

# J A A S

## エタノール

JAAS001 : 2012

平成 24 年 8 月 7 日 改正



社団法人 アルコール協会

## 目 次

1	適用範囲	1
2	引用規格	1
3	種類	2
4	品質	2
5	試料採取	4
6	試験方法	4
6.1	性状	4
6.1.1	試料	4
6.1.2	試験装置	5
6.1.3	操作	5
6.1.4	表示法	5
6.2	エタノール分（エチルアルコール分）	5
6.2.1	試験方法A（酒精計による方法）	5
6.2.1.1	試料	5
6.2.1.2	試験装置	5
6.2.1.3	操作	5
6.2.2	試験方法B（振動式密度計による方法）	5
6.2.2.1	エタノール分の求め方	5
6.2.3	表示法	5
6.3	蒸発残分	6
6.3.1	試料	6
6.3.2	試験装置	6
6.3.3	操作	7
6.3.4	表示法	7
6.4	有機不純物	7
6.4.1	試料	7
6.4.2	試験装置	7
6.4.3	試薬	8
6.4.4	操作	8
6.4.5	表示法	9
6.5	過マンガン酸還元性物質	9
6.5.1	試料	9
6.5.2	試験装置	9
6.5.3	試薬	10
6.5.4	操作	11
6.5.5	表示法	11
6.6	重金属	11
6.6.1	試料	11
6.6.2	試験装置	11
6.6.3	試薬	11
6.6.4	操作	11

6.6.5	表示法	12
6.7	塩化物	12
6.7.1	試料	12
6.7.2	試験装置	12
6.7.3	試薬	12
6.7.4	操作	12
6.7.5	表示法	12
6.8	硫酸塩	12
6.8.1	試料	12
6.8.2	試験装置	12
6.8.3	試薬	12
6.8.4	操作	13
6.8.5	表示法	13

## 解説

1	規格改正の趣旨及び経緯	14
2	規格の適用範囲と留意事項	14
2.1	国内でその使用を広く認められた原料	14
2.2	国内で広く認められた技術	15
2.3	製品アルコールの輸送における汚染	15
3	規格の記述, 体裁, 用語及び単位の表示	15
3.1	規格の記述, 体裁	15
3.2	用語	16
3.3	単位の表示	16
4	エタノールの種類についての呼称	16
5	“表1-発酵アルコールの品質”の欄外(注)記載事項について	16
5.1	1,4-ジオキサンの確認	16
5.2	1,4-ジオキサンの分析法	16
5.2.1	試料	16
5.2.2	試験装置	16
5.2.3	試薬	17
5.2.4	操作	17

# エタノール

Ethanol (Ethyl Alcohol)  
 $C_2H_5OH$  *FW*: 46.07

## 1 適用範囲

この規格は、工業用としてのエタノールの品質とその試験方法について規定する。

工業用エタノールの用途は多岐にわたっており、食品用、医薬用に使用されておりその品質には特別の配慮が必要である。

すなわち、この規格は国内でその使用を広く認められた原料（解説 2.1 参照）及び技術（解説 2.2 参照）により製造していることを前提としそれにより製造された製品の代表的な成分を規定したものであり、それ以外の原料及び技術を使用している場合は、想定外の不純物を含む可能性がある。このため無条件で本規格を適用することは適切ではない。

なお、JAAS001 規格各条に規定する試験法に代わる方法で、それが規定方法と同等以上の正確さと精密さがある場合は、その方法を用いることができる。但し、その結果について、疑いのある場合は、規定の方法で最終の判定を行う。

## 2 引用規格

次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む）を適用する。

- JIS K 0114** ガスクロマトグラフ分析通則
- JIS K 0512** 水素
- JIS K 0557** 用水・排水の試験に用いる水
- JIS K 0970** プッシュボタン式液体用微量体積計
- JIS K 0061** 化学製品の密度及び比重測定方法
- JIS B 7548** 酒精度浮ひょう
- JIS K 1107** 高純度窒素
- JIS K 8034** アセトン（試薬）
- JIS K 8085** アンモニア水（試薬）
- JIS K 8101** エタノール(99.5)（試薬）
- JIS K 8129** 塩化コバルト六水和物（試薬）
- JIS K 8155** 塩化バリウム二水和物（試薬）
- JIS K 8247** 過マンガン酸カリウム（試薬）
- JIS K 8295** グリセリン（試薬）
- JIS K 8355** 酢酸（試薬）
- JIS K 8371** 酢酸ナトリウム三水和物（試薬）
- JIS K 8464** シクロヘキサン（試薬）
- JIS K 8528** シュウ酸ナトリウム（試薬）
- JIS K 8541** 硝酸（試薬）

<b>JIS K 8550</b>	硝酸銀 (試薬)
<b>JIS K 8721</b>	<i>p</i> -ニトロフェノール (試薬)
<b>JIS K 8810</b>	1-ブタノール (試薬)
<b>JIS K 8811</b>	2-メチル-1-プロパノール (試薬)
<b>JIS K 8812</b>	2-ブタノール (試薬)
<b>JIS K 8838</b>	1-プロパノール (試薬)
<b>JIS K 8839</b>	2-プロパノール (試薬)
<b>JIS K 8891</b>	メタノール (試薬)
<b>JIS K 8949</b>	硫化ナトリウム九水和物 (試薬)
<b>JIS K 8951</b>	硫酸 (試薬)
<b>JIS R 3503</b>	化学分析用ガラス器具
<b>JIS Z 8301</b>	規格票の様式
<b>JIS Z 8401</b>	数値の丸め方

### 3 種類

エタノールは、発酵アルコール 99 度 1 級、発酵アルコール 95 度特級、発酵アルコール 95 度 1 級、合成アルコール 99 度及び合成アルコール 95 度の 5 種とする。

### 4 品質

エタノールの品質は、6 (試験方法) によって試験したとき、表 1 及び表 2 のとおりとする。

表 1－発酵アルコールの品質

試験項目	表示法	発 酵 ア ル コ ー ル			
		99 度 1 級	95 度特級	95 度 1 級	
性 状	合格または 不合格	無色透明で浮遊物等を含まず、異臭を有しない	無色透明で浮遊物等を含まず、異臭を有しない	無色透明で浮遊物等を含まず、異臭を有しない	
エタノール分 (エチルアルコール分)	容量%	99.5 以上	95.0 以上	95.0 以上	
蒸 発 残 分	mg/100 ml	1.0 以下	0.5 以下	1.0 以下	
有機不純物	①メタノール(メチルアルコール)	mg/L	(⑧に合算)	30 以下	70 以下
	②1-プロパノール (n-プロピルアルコール)	mg/L	(⑧に合算)	(⑧に合算)	60 以下
	③2-プロパノール (イソプロピルアルコール)	mg/L	40 以下	30 以下	40 以下
	④1-ブタノール (n-ブチルアルコール)	mg/L	(⑧に合算)	(⑧に合算)	(⑧に合算)
	⑤アセトアルデヒド	mg/L	5 以下	3 以下	5 以下
	⑥シクロヘキサン	mg/L	1 以下	—	—
	⑦n-ペンタン	mg/L	—	—	—
	⑧規格値を定めた物質以外の有機不純物	mg/L	③, ⑤及び⑥以外の物質の合計として	①, ③及び⑤以外の物質の合計として	①, ②, ③及び⑤以外の物質の合計として
		20 以下	10 以下	20 以下	
過マンガン酸還元性物質	合格または 不合格	—	8 分後に標準色より褪色していない	—	
重 金 属	検出の有無	検出しない	検出しない	検出しない	
塩 化 物	検出の有無	検出しない	検出しない	検出しない	
硫 酸 塩	検出の有無	検出しない	検出しない	検出しない	

(注) 1,4-ジオキサンについては、ガスクロマトグラフ質量分析計で分析、確認する(解説 5 を参照)。

表2－合成アルコールの品質

試験項目		表示法	合成アルコール	
			99度	95度
性状		合格または 不合格	無色透明で浮遊物等を含まず、異臭を有しない	無色透明で浮遊物等を含まず、異臭を有しない
エタノール分 (エチルアルコール分)		容量%	99.5以上	95.0以上
蒸発残分		mg/100 ml	1.0以下	1.0以下
有機不純物	①メタノール (メチルアルコール)	mg/L	(⑧に合算)	20以下
	②1-プロパノール (n- プロピルアルコール)	mg/L	(⑧に合算)	(⑧に合算)
	③2-プロパノール (イソプロピルアルコ ール)	mg/L	70以下	70以下
	④1-ブタノール (n-ブ チルアルコール)	mg/L	50以下	50以下
	⑤アセトアルデヒド	mg/L	7以下	7以下
	⑥シクロヘキサン	mg/L	—	—
	⑦n-ペンタン	mg/L	1以下	—
	⑧規格値を定めた物質 以外の有機不純物	mg/L	③, ④, ⑤及び ⑦以外の物質の 合計として 20以下	①, ③, ④及び ⑤以外の物質の 合計として 20以下
重金属		検出の有無	検出しない	検出しない
塩化物		検出の有無	検出しない	検出しない
硫酸塩		検出の有無	—	—

## 5 試料採取

試料採取に当たっては、次の点に留意する。

- 採取時に、採取試料及び採取対象（タンク、ローリー等）内の製品を汚染しないこと。
- 採取対象の品質を代表する適正な試料を採取すること。
- 試料の品質に影響を与えない試料瓶を使用すること。
- 採取後の試料は、品質変化が起きないように保管すること。
- 採取対象のアルコールが引火、爆発しないように安全に採取すること。

## 6 試験方法

### 6.1 性状

#### 6.1.1 試料

30 ml

### 6.1.2 試験装置

- a) メスシリンダー 容量 100 ml
- b) 共栓比色管 容量 50 ml
- c) ブランデーグラスまたはそれと同等品
- d) 蒸留水 JIS K 0557 (用水・排水の試験に用いる水) の種別 A3 または A4 に規定する水を用いる。

### 6.1.3 操作

同形同色の無色共栓比色管 2 本を用い、それぞれに試料、蒸留水を 30 ml 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、試料を蒸留水で約 25 容量%に希釈し、ブランデーグラス等に移して、発酵アルコール 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、発酵アルコール 95 度特級の場合は異臭の有無を調べる。

### 6.1.4 表示法

合格または不合格

## 6.2 エタノール分 (エチルアルコール分)

試験方法は試験方法 A または試験方法 B による。

### 6.2.1 試験方法 A (酒精計による方法)

#### 6.2.1.1 試料

250 ~ 500 ml

#### 6.2.1.2 試験装置

- a) 酒精計 酒精計は JIS B 7548 (酒精度浮ひょう) に規定するもので目盛、範囲 90~100 度、1/10 度目盛、器差が既知のものを用いる。
- b) 温度計 目盛範囲 0~50°C、0.1°C 目盛、器差が既知のものを用いる。
- c) シリンダー 酒精計胴部の太い部分よりも 10~30 mm 太い内径のものを用いる。容量は 250~500 ml のものを用いる。

#### 6.2.1.3 操作

酒精計を試料中に浮かべ、15°C における示度の上縁を読む。

### 6.2.2 試験方法 B (振動式密度計による方法)

#### 6.2.2.1 エタノール分の求め方

- a) 試料の密度 (15 °C) を JIS K 0061 (化学製品の密度及び比重測定方法) により求める。ただし、試験方法は JIS K 0061 4.3 (振動式密度計) による方法とし、試験温度は 15 °C とする。
- b) a) で求めた試料の密度 (15 °C) から表 3 を用いてエタノール分に換算する。試料の密度 (15 °C) が表 3 に示した密度 (15 °C) の間の値である場合は次式に従い算出する。表 3 は JIS B 7548 によるものとする。

$$As = \frac{D_1 - D_s}{D_1 - D_2} \times \frac{1}{10} + A_1$$

ここで  $As$  試料のエタノール分

$D_1$   $D_s$  に対して直上の表 3 中の密度 (15°C)

$D_2$   $D_s$  に対して直下の表 3 中の密度 (15°C)

$D_s$  試料の密度 (15°C)

$A_1$   $D_1$  に対応する表 3 中のエタノール分

### 6.2.3 表示法

容量%、小数点以下第 2 位を切り捨て小数点以下第 1 位まで表示する。



表3 ー標準温度 15°Cにおけるエタノール表  
(90.0 容量%~100.0 容量%)

エタノール分 (容量%)	密度(15°C) (g/cm <sup>3</sup> )	エタノール分 (容量%)	密度(15°C) (g/cm <sup>3</sup> )	エタノール分 (容量%)	密度(15°C) (g/cm <sup>3</sup> )	エタノール分 (容量%)	密度(15°C) (g/cm <sup>3</sup> )
90.0	0.83344						
90.1	0.83311	92.6	0.82455	95.1	0.81528	97.6	0.80497
90.2	0.83278	92.7	0.82420	95.2	0.81489	97.7	0.80453
90.3	0.83245	92.8	0.82384	95.3	0.81450	97.8	0.80409
90.4	0.83211	92.9	0.82348	95.4	0.81410	97.9	0.80364
90.5	0.83178	93.0	0.82312	95.5	0.81371	98.0	0.80319
90.6	0.83144	93.1	0.82276	95.6	0.81331	98.1	0.80274
90.7	0.83111	93.2	0.82240	95.7	0.81291	98.2	0.80229
90.8	0.83077	93.3	0.82204	95.8	0.81251	98.3	0.80183
90.9	0.83044	93.4	0.82167	95.9	0.81211	98.4	0.80137
91.0	0.83010	93.5	0.82131	96.0	0.81171	98.5	0.80090
91.1	0.82976	93.6	0.82094	96.1	0.81130	98.6	0.80044
91.2	0.82942	93.7	0.82057	96.2	0.81090	98.7	0.79997
91.3	0.82908	93.8	0.82020	96.3	0.81049	98.8	0.79949
91.4	0.82874	93.9	0.81983	96.4	0.81007	98.9	0.79902
91.5	0.82839	94.0	0.81946	96.5	0.80966	99.0	0.79854
91.6	0.82805	94.1	0.81909	96.6	0.80925	99.1	0.79805
91.7	0.82770	94.2	0.81871	96.7	0.80883	99.2	0.79756
91.8	0.82736	94.3	0.81834	96.8	0.80841	99.3	0.79707
91.9	0.82701	94.4	0.81796	96.9	0.80799	99.4	0.79657
92.0	0.82666	94.5	0.81758	97.0	0.80756	99.5	0.79607
92.1	0.82631	94.6	0.81720	97.1	0.80714	99.6	0.79557
92.2	0.82596	94.7	0.81682	97.2	0.80671	99.7	0.79506
92.3	0.82561	94.8	0.81644	97.3	0.80628	99.8	0.79455
92.4	0.82526	94.9	0.81605	97.4	0.80584	99.9	0.79403
92.5	0.82491	95.0	0.81566	97.5	0.80541	100.0	0.79351

JIS B 7548 (酒精度浮ひょう) 付属書 A に基づき作成  
90.0 容量%未満は, JIS B 7548 付属書 A を参照する。

### 6.3 蒸発残分

#### 6.3.1 試料

100 ml

#### 6.3.2 試験装置

- a) 蒸発皿 容量 100 ml
- b) 湯浴
- c) 乾燥器
- d) デシケーター

### 6.3.3 操作

試料 100 ml 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測って蒸発残分とする。

### 6.3.4 表示法

mg/100 ml

## 6.4 有機不純物

JIS K 0114 ガスクロマトグラフ分析通則による。

### 6.4.1 試料

試料注入量 1  $\mu$ l とする。

### 6.4.2 試験装置

- a) 検出器の種類 水素炎イオン化検出器とする。
- b) カラム 表 4 の A 及び B の 2 種類またはそれと同等品とする。

表 4 - カラムの種類 (一例)

カラムの仕様	カラムの種類	
	A	B
固定相液体	エチルビニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合体	ポリエチレングリコール
材質	熔融シリカ	熔融シリカ
内径 mm	0.53	0.53
長さ m	25	30
液相の膜厚 $\mu$ m	20	1
同定可能物質	メタノール (メチルアルコール)	
	2-プロパノール (イソプロピルアルコール)	
	アセトアルデヒド	
	シクロヘキサン	シクロヘキサン
		n-ペンタン
		1-プロパノール (n-プロピルアルコール)
		1-ブタノール (n-ブチルアルコール)
		2-ブタノール (2-ブチルアルコール)
		2-メチル-1-プロパノール (イソブチルアルコール)
		2-メチル-1-ブタノール (活性アミルアルコール)
	アセトン	

- 参考 A カラムにはアジレント社製 Pora PLOT Q HT (内径 0.53 mm, 長さ 25 m, 膜厚 20  $\mu\text{m}$ ), アジレント社製 CP-PoraBOND Q (内径 0.53mm, 長さ 25m, 膜厚 10 $\mu\text{m}$ ) などがある。また, B カラムにはアジレント社製 DB-WAX (内径 0.53 mm, 長さ 30 m, 膜厚 1  $\mu\text{m}$ ) などがある。
- c) データ処理装置 クロマトグラムを記録するとともに, 個々のピークの保持時間, ピーク面積積分値などが記録できるもので, 絶対検量線法による定量値の算出ができるものを用いる。
- d) マイクロシリンジ 容量 10  $\mu\text{l}$  のものを用いる。

備考 自動試料導入装置を使用してもよい。

#### 6.4.3 試薬

- a) メタノール (メチルアルコール) JIS K 8891 に規定するものを用いる。
- b) 2-プロパノール (イソプロピルアルコール) JIS K 8839 に規定するものを用いる。
- c) アセトアルデヒド 純度 99%以上のものを用いる。
- d) シクロヘキサン JIS K 8464 に規定するものを用いる。
- e) n-ペンタン 純度 98%以上のものを用いる。
- f) 1-プロパノール (n-プロピルアルコール) JIS K 8838 に規定するものを用いる。
- g) 1-ブタノール (n-ブチルアルコール) JIS K 8810 に規定するものを用いる。
- h) 2-ブタノール (2-ブチルアルコール) JIS K 8812 に規定するものを用いる。
- i) 2-メチル-1-プロパノール (イソブチルアルコール) JIS K 8811 に規定するものを用いる。
- j) 2-メチル-1-ブタノール (活性アミルアルコール) 純度 98%以上のものを用いる。
- k) アセトン JIS K 8034 に規定するものを用いる。
- l) エタノール JIS K 8101 特級に規定するものを用いる。
- m) 窒素 JIS K 1107 に規定するものを用いる。
- n) ヘリウム 純度 99.99 容量%以上のものを用いる。
- o) 水素 JIS K 0512 に規定するものを用いる。
- p) 空気 乾燥空気を用いる。

#### 6.4.4 操作

- a) 標準液 (各成分 10 mg/L) の調製 標準液調製用の標準物質を表 5 に示す。

表 5 - 標準物質

物質名	カラムの種類	
	A	B
メタノール (メチルアルコール)	○	
2-プロパノール (イソプロピルアルコール)	○	
アセトアルデヒド	○	
シクロヘキサン	○	○
n-ペンタン		○
1-プロパノール (n-プロピルアルコール)		○
1-ブタノール (n-ブチルアルコール)		○
2-ブタノール (2-ブチルアルコール)		○
2-メチル-1-プロパノール (イソブチルアルコール)		○
2-メチル-1-ブタノール (活性アミルアルコール)		○
アセトン		○

表 5 に示すそれぞれのカラムに応じた標準物質 1.0 g を秤り取り、混合し、試薬エタノール (99.5) を加え、100 ml にする。この場合、混合原液中の各標準物質の濃度は、10,000 mg/L となる。原液 10 ml に試薬エタノール (99.5) を加え 100 ml にする。その 10 ml に試薬エタノール (99.5) を加え 100 ml にする。更に、その 10 ml に試薬エタノール (99.5) を加え 100 ml にする。この場合、各標準物質の濃度は、10 mg/L となる。

なお、A カラムでのアセトアルデヒドの標準液については、同様に単品で、濃度 10 mg/L の標準液を調製すること。

- b) 分析条件の設定 表 6 に準じて条件を設定する。装置の各箇所が所定の設定値に達した後、カラム槽の昇温機構及びデータ処理装置を作動させてデータ処理装置の基線が安定していることを確認する。

表 6 - 分析条件 (一例)

分析条件		カラムの種類	
		A	B
キャリアガス	種類	窒素または ヘリウム	窒素または ヘリウム
	流量 ml/min	15	15
カラム槽昇温プログラム	初期温度 °C	30~50	30~50
	初期温度保持時間 min	0	5
	昇温速度 °C/min	5	5
	最終温度 °C	200	200
検出器槽温度 °C	200	200	
試料気化室温度 °C	200	200	
試料注入量 µl	1 (全量導入方式)	1 (全量導入方式)	

- c) 検出器の感度調節 検出器の感度は、装置能力の上限附近で分析が安定して行える値に設定する。
- d) 測定 試料溶液、各標準液(10 mg/L)それぞれ 1 µl をマイクロシリンジまたは自動試料導入装置によりガスクロマトグラフに全量導入しカラム槽昇温プログラムで設定した時間のクロマトグラムを記録する。
- e) 定量 検出ピークの定量は、JIS K 0114 (ガスクロマトグラフ分析通則) の 11.4 (絶対検量線法) により行う。その際のピーク面積の測定は、JIS K 0114 のデータ処理装置を用いるピーク面積測定方法により行う。なお、標準物質以外の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。この時、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。

#### 6.4.5 表示法

6.4.4 e) の定量法により含有率を 0.1 mg/L の単位まで求め、小数第 1 位を四捨五入し表示する。

### 6.5 過マンガン酸還元性物質

#### 6.5.1 試料

10 ml

#### 6.5.2 試験装置

- a) 標準液用試験管 硬質ガラス製、共栓付き、外径約 18 mm、長さ約 180 mm
- b) 試料用試験管 上記標準液用と同形、同質、同色 (無色) で共栓でないものを用いる。この試験

管は、過マンガン酸還元性物質以外の試験に使用していないもので、清浄なものに限る。

- c) ホールピペット 容量 2 ml, 5 ml, 10 ml, 25 ml, 50 ml のものを用いる。
- d) メスシリンダー 容量 100 ml のものを用いる。
- e) メスフラスコ 容量 100 ml, 200 ml, 1 L のものを用いる。
- f) プッシュボタン式液体用微量体積計 JIS K 0970 に規定するものを用いる。
- g) 恒温水槽  $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$  の温度管理が可能で、観察窓が水槽前面に設けてあるものを用いる。
- h) 蛍光灯 色評価用蛍光管 20 W のものを用いる。
- i) ストップウォッチ
- j) ガラスろ過器 JIS R 3503 (化学分析用ガラス器具) に規定する細孔記号 4 のものを用いる。
- k) 分光光度計

### 6.5.3 試薬

#### a) 標準液

A 液 塩化コバルト溶液 塩化コバルト 1.5 g を蒸留水約 95 ml に溶かし、これを 10×10 mm の石英セルにとり、分光光度計で蒸留水を対照に 511 nm 付近の最大吸収帯での吸光度が  $0.310 \pm 0.005$  となるように蒸留水を加える。

B 液 *p*-ニトロフェノール溶液 酢酸 1.20 g を蒸留水に溶かして 100 ml とし、他に酢酸ナトリウム三水和物 2.72 g を蒸留水に溶かして 100 ml とし、この両液を正確に 1:3 の割合で混合し、緩衝液とする。*p*-ニトロフェノール 0.025 g をこの緩衝液約 85 ml に溶かし、これを 10 mm × 10 mm の石英セルにとり、分光光度計で蒸留水を対照に 400 nm の吸光度が  $0.600 \pm 0.010$  になるように緩衝液を加える。この時、溶液の pH は 5.1 である。

この A 液と B 液を正確に 10:8 の割合で混合し、よくかくはんする。この A 液と B 液を混合して作成した標準液は、1 ヶ月以上経過したものは使用してはならない。A 液と B 液は、冷蔵庫に保管し、1 年以上経過したものは使用してはならない。

- b) 0.02 mol/L (N/10) 過マンガン酸カリウム溶液 過マンガン酸カリウム 3.160 g を蒸留水に溶かし 1 L とし、1 時間煮沸して一夜暗所に放置後 JIS R 3503 に規定するガラスろ過器で、細孔記号 4 のろ過板を用いて吸引ろ過する。この液を 0.05 mol/L (N/10) シュウ酸ナトリウム溶液で標定し、0.02 mol/L (N/10) 過マンガン酸カリウム溶液を調製する ( $0.1 \pm 0.001\text{N}$  とする。)。0.02 mol/L (N/10) 過マンガン酸カリウム溶液は暗所に保管し、調製後 1 ヶ月毎に標定すること。なお、市販の 0.02 mol/L (N/10) 過マンガン酸カリウム溶液を使用してもよいが、この場合の評定も 1 ヶ月毎に行うこと。
- c) 0.05 mol/L (N/10) シュウ酸ナトリウム溶液 シュウ酸ナトリウム 10 g を  $110^\circ\text{C}$  の乾燥器で 2 時間乾燥させた後、デシケーター中で放冷させ、その 6.7~6.8 g を 0.1 mg の桁まではかりとり蒸留水を加えて 1 L とする。
- d) 0.02 mol/L (N/10) 過マンガン酸カリウム溶液の標定の方法 0.05 mol/L (N/10) シュウ酸ナトリウム溶液 25 ml と濃硫酸 10 ml を三角フラスコにとり、 $60\sim 70^\circ\text{C}$  の湯浴中で約 5 分間加温し、0.02 mol/L (N/10) 過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、30 秒間微紅色が持続する点を終点とする。0.05 mol/L (N/10) シュウ酸ナトリウム溶液 1 ml は過マンガン酸カリウム 0.00316 g に相当する。
- e) 過マンガン酸カリウム JIS K 8247 に規定するものを用いる。
- f) シュウ酸ナトリウム JIS K 8528 に規定するものを用いる。
- g) 塩化コバルト六水和物 JIS K 8129 に規定するものを用いる。
- h) *p*-ニトロフェノール JIS K 8721 に規定するものを用いる。
- i) 酢酸 JIS K 8355 に規定するものを用いる。
- j) 酢酸ナトリウム三水和物 JIS K 8371 に規定するものを用いる。
- k) 硫酸 JIS K 8951 に規定するものを用いる。

#### 6.5.4 操作

あらかじめ、標準液を 15 ml 入れた標準用試験管 2 本を  $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$  の恒温水槽に浸しておく。試料 10 ml を試料用試験管に入れ、2 本の標準用試験管の間に浸す。試料の温度が恒温水槽の温度と等しくなってから、 $0.0002 \text{ mol/L}$  (N/1000) 過マンガン酸カリウム溶液 5 ml を加え、すばやく恒温水槽から出してよくかくはんした後、恒温水槽に戻し、規定した時間が経過した時の試料の色度と標準液の色度とを比較する。このとき測定者は恒温水槽から約 1 m 離れた位置から各試験管の色度を見る。時間の測定開始は  $0.0002 \text{ mol/L}$  (N/1000) 過マンガン酸カリウム溶液を加え始めた時からとする。その他の試験条件は以下のとおりである。

- a) 試験を行う場所は、直射日光を受けず、外部の光の影響を受けにくい場所とする。
- b) 試験管の背後には白色のプラスチック板などを置き、背景の色、光などの影響を受けにくい場所とする。
- c) 恒温水槽の前面上部に蛍光灯を取り付け、測定中は蛍光灯を点灯する。
- d) 恒温水槽の水は、無色透明かつ清浄なものを用いる。
- e)  $0.002 \text{ mol/L}$  (N/1000) 過マンガン酸カリウム溶液は  $0.02 \text{ mol/L}$  (N/10) 過マンガン酸カリウム溶液を蒸留水で希釈して調製する。 $0.0002 \text{ mol/L}$  (N/1000) 過マンガン酸カリウム溶液は、調製後 5 時間以上経過したものは使用してはならない。
- f)  $0.0002 \text{ mol/L}$  (N/1000) 過マンガン酸カリウム溶液は、試料に入れた時に試料の温度が変化しないよう事前に恒温水槽に浸しておく。

#### 6.5.5 表示法

合格または不合格

### 6.6 重金属

#### 6.6.1 試料

5 ml

#### 6.6.2 試験装置

- a) 試験管
- b) メスシリンダー 容量 50 ml のものを用いる。
- c) ホールピペット 容量 5 ml のものを用いる。
- d) メスピペット 容量 1 ml, 10 ml のものを用いる。
- e) スポイト
- f) プッシュボタン式液体用微量体積計 JIS K 0970 に規定するものを用いる。
- g) 褐色瓶

#### 6.6.3 試薬

- a) 硫化ナトリウム溶液 硫化ナトリウム九水和物 5 g を蒸留水 10 ml 及びグリセリン 30 ml 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、調製後 3 ヶ月以上経過したものは使用してはならない。
- b) 硫化ナトリウム九水和物 JIS K 8949 に規定するものを用いる。
- c) グリセリン JIS K 8295 に規定するものを用いる。
- d) アンモニア水 JIS K 8085 に規定するものを用いる。

#### 6.6.4 操作

試料に蒸留水を加えてエタノール分 90 容量%とし、その 5 ml 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 滴を加えてかくはんし、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。呈色しない場合 [銅イオン濃度]  $\leq 0.4 \text{ mg/L}$ , [鉄イオン濃度]  $\leq 0.7 \text{ mg/L}$  である。

備考 極微量の重金属が含まれている場合は、極めて淡い呈色であるから注意して観察する。  
次のようにすると、極めて淡い呈色も識別できる。

- 1) 硫化ナトリウム溶液及びアンモニア水を加えた試料と加えない試料（ブランク）を並べて比較する。
- 2) 試験管の背面及び底面に白色板及び黒色板を置いて観察する。

#### 6.6.5 表示法

検出の有無

### 6.7 塩化物

#### 6.7.1 試料

10 ml

#### 6.7.2 試験装置

- a) 試験管
- b) メスシリンダー 容量 100 ml のものを用いる。
- c) ホールピペット 容量 0.5 ml, 1 ml, 10 ml のものを用いる。
- d) プッシュボタン式液体用微量体積計 JIS K 0970 に規定するものを用いる。
- e) 褐色瓶

#### 6.7.3 試薬

- a) 硝酸銀溶液 硝酸銀 1.75g を蒸留水に溶かし 100 ml とする。この溶液は褐色瓶に保存する。  
市販に同等なものがあれば使用してもよい。
- b) 硝酸 JIS K 8541（硝酸濃度 65%, 密度約 1.40 g/ml）に規定するものを用いる。
- c) 硝酸銀 JIS K 8550 に規定するものを用いる。

#### 6.7.4 操作

試料 10 ml を試験管にとり、これに硝酸 0.5 ml と硝酸銀溶液 1 ml を加え、かくはんし、10 分間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。白濁が生じない場合 [塩素イオン濃度] ≤ 0.3 mg/L である。

備考 極微量の塩化物イオンが含まれている場合は、極めて淡い白濁であるから注意して観察する。  
次のようにすると、極めて淡い白濁も識別できる。

- 1) 硝酸及び硝酸銀溶液を加えた試料と加えない試料（ブランク）を並べて比較する。
- 2) 試験管の背面及び底面に黒色板を置いて観察する。

#### 6.7.5 表示法

検出の有無

### 6.8 硫酸塩

#### 6.8.1 試料

5 ml

#### 6.8.2 試験装置

- a) 試験管
- b) メスシリンダー 容量 100 ml のものを用いる。
- c) ホールピペット 容量 5 ml のものを用いる。
- d) メスピペット 容量 1 ml, 10 ml のものを用いる。
- e) プッシュボタン式液体用微量体積計 JIS K 0970 に規定するものを用いる。
- f) スポイト瓶

#### 6.8.3 試薬

- a) 塩化バリウム溶液 塩化バリウム 12 g を蒸留水に溶かし 100 ml とする。
- b) 塩化バリウム二水和物 JIS K 8155 に規定するものを用いる。

#### 6.8.4 操作

試料に蒸留水を加えてエタノール分 90 容量%とし、その 5 ml を試験管にとり、蒸留水 5 ml を加え、更に塩化バリウム溶液 2 滴を加え、5 分間以内に白濁が生じた場合は硫酸塩を含有するものとする。白濁が生じない場合 [硫酸イオン濃度]  $\leq 2$  mg/L である。

備考 極微量の硫酸イオンが含まれている場合は、極めて淡い白濁であるから注意して観察する。

次のようにすると、極めて淡い白濁も識別できる。

- 1) 塩化バリウム溶液を加えた試料と加えない試料（ブランク）を並べて比較する。
- 2) 試験管の背面及び底面に黒色板を置いて観察する。

#### 6.8.5 表示法

検出の有無



## JAA S 001 : 2012

## エタノール

## 解説

この解説は、本規格の改正に当たっての趣旨及び経緯、本体に規定した事柄を解説するもので、規格の一部ではない。

## 1 規格改正の趣旨及び経緯

工業用としてのエタノールの規格については、専売制度下においては工業用エタノールの品質基準としての専売アルコール規格が制定されていた。その後、平成13年4月のアルコール事業法施行により、一手購入販売機関としての独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）が専売アルコール規格を継承して定めたNEDOアルコール規格（平成13年4月2日官報告示）を制定した。

しかし、アルコール事業法に規定する暫定期間が終了する平成18年4月以降は、NEDOの一手購入販売機関としての機能も失われることから、工業用エタノールの円滑で公正、安全な流通を確保するため、改めて品質及び試験法についての標準化の必要性が高まってきた。そのような中で平成16年に発生した原料用粗留アルコール中への1,4-ジオキサン混入問題を受け、経済産業省製造産業局化学課アルコール室が開催した品質問題検討会において対策を検討した結果、団体規格の制定をアルコール協会において検討することとなった。これを受けてアルコール協会は改めてアルコール使用者団体、アルコール販売者団体、アルコール製造者、アルコール輸入者に呼びかけてアルコール品質確保のための検討会を開催し、意見交換を行った。その結果を踏まえて1,4-ジオキサンの扱いを含めて検討し、平成18年1月18日にアルコール協会規格として制定した。

平成24年の改正では、①アルコール協会規格を適用する場合の原料及び技術に関する前提条件を明示すること、②酒精度浮ひょうの日本工業規格（JIS）の制定、及び計量法技術基準の改正に対応すること、③酒税法、薬事法及び燃料用エタノールの日本工業規格（JIS）における試験方法との調和を図ること、④分析の利便性の向上を図ることとした。

## 2 規格の適用範囲と留意事項

この規格は、工業用としてのエタノールの品質とその試験方法について規定する。

なお、この規格は専売制度下を含む50～60年間を通じて利用されてきたものを継承しており、その妥当性は食品、医薬品等の分野での長年の使用実績で確認されている。また、不純物に関する規格値は一般に飲用に供される各種酒類の成分含有量と比較しても小さい値となっている。しかしながら、この規格の運用に当たって注意しなければならない点がある。すなわちこの規格が、国内でその使用を広く認められた原料及び技術により製造していることを前提としているため、それにより製造された製品の代表的な成分を規定したものである。それ以外の原料及び技術を使用している場合は、想定外の不純物を含む可能性がある。このため無条件で本規格を適用することは適切ではないことに留意する必要がある。

### 2.1 国内でその使用を広く認められた原料

規格 1（適用範囲）でいう“国内でその使用を広く認められた原料”を記述した理由は、以下の通りである。

工業用原料は、発酵アルコールにあつては、糖蜜、甘藷等を原料とするものであつて①国内で発酵させたもの及び②海外で製造され輸入された粗留アルコール（更に精製することを前提とした原料用エタノール）であり、燃料用エタノールとは区別管理して製造、運搬されたグレードのものを指す。すなわち燃料用エタノールには、不純物としてガソリン成分であるベンゼン、トルエン、MTBE（メチルターシャリーブチルエーテル）、ETBE（エチルターシャリーブチルエーテル）等の安全性が懸念される成分を含む可能性があるが、本規格はそれらの不純物を想定して作られていない。

また、合成アルコールにあつては、エチレンを指す。

本規定を運用するに当たっては、原料の調達において、適切な管理を行っていることを前提とする必要がある。

## 2.2 国内で広く認められた技術

規格 1（適用範囲）でいう“国内でその使用を広く認められた技術”を記述した理由は、以下の通りである。

発酵アルコールは、スーパーアロスパス式を基本として、アルデヒド等のエタノールに対して相対的に疎水性が高い不純物の除去を目的とする抽出塔、メタノール等低沸点不純物の除去を目的とする精製塔、中沸点不純物の除去を目的とする中沸点不純物除去塔（減圧塔または常圧塔）を基本構成としており（塔の名称は各社で異なる）、これらの組み合わせで当然除去される物質は規格値を定めた有機不純物から除外され、万が一検出された場合は、“規格値を定めた物質以外の有機不純物”として合算する。

このため、これ以外のプロセス、例えばもろみ塔、濃縮塔及びメタノール塔だけで構成されるようなプロセスで製造されたエタノールには本規格で想定している以外の有機不純物を含んでいる可能性があり、本規格をそのまま適用することは適切でない。

また、確認されていない物質が検出された場合は、その都度推定される物質の構造や官能基から類推して問題ないことを確認した後、“規格値を定めた物質以外の有機不純物”に合算する。

なお、合成アルコールでは、エチレンを原料とするエチレン水和法の場合、高度に精製したエチレンを原料とするため、減圧塔で除去すべき不純物を含んでいない。

## 2.3 製品アルコールの輸送における汚染

エタノールには強力かつ幅広い溶剤としての働きがあるため、エタノール容器から不純物が溶出する可能性があり、容器の材質を吟味する必要があることや、洗浄しきれなかった容器内の汚れを溶し込むおそれ等があり、保管・輸送中のエタノールの汚染防止に細心の注意を払う必要がある。

特に海外のアルコール工場で生産される製品は、現地の状況を十分把握できない上に、生産した工場から日本まで、高温下で、振動・攪拌されながら長距離輸送されるため、物流過程における汚染発生の可能性（海外での物流中でのパイプライン、コンテナ、貨車、ローリー、ドラム缶での使い回し等での汚染及びタンカーでの前荷汚染等）がある。

このようなエタノールに対する汚染源、汚染物質は多様にわたっている可能性があつて実態把握が難しいため、本規格では“製品アルコールの輸送における汚染の防止”は規定していない。

このため本規格を適用する場合、製品アルコールの輸送における適切な汚染防止対策及び品質管理を行っていることを前提とする必要がある。

## 3 規格の記述、体裁、用語及び単位の表示

### 3.1 規格の記述、体裁

原則として、JIS Z 8301:2008（規格票の様式）に基づいて記述している。

### 3.2 用語

アルコールは、酒、エタノールを示す用語として汎用的に使われている。また、アルコール事業法においても、エタノールを示す用語としてアルコールを使用している。しかしながら、国際純正応用化学連合（IUPAC）が使用しているエタノールが適当と考え、本規格においては、表題を含め、原則としてアルコールをエタノールに置き換えることとした。

### 3.3 単位の表示

全て国際単位系（SI）単位に改めた。

## 4 エタノールの種類についての呼称

エタノールの種類の呼称については、従来の使用を踏襲しアルコールの表現を残すこととした。

## 5 “表1—発酵アルコールの品質”の欄外（注）記載事項について

### 5.1 1,4-ジオキサンの確認

1,4-ジオキサンは、発酵アルコール中には通常含まれていない物質であるが、平成16年に発生した原料用粗留アルコール中への1,4-ジオキサン混入問題を受け、再発防止処置として、当時の一手購入販売機関としてのNEDOを中心に、ガスクロマトグラフ質量分析計による1,4-ジオキサンの確認試験を実施した。発酵アルコールの品質は、表1に規定しているが、1,4-ジオキサンは発酵由来の有機不純物とは異なることから、発酵アルコールの品質を規定する表1中には入れずに、現状の管理状況等を勘案の上、原料または製品中に0.05 mg/L以下であることを確認することとし、入念規定として“1,4-ジオキサンについては、ガスクロマトグラフ質量分析計で分析、確認する。”旨注記した。

1,4-ジオキサンの確認値は、工業用エタノールにおける1,4-ジオキサンの人に対する健康被害を及ぼさない濃度が現在のところ不確定であるため、摂取量から考慮しても大幅に安全である厚生労働省の水道水に関する“水質基準に関する省令”平成15年厚生労働省令第101号（平成15年5月30日公布、平成16年4月1日施行）の基準値を援用し、0.05 mg/L以下とした。

### 5.2 1,4-ジオキサンの分析法

JIS K 0123 ガスクロマトグラフ質量分析通則による。

#### 5.2.1 試料

試料注入量は、0.1～5.0  $\mu$ lとする。

#### 5.2.2 試験装置

本測定で使用するガスクロマトグラフ質量分析計は、ガスクロマトグラフのカラムにキャピラリーを用いる四重極型、磁場型またはイオントラップ型の質量分析計である。

- 検出器 選択イオン測定法（SIM）またはスキャンニング法でクロマトグラフ測定が可能なもの。
- イオン化電圧 電子衝撃イオン化電圧を70 Vにしたもの。
- カラム 内径0.25～0.53 mm、長さ30～60 mの化学結合型溶融シリカ製のものがあって、内面にポリエチレングリコールを0.5～1.0  $\mu$ m程度の厚さで被覆したもの、またはジメチルポリシロキサンを1.0～5.0  $\mu$ m程度の厚さで被覆したもの、またはこれらと同等の分離性能を有するもの。
- キャリアガス ヘリウム（純度99.99容量%以上）、流量1 ml/min程度とする。
- カラム槽昇温プログラム 初期温度40～60℃で、初期温度保持時間1～10分、昇温速度5～40℃/分、最終温度150～200℃、最終温度保持時間1～10分のうち最適な分離が得られる任意の値に設定する。
- 試料気化室温度 150～200℃の任意の温度に保持する。
- 検出器イオン源温度 150～200℃の任意の温度に保持する。
- 検出器インターフェース温度 150～200℃の任意の温度に保持する。

- i) **注入法** スプリットレス法により、0.1～2分後の任意の時間でページオフする。  
備考 感度が十分であれば、スプリット法でも良い。
- j) **マイクロシリンジ** 容量1～10 µl のいずれかを用いる。  
備考 自動試料導入装置を使用してもよい。

### 5.2.3 試薬

- a) **エタノール** JIS K 8101 特級に規定するものを用いる。
- b) **1,4-ジオキサン** JIS K 0123 に規定するものを用いる。
- c) **ヘリウム** 純度 99.99 容量%以上のものを用いる。

### 5.2.4 操作

- a) **標準液 (0.05 mg/L) の調製** 試薬 1,4-ジオキサン 1 g を秤り取り、試薬エタノール (99.5) を加え、100 ml にする。この場合、標準物質原液の濃度は、10,000 mg/L となる。標準物質原液 1 ml に試薬エタノール (99.5) を加え 100 ml にする。その 1 ml に試薬エタノール (99.5) を加え 100 ml にする。更に、その 5 ml に試薬エタノール (99.5) を加え 100 ml にする。この場合、標準液の濃度は 0.05 mg/L となる。
- b) **測定** 標準液(0.05 mg/L)の所定量をマイクロシリンジまたは自動試料導入装置によりガスクロマトグラフに導入し、選択イオン測定法によりカラム槽昇温プログラムで設定した時間のクロマトグラムを得る。同様に試料溶液を測定しクロマトグラムを得る。なお、選択イオン測定法の測定イオンは、88 及び 58 をモニターする。

備考 標準液 (0.05 mg/L) で十分な感度が得られれば、スキヤニング法によるのが望ましい。

- c) **確認** 標準液と試料溶液の測定により得られたクロマトグラムで検出ピークの高さまたは面積を比較して、1,4-ジオキサンが 0.05 mg/L 以下であることを確認する。

問合せ先 社団法人アルコール協会



東京都中央区銀座1丁目18番6号

井門銀座一丁目ビル 2F

TEL (03)6228-8821

FAX (03)3654-4288

アルコール協会のホームページ、下記のアドレスから無料でダウンロードできます。

<http://www.alcohol.jp/download/jaas001.html>

制定 平成 18 年 1 月 18 日

改正 平成 24 年 8 月 7 日

© 社団法人アルコール協会 2012

この規格は、著作権法で保護対象となっている著作物です。

本書の一部または全部について、社団法人アルコール協会からの文書による許諾を得ずに、いかなる方法においても無断で転載することを禁じます。