

チーズ中の脂肪および固形分の迅速な工程内分析

キーワード

Antaris、チーズ、ドライフード、脂質、FT-NIR



Antaris II 近赤外アナライザー

概要

このアプリケーションノートでは、近赤外分光法 (FT-NIR) がプロセスチーズの工程内の定量分析に理想的なツールであることを示しています。脂肪と固形分を分析し、同一サンプルのスペクトルから、これら2成分を同時に定量予測できるように、部分最小二乗法 (PLS) によるモデルを構築しました。

イントロダクション

国際的なチーズ市場では、年間数十億ポンドのチーズが生産されており、世界最大の食品産業のひとつといえます。チーズやその他の乳製品は、脂肪、水分、タンパク質、固形分などの各成分を定期的に検査する必要があります。これらの成分はチーズの味や価格、製造にも影響します。そのため、生産者はチーズ製品中の脂肪分と固形分を迅速に検査し、正確に予測する必要があります。

脂肪などの成分を予測するための現在のプロトコルとして、バブコック法が使用されています。この方法では分析前に濃硫酸を用いて乳成分を分解します。さらに、各成分の平均値を出すために、熟練したオペレーターが複数のサンプルを分析する必要があります。バブコック法は時間がかかるだけでなく、危険な薬品を必要とし、さらに、分析するサンプルを破壊してしまうため、このサンプリング方法ではサンプル全体の情報を完全に反映していると言いがたい側面もあります。

固形分の分析には、加熱乾燥式水分計やマイクロ波乾燥機が使用されますが、その精度は古典的な重量測定よりも劣る場合があります。また、いくつかの機器の価格は非常に高価で、投資対効果が低く、導入に向けたハードルとなります。

FT-NIRのような品質管理分析ソリューションを検査プロトコルに組み込むことで、大規模なチーズ検査にかかる時間、材料、労力を大幅に削減できます。Thermo Scientific™ Antaris™ II 近赤外アナライザーは、現在のチーズ検査プロトコルに代わる、迅速で簡便で正確な検査を提供します。さらに、FT-NIRは水分やタンパク質のような他の成分の定量も可能です。サンプルにダメージを与えることなく、1検体あたり60秒以内にスペクトルを取得でき、多変量解析によって、1つのスペクトルからチーズ中に含まれる複数の成分や特性を予測できます。

本アプリケーションノートでは、異なる種類のプロセスチーズ (ノンファット、ミドルファット、ファット: すべて風味や添加物が異なる) を使用しました。FT-NIRの利点である測定スピードを最大限にするために、スペクトルの測定前にはいかなるサンプル前処理もせず、サンプルの温度差がある状態で分析を行いました。

実験

50~200 kgの原料(水、バター、カッテージチーズ、添加物)をブレンドし、溶融釜で攪拌しながら脂肪分と固形分を試験しました。溶融したチーズをAntaris II近赤外アナライザーを用いて4,000~10,000 cm^{-1} の波数範囲を分解能8 cm^{-1} で測定しました。測定時間は約1分です。各サンプルを積分球のサファイアウィンドウの上にセットし、3回測定しました。測定と測定の間に96%エタノールを使ってウィンドウを毎回洗浄し、各サンプル測定の前にウィンドウを乾燥させてから次の測定を行いました。標準試料と課題となる試料の両方について、3回繰り返し測定後、スペクトルの平均化処理を行い、平均成分を表すスペクトルを生成しました。

データの検量線モデルは、Thermo Scientific™ TQ Analyst™ ケモメトリックスソフトウェアを用いて作成しました。このモデルでは、光路長を一定にし、スムージング処理をせずにスペクトルデータを一次微分処理しました。また、4,450~8,700 cm^{-1} の波長範囲を1点ベースラインで計算しました。検量線に使用した標準物質の数は、脂肪分が477種、固形分が479種です。

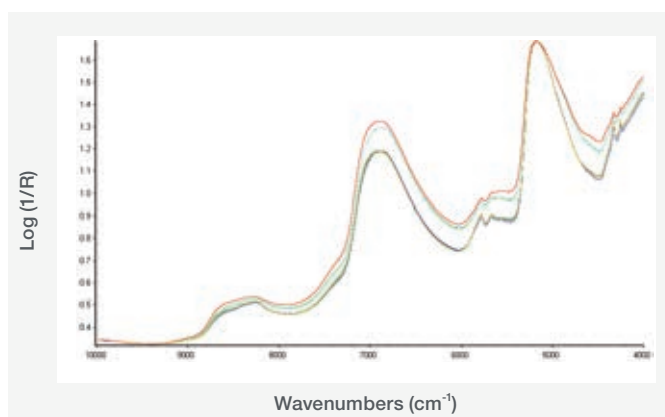


図1. チーズの標準サンプル測定結果

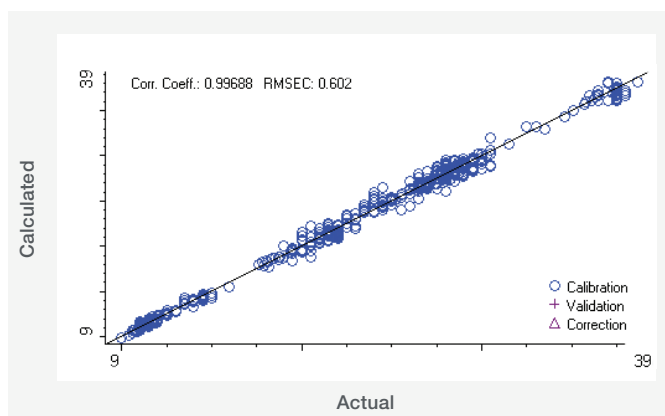


図2. 脂肪分の検量線

結果と考察

図1は、検量線に使用した標準サンプルの一部の近赤外スペクトルです。5,000 cm^{-1} (結合音) と7,000 cm^{-1} (倍音) 付近にブロードで大きな水のピークが確認できます。また、4,230~4,490 cm^{-1} の比較的鋭いC-Hの結合音と5,620~5,950 cm^{-1} のC=O基の二倍音があります。さらに、ベースラインのオフセットからも明らかのように、これらのサンプルにはかなりの量の散乱が見られます。

最初にサンプル中の脂肪を定量します。10~38.7 wt%の477種の標準サンプルを使用したところ、TQ Analystソフトウェアは4,235~5,836 cm^{-1} の領域が利用できることを推奨しました。最初に6つのPLS因子を用いてキャリブレーションを行った結果、二乗平均平方根誤差 (RMSEC) は0.996、クロスバリデーション後の二乗平均平方根誤差 (RMSECV) は1.07でした。これら2つのパラメーターは、校正がどの程度うまく機能しているかを示す良い指標となります。RMSECは標準サンプルが検量線にどれだけ近いかを示します。また、RMSECVは検量線の堅牢性を示します。メソッド作成において、最も重要な変動を示すRMSECVは、標準サンプル数が少ない場合、大きな値を示します。RMSECV値が大きい場合は、キャリブレーションが不十分であることを意味し、標準サンプルを追加したり、メソッドのパラメーターを変更したりすることで改善します。スペクトルの1次微分と1点ベースラインを使用し、計算領域を4,449~8,709 cm^{-1} に変更すると、検量線は改善されました。この結果、8つのPLS因子を用いた検量線が得られ、RMSECはわずか0.602、RMSECVは0.779でした。図2はFT-NIR分光法によるチーズ中の脂肪分析用の検量線のプロットです。予測残差平方和 (PRESS) プロットは、低因子数では高RMSECV値、高因子数では低RMSECV値となり、最適なパターンを示しています (図3)。

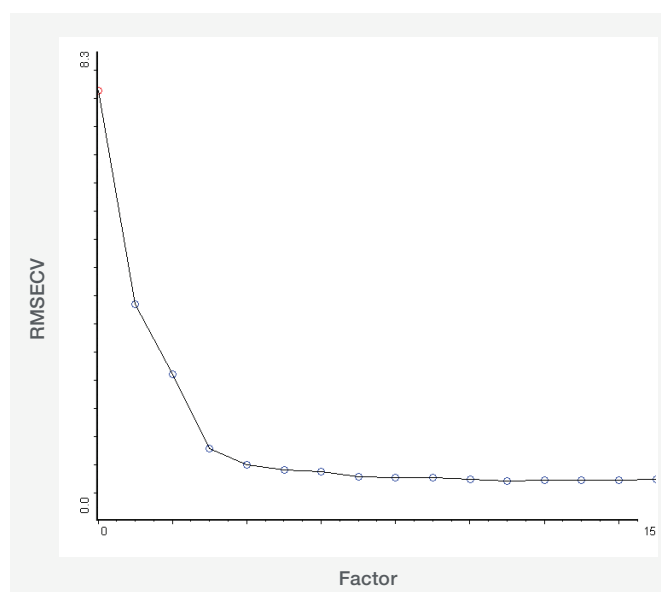


図3. 脂肪分のPRESS プロット

次に、サンプル中の固形分を定量化します。31.36～53.65 wt%の標準サンプル479種を使用しました。最適化されたメソッドでは、4,075～8,909 cm^{-1} の波長領域を一次微分スペクトルで前処理し、1点ベースラインを用いました。キャリブレーションの結果、RMSEC値は0.645、RMSECVは0.776となりました。図4は相関プロットとキャリブレーション結果の一部です。400を超えるサンプルの検量線データセットにおいて、固形分の検量線は基準濃度値と高い相関を示していることがわかります。また固形分のPRESSプロットも非常に妥当なものが得られました。

FT-NIRは、プロセスチーズ製造中の脂肪分と固形分の測定において、従来の方法に代わる優れた方法を提供します。ユーザーは、熔融釜中での原材料と添加物の混合工程をコントロール（フィードバック）するのに十分なデータを迅速に得られ、さらに、分析に用いる原材料を節約し、製品の品質を一定に保てます。加えて、FT-NIR法は非破壊的な測定手法であり、1つのスペクトルから試料中の複数の化学的または物理的特性を同時に予測できます。また、この手法は、総タンパク質や水分含量など、チーズ加工における他の重要な因子を予測することも可能で、検査プロトコルをさらに効率化できます。

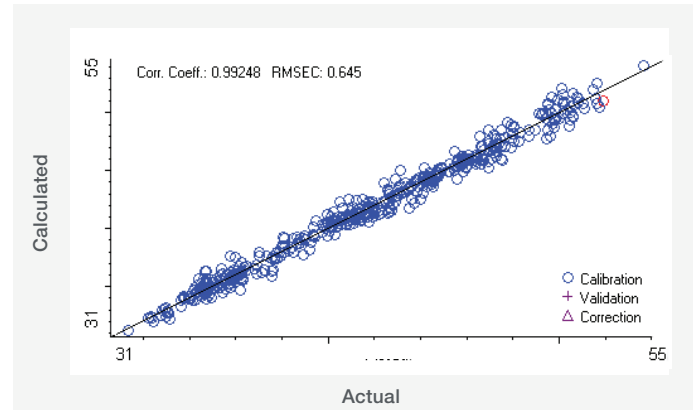


図4. 固形分の検量線

詳細はこちらをご覧ください thermofisher.com/nirfood

研究用にも使用できません。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 FTIR203-A2309OB

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