

顕微FT-IRによる費用効果の高い食品品質分析

要約

食品と飲料における品質および安全性を保証するには、継続的なモニタリングが不可欠です。食品生産プロセスにおいて予期せぬ成分を同定し、それが除去に必要な汚染物質か、許容される副産物かを判断することはきわめて重要です。顕微FT-IRは微粒子や油滴などの微量物質を同定するための強力な手法です。下限値をおよそ25 μm に設定すれば、大半の分析で目視可能な異物をとらえることができます。ここでは、操作がシンプルな顕微FT-IRおよびATRサンプリングを使用した、液体ろ過に関する分析と食品の粒子状残留物を検査した分析の二つをご紹介します。

はじめに

食品飲料業界では、直接的に消費されるもの、または後の加工処理で使用される成分として大量の材料が加工されます。たとえば1台の牛乳運搬トラックは、積載ごとに液体牛乳を約36,000 L運搬することが可能であり、小規模な乳製品工場であっても毎日数台のトラック配送を受け入れています。どのような種類の食品加工でも、製品は容器、インペラー、配管、シール、潤滑剤と接触することになります。

黒い薄片は、焦げた食材や他の汚染物質に起因する場合があります。このような変化を同定し分離することは、食品業者が行う安全確保にとって非常に重要です。

現在の加工工場は、食品と接触する表面はすべて、不活性かつ非毒性で徹底した清浄度が保たれるように細心の注意が払われています。しかしそれでも、プラスチック製インペラーからの微粒子ポリマー、潤滑剤、生産用の油類や加熱処理による焦げた食材などの物質が食品に少量混入する場合があります。多くの飲料生産工程では、汚染物質混入防止のためにろ過が用いられます。

米国において食品の安全性を保証する取り組みは、2011年、重要な新規制によって大きな飛躍を遂げました。米国食品医薬品局 (FDA) のウェブページには以下のような説明があります。



図1 : Thermo Scientific Nicolet iN5顕微FT-IR

「約70年ぶりに食品安全法を抜本的に改革する、米国食品安全強化法 (FSMA) が2011年1月4日、オバマ大統領の署名により成立しました。これは、米国における食糧供給の安全政策の中心を、汚染への対応から予防へと移すことを目的としたものです。」

飲料を例とすると、フィルター上の粒子は主要な分析対象であり、予防の改善に不可欠なものとなり得ます。図1のThermo Scientific™ Nicolet™ iN5 顕微FT-IRは、フィルターやその他の粒子分析に最適です。検査機関での分析あたりの費用は200 USドルを超えることもあり、2～14日間を要します。1日あたりの分析数が多くなれば、分析が遅れ、費用も大幅に上昇します。Nicolet iN5 顕微FT-IRを導入することによって、ある程度の装置使用法に関するトレーニングを受けていれば、分光分析の専門家でなくとも毎日多数のサンプルを分析することができ、高い費用効果でタイムリーなソリューションを得ることができます。

本アプリケーションノートでは、フィルター上の残留物、スナック袋上の微粒子およびコーンミールからの黒色の物質を分析しました。いずれの分析もサンプル調製は不要で、一回の分析にかかる時間は数分だけでした。

実験

図2に、この分析に使用した Thermo Scientific Nicolet iS™10 FT-IR分光装置に接続した Nicolet iN5 顕微FT-IRを示します。大半の場合は、サンプルをスライドガラスの上に載せ、平坦に保つために両端をテープで留めました。ゲルマニウム (Ge) の ATR (全反射測定法) を使用して、スペクトルを取得しました。Nicolet iN5 顕微FT-IRの明るい内部LEDによる視野照明、大面積を対象範囲とした優れた画像が得られる内蔵CCDカメラ、そして直感的なマニュアルコントロールにより、サンプリングポイントに素早く移動することができました。赤外ビームは、円形アパーチャを挿入して対象物に合わせました。アパーチャのサイズ (1 mm)、光学系の倍率 (10X)、ATRのGeクリスタルにより更なる倍率 (4X) が得られたことにより、サンプル面に対し25 μm のアパーチャが得られました。Nicolet iS10分光装置に接続した Nicolet iN5 顕微FT-IRがもたらす高スループットにより、8 cm^{-1} の分解能における1分間の測定で優れたSN比を実現しました。



図2： Nicolet iS10 FT-IR 分光装置を接続した Nicolet iN5

次に、対象領域に照準を合わせてアパーチャとGeクリスタルを挿入し、挿入したクリスタルをサンプルに接触させないようにしてバックグラウンドを取得しました。Thermo Scientific OMNIC™ソフトウェアのプレビューデータ取得オプションを利用し、サンプルをATRに密着させるようにステージをゆっくり上昇させました。密着が十分な場合は、LED圧力インジケータの点灯に必要な圧力よりも、低い圧力で十分なスペクトルが得られます。圧力をかけ過ぎるとフィルターに接触することがあるため、データ取得を成功させるにはプレビューモードが重要です。8 cm^{-1} の分解能でデータを取得し、OMNIC検索機能を用いてデータベースを検索しました。

結果

最初の分析サンプルは、牛乳の生産時にろ過に使用したフィルターでした。図3は清浄なフィルターのスペクトルであり、これは酢酸ビニル材であると分かります。大半の残留物がフィルタースペクトル中で際立つエステルピーク (1750 cm^{-1}) であることから、このことは重要な意味を持ちました。

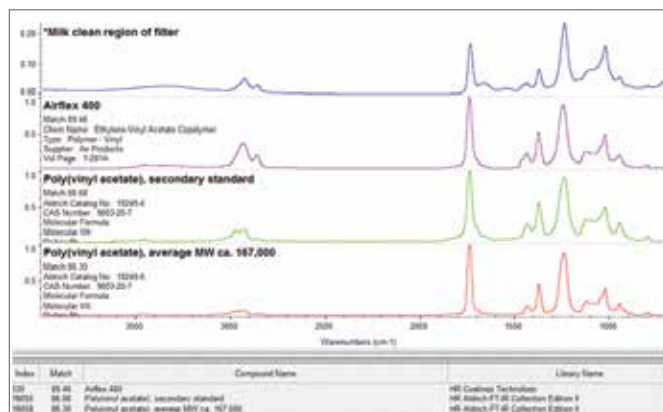


図3：酢酸ビニル材であることを示す清浄なフィルターのスペクトル

図4は流路内のろ過領域から得たもので、特異的な微粒子は見られませんでした。フィルター全体は白い残留物で覆われており、そのスペクトルから脂肪酸であると同定されました。この物質の分析には二つの方法が考えられました。一つはATRをフィルターに密着させてから、清浄なフィルターのスペクトルを差し引く方法 (図3)、もう一つはATRを押し下げてから引き上げ、ATRチップ上に残った残留物を分析する方法です。後者を図5に示します。フィルターのバックグラウンドがないことから、きわめて明瞭なスペクトルが得られ、結果には非常に高い一致が見られました。

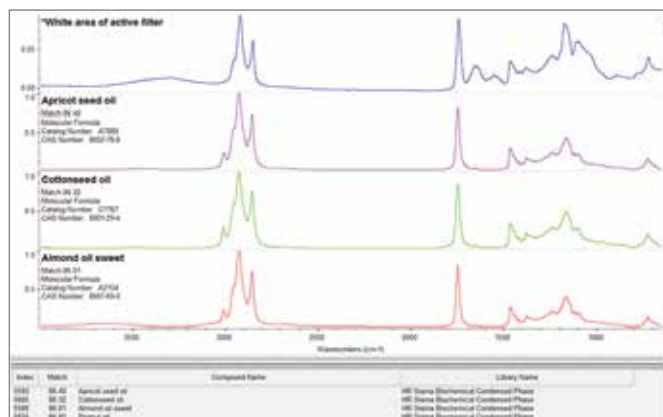


図4：フィルター上の白い物質を脂肪酸 (トリグリセリド) と同定

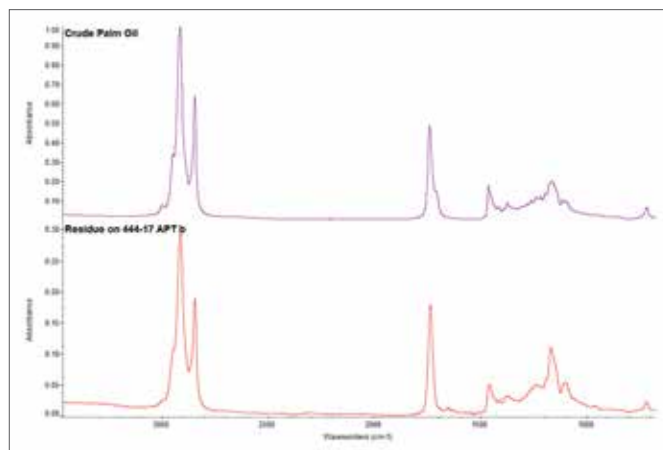


図5：ATRチップ上の白い残留物の分析

フィルター上の黒い点のATRスペクトルを、ビデオ画像と共に図6に示します。図4のスペクトル（フィルターのバックグラウンドおよび白い残留物）を減算して残ったスペクトルには、強いアミドの存在（アミドIとアミドIIのバンドが $1500 \sim 1700 \text{ cm}^{-1}$ の範囲に見られる）に加え、 $1000 \sim 1500 \text{ cm}^{-1}$ の範囲に及ぶその他のシグナルが確認され、糖類やリン酸塩、つまり典型的なタンパク性物質の存在の可能性が示唆されました。牛乳には β -ラクトグロブリン（脂肪輸送タンパク質）などの相当量のタンパク質が含まれています。これらの物質は加工条件下で凝集し、フィルター上に粘着性のある塊を生成します。

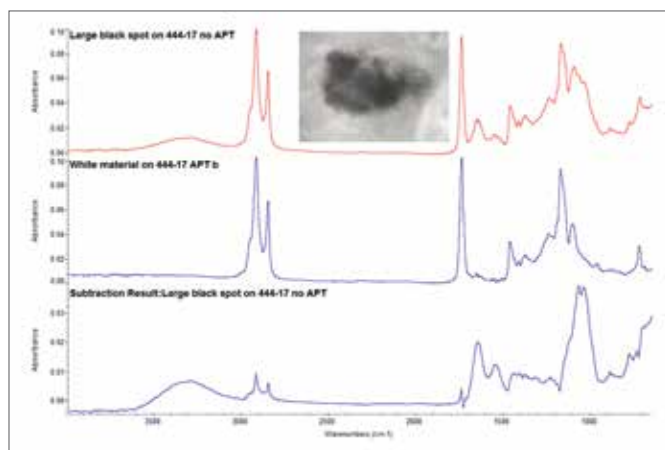


図6：脂肪酸およびアミド物質が含まれていた黒色の粒子

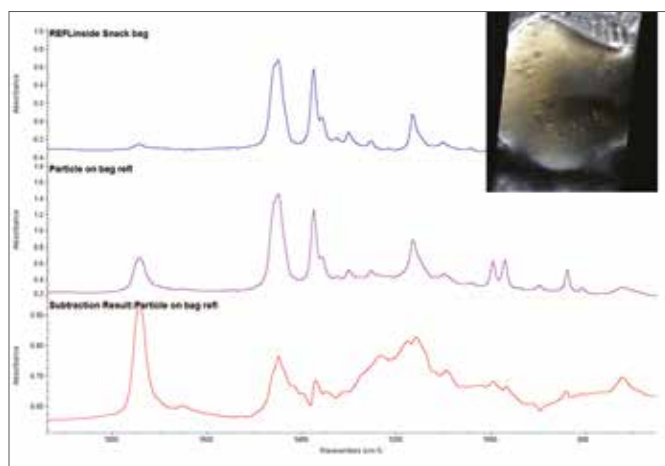


図7：スナック袋の内側に見られた粒子

図7、8、9はスナック食品袋の内側から取得したスペクトルです。図7、8のスペクトルは、袋の反射率が高いためATRを使用しない反射モードで取得しました。ここで再び差スペクトル法を用いて、袋自体（主にポリプロピレン）に起因するバックグラウンドシグナルを除去したところ、分析した滴は食用油と同定されました。図9に示す茶色の固形粒子をATRを用いて分析し、袋の油混じりのコーティングからのスペクトルを差し引いた結果、炭水化物ピークが支配的であるスペクトルが生成されました。一般的な材料ライブラリで検索したところ、このスペクトルは乾燥イモに一致しており、非常に明確な結論が得られました。

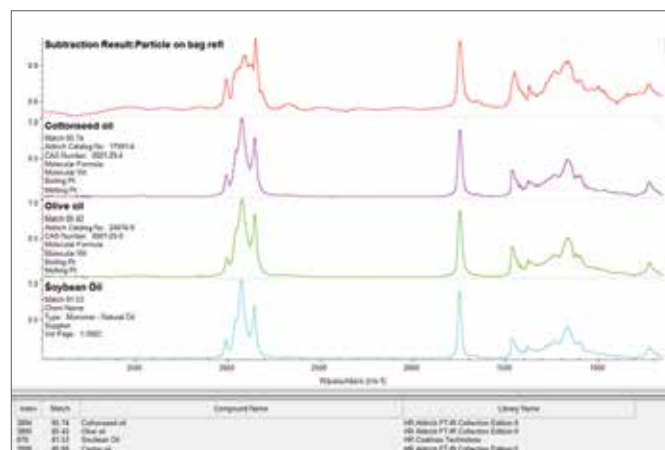


図8：食用油が同定された減算結果

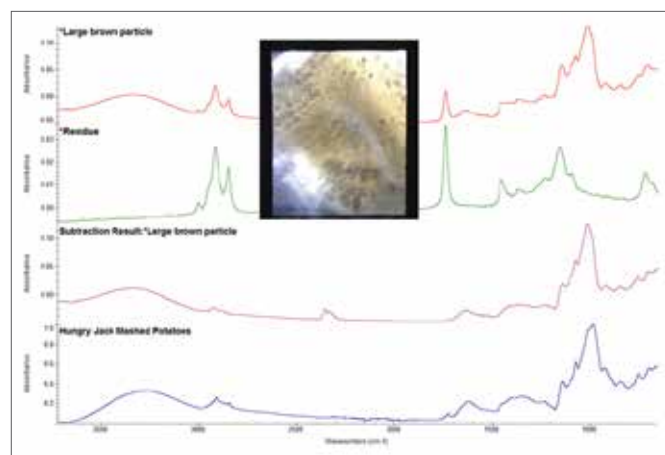


図9：乾燥イモのスペクトルに一致した茶色の固形粒子

コーンミールは大部分が黄色の粒ですが、黒い細粒が混入している場合もあります。図10に黄色および黒い細粒の分析結果を示します。黄色の細粒はデンプンに一致し、コーンミールの主要成分でした。黒い細粒はまったく異なるもので、コーン油と考えられます。この結果は、サンプルの特定部分への過剰な加工に起因するものと考えられ、食品の許容変動の一例となりました。

最後に、タンパク質の分析に伴う懸念の一つを図11に示します。これは、望ましくない汚染物質であるハエの羽根のスペクトルです。大半のタンパク質と同様に、アミドバンドが支配的であるスペクトルが1300 ~ 1700 cm^{-1} に見られます。あらゆるタンパク質がこのようなバンドを示すため、分析物質が何であるかを決定するには慎重な分析が必要です。この例では、視覚的な画像が分析物質を異物と判断する強力な手がかりになりました。Nicolet iN5顕微FT-IRは視覚的なデータと分光学的なデータの両方を提供することで、このような種類の物質の同定にも役立ちます。

結論

食品の安全性や品質の管理には継続的なモニタリングが不可欠です。本アプリケーションノートでは、視覚的なデータと分光学的なデータの両方を組み合わせる重要性が明確に示されました。ここではフィルターをサンプルとして使用しましたが、バルクサンプルから微粒子を抽出することも標準的な分析手順となります。綿密に設計されたライブラリを使用すれば、本システムは品質管理や診断のための直接的なフィードバックツールとなります。Nicolet iN5顕微FT-IRは、視覚的かつ分光学的なツールと使いやすいソフトウェアを高い費用効果で統合することで、品質・規制遵守の向上とコスト削減を促します。

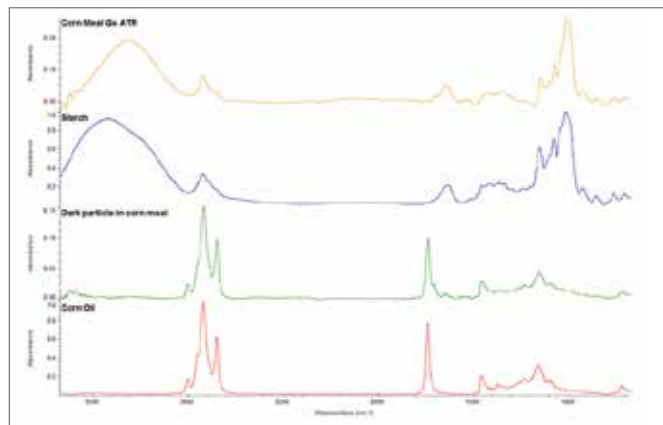


図10：コーンミールの分析

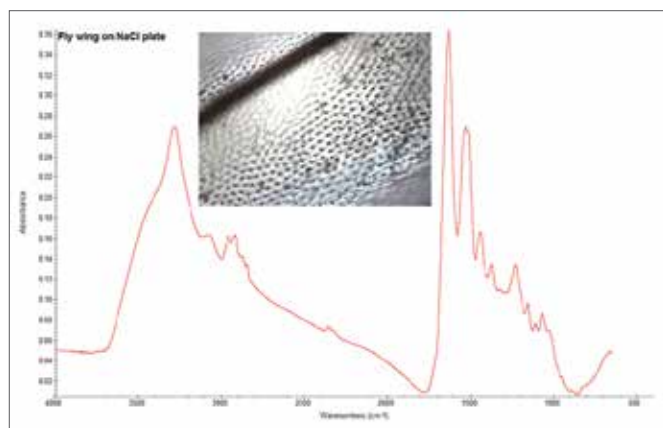


図11：ハエの羽根のスペクトルの同定に役立った視覚的かつ分光学的なデータ

詳細は www.thermofisher.com/iN5 をご覧ください。

© 2016 Thermo Fisher Scientific Inc. 無断複写・転写を禁じます。
ここに記載されている会社名、製品名は各社の商標または登録商標です。
ここに記載されている内容は予告なく変更することがあります。

FTIR061_A1704SO

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

TEL : 0120-753-670 FAX : 0120-753-671

Analyze.jp@thermofisher.com

facebook.com/ThermoFisherJapan

@ThermoFisherJP

www.thermofisher.com

ThermoFisher
SCIENTIFIC