

## 糖類および多糖類の受け入れ検査

### イントロダクション

医薬品、食品、特殊な化学品などの産業では、入荷する原材料の同一性を確認することがますます重要になっています。従来の分析法の多くは、湿式法やクロマトグラフィーを用いた長時間測定のアプローチを利用することが多く、時間とリソースを必要とします。近赤外分光法 (NIR) はバルク原料の同一性を確認するための迅速で信頼性の高い方法を提供できます。

このアプリケーションノートでは、グルコース、ラクトース、スクロース、コーンスターチを含む原材料における、ロットの識別や類似性の判定のための検査のアプローチについて説明します。小さなガラスバイアル瓶に試料を入れ、 $12,000\text{ cm}^{-1}$  から  $4,000\text{ cm}^{-1}$  の領域をカバーする Thermo Scientific™ Antaris™ 近赤外 (FT-NIR) アナライザーを用いて分析しました。検量線は複数の工場で共用できるように設計されています。異なる三つの分光器からのデータを組み合わせて一つの検量線モデルを作成し、評価モデルの移植性についても確認しました。

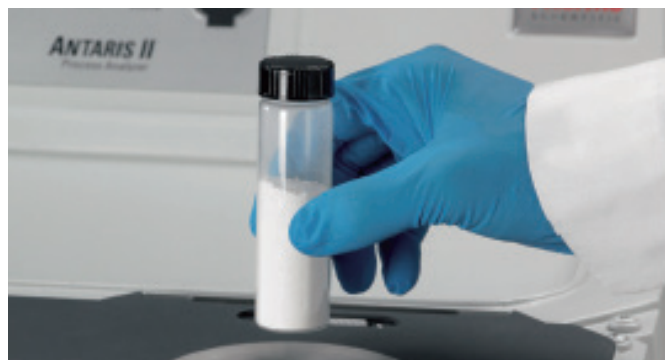


図1. Antaris 近赤外アナライザーによる粉末分析

### 実験

積分球モジュールは、水平のサファイア窓の上に置くだけで、ガラスサンプル瓶 (図1) の底を通して粉末サンプルの拡散反射スペクトルを直接測定できます。データは  $4\text{ cm}^{-1}$  のスペクトル分解能で収集され、測定時間は1サンプルあたり60秒でした。得られたスペクトルの例を図2に示します。

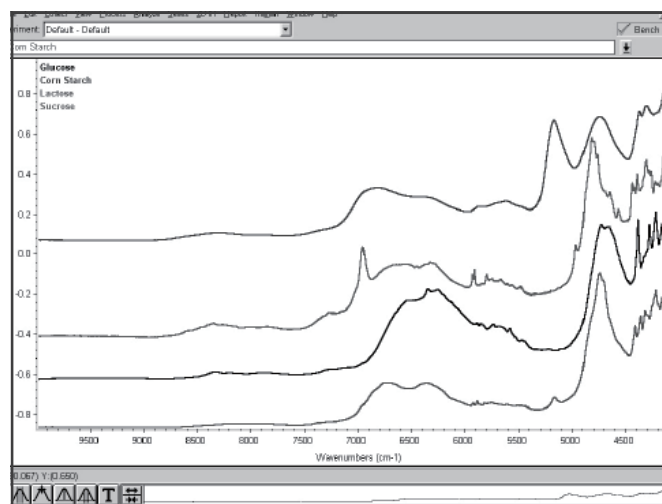


図2. Antaris 近赤外アナライザーの積分球モジュールで測定した多糖類サンプルのスペクトル例

原材料の判定は、さまざまな方法な方法で決定することができます。今回は、Thermo Scientific™ TQ Analyst™ ソフトウェアの分類アルゴリズムを使用して、同定と純度に関する情報を確認しました。この方法では、スペクトルデータの数学的操作によって、各化合物ごと、またはクラスター/グループごとにクラス分けすることができます。この手法はまた、未知のスペクトルを分類するのに役立ちます。純度または粒子径のばらつきなど、実際の環境で遭遇する典型的なばらつきを考慮するため、各化合物について複数のスペクトルを取得しました。さらに、スペクトルに全体的な形状は一般的に分光計ごとに再現性がありますが、粉末充填のばらつきに関連してスペクトルのベースラインのシフトが発生します。これらも分類モデルに組み込まれています。

分類モデルの開発には、さまざまな数学的アルゴリズムを使用することができます。TQ Analystソフトウェアで使用されているアプローチでは、主成分分析 (PCA) を使用しています。このアプリケーションノートではPCAの仕組みを詳しく説明しませんが、簡単に言えば、比較的多数あるスペクトルを少数のスペクトルに削減し、線形結合によって、元のスペクトルのいずれかを近似する方法です。主成分スペクトル (PCS) は、分類モデルの開発に使用されます。この実験では、各サンプルを三つの異なる分光器で2回ずつ測定し、合計24のスペクトルが得られ、これを五つのPCSに減らして分類モデルを作成しました。

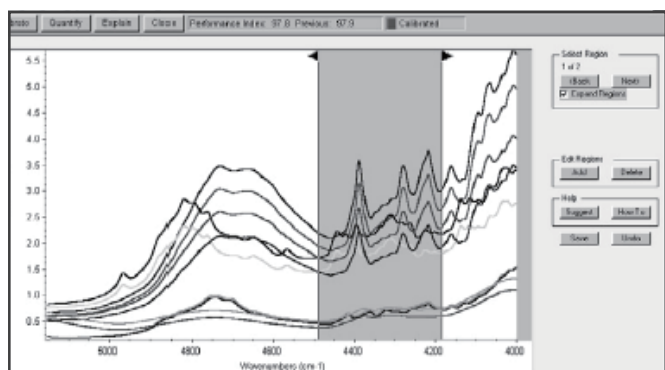


図3. 分類モデルの開発に使用した二つのスペクトル領域のうちの一つ

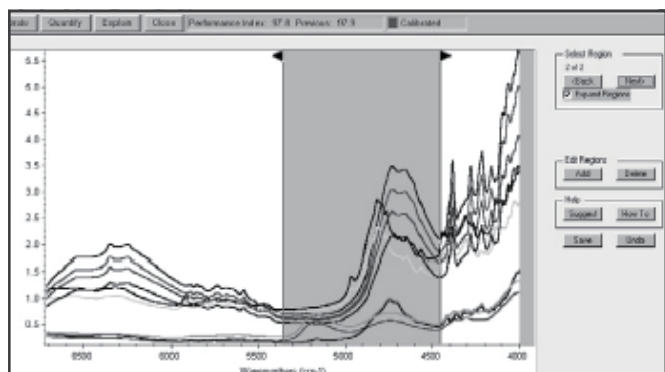


図4. 分類モデルの開発に使用された二つのスペクトル領域のうちのもう一方

## 結果

化合物の種類によってスペクトルの特徴が大きく異なるため、この手法では二つのスペクトル領域を選択しました (図3および4)。TQ Analystソフトウェアには、ベースライン処理を含む、スペクトルデータの前処理のための多くのオプションが用意されています。この実験では、各領域にわたって線形ベースライン補正を行いました。

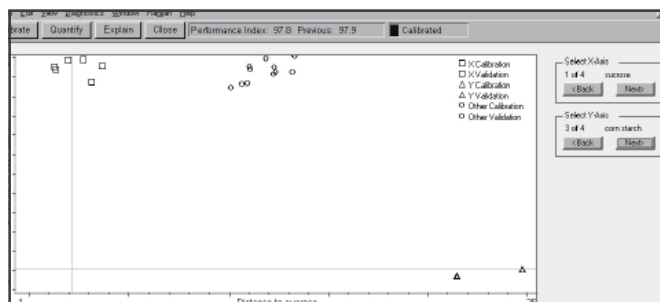


図5. 図3および図4で特定されたスペクトル領域の線形ベースライン補正

キャリブレーションの結果を図5に示します。図の上部にあるプロットは、クラスクラスターの2D表示です。適切なキャリブレーションが得られている場合、異なるクラスクラスターがそれぞれ明確に分離されます。また、図の下部の表には、各キャリブレーション/バリデーションスペクトルと比較して、最も近いクラスと、次に近いクラスの中心からの距離が表示されます。

これらの結果から、キャリブレーション/バリデーションスペクトルは、全て正しく分類されていることがわかります。また、各サンプル (キャリブレーションとバリデーション) において、次に近いクラスの中心までの距離は、予想されるクラスまでの距離の何倍も大きく、この方法を用いることで、確実に正しく分類できることを示しています。

未知の識別されたクラスが誤りかどうかを判定するために、「各クラスへの距離」に対して、しきい値を設定することができます。典型的な出力の例を図6と図7に示します。図7は少量のグルコースが混入したスクロースのスペクトルです。この例では、最も近いクラス（スクロース）までの距離が許容する距離のしきい値より大きく、サンプルに潜在的な問題があると判断され、フラグが立てられます。

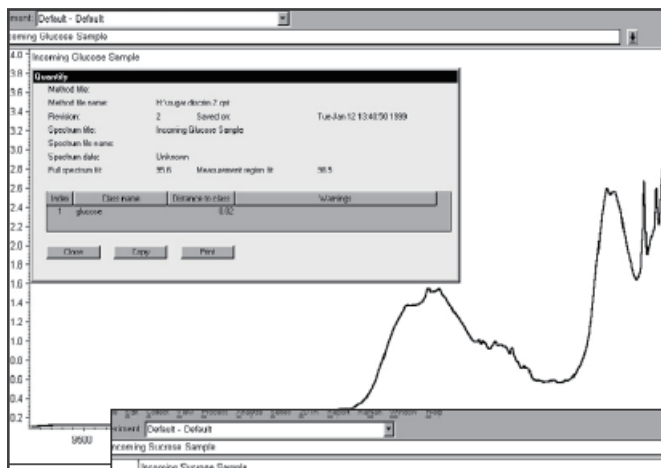


図6. スクロースの典型的な近赤外スペクトル

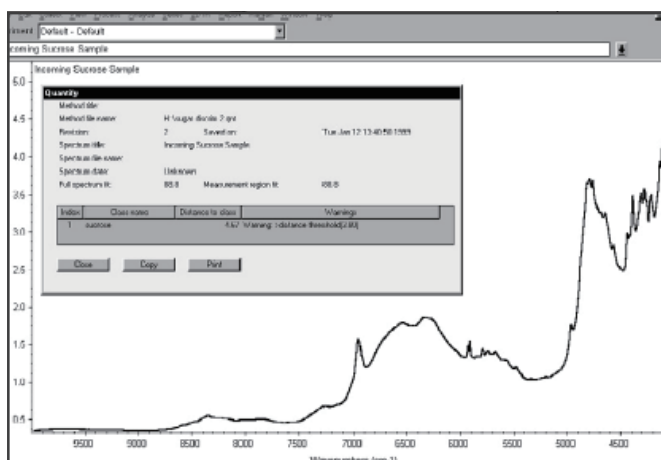


図7. グルコースが混入したスクロース試料のスペクトル

詳細はこちらをご覧ください [thermofisher.com/nirfood](https://thermofisher.com/nirfood)

研究用のみ使用できます。診断用には使用いただけません。  
© 2023 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved.  
All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific and its subsidiaries unless otherwise specified.  
実際の価格は、弊社販売代理店までお問い合わせください。  
価格、製品の仕様、外観、記載内容は予告なしに変更する場合がありますのであらかじめご了承ください。  
標準販売条件はこちらをご覧ください。 [thermofisher.com/jp-tc](https://thermofisher.com/jp-tc) **FTIR202-A23090B**

## 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

[thermofisher.com](https://thermofisher.com)

## まとめ

近赤外分光法はガラス瓶内の粉体の分析が可能という点で、サンプリングが非常に容易です。TQ Analystソフトウェアが提供するメソッド開発ツールと、Antaris近赤外アナライザーは品質管理のための強力なツールとなります。

注意：このアプリケーションノートのデータは、旧モデルのAntaris 近赤外アナライザーを使用して測定されました。現在、サーモフィッシャーサイエンティフィックでは、旧モデルよりも優れた性能を持つ改良型Thermo Scientific™ Antaris™ II近赤外アナライザーを提供しています。