

ソルビトールの定量分析法

この試験方法は、ソルビトールを主体とするもののうち、関税定率法別表第 2905.44 号又は第 3824.60 号のいずれに分類されるものかを確認する必要があるものについて適用する。

1. 試験方法の概略 この試験方法は、高速液体クロマトグラフィーにより分析試料中のソルビトールの含有量を定量するものである。

2. 水分の定量 固体試料の場合、試料約 2 g をあらかじめ恒量にした重量既知のひょう量瓶に量り取り、液体試料の場合、試料約 2 g を、あらかじめ適当量の海砂を加えたうえで恒量にした重量既知のひょう量瓶に量り取る。ひょう量瓶を 105 °C に設定した恒温乾燥機中に移して 1 時間乾燥し、デシケーター中で室温まで放冷し、ひょう量する。再びひょう量瓶を恒温乾燥機中に移し、同様の操作を繰り返す。得られた重量と直前に測定した重量との差が 2 mg 以下になった時点での恒量に達したとみなす。

次式により試料の水分を算出する。数値は、小数点以下第二位を四捨五入する。

$$\text{水分 } (\%) = \frac{W_0 - W_1}{W_0} \times 100$$

ただし、 W_0 ：試料の採取量 (g)

W_1 ：恒量に達した時点での試料の重量 (g)

3. ソルビトール分の定量

3.1 試薬

(1) 標準ソルビトール原液

ソルビトール（純度98 %以上のもの）約10 gをビーカー等に量り取り、水を加えながら200 mL容メスフラスコに移し入れて溶解し、水を加えて定容する。

(2) 内標準溶液

トリメチロールプロパン（純度98 %以上のもの）約5 gをビーカー等に量り取り、水を加えながら100 mL容メスフラスコに移し入れて溶解し、水を加えて定容する。

3.2 装置 示差屈折率検出器を備えた高速液体クロマトグラフ

3.3 カラム及び分離条件

カラム： サイズ排除と配位子交換（対イオン： Pb^{2+} ）のミックスモードカラム

内径約 8 mm、長さ 250～300 mm、粒子径約 8 μm

カラム温度： 60 °C

移動相及び流速： 水 0.6 mL/min

注入量： 10 μL

濃度 0.5 % の内標準物質水溶液及び 3.5 と同濃度に調製した分析試料溶液を、上記の条件で測定し、得られたクロマトグラムを比較して、内標準物質のピークが分析試料由来のピークと重ならないことを確認する。その際、内標準物質と分析試料由来のピークの基線分離度⁽¹⁾ が 1.5 以上であることが望ましく、基線分離度が 1 未満の場合は、内標準物質⁽²⁾ 又はカラムを変更すること。

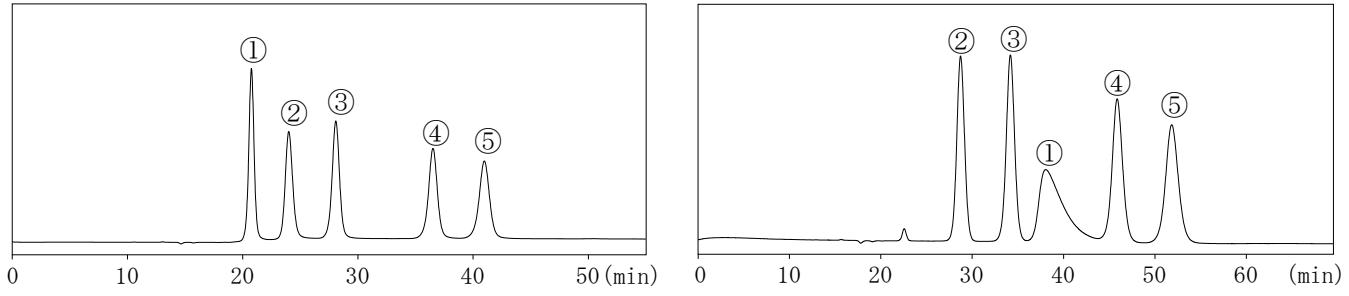
注 1) 基線分離度 R_S は以下の式により決定する。

$$R_s = 1.18 \times \frac{(t_2 - t_1)}{(w_1 + w_2)}$$

ただし、 t_1 、 t_2 ：2つのピークの保持時間(min)

w_1 、 w_2 ：2つのピークの半値幅(min)

(参考) クロマトグラムの一例



カラム : Shim-Pack SPR-Pb 7.8 mmI.D.×250 mm

SUGAR SP-0810 8.0 mmI.D.×300 mm

ピーク① : イノシトール

ピーク② : トリメチロールプロパン

ピーク③ : マンニトール

ピーク④ : キシリトール

ピーク⑤ : ソルビトール

注 2) 他に使用可能な内標準物質としては、ペンタエリトリトールがある。その他、分析試料に含まれていない糖アルコールを使用してもよいが、その場合は標準試薬を使用した添加回収試験を実施したうえで、以降の分析を行うこと。また、いずれも純度 98 %以上のものを使用すること。

3.4 検量線用標準検液の調製 標準ソルビトール原液 5 mL、10 mL、20 mL、30 mL 及び 40 mL を 100 mL 容メスフラスコ 5 本にそれぞれ正確に量り取り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、水を加えて定容する。この溶液を孔径 0.45 μm のメンブレンフィルターでろ過し、得られたろ液を検量線用標準検液とする。

3.5 試料検液の調製 ソルビトール 1 g 相当量の試料を 100 mL 容メスフラスコに量り取り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、水を加えて定容する。この溶液を孔径 0.45 μm のメンブレンフィルターでろ過し、得られたろ液を試料検液とする。

3.6 測定及びソルビトール分の算出 3.4 で調製した検量線用標準検液から得られたクロマトグラムにより、縦軸に内標準物質のピーク面積値 A_T に対するソルビトールのピーク面積値 A_S の比を、横軸に検液中の内標準物質の重量 M'_T (mg) に対するソルビトールの重量 M'_S (mg) の比をとり、ソルビトールの検量線を作成する。

次に、3.5 で調製した試料検液から得られたクロマトグラムにより、内標準物質のピーク面積値 A'_T に対するソルビトールのピーク面積値 A'_S の比を求め、前記の検量線を用いて試料検液中の内標準物質重量に対するソルビトールの重量比 $C'_{S/T}$ を算出し、次式により試料のソルビトール分を算出する。数値は、小数点以下第二位を四捨五入する。

$$\text{乾燥状態におけるソルビトール含有量 (\%)} = \frac{C'_{S/T} \times M'_T}{M'_X \times 1000} \times \frac{100}{100-W} \times 100$$

ただし、 $C'_{S/T}$: 検量線より求めた内標準物質重量に対するソルビトールの重量比

M'_T : 3.5 で調製した試料検液に含まれる内標準物質の総重量 (mg)

M'_X : 3.5 における試料の採取量 (g)

W : 2. による水分 (%)

4. 参考文献

新藤哲也、貞升友紀、鈴木敬子、田中康一、外川明子、植松洋子：食品衛生雑誌，**54**，358（2013）