

## キシロオリゴ糖

(①粉末 ②液体)

**定義** 本品は、コーンコブ (*Zea mays*) をキシラナーゼ (注1) で酵素反応させて得られた、キシロビオースを主成分とするものである。

### 含量

①粉末 本品を乾燥物換算したものは、キシロオリゴ糖95%以上を含み、キシロオリゴ糖中のキシロビオース含量は28~70%である。

②液体 本品を脱水物換算したものは、キシロオリゴ糖70%以上を含み、キシロオリゴ糖中のキシロビオース含量は35~70%である。

**性状** ①粉末 本品は、白色の粉末で、わずかに甘い。

②液体 本品は、極めて薄い黄色の透明な液体である。

### 純度試験

(1) 比吸光度

①粉末

$$E_{5cm}^{20 w/v\%} (420nm) = 0.07以下$$

本品10.0gを精密に量り、水を加えて正確に50mlとした液の吸光度を測定する。

②液体

$$E_{5cm}^{50 w/w\%} (420nm) = 0.07以下$$

本品約20.0gを精密に量り、同重量の水を加えて溶かした液の吸光度を測定する。

(2) 重金属

① 粉末 Pbとして 10  $\mu$ g/g以下

本品約5gをビーカーに量り、500°Cの電気炉に5~6時間入れ、灰化する。塩酸/水混液(1:1)5mlを加え、熱板上で蒸発乾固させる。水15ml、塩酸/水混液(1:1)2滴を加え、100°Cで30分間加温する。その後、フェノールフタレインを指示薬として、アンモニア/水混液(1:3)、6%酢酸を用いて、中和する。6%酢酸2mlを加え、pHを3.0~4.0に調整する。ろ紙でろ過し、50ml容ネスラー管に移し、一定量とする。硫化ナトリウム試薬2滴を加え、別に作成する標準列と比色し、定量する。

標準列の作成：鉛標準液(10  $\mu$ g/ml)0~5mlを段階的にとり、試験溶液と同様に操作し、標準列を作成する。

(3) 鉛

② 液体 1.0  $\mu$ g/g以下

本品約5gをケルダールフラスコに量り、硝酸、硫酸5mlを添加し加熱分解する。放冷後、分解液に20%塩酸10ml加えて煮沸する。放冷後、200ml容の分液ロートに移し、50%クエン酸ニアンモニウム溶液10mlを加え、その後、チモールブルーを指示薬としてアンモニア水で中和する。放冷後、水を加えて約100mlとする。3%ピロリジンジチ

オカルバミン酸アンモニウム溶液 (APDC) 5mlを加えて5分間放置し、酢酸ブチルを加えて5分間振とうした後、静置する。酢酸ブチル層を採り、原子吸光光度計 (波長283.3nm、フレーム：空気-アセチレン) にて測定する。

#### (4) ヒ素

##### ① 粉末 $As_2O_3$ として 0.5 $\mu$ g/g以下

本品約1gをケルダールフラスコに量り、硝酸、硫酸5mlを添加し加熱分解する。冷後、分解液に飽和シュウ酸アンモニウム溶液10~15mlを加えて加熱する。放冷後、ろ過してメスフラスコへ移し、40%ヨウ化カリウム溶液5mlを加え30分間放置し、10%アスコルビン酸溶液5mlを加え、一定量とする。その後、1.5%水素化ホウ素ナトリウム-0.5%水酸化ナトリウム溶液、塩酸/水混液 (1:1)、水を加え、発生した水素化ヒ素を原子吸光光度計 (波長：193.7nm、石英加熱セル温度：1000℃) にて測定する。

##### ② 液体 $As_2O_3$ として 0.2 $\mu$ g/g以下

本品約1.5gをケルダールフラスコに量り、硝酸、硫酸5mlを添加し加熱分解する。冷後、分解液に飽和シュウ酸アンモニウム溶液10~15mlを加えて加熱する。放冷後、ろ過してメスフラスコへ移し、40%ヨウ化カリウム溶液5mlを加え30分間放置し、10%アスコルビン酸溶液5mlを加え、一定量とする。その後、0.5%水素化ホウ素ナトリウム-0.02%水酸化ナトリウム溶液、塩酸/水混液 (1:9)、水を加え、発生した水素化ヒ素を原子吸光光度計 (波長：193.7nm、石英加熱セル温度：900℃) にて測定する。

#### (5) pH ②液体 3.5~6.5 (1.0g、水4g)

**乾燥減量** ①粉末 6.0%以下 (3.0g、105℃、2時間)

**水分** ②液体 24~26% (0.04g、直接滴定)

#### **強熱残分**

##### ① 粉末 1.0%以下 (5g、550℃、3時間)

あらかじめ磁製の蒸発皿を550℃で約30分間強熱し、デシケーター中で放冷した後、その重量を精密に量る。本品約5gを先の蒸発皿に入れ、その重量を精密に量る。試料を少量の水で溶解させる。徐々に加熱してできるだけ低温でほとんど灰化した後、放冷する。放冷後、エタノール10mlを加え、エタノールを燃焼させる。放冷後、硫酸1mlを加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなった後、放冷する。さらにエタノール10mlを加え、エタノールを燃焼させる。放冷後、電気炉に入れ、550℃で3時間強熱する。次に蒸発皿をデシケーター内で放冷し、その重量を精密に量る。ただし、得られた値が規定値に適合していない場合は、残留物が恒量となるまで強熱する。

##### ②液体 0.06%以下 (10g、550℃、3時間)

あらかじめ磁製の蒸発皿を550℃で約30分間強熱し、デシケーター中で放冷した後、その重量を精密に量る。本品約10gを先の蒸発皿に入れ、その重量を精密に量る。徐々に加熱してできるだけ低温でほとんど灰化した後、放冷する。放冷後、エタノール10mlを加え、エタノールを燃焼させる。放冷後、硫酸1mlを加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなった後、放冷する。さらにエタノール10mlを加え、エタノールを燃焼させる。放冷後、電気炉に入れ、550℃で3時間強熱する。次に蒸発皿をデシケーター内で放冷し、その重量を精密に量る。ただし、得られた値が規定値に適合してい

ない場合は、残留物が恒量となるまで強熱する。

#### 微生物限度

微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1gにつき細菌数は①1000以下、②300以下、真菌数は①20以下、②10以下である。また、大腸菌は認めない。

#### 定量法

本品約 1g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 20ml とし、メンブランフィルター (0.45  $\mu$ m) でろ過し、検液とする。別に D-キシロース (注 2)、ブドウ糖 (注 3) を乾燥し、1.00g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確にそれぞれ 100ml とし、標準液とする。また、キシロビオース (注 4) を乾燥し、0.50g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 50ml とし、標準液とする。検液及び標準液それぞれ 10  $\mu$ l ずつを量り、それぞれの液につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、それぞれのピーク面積を測定する。D-キシロース、ブドウ糖、キシロビオース標準液の面積比をあらかじめ求めておき、ファクターとする。以後このうちのどれかを基準物質として分析し、あらかじめ求めておいたファクターを乗じる。検液中の各糖濃度 (%) を (検液のクロマトグラフィーにおける各糖のピーク面積) / (各糖の標準液のクロマトグラフィーにおける面積) で求める。相対保持時間が、キシロビオースより短い糖はキシロビオースの、キシロースより長い糖はキシロースのファクターで定量する。

キシロオリゴ糖含量 (%) =

(キシロビオース及びキシロビオースより相対保持時間の短いピークのもの濃度の総計 / 全ピークの濃度の総計)  $\times$  100

キシロオリゴ糖中のキシロビオース含量 (%) =

(キシロビオースの濃度 / キシロビオース及びキシロビオースより相対保持時間の短いピークのもの濃度の総計)  $\times$  100

#### 操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 ポリスチレンジビニルベンゼン陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 7.8mm、長さ 30cm のステンレス管

カラム温度 65 $^{\circ}$ C

移動相 0.005mol/l  $H_2SO_4$

流速 0.6ml / 分

(注 1) キシラナーゼ : *Trichoderma sp.* 由来

(注 2) D-キシロース :

本品は、無～白色の結晶又は粉末である。

含量 本品を乾燥したものは、D-キシロース ( $C_5H_{10}O_5$ ) 95%以上を含む。

定量法 本品を乾燥し、その約 1g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 500ml とする。この液 10ml を正確に量り、メタ過ヨウ素酸ナトリウム溶液 (1 $\rightarrow$ 400) 又は 0.3%過ヨウ素酸カリウム溶液 50ml を加え、更に硫酸 1ml を加えて水浴

中で 15 分間加熱する。冷後、ヨウ化カリウム 2.5 g を加え、よく振り混ぜた後、冷暗所に 5～15 分間放置し、0.1mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液）。

別に空試験を行い補正する。

0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム溶液1ml=1.8766mg  $C_5H_{10}O_5$

(注3) ブドウ糖：

本品の規格は日本薬局方ブドウ糖に準じるが、乾燥したものを定量する時、ブドウ糖含量は 98%以上である。

(注4) キシロビオース：

本品は、無～白色の結晶又は粉末である。

含量 本品を乾燥したものは、キシロビオース ( $C_{10}H_{18}O_9$ ) 95%以上を含む。

定量法 本品約0.2gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に20mlとし、検液とする。この検液10 $\mu$ lを採り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、主ピークの保持時間の2倍の範囲について、ピーク面積を自動測定法により測定し、総面積に対する主ピークの面積比を計算する。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 スチレンジビニルベンゼン共重合体、スルホ基 ( $Na^+$ )

カラム管 内径8mm、長さ30cmのステンレス管

カラム温度 80℃

移動相 水

流速 0.8ml/分

この規格及び試験方法においては、別に規定するもののほか、食品添加物公定書通則及び一般試験法を準用する。