

アプリケーションノート

みりんのアルコール濃度

関連業種	: 食品(アルコール調味料)
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
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、アルコール濃度の測定方法として信頼性の高い、蒸留法と密度計を使用したアルコール濃度測定装置です。

水蒸気蒸留装置と重量法を組み合わせることで、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。

CHAL-700(SDKシステム用多検体オートサンプラ)を取り付けることで、蒸留を伴うアルコール測定を、全自動で実施することが可能です。

みりんにつきまして、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ました。

2. 測定上の注意点

- 1) 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。
- 2) SD-700 は、SDK システムの振動式密度計を除いた部分です。
- 3) 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。)
- 4) 記帳義務履行の際の測定方法として、オートサンプラを使用する場合は、エキス分が59%未満(エキス含量が59度未満)のみりに適用できます。
- 5) 検体におりなど固形物があるときは所定のろ紙・ろ布を用いてろ別してください。

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、エタノールを充てんするか、可能であれば乾燥を実施してください。

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プラ

SD-700 迅速アルコール測定キット

DA-650 振動式密度計 ※DA-155 酒類用振動式密度計でも同等の結果が得られます。

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DA-650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>

蒸留時間

蒸留装置 DIST-700: 2分40秒

パラメータ(みりん専用パラメータ)

項目	時間 [s]	項目	時間 [s]
もろみモード	オン	脱泡時間	0
密度計サンプリング時間	28	蒸留器留液移動時間	65
ノズル洗浄時間	25	蒸留器配管洗浄時間	15
蒸留器サンプリング時間	70	蒸留器洗浄バブリング時間	30
蒸留器配管洗浄時間	15	密度計留液サンプリング時間	40
密度リンス時間	5	蒸留器残渣排液時間	45
密度計水洗い時間	30	蒸留器洗浄時間	20
		蒸留器残渣排液時間	35
		密度計排液前洗浄時間	20

※記帳義務履行の際の測定方法として使用される場合は、必ず上記パラメータでの測定結果と同等以上になるように設定してください。

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

みりん4種類について、SDK法(オートサンブラ)と従来法による分析を行い、従来法との差・標準偏差を算出しました。

表1：みりん測定時のSDK法と従来法測定値の比較

	みりんの種類	従来法との差 [vol%]	SDK法		従来法	
			測定値 [vol%]	標準偏差 [vol%]	測定値 [vol%]	標準偏差 [vol%]
①	本みりんA	-0.03	12.92	0.009	12.96	0.011
②	本みりんB	+0.01	12.90	0.006	12.89	0.016
③	本みりんC	-0.05	12.06	0.007	12.11	0.020
④	三河みりん	-0.01	14.15	0.013	14.16	0.016

表2：みりん測定時のSDK法の結果詳細

	みりんの種類	測定結果[vol%]					
		1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	平均
①	本みりんA	12.93	12.91	12.92	12.93	12.93	12.92
②	本みりんB	12.90	12.90	12.89	12.89	12.90	12.90
③	本みりんC	12.07	12.06	12.05	12.06	12.06	12.06
④	三河みりん	14.15	14.16	14.17	14.14	14.14	14.15

表3：みりんのエキス分(従来法 参考値)

	みりんの種類	エキス分[度]
①	本みりんA	46.0
②	本みりんB	52.0
③	本みりんC	58.7
④	三河みりん	46.2

9. まとめ

従来法との差は、0.10vol%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。

標準偏差は0.01vol%程度であり、従来法と同等の良好な併行精度であることが確認できました。これらのことから、SDK法でのみりん測定は、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』