

ポータブルFT-IR [Nicolet iS5]を 用いた食品異物分析

—目視で発見される異物をATR法で迅速・簡単に分析する—

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

キーワード

食品異物、FT-IR、ATR、多成分同時検索

はじめに

食品への異物混入は、食品営業事業者にとって消費者の信頼を失い経済的な損失をもたらす可能性があります。そのため、混入防止措置をとり、消費者からクレームがあった場合には迅速に疑いのある物質を特定する必要があります。実際に異物として混入するものとしては、樹脂、繊維、毛髪、ゴム、金属などいろいろな物質があり、異物の大きさや形状によって最適な分析手法を選択する必要があります。図1に食品異物の一般的な分析手法と流れの例を示します。一般的に食品分野で問題となる目視で発見される100 μm 程度の大きさの異物であれば、FT-IRの一回反射ATR法によって非常に簡単に分析することができます。

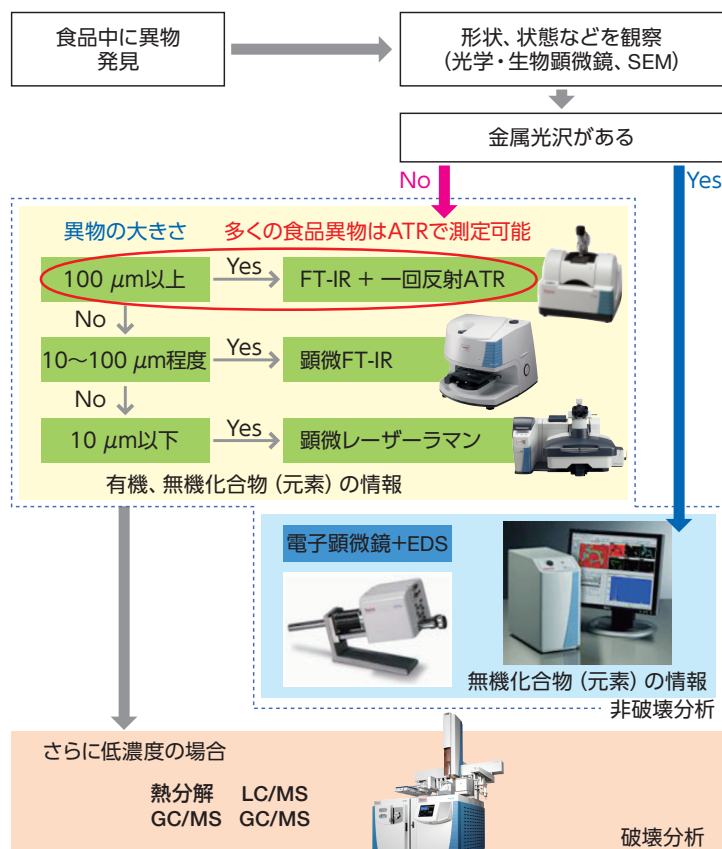


図1: 食品異物の一般的な分析手法と流れ

ポータブルFT-IR [Nicolet iS5]



図2: Nicolet iS5 FT-IR

特徴

- ライブラリ検索による高い識別能力
- 簡単な操作
- 高い再現性
- 現場に持ち込んで分析が可能
- ハイスループット
- 分析コストの低減
- 分析時間が短い(数秒~)
- 測定波数領域: 7,800 – 350 cm^{-1}
- 最高分解能: 0.8 cm^{-1}
- 重量: 10 kg

Thermo Scientific™ Nicolet™ iS™5 FT-IRはノートPCと同程度の面積で、軽量のFT-IRです。持ち運び可能で、小さなスペースでも安定して使用できます。マグネシウム合金ボディで堅牢なため、どんな場所でも使うことができます。また、セルフチェック機能やシンプルなオペレーションのため、初心者の方にも使い易くなっています。

一回反射型ATR

ATR法は、全反射の際に試料表面に発生するしみ出し光（エバネッセント波）を使ってスペクトルを得る方法です。図3にATR法の模式図を示します。ATR法は試料の形状によらず分析が可能であることや、測定部位をクリスタルに密着させるだけの簡単な操作のため、熟練者でなくても良好なスペクトルを安定して得られることから、現在もっとも利用率の高い分析手法となっています。

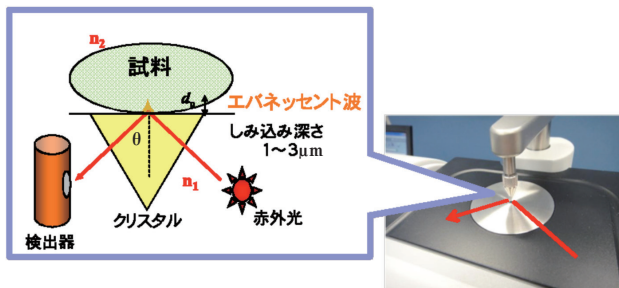


図3: ATRの模式図



図4: 一回反射型ATR iD5

今回測定に使用した一回反射型ATRアクセサリ iD5は、ハイスループット光学系を採用しています。プレッシャーデバイスにスリックラッチが付いているため、試料を一定圧力でクリスタルに接触させることができます。クリスタルは着脱式のプレートで、ダイヤモンド、Ge、ZnSeが選択可能です。

多成分同時検索ソフトウェア OMNIC Specta



従来、赤外スペクトルのライブラリ検索では混合物を検索することはできませんでした。混合物を検索する場合には、まず一致度の高い領域を確認し差スペクトルを計算し、その後また領域を指定して検索を繰り返す、というような数多くの工程があり、スペクトルの帰属や試料の知識など経験が必要でした。しかし、新しく開発された Thermo Scientific™ OMNIC™ Specta™ の多成分同時検索機能を用いると、従来の工程をソフトが自動で行うため未知物質の混合物の構成成分を1度のライブラリ検索で把握することができます。また、割合も求めるため半定量的な利用もできます。さらにPC内のスペクトルデータを自動で読み出し、必要なスペクトルを即



時に呼び出すことが可能です。測定したスペクトルをユーザーライブラリとして簡単に登録することもできます。

食品異物分析事例

ポータブルFT-IR [Nicolet iS5 FT-IR] と一回反射型ATRアクセサリ [iD5] (ダイヤモンドクリスタル) を組み合わせた食品異物の分析事例をいくつか紹介します。異物が混合物の場合には、多成分同時検索ソフト OMNIC Specta を使って解析を行いました。

分析例1: お菓子表面に付着したシート状異物

お菓子の表面に透明のシート状の異物が付着していました(図5)。この異物をサンプリングし、水で洗浄して両面をATR測定しました。

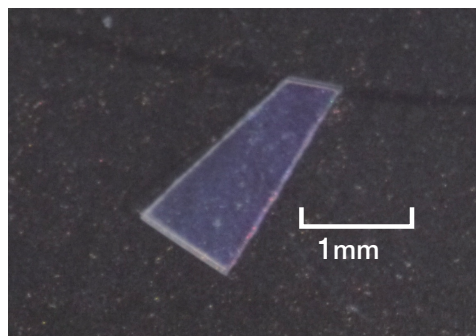


図5: お菓子表面に付着していたシート状異物

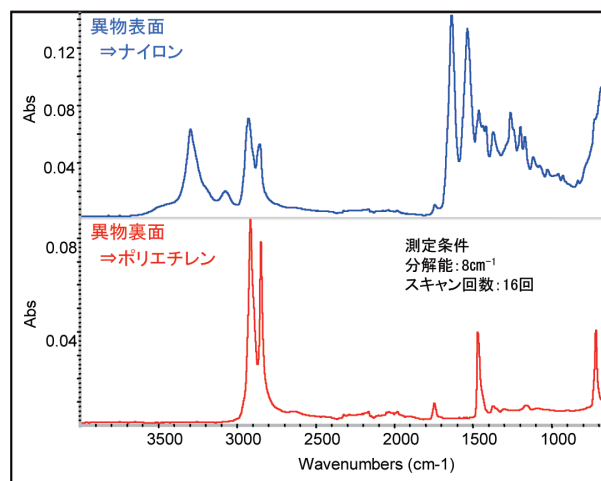


図6: 異物の表面と裏面のスペクトル

異物表面と裏面をそれぞれATR測定した結果を図6に示します。スペクトルをライブラリ検索した結果、異物表面はナイロンで、裏面はポリエチレンであることが分かりました。その結果、異物は個別包装に使用された外側はナイロン、内側はポリエチレンのヒートシール包装材料であることが分かりました。

分析例2: ワイン中の浮遊物

ワインのボトル中に浮遊物が確認されました(図7)。結晶のような物質でコルクにも付着していました。析出物をフィルターを通過でサンプリングをし、ATR測定を行いました。

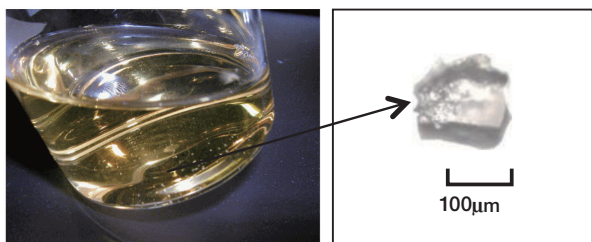


図7: ワイン中の浮遊物

分析例3: ヨーグルトに混入した繊維状異物

ヨーグルトに繊維状の異物が混入していました(図10)。サンプリングし、水で洗浄してATR測定を行いました。

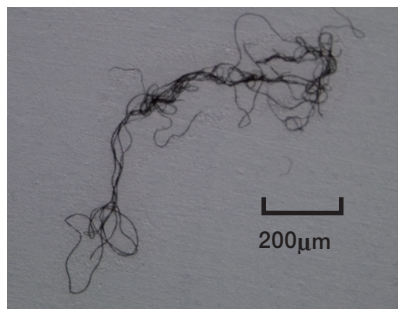


図10: ヨーグルトに混入した繊維状異物

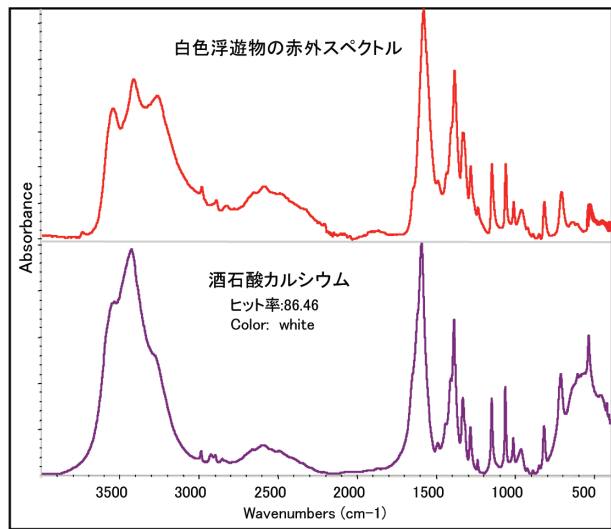


図8: 浮遊物のライブラリ検索結果

図8に浮遊物のライブラリ検索結果を示します。浮遊物は酒石酸塩で、外部から混入したものではなく、リースリングワインの自然析出物であることが分かりました。図9に酒石酸金属塩の赤外スペクトルを示します。

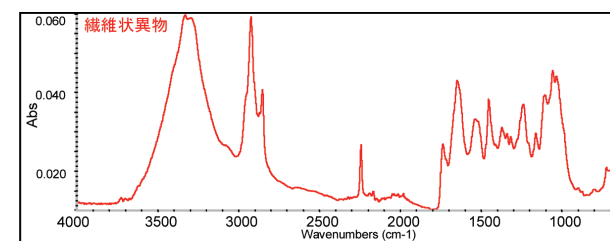


図11: 繊維状異物のスペクトル

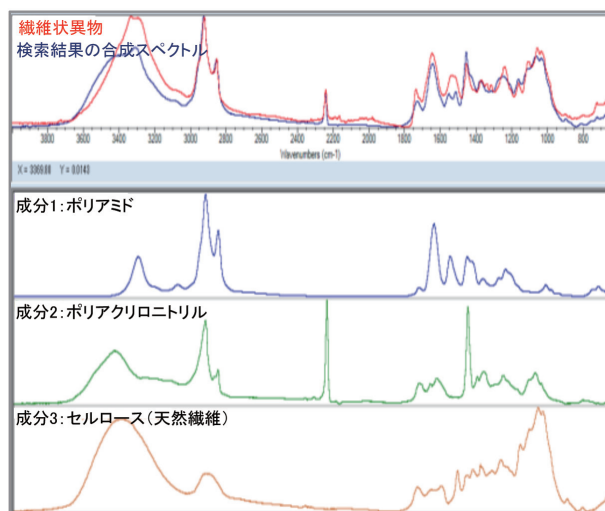


図12: OMNIC Spectraによる繊維状異物の定性結果

図11に、繊維状異物のスペクトルを示します。通常のライブラリ検索の単一の検索結果では、一致するスペクトルが得られませんでした。このことから異物は混合物であることが予想されたので、OMNIC Spectraを用いて3成分で「多成分サーチ」を行いました。その結果を図12に示します。「多成分サーチ」の結果、繊維状異物はポリアミド、ポリアクリロニトリル、セルロースを組み合わせた合成繊維であることが分かりました。

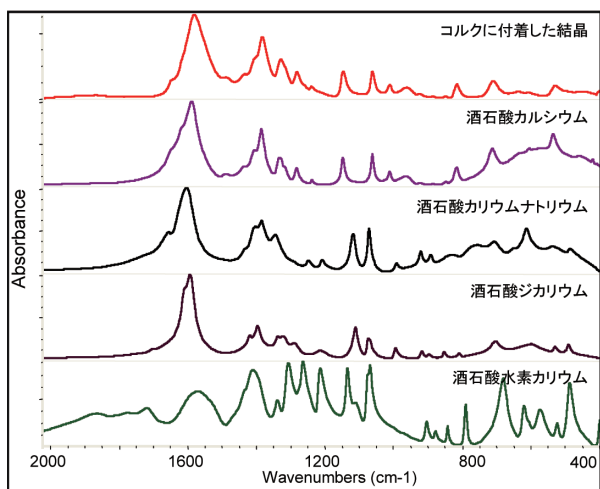


図9: 酒石酸金属塩の赤外スペクトル

分析例4: 飲料中の固形異物

飲料中に黄白色の異物が混入していました (図13)。フィルターを使用してサンプリングし、水で洗浄してATR測定を行いました。

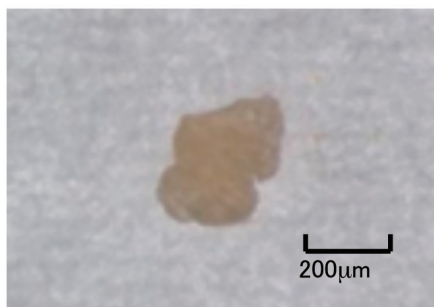


図13: 飲料中の黄白色固形異物

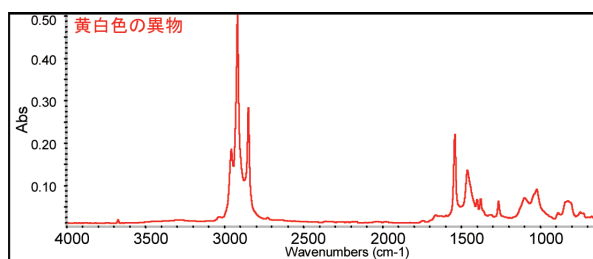


図14: 黄白色異物のスペクトル

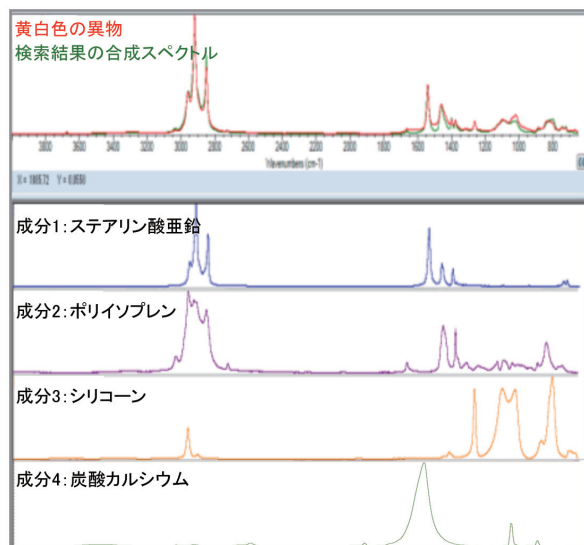


図15: OMNIC Spectraによる黄白色異物の定性結果

図14に、繊維状異物のスペクトルを示します。通常のライブラリ検索の単一の検索結果では一致するスペクトルが得られなかったため、OMNIC Spectraを用いて4成分で「多成分サーチ」を行いました。その結果を図15に示します。「多成分サーチ」の結果、黄白色異物はステアリン酸亜鉛、ポリイソプレン、シリコン、炭酸カルシウムの混合物と判明し、輪ゴムであることが分かりました。

まとめ

ポータブルFT-IR「Nicolet iS5 FT-IR」と一回反射型ATR「iD5」を使用すると、多くの食品異物を簡単に迅速に分析することができます。さらに多成分同時検索ソフト「OMNIC Spectra」を使用すると、混合物のスペクトル解釈において、時間短縮はもちろん、簡単な操作で定性精度を向上させることができます。

©2013 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved.

- ここに記載されている会社名、製品名は各社の登録商標または商標です。
- ここに記載の内容は、改善のために予告なく変更することがあります。
- ここに記載されている製品は研究用機器であり、医療機器ではありません。

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社
分析機器に関するお問い合わせはこちら

☎ 0120-753-670 FAX 0120-753-671

〒221-0022 横浜市神奈川区守屋町3-9 C棟

〒532-0011 大阪市淀川区西中島6-3-14 DNX新大阪ビル

E-mail: analyze.jp@thermofisher.com

www.thermoscientific.jp

E1306

Thermo
SCIENTIFIC

Part of Thermo Fisher Scientific