

Application News

No. A451

光吸収分析
Spectrophotometric Analysis

冷凍ピザに付着した異物の分析

Analysis of Contaminant Adhering on Frozen Pizza

食の安全に対する消費者の関心の高まりを反映し、食品に関する苦情件数は依然として高い値を示しています。食品異物の苦情に対する対応で重要なことは、迅速かつ正確にその分析結果を報告し、混入経路を解明することです。今回は食品中に混入した異物の一例として、冷凍ピザ表面に付着した異物を赤外分光光度計 (FTIR) と蛍光 X 線分析装置 (EDX)、更に電子線マイクロアナライザ (EPMA) を用いて分析した結果をご紹介します。

S. Murakami

■ 冷凍ピザ表面に付着した異物の写真

Photograph of Contaminant Adhering on Frozen Pizza

Fig. 1 に冷凍ピザ表面に付着した異物の写真を示します。これは、市販の冷凍ピザを包装から開封して発見されたものです。この異物について、赤外分光光度計 (FTIR)、蛍光 X 線分析装置 (EDX)、電子線マイクロアナライザ (EPMA) を用いて複合的に分析を行いました。



Fig. 1 冷凍ピザ表面に付着した異物
Photograph of Contaminant Adhering on Frozen Pizza

■ FTIR による分析

Analysis by FTIR

冷凍ピザに付着した異物の一部をかき取り、ダイヤモンドセル上で圧延後、赤外顕微鏡透過法によって赤外スペクトルを測定しました。測定は異なる複数箇所で行いました。測定箇所の顕微鏡写真を Fig. 2 に、得られた赤外スペクトルの重ね書きを Fig. 3 に示します。なお、測定は 30 × 30 μm の領域に絞って実施しました。分析条件は Table 1 に示します。

Table 1 装置および分析条件
Instruments and Analytical Conditions

Instruments	: IRPrestige-21, AIM-8800
Resolution	: 4cm ⁻¹
Accumulation	: 45
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: MCT

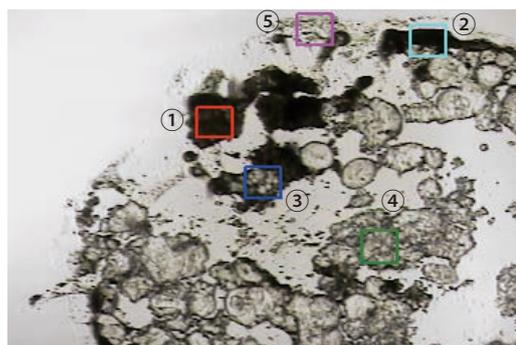


Fig. 2 測定箇所の顕微鏡写真
Microscope Photograph of Measurement Points

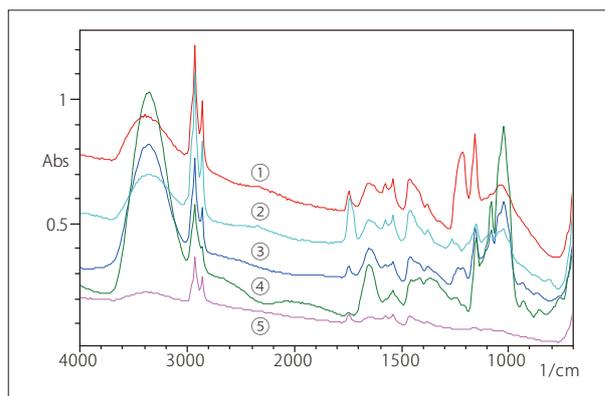


Fig. 3 異物の赤外スペクトル
Infrared Spectra of Contaminants

Fig. 3 を見ると、場所によって異なった赤外スペクトルを示していることがわかります。そこで Fig. 3 のスペクトルのうち①、④、⑤について検索を行いました。Fig. 4 ~ Fig. 6 に得られた結果を示します。

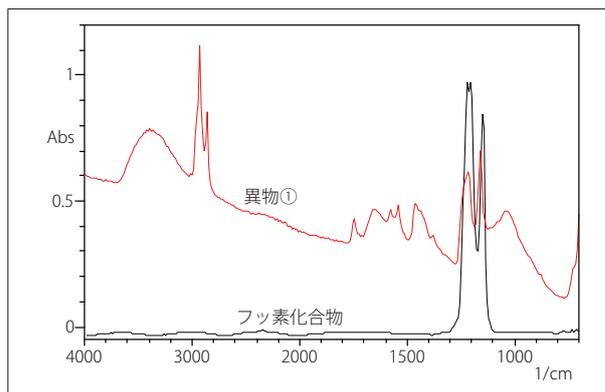


Fig. 4 検索結果 . 1
Search Result. 1

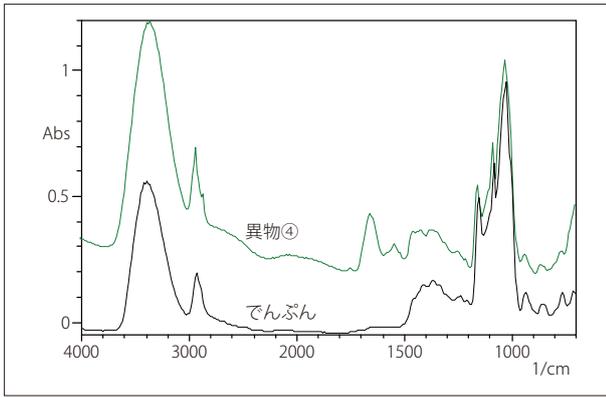


Fig. 5 検索結果 . 2
Search Result. 2

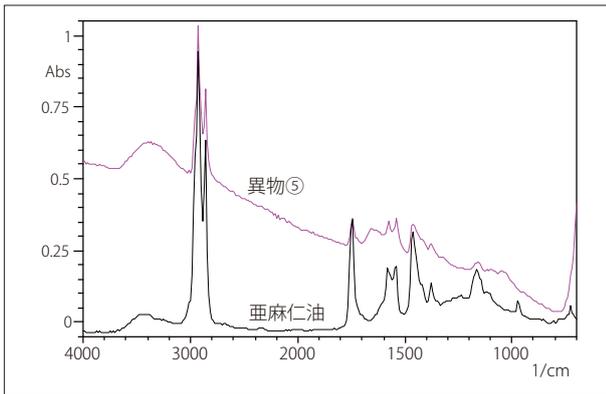


Fig. 6 検索結果 . 3
Search Result. 3

それぞれの検索結果から分かるように、ヒットしたものはフッ素化合物、でんぷん、亜麻仁油です。このうちでんぷんと亜麻仁油はピザ生地由来の成分と予想されます。フッ素化合物は工業製品であり、調理器具などにも使われるもので、明らかに外部からの混入物であると思われます。

EDX による分析

Analysis by EDX

冷凍ピザに付着した異物をそのままの状態、分析径 3 mm φ で分析しました。Fig. 7 に冷凍ピザ正常部分と比較した定性結果を示します。また Fig. 7 の正常部分と異物部分の差分プロファイルを計算し、検出元素の FP 法による定量分析を行いました。得られた定量結果を Table 2 に示します。

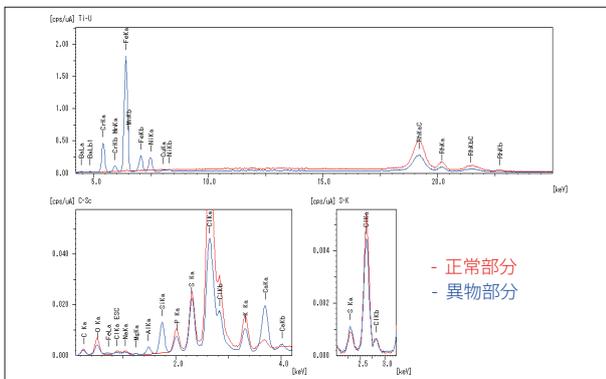


Fig. 7 異物部分および正常部分の eC-92U 定性結果
eC-92U Qualitative Results for Contaminant and Normal Part

Table 2 異物部分の FP 法による定量結果 (%)
Quantitative Results for Contaminant Part by FP Method

Fe	Cr	Ni	Si	Ca	Al	Ba	Mn
59.42	12.07	8.97	8.91	4.69	3.55	1.72	0.79

Fig. 7 より、異物部分からは Fe, Cr, Ni が主成分として検出され、定量結果も考慮すると、異物はステンレス (SUS) と推定されます。その他 Al, Si, Ca, Ba が検出されていますので、セラミックス系や顔料を含む材料も混在している可能性が考えられます。Na, P, S, Cl, K, Ca は正常部分からも検出されていることから食品由来と思われます。FTIR で同定されたフッ素化合物由来の F については、分析径内における相対質量の少なさや FeL α 線との重なりから、明確には検出されませんでした。

EPMA による分析

Analysis by EPMA

異物部分をかき取り、表面に金コーティングを施した後、各元素のマッピングを行ないました。マッピングは 400 × 400 μm の微小領域で実施しました。検出された主要元素のマッピング結果を Fig. 8 に示します。

EDX で検出された SUS 成分と思われる Fe, Cr は広範囲に渡って検出されました。また FTIR で検出された F についても局所的に検出され、FTIR と EDX の測定結果と整合性のある結果が得られました。

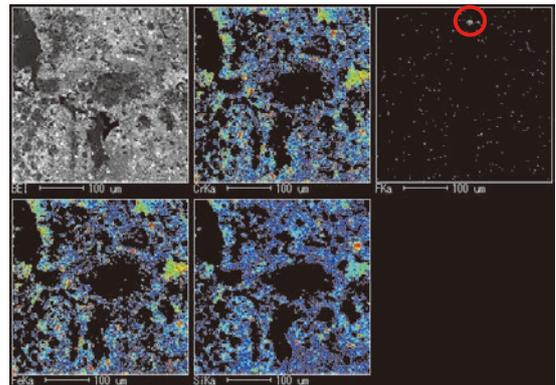


Fig. 8 異物部分の元素マッピング結果
Results of Elements Mapping for Contaminant Part

まとめ

Conclusion

冷凍ピザに付着した異物について、FTIR, EDX, EPMA の 3 機種を用いて複合的に定性を行ない、SUS 成分に加えてフッ素化合物が検出されました。EPMA のマッピング結果からは SUS 成分 (Fe, Cr) が 10 μm 前後の大きさで散在していることも分かりました。

異物の発生原因を特定するには製造現場での検証が不可欠ですが、今回の結果のみから考察すると、Fig. 1 からは焦げのようにしか見えませんが、異物は植物油が焦げたものに調理器具、製造機械由来のフッ素化合物や SUS 粉末が混ざったものではないかと推測されます。