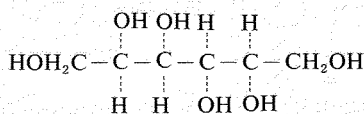


## 102 D-マンニトール

D-Mannitol

別名：D-マンニット

 $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6$  : 182.17

## 1. 試験法の概要

食品中のD-マンニトールは、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)<sup>1)</sup>

## (1) 検体の採取と試料の調製

## ① チューインガム

数枚を細片にし、混ぜ合わせて均一試料とする。

## ② あめ

任意に数個を採り、粉碎して均一試料とする。

## (2) 試料溶液の調製

## ① 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<sup>2)</sup>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時間加熱した後、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<sup>3)</sup>とする。

## ② あめ

試料約2gを精密に量り、水50~70mlを加えて溶かし、必要があればろ過し、残留物を水で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて正確に100mlとし、試料溶液とする。

(3) 試料液の調製<sup>4)</sup>

試料溶液40mlを正確に量り<sup>5)</sup>、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7ml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

D-マンニトールを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、D-マンニトール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、濃縮器に入れ、それぞれに内部標準液<sup>6)</sup>5mlを正確に量って加え、以下、(3)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、それぞれD-マンニトールとして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、次の条件によって測定する。

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（3%）を含むアセトンを加え、アセトンを蒸発し、乾燥したもの。

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 $\mu$ lずつをそれぞれ量り、それぞれガスクロマトグラフに注入し、ピーク高さ比又はピーク面積比から検量線<sup>7)</sup>を作成する。

##### ③ 定量

測定液2 $\mu$ lを量り、ガスクロマトグラフに注入し、得られたピーク高さ比又はピーク面積比から検量線によって試料液中のD-マンニトール濃度（mg/ml）を求め、次式によって検体中のD-マンニトール含量（g/kg）を計算する。

$$\text{D-マンニトール含量 (g/kg)} = \frac{25 \times C}{W}$$

C：試料液中のD-マンニトール濃度 (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. キシリトール：市販品を用いる。
3. エチルエーテル：[残留農薬試験用]
4. 内部標準液：キシリトールを 60℃で減圧乾燥した後、0.400gを量り、蒸留水を加えて溶かして 100ml とする。
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結晶（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) チューインガム、あめ以外の食品からD-マンニトールを分析、定量する場合には、44-キシリトールの試験法を準用することができる。ただし、「キシリトール」を「D-マンニトール」とする。
- 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GC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D-マンニトールとD-ソルビトールの誘導体はGCでは分離がうまくいかない。
- 5) D-マンニトールとして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) あらかじめ検体にキシリトールが含まれていないことを確認する。キシリトールが含まれている場合は、エリスリトールが使用できる。
- 7) 直線性を示す。