

Application News

No. X261

X線分析
X-ray Analysis

食品製造工程の異物分析

— EDX と FTIR の活用 —

Contaminants Analysis in Food Manufacturing Process -by EDX and FTIR-

異物の分析においては、FTIR とともに EDX も広く使用されるようになってきました。また最近では両者の相互的な解析も利用されています¹⁾。それぞれの装置・分析手法から特定できることには限度がありますが、相互的な解析から異物を詳細に類推できたり、それぞれの結果を裏付けることにも役立ちます。

異物の特定をどこまで行うか、前処理による変質・破壊の可否、また、迅速性などの目的により、適用する分析手法や試料の処理方法が異なります。ここでは、実際に食品製造工程において混入した異物を例にとりご紹介いたします。

T. Nakao S. Iwasaki R. Fuji

■ 試料

Sample

食品製造工程において混入した異物 試料①, ②, ③, ④, ⑤ 計5種

■ 前処理と分析の手順

Procedure of Preparation and Analysis

最初に前処理せずにそのまま EDX で測定し、その後同じくそのまま FTIR で測定します。次に洗浄により付着物を除去して測定します。これら手順を Fig. 1 に示します。

今回 FTIR 分析について、FTIR 本体を用いた ATR 測定では、プリズムより試料が小さいために、試料を粉砕してしまう危険性があり、また、サンプルが混合物の場合、詳細な分析を行うことが難しいと考えました。そこで、目的の測定位置にプリズムを密着させることができる顕微 ATR 測定を行いました。

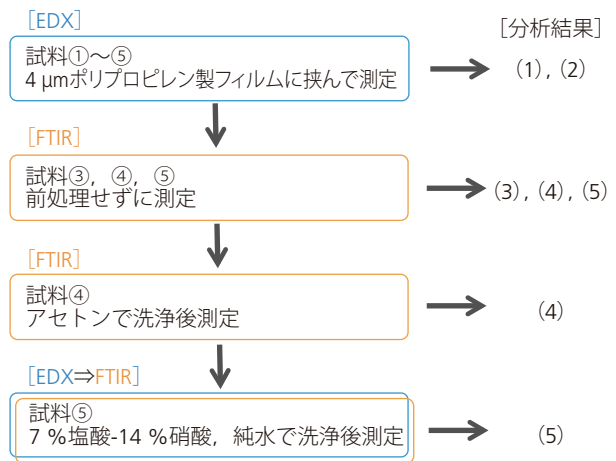


Fig. 1 前処理と分析の手順
Procedure of Preparation and Analysis

■ 分析結果

Analysis Result

各試料について、EDX, FTIR それぞれの分析結果および、それらから類推・特定できることを、Fig. 2～Fig. 9 および Table 1～Table 5 に示します。

(1) 試料① [特徴] 金属光沢あり・硬い・銀白色

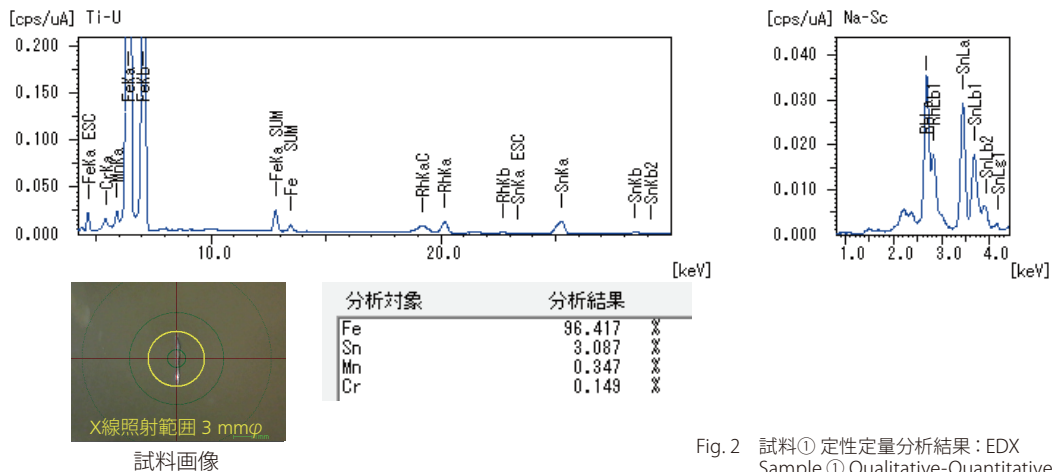


Fig. 2 試料① 定性定量分析結果：EDX
Sample ① Qualitative-Quantitative Result by EDX

Table 1 試料①の分析・解析結果
Analysis Result of Sample ①

	測定結果	類推できること	EDXとFTIRから総合的に分かること
EDX	主成分が ²⁶ Feで、次に ⁵⁰ Snが多い	錫めっき鋼板、ブリキ缶の破片	錫めっき鋼板、ブリキ缶の破片 (EDXのみで金属であることが明確)
FTIR	省略 (有意なピークは検出されない)	金属や無機化合物である可能性	

(2) 試料② [特徴] 金属光沢あり・硬い・銀色

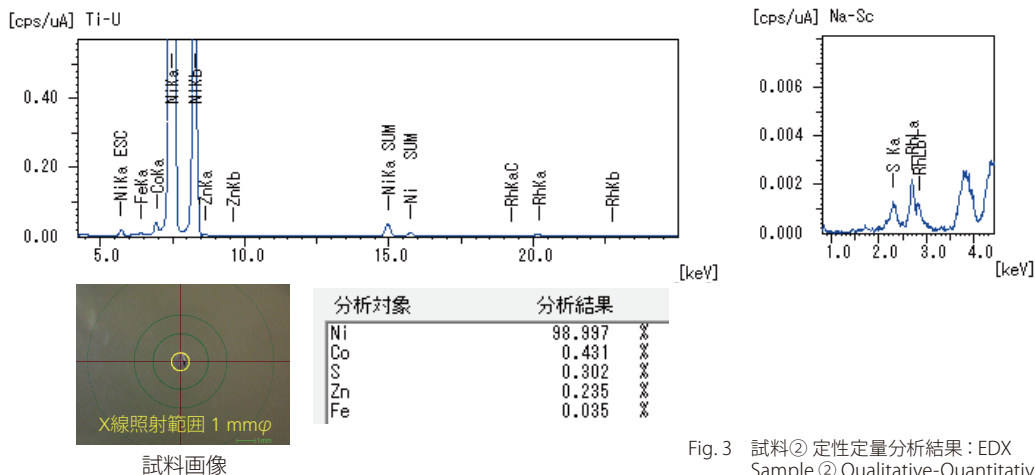


Fig. 3 試料② 定性定量分析結果：EDX
Sample ② Qualitative-Quantitative Result by EDX

Table 2 試料②の分析・解析結果
Analysis Result of Sample ②

	測定結果	類推できること	EDXとFTIRから総合的に分かること
EDX	主成分が ²⁸ Niで、その他少量	ニッケル、ニッケルめっきの剥がれ	ニッケル、ニッケルめっきの剥がれ (EDXのみで金属であることが明確)
FTIR	省略 (有意なピークは検出されない)	金属や無機化合物である可能性	

(3) 試料③ [特徴] 金属光沢なし・脆い・茶褐色

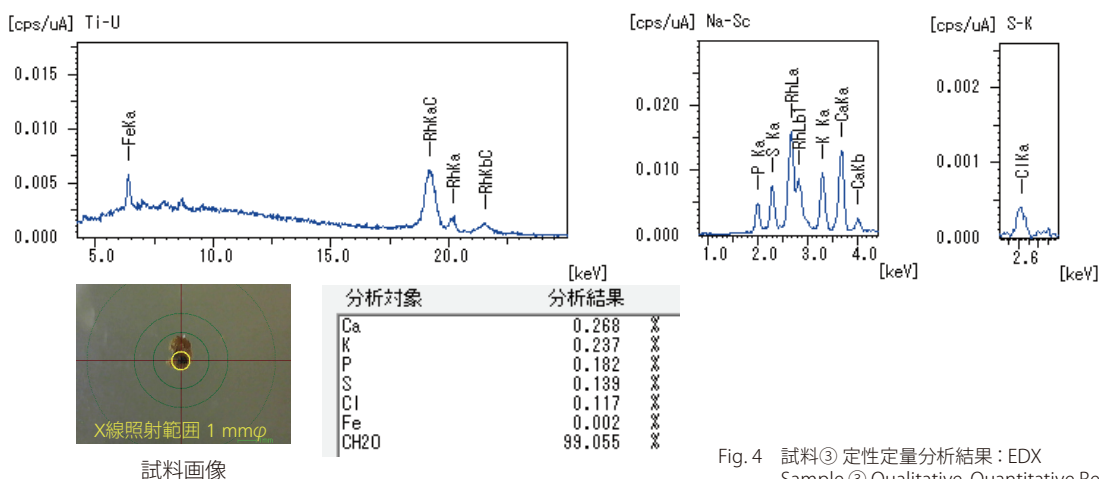


Fig. 4 試料③ 定性定量分析結果：EDX
Sample ③ Qualitative-Quantitative Result by EDX

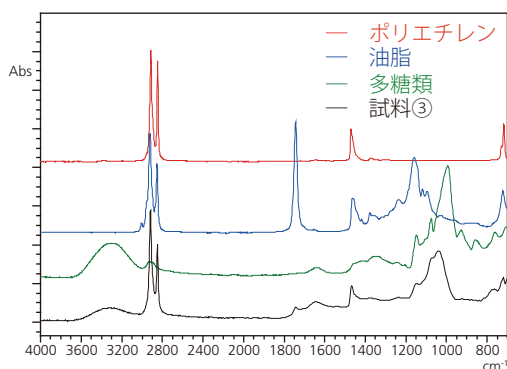


Fig. 5 試料③ 赤外スペクトルと検索結果：FTIR
Sample ③ Infrared Spectra and Search Result by FTIR

Table 3 試料③の分析・解析結果
Analysis Result of Sample ③

	測定結果	類推できること	EDXとFTIRから総合的に分かること
EDX	¹⁹ K, ²⁰ Caなど食品成分を検出、主成分は9F以下 (RhKaCが大きい ²⁾)	食品の塊	食品成分が付着したポリエチレン
FTIR	ポリエチレン、油脂、多糖類	油脂・多糖類が付着したポリエチレン	

(4) 試料④ [特徴] 非金属光沢あり・硬い・黒色

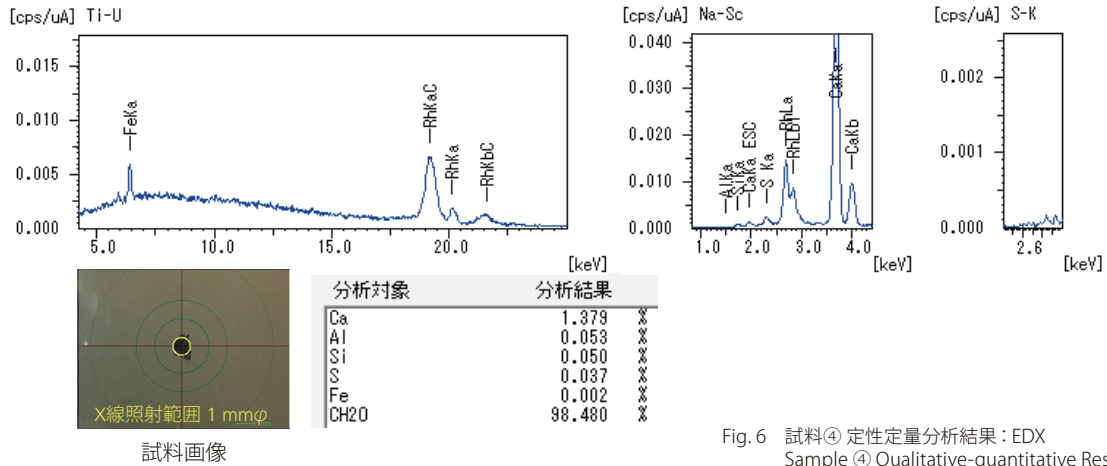


Fig. 6 試料④ 定性定量分析結果：EDX
Sample ④ Qualitative-quantitative Result by EDX

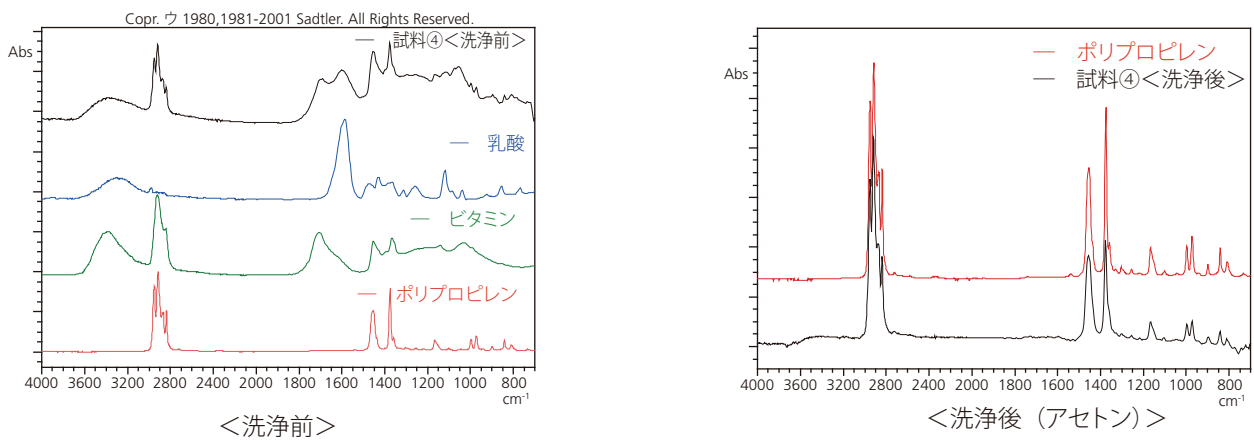


Fig. 7 試料④ 赤外スペクトルと検索結果：FTIR
Sample ④ Infrared Spectra and Search Result by FTIR

Table 4 試料④の分析・解析結果
Analysis Result of Sample ④

	測定結果	類推できること	EDXとFTIRから総合的に分かること
EDX	^{20}Ca など食品成分を検出, 主成分は9F以下	食品の塊, 樹脂など	食品成分が付着したポリプロピレン
FTIR	<洗浄前> ポリプロピレン, 乳酸, ビタミン <洗浄後> ポリプロピレン	ポリプロピレンに食品成分(乳酸, ビタミン等)が付着	

(5) 試料⑤ [特徴] 一部金属光沢あり・硬い・黒色, 黒銀色

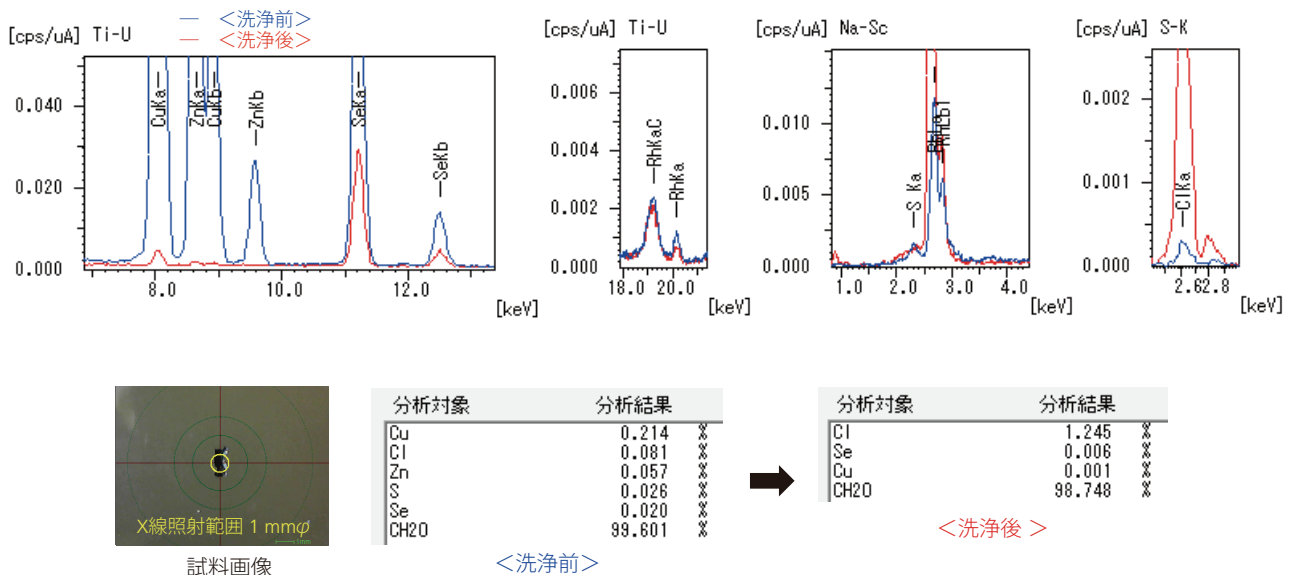


Fig. 8 試料⑤ 定性定量分析結果：EDX
Sample ⑤ Qualitative-quantitative Result by EDX

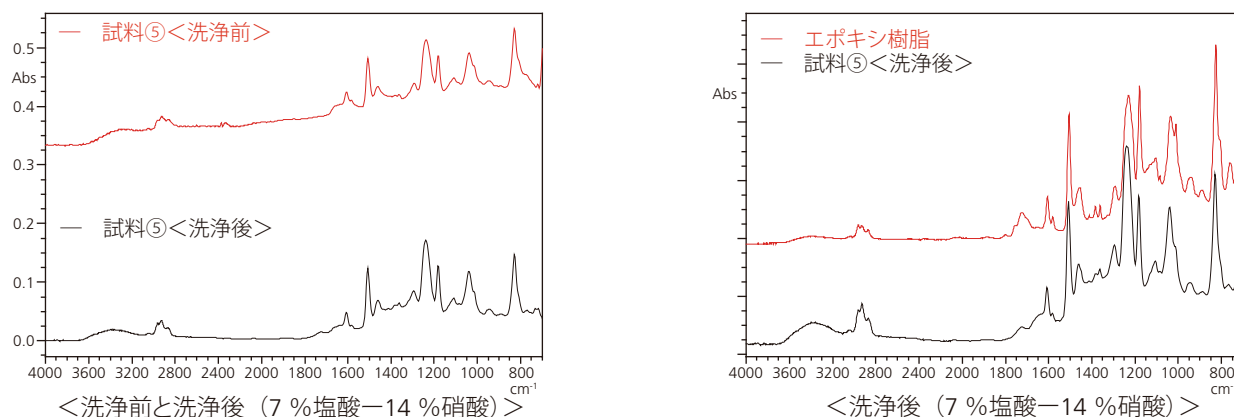


Fig. 9 試料⑤ 赤外スペクトルと検索結果：FTIR
Sample ⑤ Infrared Spectra and Search Result by FTIR

Table 5 試料⑤の分析・解析結果
Analysis Result of Sample ⑤

	測定結果		類推できること	EDXとFTIRから総合的に分かること
EDX	<洗浄前>	主成分は9F以下, ²⁹ Cu, ³⁰ Zn, ³⁴ Seが多い	銅合金・樹脂複合材料, 亜鉛, セレン添加物	銅薄膜が付着したエポキシ樹脂に食品添加物の亜鉛・セレンが付着したものの
	<洗浄後>	主成分は9F以下, ²⁹ Cu, ³⁰ Znは溶出によりほぼ消失, ³⁴ Seは少し残る	フィルム	
FTIR	<洗浄前>	エポキシ樹脂 (赤外スペクトルのベースラインの上昇により, 金属などの存在が示唆される)	エポキシ樹脂と金属の複合材料	
	<洗浄後>	エポキシ樹脂 (赤外スペクトルのベースラインの上昇はなし)	エポキシ樹脂	

※ EDX 定量分析結果について
 ・有機物は CH₂O で代表し, バランスとしました。
 ・多め・少なめなど, 相対的な参考値です。
 (めっき・フィルム・付着物などまとめてバルクと設定のため)

■まとめ Conclusion

EDX, FTIR 両方の分析結果から, 食品製造工程における異物をそのまま前処理することなく, 金属, 樹脂, それら混合物または複合的な材料など, およそ特定することができます。また比較的簡単な前処理をすることにより, 詳細かつ明確に分かる場合もあります。このように迅速性, 簡便性において

これら分析手法が有効です。

- 1) 島津アプリケーションニュース No.A452
- 2) 中井泉 [編集]; 蛍光X線分析の実際, (株) 朝倉書店, 90 (2006)

Analytical Conditions [EDX]

Instrument	: EDX-7000
Elements	: Na-U
Analytical Group	: Qualitative-quantitative
Detector	: SDD
X-ray Tube	: Rh target
Tube Voltage [kV]	: 15, 50
Current [μA]	: Auto
Collimator [mmφ]	: 1 or 3
Primary Filter	: Non, #2
Atmosphere	: Vacuum
Integration Time [sec]	: 50 /ch
Dead Time [%]	: Max30

Analytical Conditions [FTIR]

Instruments	: IRTracer-100, AIM-8800
Resolution	: 8 cm ⁻¹
Accumulation	: 40
Apodization	: Sqr-Triangle
Detector	: MCT