

## アルコール試験法

試験項目	供試量	試験装置及び試薬	試験法	表示法
性状	30mL	<ul style="list-style-type: none"> <li>・メスシリンダー(容量100mL)</li> <li>・供栓比色管(50mL)</li> <li>・ブランデーグラス又はそれと同等品</li> </ul>	同形同質の無色の共栓比色管2本を用い、それぞれに試料、蒸留水を30mLずつ入れ、両管を並べて垂直に立て、横から見て、浮遊物などの異物の有無を観察する。次に明るさを比較したとき透明で蒸留水より暗くないものを無色透明とする。また試料を約25容量%に希釈し、ブランデーグラス等に移して、醗酵アルコール99度1級及び95度1級並びに合成アルコールの場合は異臭の有無を、醗酵アルコール95度特級の場合は異臭の有無を調べる。	合格 又は 不合格
エタノール分 (エチルアルコール分)		<ul style="list-style-type: none"> <li>・酒精計(1/10度目盛、器差が既知のもの)</li> <li>・温度計(50℃:0.1℃目盛、器差が既知のもの)</li> <li>・シリンダー</li> </ul>	酒精計を資料中に浮かべ、15℃における示度(上縁)を読む。	容量%
蒸発残分	100mL	<ul style="list-style-type: none"> <li>・蒸発皿(容量100mL)</li> <li>・湯浴</li> <li>・乾燥器</li> <li>・デシケーター</li> </ul>	試料100mLをあらかじめ重量をはかり恒量を得た蒸発皿にとり、湯浴上で蒸発乾固させる。これを105~110℃の乾燥器で恒量に達するまで乾燥し、デシケーター中で放冷した後蒸発皿の増量をはかって蒸発残分とする。	mg/100mL
有機 不純物	10mL	<p>ガスクロマトグラフ(JIS K 0114によるものとし構成は以下のとおり。)</p> <p>(1) 検出器 水素炎イオン化検出器 (2) カラム 次の(a)及び(b)の2種類又はそれと同等品</p> <p>(a) 固定相がエチルビニルベンゼン共重合体の融融シリカ製のキャピラリーカラム(内径0.53mm、長さ25m、膜厚20<math>\mu</math>m)で、次の①~④の物質の分離、定量が可能なもの</p> <p>① メタノール(メチルアルコール) ② 2-プロパノール(イソプロピルアルコール) ③ アセトアルデヒド ④ シクロヘキサノール</p> <p>(b) 固定相がポリエチレングリコールの融融シリカ製のキャピラリーカラム(内径0.53mm、長さ30m、膜厚1<math>\mu</math>m)で、次の④~⑩の物質の分離、定量が可能なもの</p> <p>④ シクロヘキサノール ⑤ n-ヘキサノール ⑥ 1-プロパノール(n-プロピルアルコール) ⑦ 1-ブタノール(n-ブチルアルコール) ⑧ 2-ブタノール(2-ブチルアルコール) ⑨ 2-メチル-1-プロパノール(イソブチルアルコール) ⑩ 2-メチル-1-ブタノール(活性アミルアルコール) ⑪ アセトン</p> <p>(3) マイクロシリンジ(容量10<math>\mu</math>L) (4) データ処理装置 (5) その他 自動試料導入装置を備えてもよい。</p> <p>上記①~⑩の検量線用標準試薬エチルアルコール(99.5)</p>	<p>ガスクロマトグラフを用い、各成分のピーク面積から絶対検量線法によって含有率を0.1mg/Lの単位まで求め、小数第1位を四捨五入する。</p> <p>(1) 分析条件</p> <p>1) 温度</p> <p>a) カラム槽 初期温度40<math>\pm</math>10℃、昇温速度5℃/min、最終温度200℃。 なお、左の(b)のカラムを使用するときは、初期温度を5分間保持する。</p> <p>b) 検出器槽 200℃ c) 試料気化室 200℃</p> <p>2) キャリヤーガス 窒素又はヘリウム流量15mL/min</p> <p>3) 検出器の感度 検出器の感度は、装置能力の上限付近で分析が安定して行える値に設定する。</p> <p>4) 試料注入量 1<math>\mu</math>L(全量注入)</p> <p>(2) 操作</p> <p>1) ガスクロマトグラフの操作 マイクロシリンジ又は自動試料導入装置によりガスクロマトグラフに試料を導入して、試料のクロマトグラムを求める。</p> <p>2) ピーク面積測定法 ピーク面積の測定方法は、JIS K 0114のデータ処理装置を用いる方法による。</p> <p>3) 定量法 定量法は、JIS K 0114の8.4の絶対検量線法による。</p> <p>4) 不明成分の定量 物質が特定できない不明成分が検出された場合は、保持時間が近い物質の感度から定量値を算出する。このとき、空気、ノイズ及びゴーストピークを定量しないように注意する。</p> <p>(3) 検量線用標準溶液の調整 左の①~⑩の検量線用標準試薬をエチルアルコールで約10mg/Lに調整する。</p>	mg/L

<p>重金属</p>	<p>5mL</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・試験管</li> <li>・メスシリンダー(容量50mL)</li> <li>・ホールピペット(容量5mL)</li> <li>・メスピペット(容量1mL、10mL)</li> <li>・スポイト</li> <li>・褐色瓶</li> <li>・硫化ナトリウム九水和物 (<math>\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}</math>)</li> <li>・グリセリン (<math>\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3</math>)</li> <li>・アンモニア水(比重0.90) (<math>\text{NH}_3</math>)</li> </ul>	<p>試料に蒸留水を加えてアルコール分90容量%とし、その5mLを試験管にとり、硫化ナトリウム溶液3滴及びアンモニア水2滴を加えて攪拌し、1分間以内に呈色した場合は重金属を含有するものとする。</p> <p><b>硫化ナトリウム溶液の調整方法</b></p> <p>硫化ナトリウム5gを蒸留水10mL及びグリセリン30mLの混合液に溶かす。この溶液は褐色瓶にほとんど満量に入れ密栓して光を遮って保存し、調整後3ヶ月以上経過したものは使用してはならない。</p>	<p>検出の有無</p>
<p>塩化物</p>	<p>10mL</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・試験管</li> <li>・メスシリンダー(容量100mL)</li> <li>・ホールピペット(容量0.5mL、1mL、10mL)</li> <li>・褐色瓶</li> <li>・硝酸(比重1.4) (<math>\text{HNO}_3</math>)</li> <li>・硝酸銀 (<math>\text{AgNO}_3</math>)</li> </ul>	<p>試料10mLを試験管にとり、これに硝酸0.5mLと硝酸銀溶液1mLを加え、攪拌し、10分以内に白濁が生じた場合は塩化物を含有するものとする。</p> <p>(白濁が生じない場合<math>[\text{Cl}^-] \leq 0.3\text{mg/L}</math>)</p> <p><b>硝酸銀溶液の調整方法</b></p> <p>硝酸銀1.7gを蒸留水に溶かし100mLとする。この溶液は褐色瓶に保存する。</p>	<p>検出の有無</p>