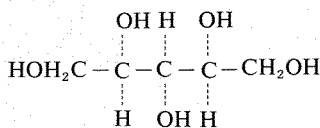


44 キシリトール

Xylitol

別名：キシリット

 $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}_5$: 152.15

1. 試験法の概要

食品中のキシリトールは、アセチル体とし、ガスクロマトグラフィーにより定量する。

2. 試験法（ガスクロマトグラフィー）

(1) 検体の採取と試料の調製

① 糖質食品，タンパク食品，油脂食品

一般試料採取法を準用する。

② チューインガム

数枚を細片し，混ぜ合わせて均一試料とする。

(2) 試料溶液の調製

① 糖質食品

キシリトールとして0.2~0.8gに対応する，通常，20g以下の細切した試料の量を精密に量り，水50mlを加え，一夜放置した後，ろ過する。残留物に温水50mlを加え，加熱しながらかき混ぜた後，ろ過する。全ろ液を合わせ，水を加えて正確に200mlとし¹⁾，試料溶液とする。

② タンパク食品

キシリトールとして0.2~0.8gに対応する，通常，20g以下の細切した試料の量を精密に量り，80%エタノール50mlを加え，冷却器を付け，還流加熱を行った後，ろ過する。残留物に80%エタノール50mlを加え，同様に操作した後，ろ過する。全ろ液を合わせ，80%エタノールを加えて正確に200mlとし¹⁾，試料溶液とする。

③ 油脂食品

キシリトールとして0.2~0.8gに対応する、通常、20g以下の細切した試料の量を精密に量り、*n*-ヘキサン100mlを加えて激しく振り混ぜ、ヘキサン層を傾斜法（デカンテーション）で除く。残留物に*n*-ヘキサン100mlを加えて同様の操作を繰り返す。残留物を水浴上で加熱して*n*-ヘキサンを除いた後、②タンパク食品と同様に操作し、試料溶液とする。

④ チューインガム

試料約2gを精密に量り、100mlの三角フラスコに入れ、水²⁾50mlを加え、一夜放置する。この液をろ過し、残留物に水25mlを加え、60℃の水浴上で1時間加温した後、ガラス棒で不溶物を圧縮し、ろ過する。容器及びろ過器を水で洗浄し、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて正確に100mlとし、試料溶液³⁾とする。

(3) 試料液の調製

① 糖質食品、タンパク食品、油脂食品

試料溶液10mlを正確に量り、50mlの濃縮器に入れ、内部標準液5mlを正確に量って加えた後、60℃の水浴上で減圧濃縮を行い、水分を除く。次に60℃の水浴上で30~60分間減圧乾燥を行った後、無水ピリジン14ml及び無水酢酸7ml⁴⁾を加え、60~70℃の水浴上で激しく振り混ぜて残留物を溶かし、一夜放置する。水20mlを加えた後、水10mlを用いて分液漏斗に移し、エチルエーテル50、30ml及び30mlで3回抽出する。全エチルエーテル層を合わせ、0.1mol/l硫酸20mlずつで2回及び水20mlで1回洗った後、エチルエーテル層に無水硫酸ナトリウムを加えて1時間放置する。この液をろ過し、残留物はエチルエーテル50mlで数回洗い、ろ液及び洗液を合わせてナス型フラスコに入れ、減圧濃縮してエチルエーテルを留去する。残留物にアセトンを加えて溶かして正確に10mlとし、試料液とする。

② チューインガム

試料溶液40mlを正確に量り⁵⁾、濃縮器に入れ、内部標準液5mlを正確に量って加えた後、60℃の水浴上で減圧濃縮を行い、水分を除く。次に60℃の水浴上で30~60分間減圧乾燥を行った後、無水ピリジン14ml及び無水酢酸7ml⁴⁾を加え、60~70℃の水浴上で激しく振り混ぜて残留物を溶かし、一夜放置する。水20mlを加えた後、水10mlを用いて分液漏斗に移し、エチルエーテル50、30ml及び30mlで3回抽出する。全エチルエーテル層を合わせ、0.05mol/l硫酸20mlで2回及び水20mlで1回洗った後、エチルエーテル層に無水硫酸ナトリウムを加えて1時間放置する。この液をろ過し、残留物はエチルエーテル50mlで数回洗い、ろ液及び洗液を合わせてナス型フラスコに入れ、減圧濃縮してエチルエーテルを留去する。残留物にアセトンを加えて溶かして正確に10mlとし、試料液とする。

(4) 検量線用標準液の調製

キシリトールを 60℃で減圧乾燥した後、0.400g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 100ml とし、標準液とする（この液 1ml は、キシリトール 4mg を含む）。標準液 0, 2.5, 5, 7.5ml 及び 10ml をそれぞれ正確に量り、50ml の濃縮器に入れ、それぞれに内部標準液 5ml を正確に量って加え、以下(2)試料液の調製と同様に操作して検量線用標準液とする（これらの液 1ml は、キシリトールとしてそれぞれ 0, 1, 2, 3mg 及び 4mg を含む）。

(5) 測定法

① 測定条件

水素炎イオン化型検出器付ガスクロマトグラフ (FID-GC) を用い、次の条件により測定する。

カラム充てん剤：60~80 メッシュのシラン処理されたガスクロマトグラフ用ケイソウ土担体に XE-60 を含むアセトンを加え、アセトンを蒸発し、乾燥し、3% となるようにしたもの。

カラム管：ガラス製、内径 3mm、長さ 2m

カラム温度：150℃から 220℃まで 6℃/分の昇温を行う。

検出器温度：250℃

キャリアーガス：窒素、40ml/分

② 検量線

検量線用標準液 2 μ l ずつを、それぞれガスクロマトグラフに注入し、ピーク面積比から検量線を作成する⁶⁾。

③ 定量

試料液 2 μ l を量り、ガスクロマトグラフに注入し、得られたピーク面積比から検量線によって試料液中のキシリトール濃度 (mg/ml) を求め、次式によって検体中のキシリトール含量 (g/kg) を計算する⁷⁾。

$$\text{キシリトール含量 (g/kg)} = \frac{C \times 200}{W}$$

C：試料液中のキシリトール濃度 (mg/ml)

W：試料の採取量 (g)

試薬・試液

1. アセトン：[残留農薬試験用]
2. エチルエーテル：[残留農薬試験用]

3. エリスリトール：市販品を用いる。
4. 内部標準液：エリスリトール約 400mg を精密に量り、水を加えて溶かし 100ml とする⁸⁾。
5. ピリジン：[特級]
6. 無水ピリジン：ピリジンに水酸化ナトリウム（ペレット状）を入れる。
7. 無水硫酸ナトリウム：硫酸ナトリウム（無水）[特級]

[注]

- 1) 必ずしも 200ml にこだわらない。キシリトールとして 0.1~0.4g/100ml の一定量の溶液とすることが目的。
- 2) 熱アルコールで抽出する方法があるが、ガムベース及び香料等の溶出によるガスクロマトグラフィーの妨害ピークを少なくするため、水で抽出する方法を採用した。この方法で良好な回収率が得られる。
- 3) CV 値 (%) 0.57 で完全な溶出糖液が得られる。
- 4) トリメチルシリル化されたキシリトールと D-マンニトールの誘導体はガスクロマトグラフィーでは分離がうまくいかない。
- 5) キシリトールとして 40mg 以下になるようにする。必ずしも 40ml にする必要はない。
- 6) 直線性を示す。
- 7) 本法によるキシリトールの定量限界は、1g/kg である。
- 8) あらかじめ、試料にエリスリトールが含まれていないことを確認してから内部標準液を加える。エリスリトールが含まれていた場合は、D-マンニトール、D-ソルビトールのうち、含まれていないものを内部標準とする。