

FTIRによる黒色異物(こげ)の分析

製品に混入した異物の同定、原因の追及は分野、業種を問わず品質管理上の重要な問題となっています。異物は製造工程、包装工程、使用時など様々な場面で混入する可能性があります。外部から入ってくるのではなく、製品に本来存在する成分が凝集したものや変化したものが異物として発見されることも珍しくありません。ここでは、食品から見つかった黒色異物(こげ)の分析例をご紹介します。

食品中に見つかった黒色異物の測定結果を図1に示します。測定はGeプリズムを搭載した1回反射型ATR測定装置(MIRacle)を用いて行いました。MIRacleは直径約2mmのプリズム表面に試料を密着させて赤外スペクトルを測定する測定付属装置です。このため、比較的大きな異物(約100 μ m以上)を簡単に測定することが可能です。

図1に示した3種類のスペクトルはプリズムへの押し付け強さを変えて測定したものです。押し付けを強くするに従って、3300、1650、1540 cm^{-1} 付近のピークが大きくなっていることがわかります。ATR法ではプリズムと密着した物質のスペクトルが得られるため、密着している成分が変われば得られるスペクトルも変わります。液体と固体の混合物を測定した場合などは、まずプリズムと密着しやすい液体の影響を大きく受けたスペクトルが得られ、その後押し付けを強めることで固体のピークが大きくなっていきます。図1に示した(a)のスペクトルは脂肪酸エステル(油脂)のスペクトル形状を示しており、今回分析した黒色異物は油脂を含む食品から見つかったものであるため、スペクトル(a)は黒色異物に付着した食品中油脂成分によるものと考えられます。

スペクトル(b)や(c)に見られる3300、1650、1540 cm^{-1} 付近のピークが黒色異物によるものと考えられますが、油脂による影響を大きく受けているため、差スペクトル処理を用いてその影響を除去しました。スペクトル(c)と(a)との差スペクトル計算結果を図2に示します。

図2の差スペクトルはタンパク質のスペクトル形状を示していることがわかりますが、タンパク質も黒色異物の見つかった食品中に多く含まれる成分であることがわかっています。従って、黒色異物は食品中のタンパク成分の一部が加熱などの影響で変色した可能性が考えられます。

有機化合物は加熱されることにより分解し、徐々に炭化していきます。完全に炭化した試料をFTIRで分析し元の成分を知ることはできませんが、分解や炭化の初期段階で元の構造をある程度残しているものであれば分析することは可能です。

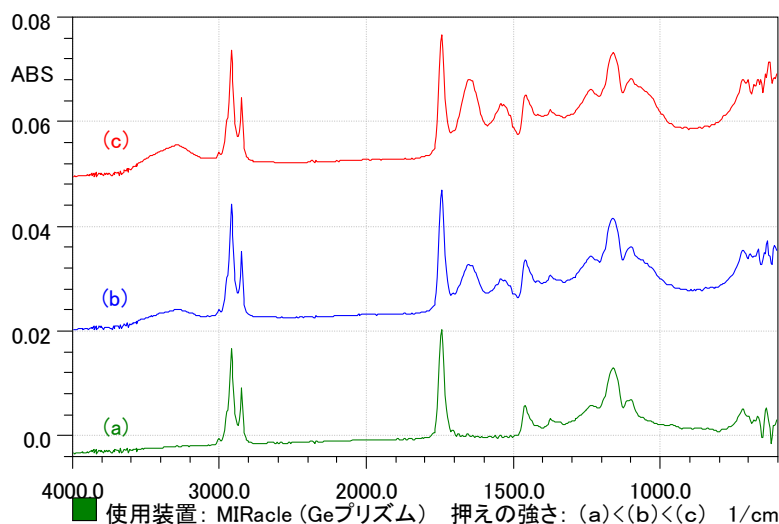


図1 食品中黒色異物のATRスペクトル
押し付け強さ: a<b<c

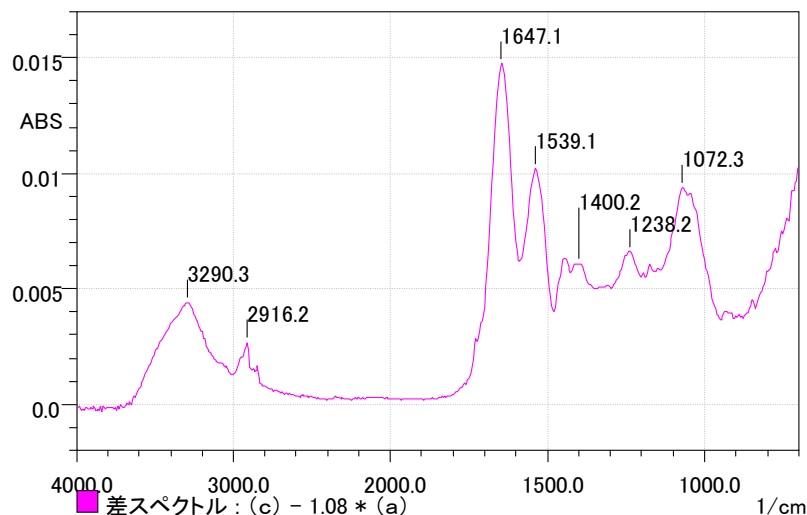


図2 差スペクトル(c-a)

測定条件

Resolution	:4 cm^{-1}
Accumulation	:40
Detector	:DLATGS
Prism	:Ge