

Application News

No. G315

ガスクロマトグラフィー

Nexis™ GC-2030 を用いた酒中のエタノール分析

酒中エタノール分析の公定法として国税庁所定分析法があります。その中には種々の分析法がありますが、GC法ではカラムオープン条件が50℃の恒温分析と記載されています。しかし、50℃の恒温分析では酒中の水や高沸点成分がカラムから溶出しなため、エタノールおよび内部標準物質の溶出後に、オープン温度を上げ追い出しを行わないと良好な分析ができません。また、酒成分の多くは水分であるため、インサート中のウール量・位置に関しても工夫が必要です。今回、国税庁所定のエタノール分析法を良好かつ短時間で分析できるメソッドにより、ビール、リキュール、日本酒を試料として、各試料中のエタノールの定量を行いました。

Y. Takemori

■ 試薬準備・定量方法

標準溶液として、エタノールを水に希釈して5%、10%、15%、20%(v/v)の各濃度に調製を行いました。また、内部標準溶液として、イソプロピルアルコールを水に溶かして2%(v/v)に調製をしました。各エタノール標準溶液0.1 mLに内部標準溶液0.9 mLを加えて検量線作成用の試料として分析を行いました。

実試料として市販のビール、リキュール、日本酒を用意し、上記と同様に、実試料0.1 mLに内部標準溶液0.9 mLを加えて分析し、作成した検量線を用いてエタノールの定量を行いました。

■ インサート中のウールとシリンジ

酒類のような水を多く含有するサンプルを分析する場合、再現性良く分析することが難しい場合があります。下図のように、インサート中のシリカウール量を通常(10 mg)より多くし、ウール充填位置を標準位置(上から22 mm)より少し上に持つることにより、再現性の改善が期待できます。また、水溶媒試料をAOC用標準シリンジで分析すると、使用中にプランジャ動作が重くなり、再現性が悪化する場合があります。チタン製プランジャを使用したエラストックシリンジ AOC (P/N: 221-49548) を用いることで、安定した試料導入を行うことができます。

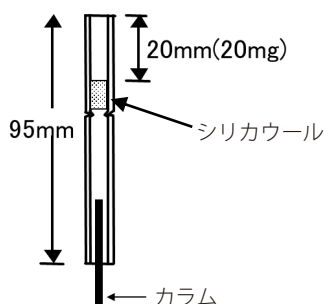


図1 インサート中のシリカウールの位置・量

■ 分析条件

本実験の装置構成および分析条件を表1に示しました。

表1 装置構成および分析条件

Main Unit	: Nexis GC-2030 /AOC-20i plus
Column	: SH-Rtx™-1 (I.D. 0.53 mm×30 m, df=3.00 μm)
Detector	: FID-2030
Injection Volume	: 1 μL
Injection Mode	: Split
Split Ratio	: 1:40
Injection Unit Temp	: 250℃
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: Pressure
Pressure Program	: 28 kPa (3 min) - 300 kPa/min - 90 kPa (6.79 min)
Column Temp.	: 50℃ (3 min) - 40℃/min - 200℃ - 25℃/min - 245℃ (1.45 min)
Detector Temp.	: 250℃
Detector Gas	: Make up (He) 24 mL/min H ₂ 32 mL/min Air 200 mL/min

■ 標準試料のクロマトグラムと検量線

標準試料のクロマトグラムを図2に、検量線を図3に示しました。

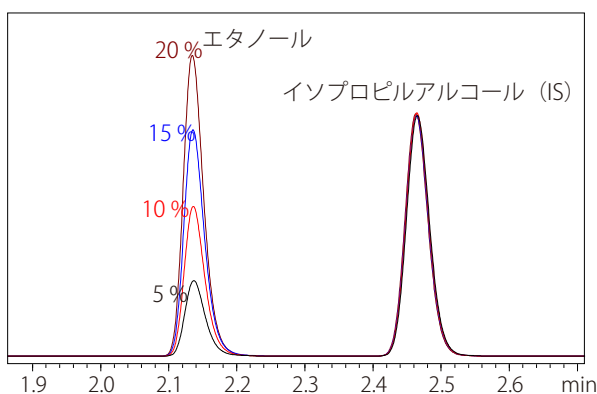


図2 標準試料のクロマトグラム

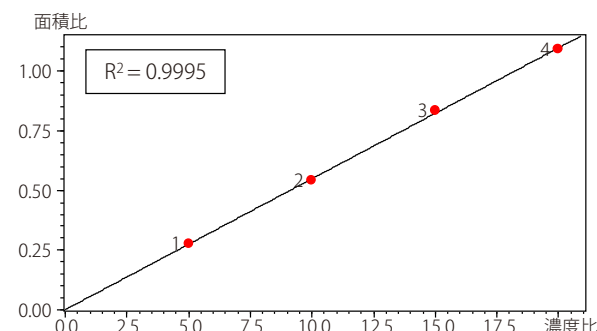


図3 検量線

■ 実試料の分析とエタノール定量結果

実試料のクロマトグラムを図4、定量結果と再現性 (n=10) を表2に示しました。エタノールとイソプロピルアルコールが溶出後、各酒中の高沸点成分が溶出しているのが確認出来ました。

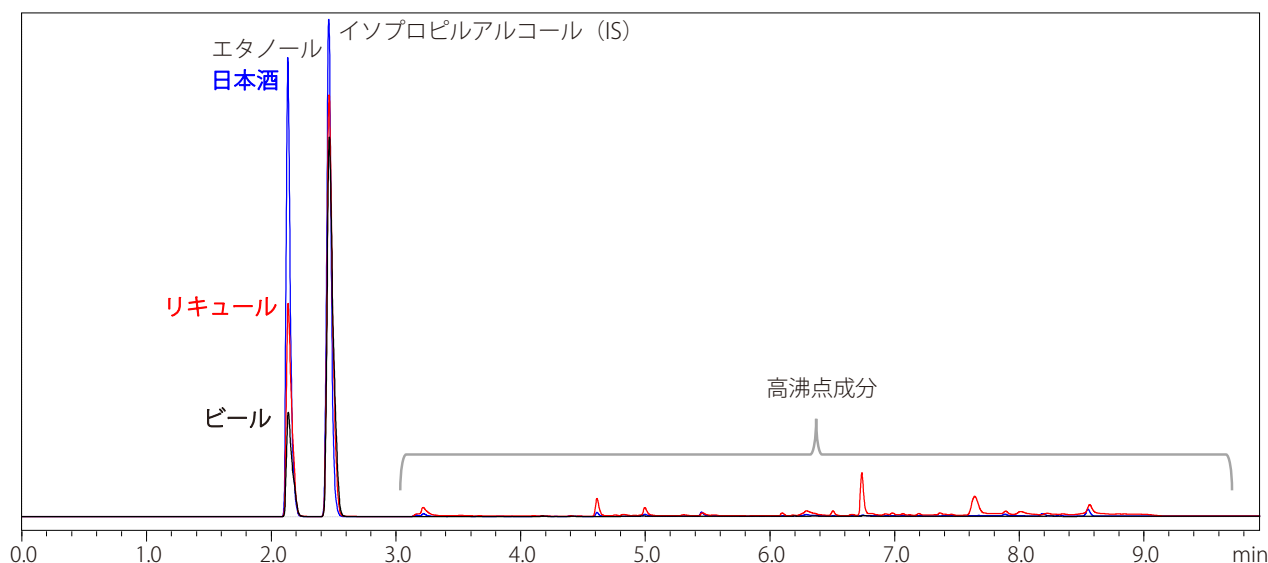


図4 実試料（日本酒、リキュール、ビール）のクロマトグラム

表2 定量結果と再現性

	ビール	リキュール	日本酒
分析1回目の濃度値 (%)	4.699	8.785	15.446
分析2回目の濃度値 (%)	4.701	8.789	15.443
分析3回目の濃度値 (%)	4.699	8.783	15.442
分析4回目の濃度値 (%)	4.700	8.783	15.444
分析5回目の濃度値 (%)	4.695	8.782	15.447
分析6回目の濃度値 (%)	4.699	8.778	15.459
分析7回目の濃度値 (%)	4.697	8.781	15.435
分析8回目の濃度値 (%)	4.695	8.786	15.455
分析9回目の濃度値 (%)	4.691	8.772	15.437
分析10回目の濃度値 (%)	4.697	8.760	15.439
平均濃度値 (%)	4.697	8.780	15.445
%RSD	0.073	0.096	0.048

■ まとめ

エタノールおよびイソプロピルアルコール (IS) の溶出後、その他不要成分を高速に追い出しを行う分析条件により、ビール、リキュール、日本酒中のエタノールを短時間でかつ再現性良く分析することができました。

※注意
国税庁所定のエタノール分析において、GC法と他の分析法では原理が違いますので、定量値が異なる場合があります。分析法を変更される場合はご注意ください。

Nexis は、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。
Rtx は、Restek Corporation の米国およびその他の国における商標または登録商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2019年9月

島津コールセンター ☎0120-131691
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。