	45.18	45.202

表5:従来法によるウイスキー測定の詳細結果

	ウイスキーの種類	測定結果[vol%]					
		1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	平均
①	ウイスキーA 5% ブレンデッド	5.06	5.07	5.08	5.08	5.07	5.072
②	ウイスキーB 30% バーボン	30.23	30.14	30.15	30.15	30.12	30.158
③	ウイスキーC 30% シングルモルト	30.10	30.17	30.15	30.14	30.15	30.142
④	ウイスキーD 40% ブレンデッド	40.30	40.37	40.33	40.29	40.28	40.314
⑤	ウイスキーE 45% ブレンデッド	45.18	45.21	45.23	45.15	45.20	45.194