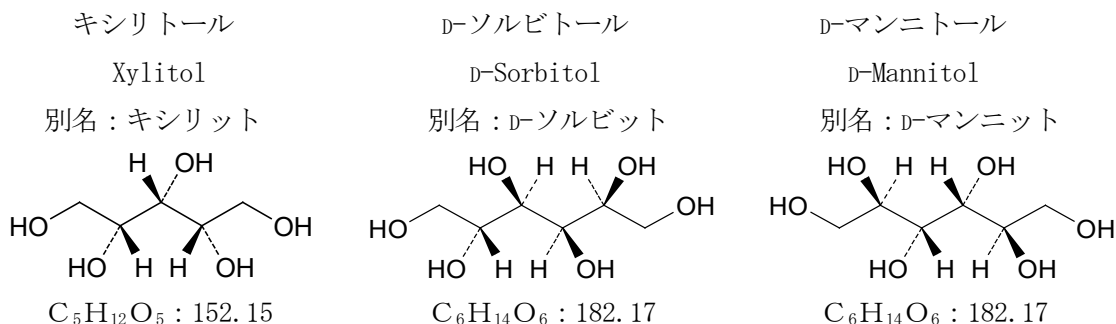


甘味料等

## キシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトール

Xylitol, D-Sorbitol and D-Mannitol



## 1. 分析法の概要

食品中のキシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトールは、水または80%エタノールにより抽出し、液体クロマトグラフィーにより定量する<sup>1)</sup>。(2024年統合法設定)

## 2. 分析法（液体クロマトグラフィー）

## (1) 検体の採取と試料の調製

一般試料採取法を準用する。

## (2) 試験溶液の調製

## ① 液状試料

試料約5gをビーカーに精密に量り、水40mLでビーカーを洗いながらメスフラスコに移す。エタノール50mLを加えてよく混合した後、水を加えて正確に100mLとし、メンブランフィルター(0.45 $\mu$ m)でろ過したものを試験溶液とする。

## ② 固形試料

試料約5gを遠心管に精密に量り、温湯15mLを加えた後、5分間超音波処理を行う。エタノール50mLを加えて混合した後、遠心(5分間、3000回転/分)を行う。上清をメスフラスコに移し、沈殿物に水20mLを加えた後、同様に操作し、上清をメスフラスコに合わせる。水を加えて正確に100mLとし、メンブランフィルター(0.45 $\mu$ m)でろ過<sup>2)</sup>したものを試験溶液とする。

## ③ タンパク食品、油脂食品

試料約5gを遠心管に精密に量り、80%エタノール40mLを加えた後、5分間超音波処理を行う。氷水中で10分間冷却した後、遠心(5分間、3000回転/分)を行う。上清をメスフラスコに移し、沈殿物に80%エタノール40mLを加えた後、同様に操作し、上清をメスフラスコに合わせる。水を加えて正確に100mLとし、メンブランフィルター(0.45 $\mu$ m)でろ過<sup>2)</sup>したものを

を試験溶液とする。

(3) 検量線用標準溶液の調製<sup>3)</sup>

キシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトール各 0.100 g を量り、水を加えて正確に 100mL としたものを標準溶液とする (各濃度 1 mg/mL)。標準溶液 1、2.5、5、10mL を正確にとり、エタノール 10mL を加え、水を加えて正確に 20mL とし、検量線用標準溶液とする。(各濃度 0.05~0.5mg/mL)。

(4) 測定法

① 測定条件<sup>4)</sup>

示差屈折検出器付液体クロマトグラフにより、次の条件によって測定する。

カラム充填剤：スルホン酸型ポリスチレン系カチオン交換樹脂 (粒径 5~10 $\mu$ m)

カラム管：内径 7.8~8.0mm、長さ 300mm

カラム温度：50~80 $^{\circ}$ C

移動相：水

流速：0.4~1.0mL/分

注入量：10 $\mu$ L

② 検量線<sup>5)</sup>

検量線用標準溶液をそれぞれ液体クロマトグラフに注入し、キシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトールの各ピーク面積から各検量線を作成する。

③ 定量<sup>6)</sup>

試験溶液を液体クロマトグラフに注入し、得られたキシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトールの各ピーク面積と各検量線から試験溶液中のキシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトールの各濃度 (mg/mL) を求め、次式によって試料中のキシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトールの各含量 (g/kg 又は%) を計算する。

$$\text{キシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトールの各含量 (g/kg)} = \frac{C \times 100}{W}$$

$$\text{D-マンニトールの含量 (\%)} = \frac{C \times 100}{W \times 10}$$

C：試験溶液中のキシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトールの各濃度 (mg/mL)

W：試料の採取量 (g)

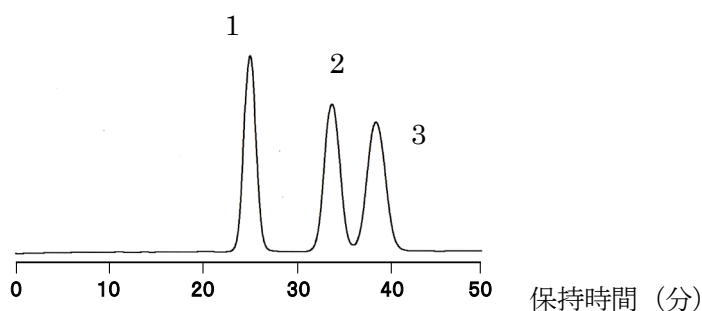
④ 定量限界 1 g/kg

試薬・試液等

1. キシリトール：市販の純度 98%以上のものを用いる。
2. D-ソルビトール：市販の純度 98%以上のものを用いる。
3. D-マンニトール：市販の純度 99%以上のものを用いる。
4. エタノール：エタノール (99.5) [特級]

[注]

- 1) これらを特定する必要がある場合には、参考に示す分析法を用いることができる 文献 1)。
- 2) フィルターろ過の際に目詰まりを起こすような場合は、ろ過前に遠心分離して上澄を用いることで、ろ過が容易となる場合もある。ただし、遠心分離操作を追加しても、十分な回収が得られることを確認しておく。
- 3) 3 濃度以上の検量線標準溶液を調製する。また、検量線用標準溶液の濃度及び数は、必要があれば、直線性が確保できる範囲で、適宜、調整してもよい。検量線用標準溶液の調製に用いた溶媒を分析し、溶媒由来の夾雑物のないことを確認する。
- 4) 測定条件は例示である。キシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトールの分離例を注図 1 に示す。



<測定条件>

カラム充填剤：スルホン酸型ポリスチレン系カチオン交換樹脂（粒径 10 $\mu$ m）  
カラム管：内径 8.0mm、長さ 300mm  
カラム温度：50  $^{\circ}$ C  
移動相：水  
流速：0.85mL/分  
検出器：示差屈折検出器

注図 1 キシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトールのクロマトグラム

1：D-マンニトール、2：キシリトール、3：D-ソルビトールいずれも 5 mg/mL

- 5) 必要に応じて、検量線用標準溶液の調製に用いた水を分析し、水由来の夾雑物がいないことを確認する。
- 6) キシリトール、D-ソルビトール、D-マンニトールをオレンジジュース、ヨーグルト、チュ

ーインガム及び牛乳に 10 g/kg 及び 50 g/kg となるように添加したときの回収率はそれぞれ 93~102%、91~101%、97~103%であった。ビスケットについては回収率がいずれも約 75%であったが、抽出操作を 3 回 (40、30、20mL) にすることで、82%以上の回収率が得られた<sup>文献1)</sup>。

また、オレンジジュースに 4 g/kg となるように添加した時の回収率は、キシリトールで 110% (相対標準偏差 5.2%)、D-ソルビトールで 111% (相対標準偏差 2.9%)、D-マンニトールで 99% (相対標準偏差 1.4%) (いずれも n=5 の平均) であった。

また、キシリトール、D-ソルビトール、D-マンニトールを 4 g/kg となるように添加した時の回収率は、スポーツドリンクではそれぞれ 100% (相対標準偏差 2.5%)、96% (相対標準偏差 3.4%)、100% (相対標準偏差 2.2%)、固形栄養調整食品ではそれぞれ 92% (相対標準偏差 4.7%)、92% (相対標準偏差 6.7%)、91% (相対標準偏差 5.3%)、チョコレートではそれぞれ 94% (相対標準偏差 3.3%)、91% (相対標準偏差 4.5%)、90% (相対標準偏差 1.8%) であった。(いずれも n=6 の平均)

#### [文献]

- 1) 新藤哲也ら：食衛誌、54、358 (2013)

## 参考

### キシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトール確認分析法

#### 1. 分析法の概要

食品中のキシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトールは、液体クロマトグラフィー質量分析により確認を行う。(2024年設定)

#### 2. 分析法(液体クロマトグラフィー質量分析)

##### (1) 検体の採取と試料の調製

##### (2) 試験溶液の調製

##### (3) 検量線用標準溶液の調製

上記(1)～(3)については、キシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトール分析法を準用する。

##### (4) 測定法

###### ① 測定条件<sup>1)</sup>

液体クロマトグラフ質量分析計(LC-MS)を用い、次の条件によって測定する。

カラム充填剤：アミノプロピルシリル化シリカゲル(粒径2.0～5.0 $\mu$ m)

カラム管：内径2.0～2.1mm、長さ100～150mm

カラム温度：40 $^{\circ}$ C

移動相：アセトニトリル/水混液(9：1)

流速：0.2mL/分

イオン化モード：ESI(-)、ESI(+)

検出法：スキャン( $m/z$  100～250)及び選択イオン検出(SIM)

主なイオン<sup>2)</sup>：

キシリトール：ESI(-)  $m/z$  151、ESI(+) $m/z$  175

D-ソルビトール：ESI(-)  $m/z$  181、ESI(+) $m/z$  205

D-マンニトール：ESI(-)  $m/z$  181、ESI(+) $m/z$  205

注入量：1 $\mu$ L

###### ② 定性<sup>3)</sup>

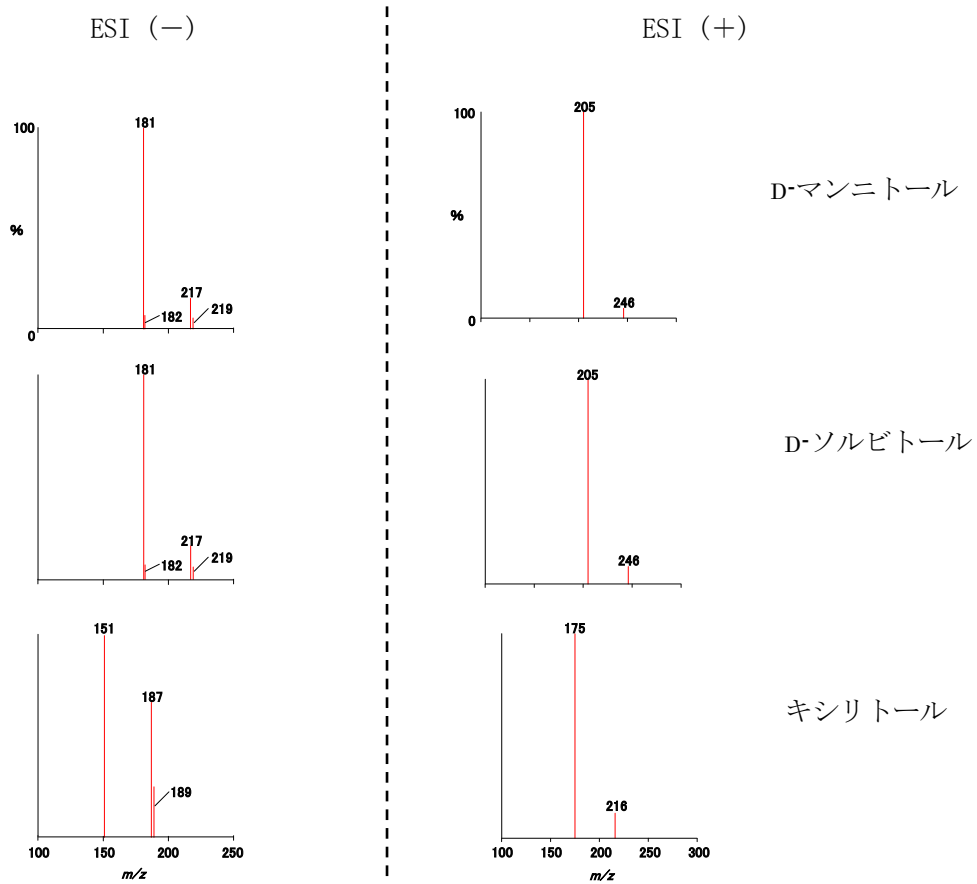
試験溶液及び標準溶液をLC-MSに注入し、試験溶液のクロマトグラム上に検出された各ピークの保持時間が標準溶液の各ピークと一致すること、及び試験溶液の各ピークのマスペクトルの主要ピークの強度比が標準溶液の各ピークの場合と一致することを確認する。

試薬・試液等

1. キシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトール分析法の試薬・試液等を準用する。
2. アセトニトリル：[液体クロマトグラフィー用]

[注]

- 1) 測定条件は例示である。キシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトールの検量線用標準溶液（各濃度 1 mg/mL）のマススペクトルを注図 1 に示す。
- 2) ESI（-）の  $m/z$  151 及び 181 は各物質の  $[M-H]^-$ 、ESI（+）の  $m/z$  175 及び 205 は各物質の  $[M+Na]^+$  に相当する。測定機器により検出に適した主なイオンが異なる場合もある。予め標準溶液を用いて確認する。
- 3) 本法による確認限度はキシリトール、D-ソルビトール、D-マンニトールのいずれも 1 g/kg である。



注図 1 液体クロマトグラフィー質量分析によるキシリトール、D-ソルビトール及びD-マンニトール（各濃度 1 mg/mL）のマススペクトル

<測定条件>

カラム充填剤：アミノプロピルシリル化シリカゲル（粒径 3.0 $\mu$ m）

カラム管：内径 2.0mm、長さ 150mm

カラム温度：40 $^{\circ}$ C

移動相：アセトニトリル／水混液（9：1）

流速：0.2mL／分

イオン化モード：ESI（-）、ESI（+）

キャピラリー電圧：3.0kV

コーン電圧：30V（キシリトールのESI（-）20V）

主なイオン：

キシリトール：ESI（-） $m/z$  151、187、ESI（+） $m/z$  175、216

D-ソルビトール：ESI（-） $m/z$  181、217、ESI（+） $m/z$  205、246

D-マンニトール：ESI（-） $m/z$  181、217、ESI（+） $m/z$  205、246

注入量：5 $\mu$ L