

ケモメトリクスを用いた FTIR による パーム油中のラードの定量分析

異物や他成分の食品への混入は、偶発的または意図的に起こり得る問題です。食品の中で、食用油は最も偽装が行われやすく¹⁾、これは経済的および宗教的観点からも人々への多大な影響があります。例えば、イスラム法では、イスラム教徒はラードを含む食用油をはじめ、いかなる形態の豚肉の摂取も禁止されています²⁾。したがって、ラードが混入した食用油を判別することや、ラードを定量するための分析技術の開発が求められています。

赤外分光法は、有機化合物それぞれが異なるスペクトルを示すため、食用油中の成分を識別できる効果的な手法です。また、赤外分光法で得た赤外スペクトルをケモメトリクス（多変量解析）の PLS 法や重回帰分析により解析することで、多成分の定量を迅速に行うことが可能です。

本稿では、ケモメトリクスの PLS 法を用いた FTIR によるパーム油中のラードの定量分析を行いました。なお、パーム油はアブラヤシの果実から得られる植物油、ラードは豚の脂肪組織から精製される動物油です。

Zhen Hao Lee^{*1}, Jia Sheng Kuek^{*2}, Joyce Lim^{*1}, Ai Ming Chua^{*1}, R. Fuji^{*3}

■ 分析方法

豚脂から抽出³⁾したラードと市販のパーム油を用意しました。ラードの抽出方法は次の通りです。

1. 豚肉の脂肪組織を小さく切り、90~100℃で2時間加熱します。
2. 溶解した脂肪を濾布で濾過し、無水 Na₂SO₄ を加えて乾燥させます。
3. 抽出した脂肪を遠心分離 (3000 rpm、30℃、20 分) した後、脂肪層を傾斜させ再度遠心分離し、濾紙で濾過して固形物を除去します。

パーム油に 1~90% (w/w) のラードを添加した 13 点の標準試料を調製しました。このうち 11 点を用いて PLS 検量線を作成し、残り 2 点の標準試料は定量対象として用いました。

図 1 に示すフーリエ変換赤外分光光度計 IRTracer™-100 と、水平型全反射測定装置 ATR-8200H (ZnSe プリズム) を用い、各試料を 3 回ずつ測定しました。測定条件を表 1 に示します。



図 1 IRTracer™-100 (左)、ATR-8200H (右)

表 1 測定条件

装置	: IRTracer-100 ATR-8200H (ZnSe プリズム)
分解	: 4 cm ⁻¹
積算回数	: 45
アポダイズ関数	: Happ-Genzel
検出器	: DLATGS

■ パーム油とラードの赤外スペクトル

図 2 にパーム油、パーム油・ラード混合物 (50% w/w)、ラードの赤外スペクトルを示します。パーム油とラードの赤外スペクトルは非常に類似しています。これは化学組成が類似しているためです。

図 2 において矢印で示した 1300~1000 cm⁻¹ のピークをより詳細に比較するため、図 3 に拡大表示したパーム油とラードの赤外スペクトルを示します。

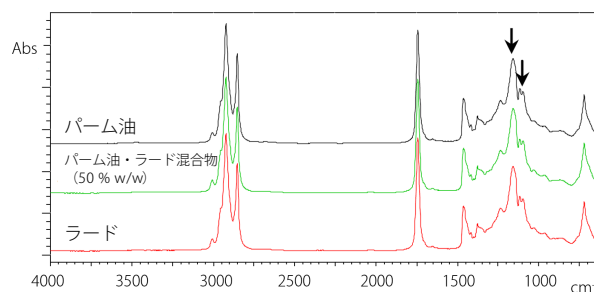


図 2 パーム油、パーム油・ラード混合物 (50% w/w)、ラードの赤外スペクトル

*1 Application Development & Support Centre, Shimadzu (Asia Pacific) Pte Ltd, Singapore

*2 ITS Student from Nanyang Technological University, Singapore

*3 株式会社 島津製作所

図3より、拡大表示した赤外スペクトルでは黒色矢印で示した 1160 cm⁻¹、1117 cm⁻¹、1097 cm⁻¹のピーク強度比が僅かに異なるようにみえます。しかしながら、明確な判別は困難です。

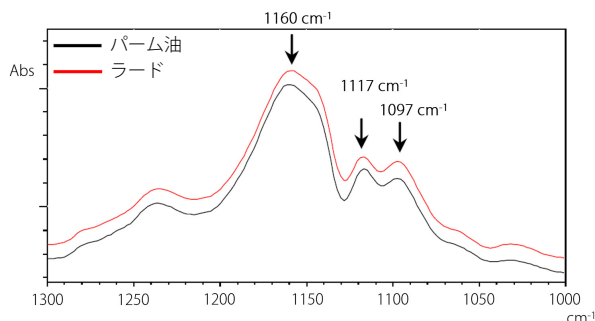


図3 拡大表示したパーム油とラードの赤外スペクトル

■ 食用油中のラードの定量分析

測定した赤外スペクトルを二次微分し、PLS法により解析しました。二次微分することにより、ピークの重なりやショルダーピークの変換を高め、各吸収ピークを顕在化させることができます。表2にPLSキャリブレーションレポートを、図4にラードのPLS検量線を示します。相関係数の2乗値は0.9993と良好で、MSEP（平均二乗予測誤差）およびSEP（予測標準誤差）も小さな値となりました。

表2 PLSキャリブレーションレポート

アルゴリズム	PLS I
標準試料数	33 (11点の試料を各3回測定)
波数範囲 (cm ⁻¹)	1490 - 1000
前処理	二次微分 微分点数: 15
スケール	オートスケール
ファクターの個数	5
相関係数の2乗	0.9993
MSEP	0.0007
SEP	0.0258

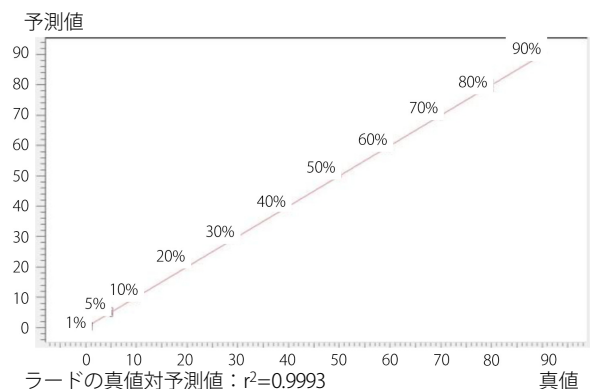


図4 ラードのPLS検量線

構築した PLS 検量モデルを用いて、パーム油以外の食用油中ラード定量の可否についても検証しました。各種食用油中のラード定量分析結果を表3に示します。

パーム油ブランド A、B 中のラードの予測値は、期待値の ±10% 以内の値となり良好な結果でした。一方、オリーブオイルおよびパーム大豆油については、予測値が期待値を大きく上回りました。この結果から、最適な PLS 検量モデルは、定量対象以外の成分も考慮して構築する必要があるといえます。

表3 各種食用油中のラードの定量分析結果

食用油	パーム油ブランド A		パーム油ブランド B		オリーブオイル	パーム大豆油	
	期待値	予測値	期待値	予測値			
期待値 (既知の値) (% w/w)	8.0	25.0	8.0	25.0	25.0	25.0	
予測値 (% w/w)	1	8.90	24.08	9.06	26.10	64.41	32.32
	2	8.24	23.54	7.60	25.82	64.56	32.13
	3	8.60	24.43	8.36	26.18	62.95	33.66
	平均	8.58	24.02	8.34	26.03	63.97	32.70
予測値平均/期待値 (%)	107.2	96.1	104.2	104.1	255.9	130.8	

■ まとめ

FTIR による測定とケモメトリクスによる解析は、パーム油中のラードの定量分析に有効であることがわかりました。本稿では、ラード量の期待値 ±10% 以内に入る定量分析結果を得ることができました。一方、パーム油以外の食用油中のラード量は期待値と大きく異なったことから、最適な PLS 検量モデルは、定量対象以外の成分も考慮して構築することが必要であるとわかりました。

<参考文献>

- Johnson, R. (2014). Food Fraud and economically motivated adulteration of food and food ingredients. Congressional Research Services R43358, 1-40.
- Regenstein, J. M., Chaudry, M. M. and Regenstein, C.E. (2003). The kosher and halal food laws. Comprehensive Reviews in Food Science Food Safety 2: 111-127.
- Rohman, A. and Che Man, Y. B. (2009). Analysis of cod-liver oil adulteration using FTIR spectroscopy. Journal of the American Oil Chemists' Society 86: 1149-1153.

IRTracer は、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

本稿は、2017年に SHIMADZU (Asia Pacific) Pte. Ltd より発行された内容 (AD-0162) です。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2020年6月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。