

Application News

No. X274

X線分析

EDXとFTIRによる 食品に混入した異物の分析-歯科材料-

歯科材料には、金属、陶材、セラミックス、コンポジットレジンなど様々な種類の修復材料があります。これらは、歯との接着が不十分な場合や長期使用で接着力が低下した場合などに食べ物に混入して、異物として認識されることがあります。消費者により誤って混入した物質が、製造過程で混入したものとしてメーカーに持ち込まれるケースも多くありますが、迅速に分析を行うことで異物の発生源を明らかにでき、クレームを最小限に抑えられます。

ここでは、EDXとFTIRを用いて、異物として食品工場へ寄せられたヒトの歯や歯科修復材料の分析を行った例をご紹介します。

S. Iwasaki, T. Nakao

測定装置

蛍光X線分析装置EDX-8000とフーリエ変換赤外分光光度計IRAffinity™-1S に赤外顕微鏡AIM-9000を取り付けたシステムを用いて分析を行いました。それぞれの分析条件を表1に示します。

表1 装置および分析条件

[EDX]	
装置	: EDX-8000
X線管ターゲット	: Rh
電圧/電流	: 15kV(C-Sc, S-Ca), 50kV(Ti-U) / Auto
雰囲気	: 真空
分析径	: 1mmΦ
一次フィルター	: なし(Ti-U, C-Sc), #2(S-Ca)
積分時間	: 30 sec(Ti-U, C-Sc), 60 sec(S-Ca)
試料容器	: あり (ポリプロピレンフィルム 5μm)

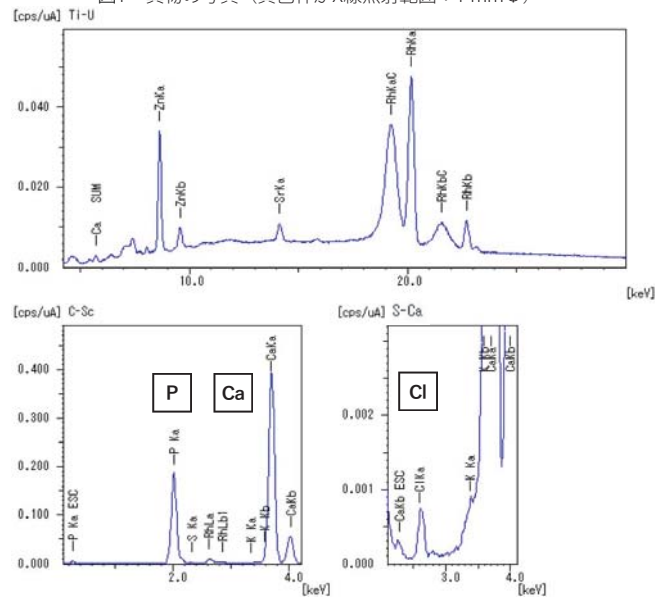
[FTIR]	
装置	: IRAffinity-1S、AIM-9000
分解	: 8 cm ⁻¹
積算回数	: 40
アポダイズ関数	: Sqr-Triangle
検出器	: MCT

ヒトの歯

異物の写真を図1に、EDXによる⁶C-⁹²U定性定量分析結果を図2に示します。歯の主成分であるCa、Pを確認できました。骨も似た元素組成を示しますが、歯の方がSrが少ないことが特徴です。FTIRによる定性分析結果を図3に示します。異物は歪な形をしており、非常に硬かったため、試料を微量掻き取って、ダイヤモンドセルに保持して顕微透過測定を行いました。主成分はリン酸カルシウムで、タンパク質由来のピークも確認できます。タンパク質は表面の汚れと考えられます。汚れが付着している場合、水やエタノールで洗浄、乾燥後測定します。ただし、異物を紛失するリスクがあるので注意が必要です。



図1 異物の写真 (黄色枠がX線照射範囲: 1 mmΦ)



成分	Ca	P	Cl	Zn
定量値(%)	70.99	27.23	1.21	0.21

成分	K	S	Sr
定量値(%)	0.18	0.16	0.019

図2 定性定量分析結果: EDX

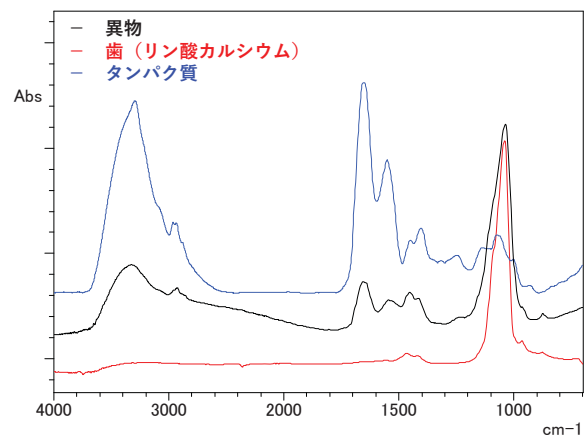


図3 定性分析結果: FTIR

■人工歯（コンポジットレジン）

異物の写真を図4に、EDXによる ${}^6\text{C}$ - ${}^{92}\text{U}$ 定性定量分析結果を図5に示します。主成分は有機物のため、 CH_2O をバランスとし、定量計算を行いました。FTIRによる定性分析結果を図6に示します。試料を微量掻き取って、ダイヤモンドセルに保持して顕微透過測定を行いました。ライブラリ検索の結果、ポリメチルメタクリレート（PMMA）とポリエチルメタクリレート（PEMA）のスペクトルがヒットしました。以上より、異物は人工歯（コンポジットレジン）と考えられます。

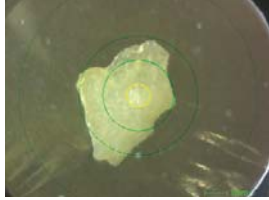
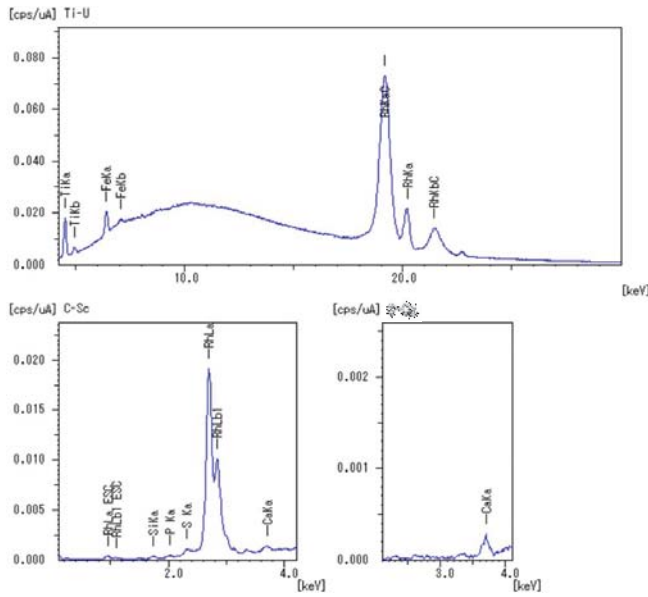


図4 異物の写真（黄色枠がX線照射範囲：1 mmΦ）



成分	Ti	Si	S	Ca
定量値(%)	0.032	0.023	0.017	0.013
成分	P	Fe	CH_2O	
定量値(%)	0.011	0.006	99.90	

図5 定性定量分析結果：EDX

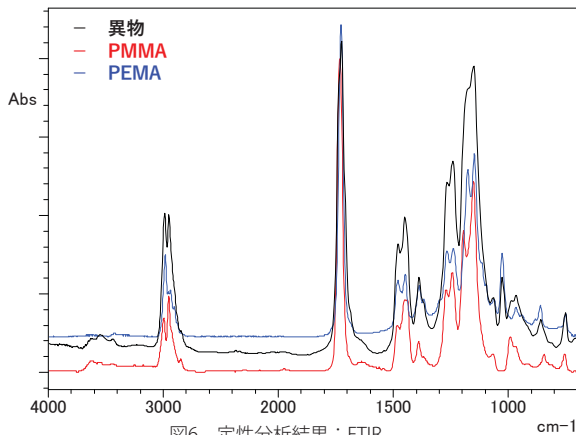


図6 定性分析結果：FTIR

■人工歯（金属製）

異物の写真を図7に、EDXによる ${}^6\text{C}$ - ${}^{92}\text{U}$ 定性定量分析結果を図8に示します。主成分はAg、Sn、Znでした。FTIRでは有意なピークは見られませんでした。以上より、異物は人工歯（金属製の歯の詰め物＝銀歯）と考えられます。

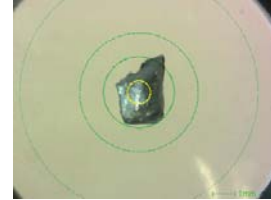
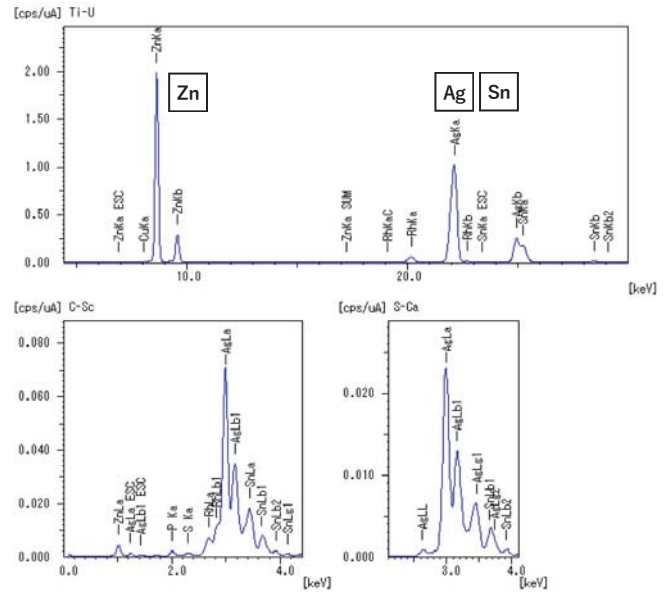


図7 異物の写真（黄色枠がX線照射範囲：1 mmΦ）



成分	Ag	Sn	Zn	P
定量値(%)	61.81	22.08	15.59	0.38
成分	S	Cu		
定量値(%)	0.088	0.054		

図8 定性定量分析結果：EDX

■まとめ

EDXとFTIRを用いて、ヒトの歯や歯科修復材料の異物を分析しました。歯科材料は、有機成分と無機成分を含むハイブリッド材料や金属材料など多様なため、EDXとFTIRによる複合分析手法が非常に有効です。弊社には両データを使用して、統合解析を行うことができるEDX-FTIR統合解析ソフトウェアEDXIR-Analysis™もありますので、併せてご活用ください。

IRAffinity、EDXIR-Analysis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。