異性化液糖及び砂糖混合異性化液糖の日本農林規格の見直しについて(案)

農 林 水 産 省 平成19年2月15日

### 1 趣旨

農林物資の規格化及び品質表示の適正化に関する法律(昭和25年法律第175号)第10条の規定及び「JAS規格及び品質表示基準の制定・見直しの基準」(平成17年8月農林物資規格調査会決定)に基づき、異性化液糖及び砂糖混合異性化液糖の日本農林規格(昭和55年2月25日農林水産省告示第208号)について、標準規格の性格を有するとして、取引の合理化を図る観点及び実需者に良質な製品を提供する観点から所要の見直しを行う。

#### 2 内容

異性化液糖は、清涼飲料、菓子類等の原材料として、一定の品質が期待されていることから、製造及び品質管理の実情、国際的な動向等を踏まえ、

- (1) 灰分を電気伝導率灰分に改める
- (2) 糖分の測定方法について、国際的な整合性を図る
- (3)「果糖含有率」及び「糖のうちの砂糖の割合」の測定方法を改める等の改正を行う。

# 異性化液糖及び砂糖混合異性化液糖について

# 1 規格の位置づけ

異性化液糖は、実需者から一定の品質が期待されており、取引の単純公正化、使用の合理化等に資するとの観点から標準が必要であり、異性化液糖及び砂糖混合異性化液糖の日本農林規格は「標準規格」として位置づけられる。

# 2 生産状況及び規格の利用実態

国内製造工場数	15工場(平成17年1月現在)
格付率(平成17年)	94.9%
・格付数量	1,077,873トン
• 生産数量	1, 135, 400トン
他法令等での引用	なし

<sup>(</sup>注)格付数量及び生産数量のデータは(財)日本穀物検定協会の資料による。

## 異性化液糖及び砂糖混合異性化液糖の日本農林規格の改正概要

# 1 規格の変更

### (1) 異性化液糖

#### (改正概要)

- ・ 「水分」の規定については、これまで、「糖分」を算定するために水分を測定していたが、今回の見直しにおいて「糖分」の測定方法を国際標準化機構が定める方法に変更することに伴い、水分の測定が不要となることから、削除する。
- ・ 「灰分」の規定については、測定値のバラツキが発生しやすいこと、測定に長時間 を要すること等の欠点があるため、異性化液糖の業界において品質指標として実用化 されている実態を踏まえ、「電気伝導率灰分」の規定に変更する。
- ・ 「水素イオン濃度」については、製造・品質管理技術の向上等に伴い、精製度が高く、従来よりやや高いpH域でも安定性のある異性化液糖が製造されるようになったことを踏まえ、JAS規格の上限値を「pH6.0以下」に変更する。

### (品質基準)

	改正案		現 行
[削る。]	[削る。]	<u>水分</u>	30%以下であること。
電気伝導	<u>0.05%</u> 以下であること。	灰分	<u>0.1%</u> 以下であること。
率灰分			
水素イオ	pH3.5以上 <u>6.0</u> 以下であ	水素イオ	pH3. 5以上 <u>5. 5</u> 以下である
ン濃度	ること。	ン濃度	こと。
着色度	0.20以下であること。	着色度	第5条に規定する着色度の測定
			において0.20以下であるこ
			と。
濁度	0. 15以下であること。	濁度	第5条に規定する濁度の測定に
			<u>おいて</u> 0.15以下であること。

# (2)砂糖混合異性化液糖

## (改正概要)

- ・ 「水分」の規定については、これまで、「糖分」を算定するために水分を測定していたが、今回の見直しにおいて「糖分」の測定方法を国際標準化機構が定める方法に変更することに伴い、水分の測定が不要となることから、削除する。
- ・ 「灰分」の規定については、測定値のバラツキが発生しやすいこと、測定に長時間 を要すること等の欠点があるため、異性化液糖の業界において品質指標として実用化 されている実態を踏まえ、「電気伝導率灰分」の規定に変更する。

## (品質基準)

	改正案	改 正 案 現 行	
[削る。]	[削る。]	<u>水分</u>	30%以上であること。
電気伝導	<u>0.05%</u> 以下であること。	灰分	<u>0.1%</u> 以下であること。
率灰分			
着色度	0.20以下であること。	着色度	第5条に規定する着色度の測定
			において0.20以下であるこ
			と。
濁度	0.15以下であること。	濁度	第5条に規定する濁度の測定に
			<u>おいて</u> 0.15以下であること。

# 2 測定方法の変更

#### (改正概要)

- ・ 「糖分」の測定方法については、異性化液糖業界の国内外における普及実態を踏ま え、国際標準化機構が定める糖分の測定方法(ISO 1743:1982)に変更する。
- ・ 「灰分」の規定を「電気伝導率灰分」に変更することに伴い、灰分の測定方法を削除し、電気伝導率灰分の測定方法を規定する。
- ・ 液体クロマトグラフによる「果糖含有率」の測定方法を高速液体クロマトグラフによる「果糖、ぶどう糖及び砂糖含有率」の測定方法に変更するとともに、測定する異性化液糖の糖組成によって選択が可能となるよう2種類の測定方法を規定する。

また、この測定方法の変更に伴い、「糖のうちの砂糖の割合」の測定方法を削除する。

・ 「果糖含有率」の測定方法を「果糖、ぶどう糖及び砂糖含有率」の測定方法に変更 することに伴い、「糖のうちのぶどう糖及び果糖以外の還元糖の割合」の算出に関す る規定内容を変更する。

### (測定方法)

改 正 案	現行
第5条 第3条及び前条の規格における糖分、	第5条 第3条及び前条の規格に
電気伝導率灰分、水素イオン濃度、着色度及	おける水分、糖分、灰分、水素
び濁度、第3条の規格における果糖含有率す	イオン濃度、着色度及び濁度、
びに糖のうちのぶどう糖及び果糖以外の還え	第3条の規格における果糖含有
糖の割合並びに前条の規格における糖のうち	率並びに糖のうちのぶどう糖及
の砂糖の割合の測定方法は、次のとおりとす	び果糖以外の還元糖の割合並び
<b>る。</b>	に前条の規格における糖のうち
	の砂糖の割合の測定方法は、次
	のとおりとする。
[削る。][削る。]	水分   試料約2gを、約7cm×
	1 2 cmの耐熱性ポリエチ
	レンフィルムの袋に量り
	取り、予備乾燥した後、
	試料を袋の内面に薄く広
	げ、温度90℃、圧力2.
	67kPaで、3.5時
	間本乾燥した後、ひよう
	量し、予備乾燥前の重量
	と本乾燥後の重量との差
	の試料重量に対する百分
	比を水分とする。
	#分 次の算式によつて算出し
	佐万   <u>次の昇式によりて昇山し</u>   た百分比を糖分とする。
<u> </u>	
屈折計を使用する。	100(%) - (水分

(%) +灰分(%))

- (2) 糖組成比の測定 カラム恒温槽及びデータ処理装 置が備えられている示差屈折率 検出器付き高速液体クロマトグ ラフを使用する。
- 2 試薬、器具等

試薬、器具等は、以下のものを使 用する。

- (1) ぶどう糖日本工業規格K8824 (1992) に規定する特級又はこれに準ずるもの
- (2) 果糖 純度99%以上のもの
- (3)しよ糖日本工業規格K8383 (1995)に規定する特級又はこれに準ずるもの
- (4) 麦芽糖一水和物 純度 9 8 %以 上のもの
- (5) 水 日本工業規格K8008 (1992) に規定するA2 以上のもの
- (6)化学分析用ガラス器具 日本工業規格R<br/>3503<br/>(199<br/>4)に規定するもの
- (7) ガラス製体積計日本工業規格R3505(1)994)に規定するクラスA又はこれ以上のも
- 1 (8) メンブランフィルター 孔径が 0.45 μm又は これより 小さいも のであっ て、各溶

<u>液のろ過</u> <u>に適した</u> <u>もの</u>

3 屈折率の測定

試料中の気泡が測定に影響を及ぼ す場合には、遠心分離を行う。測定 は、20~40℃の一定温度で3回 行い、その平均値を求める。

- 4 糖組成比の測定
  - (1) 混合標準液の調製

<u>60℃±2℃、3kPa(23</u> mmHg)以下で3時間乾燥させ た果糖、ぶどう糖、しよ糖、麦芽 糖一水和物等を水で溶解し、糖分 が10%程度、組成比が試料と近 くなるように調製する。

(2) 試験液の調製

試料を水で溶解して糖分が10 %程度となるように調製し、その 一部をメンブランフィルターでろ 過したろ液を試験液とする。

(3) 高速液体クロマトグラフの条件 ア 分析カラム 内径 7.8~8.

0 mm、長さ300~500mmのステンレス管に陽イオン交換樹脂を充てんしたもの

イ 保護カラム 使用する場合には、分析カラムと同じ樹脂を充てんしたもの

<u>ウ カラム温度 20℃以上の一</u> 定温度

 工 移 動 相 水

 才 流 速 0.5~1mL

<u>ェ 0.5~1mL</u> /分

<u>力 注 入 量 5~10μL</u>

(4) ピーク面積の計算

<u>各糖のピーク面積をデータ処理</u> <u>装置を使用して求める。</u>

### (5) 糖組成比の計算

次式により試験液中の糖分に占 める各糖の百分率 (Cx)を求め る。

 $Cx = Rx \times (試験液のクロマ$ トグラムの各糖のピークの面積百分率)

なお、Rxは各糖の補正係数で、 次式により求める。ただし、しよ 糖、麦芽糖及びマルトトリオース 以外の多糖類の補正係数は1と し、麦芽糖一水和物の補正係数は 麦芽糖の補正係数に換算するこ と。

Rx=(混合標準液の各糖の重量 百分率/混合標準液のクロマトグ ラムの各糖のピークの面積百分 率)

## 5 糖分の求め方

3及び4で求めた値に基づき、国際標準化機構が定める糖分の測定方法(ISO1743:1982)により、糖分(%)を求める。この場合において、硫酸灰分量は、電気伝導率灰分の基準値(0.05%)とする。

# <u>電気電</u> <u>導率灰</u> 分

### 1 装置

電気伝導率計を使用する。

2 試薬、器具等

糖分の測定方法における試薬、器具等と同じ。\_\_\_

3 電気伝導率の測定

糖分量が $31.3g\pm0.4g$ となるように試料を量り取り、水で溶解して100 m L に定容したものを試験液とし、20 C における試験液と水の電気伝導率 (mS/m) を測定する。

4 電気伝導率灰分の計算

3で測定した値に基づき、次式に

灰分

試料約20gを、直径約9㎝の磁製蒸発皿に量り取り、炭化した後、電気マッフル炉において約550℃で加熱して灰化させ、室温まで冷却した後、ひよう量し、冷却後の重量の試料重量に対する百分比を灰分とする。

より電気伝導率灰分を算出する。 電気伝導率灰分(%) =  $6 \times 10^{-1}$ <sup>4</sup>×(試験液の電気伝導率(mS/ m) ×10-<u>0.35×水の電気伝</u> 導率 (m S / m) × 1 0) 果糖、 アミノカラム法又は陽イオン交換樹 果糖含有 1 試験溶液の調整 ぶどう 脂充てんカラム法(試料にしよ糖を含 試料を糖重量が約1 糖及び まない場合に限る。)により測定する。 0gとなるように精密 【アミノカラム法による場合】 に量り、水に溶解して 砂糖含 1 装置 有率 100㎖に定容とし、 試験溶液とする。 カラム恒温槽及びデータ処理装置 が備えられている示差屈折率検出器 2 標準溶液の調整 付き高速液体クロマトグラフを使用 良く乾燥した果糖 \_(60℃、3時間減圧 <u>する。</u> 2 試薬 乾燥)及びぶどう糖(1 アセトニトリルは高速液体クロマ 05℃、3時間減圧乾 トグラフ用のものを、<u>エタノールは</u> 燥)を試料の糖組成と なるように精密に量 日本工業規格K8101(2006) に規定する特級又はこれに準ずるも る。これを混合し、水 のを使用する。 に溶解して100mlに 3 混合標準液の調製 定容とし、標準溶液と  $60\%\pm2\%$ , 3 k P a (2 3 m する。 mHg)以下で3時間乾燥させた果 3 液体クロマトグラフ 糖、ぶどう糖及びしよ糖を50(v の条件 / v ) %のエタノールで溶解し、各 (1) 検出器 示差屈折 糖の濃度が0.03~5 (w/v) 計 %の範囲内で、各糖ごとに5種類の (2) カラム 内径 8 ㎜、 濃度の混合標準溶液を調製する。 長さ300 4 試験液の調製 mmのステン 試料約6gを正確に量り取り、5 レス管に陽 0(v/v)%エタノールで溶解し、 イオン交換 100mLに定容する。その溶液の 樹脂を充填 一部をメンブランフィルターでろ過 したもの又 し、ろ液を試験液とする。 はこれと同 5 高速液体クロマトグラフの条件 等以上の分 (1) 分析カラム 内径4.6 mm、 離能力を有 長さ250mmのス するもの テンレス管にポリビ (3) カラムの温度 ニルアルコールゲル 50℃付 にペンタエチレンへ 近の一定温 キサミンを化学結合したものを充てんしたもの又はこれと同等の分離能力を有するもの

- (2) 保護カラム 使用する場合には、<br/>分析カラムと同じ充<br/>てん剤を充てんした<br/>もの
- (3) カラム温度 20℃以上の一定 温度
- (4) 移動相約75(v/v) %のアセトニトリル
- (5) 流 速 1 m L / 分程度
- (6) 注 入 量 5~10μL (試 <u>験液及び混合標準液</u> <u>の注入量は同量とす</u> る)
- 6 検量線の作成

混合標準液の各糖のピーク面積を データ処理装置により求め、各糖の 濃度とピーク面積から原点を含めな い1次関数の検量線を作成する。こ の場合において、試験液の各糖の濃 度は、検量線の内挿点とする。

7 試料中の各糖の濃度の計算

データ処理装置により求めた試験 液の各糖のピーク面積をそれぞれの 検量線に代入して、試験液中の各糖 の濃度を求め、次式により試料中の 各糖の濃度を算出する。

<u>試料中の各糖の濃度(%) = A ×</u> 100/B

- (注) Aは検量線から求めた試験液中の各糖の濃度((W/V)%)とし、Bは試料の採取量
- 8 各糖の含有率の計算

6で求めた値から試料中の果糖、 ぶどう糖及びしよ糖の重量を算出 し、試料中の糖の重量に対する各糖 の重量の百分比を各糖の含有率とす る。 度

- (4) 移動相 水
- (5) 流量ぶどう糖標準品の保持時間が約10分となるように調整する。
- 4 試験溶液及び標準溶液 5~20μ1を液体 クロマトグラフに注入 し、各糖のピーク面積 をインテグレーターで 求め、各糖の含有量を 絶対検量線法で算出する。
- 5 4 で求めた値により、試料中の果糖量の 試料中の糖重量に対する百分比を果糖含有率 とする。

【陽イオン交換樹脂充てんカラム法に よる場合】

# 1 装置

カラム恒温槽及びデータ処理装置 が備えられている示差屈折率検出器 付き高速液体クロマトグラフを使用 する。

# 2 混合標準液の調製

<u>60℃±2℃、3kPa(23mmHg)以下で3時間乾燥させた果糖及びぶどう糖を水で溶解し、各糖の濃度が0.03~5(w/v)%の範囲内で、各糖ごとに5種類の濃度の混合標準液を調製する。</u>

3 試験液の調製

試料約6gを正確に量り取り、水で溶解して100mLに定容する。 その溶液の一部をメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試験液とする。

- 4 高速液体クロマトグラフの条件
  - (1) 分析カラム 内径7.8~8.0 mm、長さ300~500mmのステンレス管に陽イオン交換樹脂を充てんしたもの
  - (2) 保護カラム 使用する場合には、 <u>分析カラムと同じ樹</u> 脂を充てんしたもの
  - (3) カラム温度 20℃以上の一定 温度
  - (4) 移動相水
  - (5) 流 速 0.5~1mL/ 分
  - (6) 注 入 量 5~10μL(試 <u>験液及び混合標準液</u> の注入量は同量とす る)
- 5 検量線の作成、試料中の各糖の濃度の計算及び各糖の含有率の計算は、アミノカラム法による場合に準

	じて行う。		
糖のう	果糖、ぶどう糖及び砂糖含有率の項で	糖のうち	果糖含有率の項で求めた
ちのぶ	求めた値に基づき、次式により糖のう	のぶどう	値により、試料中のぶど
どう糖	ちのぶどう糖及び果糖以外の還元糖の	糖及び果	う糖量の試料中の糖重量
及び果	割合を算出する。	糖以外の	に対する百分比でぶどう
糖以外	<u>糖のうちのぶどう糖及び果糖以外の</u>	還元糖の	糖含有率を求め、次の式
の還元	還元糖の割合(%)	割合	によつて算出した百分比
糖の割	=100(%)—(果糖含有率		を糖のうちのぶどう糖及
合	(%) +ぶどう糖含有率 (%))		び果糖以外の還元糖の割
			合とする。
			100(%) - (果糖
			含有率 (%) +ぶどう
Estat T	Estat en 3	ا ح ماسان	糖含有率 (%))
[削る。]	[削る。]	糖のうち	
		<u>の砂糖の</u>	
		<u>割合</u>	インベルターゼ(力
			<u>価150U/mgのも</u>
			<u>の)40mgを秤量し、</u> 水3mlに溶解する。
			<u>水 3 鼠に俗牌する。</u>   2   試験溶液 2 ~ 5 配に
			インベルターゼ試薬
			$\frac{\sqrt{7}}{0.2}$ 2 ~ 0.5 ml を加
			<u>0.2 0.0mを加</u>   えて、水で10mkに定
			<u> </u>
			間振とう後、煮沸液中
			に5分間浸漬し反応を
			止める。加水分解した
			溶液を冷却後ろ過し、
			その溶液 5~20 µ 1
			を液体クロマトグラフ
			に注入し、加水分解後
			<u>のぶどう糖量を測定す</u>
			<u>る。また、インベルタ</u>
			<u>ーゼ試薬を加えないも</u>
			<u>のについて同様に試験</u>
			を行い、加水分解前の
			ぶどう糖量とする。
			3 加水分解後のぶどう
			糖量の加水分解前のぶ
			どう糖量に対する増量
			に1.90を乗じて得
			た試料中のしょ糖量の

	試料中の糖重量に対す
	る百分比を糖のうちの
	砂糖の割合とする。

改 正 案 現 行

異性化液糖及び砂糖混合異性化液糖の日本農林規格

第1条・第2条 (略)

(異性化液糖の規格)

第3条 異性化液糖の規格は、次のとおりとする。

区	分	基	準
品	[削る。]	[削る。]	
	(略)	(略)	
質	電気伝導率灰	0.05%以下であること。	
	<u>分</u>		
	(略)	(略)	
	水素イオン濃	pH3. 5以上 <u>6. 0</u> 以下であること。	
	度		
	着色度	0.20以下であること。	
	濁度	0. 15以下であること。	
	(略)	(略)	
(略)		(略)	

(砂糖混合異性化液糖の規格)

第4条 砂糖混合異性化液糖の規格は、次のとおりとする。

·> PH ·· - H > (1-1-	,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,	
分	基	準
[削る。]	[削る。]	
(略)	(略)	
電気伝導率灰	0.05%以下であること。	
<u>分</u>		
(略)	(略)	
着色度	0.20以下であること。	
濁度	0.15以下であること。	
(略)	(略)	
(略)	(略)	
	分 [削る。] (略) 電気伝導率灰 分 (略) 着色度 濁度 (略)	[削る。]     (略)       電気伝導率灰分     0.05%以下であること。       (略)     (略)       着色度     0.20以下であること。       濁度     0.15以下であること。       (略)     (略)

異性化液糖及び砂糖混合異性化液糖の日本農林規格

第1条・第2条 (略)

(異性化液糖の規格)

第3条 異性化液糖の規格は、次のとおりとする。

		けな、ひりとわりとりる。	
区	分	基準	1
品	<u>水分</u>	<u>30%以下であること。</u>	
	(略)	(略)	
質	灰分	<u>0.1%</u> 以下であること。	
	(略)	(略)	
	水素イオン濃	pH3. 5以上 <u>5. 5</u> 以下であること。	
	度		
	着色度	第5条に規定する着色度の測定において0.20以下であ	ること。
	濁度	第5条に規定する濁度の測定において0.15以下である	こと。
	(略)	(略)	
(略)	(略)	(略)	

(砂糖混合異性化液糖の規格)

第4条 砂糖混合異性化液糖の規格は 次のとおりとする

月4余 1	沙槽低音英性化	(を) とう とう る。	
区	分	基	準
品	水分	30%以上であること。	
	(略)	(略)	
質			
	灰分	<u>0.1%</u> 以下であること。	
	(略)	(略)	
	着色度	第5条に規定する着色度の測定において0.20	以下であること。
	濁度	第5条に規定する濁度の測定において0.15以	下であること。
	(略)	(略)	
(略)	(略)	(略)	

(測定方法)

、第3条の規格における果糖含有率並びに糖のうちのぶどう糖及び果糖以外の還元糖の割合並び に前冬の規格における糖のうちの砂糖の割合の測定方法は 次のとおりとする。

事 項	測 定 方 法
[削る。]	[削る。]
糖分	1 装置
	(1) 屈折率の測定
	屈折計を使用する。
	(2) 糖組成比の測定
	カラム恒温槽及びデータ処理装置が備えられている示差屈折率検
	出器付き高速液体クロマトグラフを使用する。
	2 試薬、器具等
	試薬、器具等は、以下のものを使用する。
	(1) ぶどう糖 日本工業規格K8824 (1992) に規定する特級
	又はそれに準ずるもの
	(2) 果糖 純度99%以上のもの
	(3) しよ糖 日本工業規格 K 8 3 8 3 (1995) に規定する特級又
	はこれに準ずるもの
	(4) 麦芽糖一水和物 純度 98%以上のもの、水は、日本工業規格
	K8008 (1992) に規定するA2以上のも
	<u>Ø</u>
	(5) 化学分析用ガラス器具 日本工業規格R3503(1994)に
	規定するもの、ガラス製体積計は、日本工
	<u>業</u> 規格R3505 (1994) に規定する
	<u>クラスA又はこれ以上のもの</u>
	(6) メンブランフィルター 孔径が 0.45 μm又はこれより小さい
	<u>ものであって、各溶液のろ過に適したもの</u>
	3 屈折率の測定
	試料中の気泡が測定に影響を及ぼす場合には、遠心分離を行う。測
	定は、20~40℃の一定温度で3回行い、その平均値を求める。
	4 糖組成比の測定
	(1) 混合標準液の調製
	<u>60℃±2℃、3kPa(23mmHg)以下で3時間乾燥させ</u>
	た果糖、ぶどう糖、しよ糖、麦芽糖一水和物等を水で溶解し、糖分

(測定方法)

第5条 第3条及び前条の規格における糖分、<u>電気伝導率灰分</u>、水素イオン濃度、着色度及び濁度 第5条 第3条及び前条の規格における<u>水分、</u>糖分、<u>灰分</u>、水素イオン濃度、着色度及び濁度、第3 条の規格における果糖含有率並びに糖のうちのぶどう糖及び果糖以外の還元糖の割合並びに前条の 規格における糖のうちの砂糖の割合の測定方法は 次のとおりとする。

規格における糖のうち	の砂糖の割合の測定方法は、	次のとおりとす	<u> వం</u>
事 項	測	定	方 法
<u>水分</u>	試料約2gを、約7cm×1	2 cmの耐熱性ポ	リエチレンフィルムの袋に量
	り取り、予備乾燥した後、	試料を袋の内面	に薄く広げ、温度90℃、圧
	<u>力2.67kPaで、3.</u>	5時間本乾燥し	た後、ひよう量し、予備乾燥
	前の重量と本乾燥後の重量	との差の試料重	量に対する百分比を水分とす
	<u>る。</u>		
糖分	次の算式によつて算出した	百分比を糖分と	<u>する。</u>
	100(%)-(水分(	[%) +灰分(%]	) )
	ĺ		

が10%程度となるように、組成比が試料と近くなるように調製す る。 (2) 試験液の調製 試料を水で溶解して糖分が10%程度となるように調製し、その 一部をメンブランフィルターでろ過したろ液を試験液とする。 (3) 高速液体クロマトグラフの条件 ア 分析カラム 内径7.8~8.0mm、長さ300~500m mのステンレス管に陽イオン交換樹脂を充てんした もの イ 保護カラム 使用する場合には、分析カラムと同じ樹脂を充て んしたもの ウ カラム温度 20℃以上の一定温度 工移動相水 オ 流 速 0.5~1mL/分 カ 注 入 量 5~10 μL (4) ピーク面積の計算 各糖のピーク面積をデータ処理装置を使用して求める。 (5) 糖組成比の計算 次式により試験液中の糖分に占める各糖の百分率(Cx)を求め る。 Cx=Rx×(試験液のクロマトグラムの各糖のピークの面積百分 率) なお、Rxは各糖の補正係数で、次式により求める。ただし、し よ糖、麦芽糖及びマルトトリオース以外の多糖類の補正係数は1と し、麦芽糖一水和物の補正係数は麦芽糖の補正係数に換算すること Rx=(混合標準液の各糖の重量百分率/混合標準液のクロマトグ ラムの各糖のピークの面積百分率) 5 糖分の求め方 3及び4で求めた値に基づき国際標準化機構が定める糖分の測定方 法(ISO1743:1982)により、糖分(%)を求める。この 場合において、硫酸灰分量は、電気伝導率灰分の基準値(0.05% )とする。 電気伝導率灰分 1 装置 灰分 試料約20gを、直径約9cmの磁製蒸発皿に量り取り、炭化した後、電 気マッフル炉において約550℃で加熱して灰化させ、室温まで冷却し 電気伝導率計を使用する。 2 試薬、器具等 た後、ひよう量し、冷却後の重量の試料重量に対する百分比を灰分とす 糖分の測定方法における試薬、器具等と同じ。 る。 3 電気伝導率の測定 糖分量が31.3g±0.4gとなるように試料を量り取り、水で 溶解して100mLに定容したものを試験液とし、20℃における試

験液と水の電気伝導率(mS/m)を測定する。 4 電気伝導率灰分の計算 3で測定した値に基づき次式により電気伝導率灰分を算出する。 電気伝導率灰分 (%) =  $6 \times 10^{-4} \times$  (試験液の電気伝導率 (mS /m) × 1 0 - 0. 3 5 × 水の電気伝導率 (m S / m) × 1 0) 果糖、ぶどう糖及び アミノカラム法又は陽イオン交換樹脂充てんカラム法(試料にしよ糖を 果糖含有率 1 試験溶液の調整 砂糖含有率 含まない場合に限る。) により測定する。 試料を糖重量が約10gとなるように精密に量り、水に溶解して1 【アミノカラム法による場合】 00 mに定容とし、試験溶液とする。 1 装置 2 標準溶液の調整 カラム恒温槽及びデータ処理装置が備えられている示差屈折率検出 良く乾燥した果糖(60℃、3時間減圧乾燥)及びぶどう糖(10 器付き高速液体クロマトグラフを使用する。 5℃、3時間減圧乾燥)を試料の糖組成となるように精密に量る。こ 2 試薬 れを混合し、水に溶解して100mlに定容とし、標準溶液とする。 アセトニトリルは高速液体クロマトグラフ用のものを、エタノール 3 液体クロマトグラフの条件 は日本工業規格K8101(2006)に規定する特級又はこれに準 示差屈折計 (1) 検出器 ずるものを使用する。 (2) カラム 内径8㎜、長さ300㎜のステンレス管に陽イオ ン交換樹脂を充填したもの又はこれと同等以上の分 3 混合標準液の調製 60℃±2℃、3kPa (23mmHg) 以下で3時間乾燥させた 離能力を有するもの 果糖、ぶどう糖及びしょ糖を50 (v/v)%のエタノールで溶解し (3) カラムの温度 50℃付近の一定温度 、各糖の濃度が 0. 03~5 (w/v) %の範囲内で、各糖ごとに5 (4) 移動相 種類の濃度の混合標準溶液を調製する。 (5) 流量 ぶどう糖標準品の保持時間が約10分となるよう に調整する。 4 試験液の調製 4 試験溶液及び標準溶液 5~20 μ 1を液体クロマトグラフに注入し 試料約6gを正確に量り取り、50(v/v)%のエタノールで溶 、各糖のピーク面積をインテグレーターで求め、各糖の含有量を絶対 解し、100mLに定容する。その溶液の一部をメンブランフィルタ 検量線法で算出する。 5 4で求めた値により、試料中の果糖量の試料中の糖重量に対する百 ーでろ過し、ろ液を試験液とする。 5 高速液体クロマトグラフの条件 分比を果糖含有率とする。 (1) 分析カラム 内径 4.6 mm、長さ 250 mmのステンレス管に ポリビニルアルコールゲルにペンタエチレンヘキサミ ンを化学結合したものを充てんしたもの又はこれと同 等の分離能力を有するもの (2) 保護カラム 使用する場合には、分析カラムと同じ充てん剤を充 てんしたもの (3) カラム温度 20℃以上の一定温度 (4) 移動 相 約75 (v/v) %のアセトニトリル (5) 流 速 1 m L / 分程度 (6) 注 入 量 5~10 μL (試験液及び混合標準液の注入量は同 量とする) 6 検量線の作成 混合標準液の各糖のピーク面積をデータ処理装置により求め、各糖

の濃度とピーク面積から原点を含めない1次関数の検量線を作成する 。この場合において、試験液の各糖の濃度は、検量線の内挿点とする

#### 7 試料中の各糖の濃度の計算

データ処理装置により求めた試験液の各糖のピーク面積をそれぞれ の検量線に代入して、試験液中の各糖の濃度を求め、次式により試料 中の各糖の濃度を算出する。

試料中の各糖の濃度(%) = A×100/B

- (注) Aは検量線から求めた試験液中の各糖の濃度((W/V)%)とし、Bは試料の採取量
- 8 各糖の含有率の計算

6 で求めた値から試料中の果糖、ぶどう糖及びしよ糖の重量を算出し、試料中の糖の重量に対する各糖の重量の百分比を各糖の含有率とする。

#### 【陽イオン交換樹脂充てんカラム法による場合】

#### 1 装置

カラム恒温槽及びデータ処理装置が備えられている示差屈折率検出 器付き高速液体クロマトグラフを使用する。

#### 2 混合標準液の調製

<u>60℃±2℃、3kPa(23mmHg)以下で3時間乾燥させた</u> 果糖及びぶどう糖を水で溶解し、各糖の濃度が0.03~5(w/v)%の範囲内で、各糖ごとに5種類の濃度の混合標準液を調製する。

#### 3 試験液の調製

試料約6gを正確に量り取り、水で溶解して100mLに定容する。その溶液の一部をメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試験液とする。

- 4 高速液体クロマトグラフの条件
- (1) 分析カラム 内径 7. 8~8. 0 mm、長さ300~500 mm のステンレス管に陽イオン交換樹脂を充てんしたもの
- (2) 保護カラム 使用する場合には、分析カラムと同じ樹脂を充てんしたもの
- (3) カラム温度 20℃以上の一定温度
- (4) 移動相水
- (5) 流 速 0.5~1mL/分
- (6) 注 入 量  $5\sim10~\mu$  L (試験液及び混合標準液の注入量は同量とする)
- 5 検量線の作成、試料中の各糖の濃度の計算及び各糖の含有率の計算 は、アミノカラム法による場合に準じて行う。

糖のうちのぶどう糖 及び果糖以外の還元 糖の割合	果糖、ぶどう糖及び砂糖含有率の項で求めた値に基づき、次式により糖   のうちのぶどう糖及び果糖以外の還元糖の割合を算出する。   糖のうちのぶどう糖及び果糖以外の還元糖の割合(%)   = 100(%) - (果糖含有率(%) + ぶどう糖含有率(%))
[削る。]	<u>- 100 (76) (未得百有平 (76) )</u> [削る。]
(略)	( ) ( ) ( ) ( ) ( ) ( ) ( ) ( ) ( ) ( )

■ 糖のうちのぶどう糖及	果糖含有率の項で求めた値により、試料中のぶどう糖量の試料中の糖重
び果糖以外の還元糖の	量に対する百分比でぶどう糖含有率を求め、次の式によって算出した百
割合	分比を糖のうちのぶどう糖及び果糖以外の還元糖の割合とする。
糖のうちの砂糖の割合	1 インベルターゼ試薬の調整方法
	インベルターゼ (力価150U/mgのもの) 40mgを秤量し、水3
	<u>me</u> に 溶解する。_
	2 試験溶液2~5mlにインベルターゼ試薬0.2~0.5mlを加えて
	、水で10㎖に定容とし、37℃で1時間振とう後、煮沸液中に5分
	間浸漬し反応を止める。加水分解した溶液を冷却後ろ過し、その溶液
	<u>5~20μ1を液体クロマトグラフに注入し、加水分解後のぶどう糖</u>
	量を測定する。
	<u>また、インベルターゼ試薬を加えないものについて同様に試験を行</u>
	い、加水分解前のぶどう糖量とする。
	3 加水分解後のぶどう糖量の加水分解前のぶどう糖量に対する増量に
	1.90を乗じて得た試料中のしよ糖量の試料中の糖重量に対する百
(m/r)	<u>分比を糖のうちの砂糖の割合とする。</u>
(略)	(略)