

ラムの分析法

この分析法は、「ラムその他これに類する醸酵したさとうきびの製品から得た蒸留酒の認定基準について」(関税分類例規集 国内分類例規 2208.40) の(2)ハからホまでの各条件について分析を必要とするものに適用する。

1. 試験方法の概要 この方法は、ラム酒の確認のため、次の手順に従って行う。

ガスクロマトグラフによる香気成分の定性

エチルアルコールの定量

ガスクロマトグラフによるn-プロピルアルコール、イソブチルアルコール等の定量

2. 試薬及び器具

2.1 器具

(1) ガスクロマトグラフ

水素炎イオン化検出器を備えたもの

(2) ガスクロマトグラフ用カラム

次のカラムのいずれかを使用する。

充填カラム：5%PEG-20M Chromosorb WAW DMCS を、内径3mm、長さ2mのガラスカラムに充填したもの又はこれと同等品

キャピラリーカラム：DB-WAX (内径0.25mm、長さ30m、液相厚0.25μm) 又はこれと同等品

2.2 標準原液及び内標準原液の調製 n-プロピルアルコール、イソブチルアルコール及びイソアミルアルコールをそれぞれ約500mgずつ100ml容メスフラスコに正確に量り取り、約5mlのアセトンを加え、更に水を加えて100mlに定容し、これを標準原液とする。

同様に、n-アミルアルコール約500mgを100ml容メスフラスコに正確に量り取り、約5mlのアセトンを加え、更に水を加えて定容し、これを内標準原液とする⁽¹⁾。

注1) 標準原液及び内標準原液の濃度は、いずれも約5,000ppmである。

2.3 標準液の調製 2.2で調製した各標準原液の0.5ml、1.0ml、1.5ml、2.0ml、2.5mlずつをそれぞれ10ml容メスフラスコに正確に量り取り、内標準原液2.0mlをそれぞれのメスフラスコに加え、更に水を加えて定容し、これを標準液とする⁽²⁾。

注2) 標準原液及び内標準原液の採取には、0.02ml目盛のミクロビュレットを使用してもよい。

3. 香気成分の定性分析

3.1 香気成分の捕集 試料50mlを200ml容分液漏斗にとり、クロロホルム50mlを加えて激しく振とうし、クロロホルム層を分取する。残った水層に再びクロロホルム50mlを加えて同様に振とうし、クロロホルム層を再度分取する。これに先に分取したクロロホルム層を合わせ、これをクロロホルム抽出液()とする。

クロロホルム抽出液()に5%炭酸水素ナトリウム水溶液50mlを加えて激しく振とうし、クロロホルム層を分取してこれをクロロホルム抽出液()とする。

クロロホルム抽出液()に無水硫酸ナトリウムを少量加えて脱水し、ろ過したのち、50°の温浴中でクロロホルム抽出液()の容量が約0.5mlになるまでアスピレーターで軽く吸引しながら濃縮して、香気成分分析用試料とする。

また、ラムとして市販されている小売容器入りの酒（対照品）についても、同様に操作して香気成分を補集する。

3.2 ガスクロマトグラフ条件

（1）カラム槽温度

充てんカラム：80 ~ 240 6 / min 昇温

キャピラリーカラム：80 ~ 240 10 / min 昇温

（2）注入口及び検出温度

250

（3）その他のガスクロマトグラフ条件

分析機器のシステム及びカラム分離の最適条件とする。

3.3 香気成分の確認 3.1 によって補集した香気成分を、3.2 の昇温分析条件に従いガスクロマトグラフに注入し、ガスクロマトグラムを描かせる。n-プロピルアルコール、イソブチルアルコール、イソアミルアルコール、カプロン酸エチル、カプリン酸エチル、カプリル酸エチル及び - フェニルエチルアルコールの各ピーク保持時間は、各標準品とのクロマトグラム保持時間と比較して確認する。または各ピークをガスクロマトグラフ質量分析（GC-MS）法により確認する。

ラムとして市販されている小売容器入りの酒（対照品）についても、同様に分析を行いクロマトグラムの類似性を比較する⁽³⁾。

注3) クロマトグラムにおいて、主要ピークが対照品とほぼ類似したパターンを示すものは、類似しているとみなす（別紙1及び2参照）。

4. アルコール類の定量

4.1 エチルアルコールの定量 国税庁所定分析法（昭和36年1月11日 国税庁訓令第1号）の「16.スピリッツ」の項の記載に従って行う。

4.2 n-プロピルアルコール、イソブチルアルコール及びイソアミルアルコールの定量

4.2.1 ガスクロマトグラフ条件

（1）カラム槽温度

充てんカラム：80 定温

キャピラリーカラム：80 定温

（2）注入口及び検出温度

250

（3）その他のガスクロマトグラフ条件

分析機器のシステム及びカラム分離の最適条件とする。

4.2.2 検量線の作成 2.3 で調製した各標準液の約 1 μl を、4.2.1 の温度条件に従いガスクロマトグラフに注入し、各成分のピーク面積を求める。

次に、各成分のピーク面積（Ax）と内標準に用いたn-アミルアルコールのピーク面積（As）との比（Ax / As）を求める。

ガスクロマトグラフに注入した各標準液の重量濃度（Wx）と内標準に用いたn-アミルアルコールの重量濃度（Ws）との比（Wx / Ws）及び面積比（Ax / As）からn-プロピルアルコール、イソブチルアルコール及びイソアミルアルコールの検量線を作成する。

4.2.3 定量操作 試料約 20g を 50ml 容三角フラスコに正確に量り取り、2.2 で調製した内標準原液を正確

に2ml加えてよく混合する。

この混合液の約1μlを、4.2.1の定温条件に従いガスクロマトグラフに注入し、各成分のピーク面積を求める。

各成分のピーク面積(A_x)と内標準に用いたn-アミルアルコールのピーク面積(A_s)との比(A_x/A_s)を求め、この値を用いて4.2.2で作成した検量線から各アルコール類とn-アミルアルコールとの重量濃度比(W_x/W_s)を求める。

4.2.4 計算 試料に含まれる各アルコール類の含有量は、次式により求める。

$$A = \frac{(W_x / W_s) \times M_s}{S} \times 1,000$$

ただし、 A : 試料中の各アルコール類の含有量 (ppm)

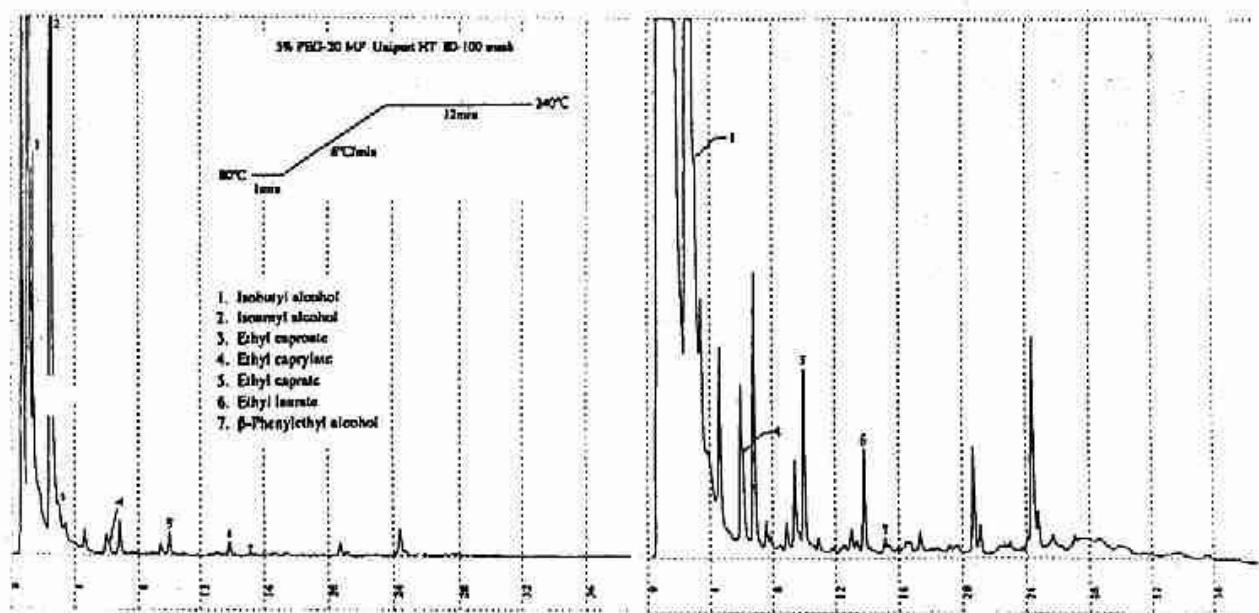
W_x / W_s : 検量線から求めた濃度比

M_s : 内標準として用いたn-アミルアルコールの量 (mg)

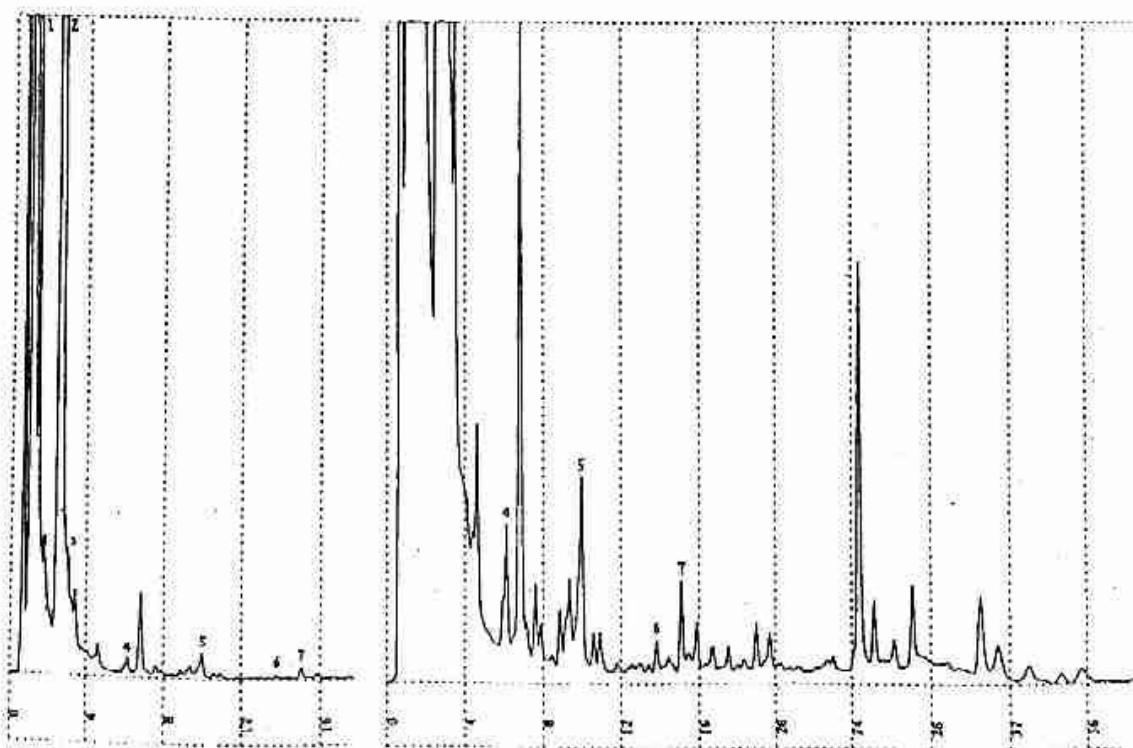
S : 試料の採取量 (g)

数値の丸め方は、小数点以下第2位を四捨五入する。

(別紙1) ラムとして市販されている酒及び輸入ラム (Spirit made from molasses) の香気成分のガスクロマトグラムの一例



Myers's Rum 55°



Buccaneer Rum 40°

(別紙2) ラムとして市販されている酒の香気成分のキャピラリーカラム分離による
ガスクロマトグラムの一例

