

Application News

No. A543

光吸収分析

KBr 錠剤成形用の簡易 KBr プレート KBr Cuttings を用いた食品異物の分析

KBr 錠剤法は主に固体試料を測定するための手法です。この手法はハロゲン化アルカリが可塑性を持ち、圧力を受けると透明な板になるという性質を利用しています。錠剤成形に用いられるハロゲン化アルカリとしては臭化カリウム (KBr) が最も一般的ですが、塩化カリウム (KCl) やヨウ化セシウム (CsI) が用いられることもあります。従来この手法では、KBr と測定試料をメノウ製乳鉢でそれぞれ粉碎した後、適切な濃度になるよう混合して加圧し錠剤成形を行っていました。しかしながら、粉碎した KBr は結晶状態と比較して吸湿しやすく、また乳鉢からのコンタミの恐れもありました。さらに加圧成形は分析者の負担になる作業であり、濃度調整にも時間を要していました。

KBr Cuttings を使用する場合、面倒であった KBr をすり潰す手間やメノウ製乳鉢を用いた試料との混合作業は不要です。KBr Cuttings は KBr の結晶をカットしたプレートです。2枚の KBr プレートの間に測定したい試料を挟んで錠剤成形器にセットして加圧するだけで、良好な KBr ディスクが作製できます。KBr Cuttings を使用する場合、FTIR の測定手法は透過法を選択します。透過法には、反射法や ATR 法と比較して検出器が受ける光量が多く、感度の良い測定ができるという利点があります。

Application News No.A536 では、KBr Cuttings の使用手順および医薬品の確認試験を行った分析例をご紹介しました¹⁾。ここでは、KBr Cuttings を用いた食品異物の分析例をご紹介します。

R. Fuji

■ 使用した KBr Cuttings

材質：KBr

形状：3×3×0.75 mm



図1 KBr Cuttings

図1に、KBr Cuttings の製品写真を示します。KBr Cuttings の形状は、3×3×0.75 mm あるいは 5×5×1 mm のいずれかです。

■ 食品異物の分析

品質検査における濾過検査工程でメッシュに捕集された黒色の異物を KBr Cuttings を用いて測定しました。異物の実体顕微鏡画像を図2に示します。使用した装置は、図3に示す赤外顕微鏡 AIM-9000 です。赤外顕微鏡での測定において KBr Cuttings を利用すると、試料表面での光の散乱によるベースラインの歪みを抑制できます。また、表面が平滑な薄い試料の測定において干渉縞の発生を抑えることができます。KBr ディスクを設置した様子を図4に示します。作製した KBr ディスクは、AIM-9000 の試料ステージの穴と同じサイズであるため、置くだけで固定ができます。測定条件を表1に、測定結果を図5に示します。

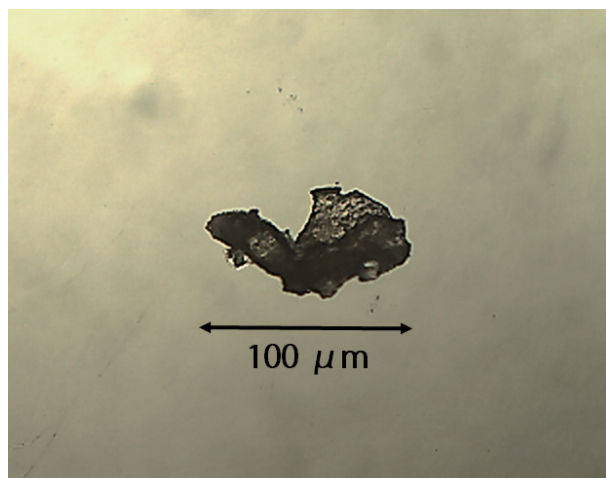


図2 異物の実体顕微鏡画像



図3 フーリエ変換赤外分光光度計 IRTracer-100 と
赤外顕微鏡 AIM-9000

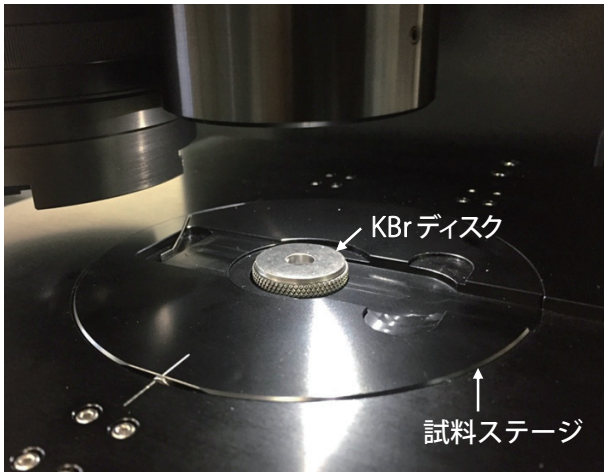


図4 KBr ディスクを設置した様子

表1 測定条件

装置	: IRTracer-100、AIM-9000
分解	: 8 cm ⁻¹
積算回数	: 40 回
アポダイズ関数	: Happ-Genzel
検出器	: MCT
アパーチャサイズ	: 100 μm×100 μm

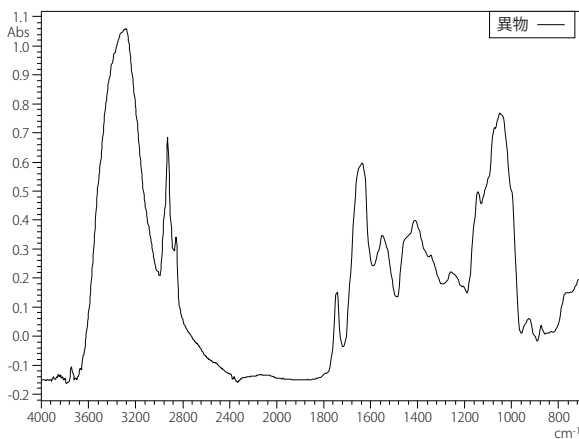


図5 測定結果

図5の測定結果において、3200 cm⁻¹付近には水分に由来する O-H 結合のピークが大きく出ています。その他、2800 cm⁻¹付近には C-H 結合、1750 cm⁻¹付近にはオイルを含む食品によくみられる C=O 結合、1650~1550 cm⁻¹付近にはたんぱく質由来と思われるアミド基のピークなどが検出されました。

測定結果の解析

標準で搭載されている 12,000 点のライブラリを用いて、異物の解析を行いました。解析結果を図6に示します。

検索の結果、異物はオイル、たんぱく質、でんぷんの混合物であることがわかりました。いずれも一般的に食品に含まれる成分ですので、異物は食品の一部と推測されます。

食品異物の分析においては、異物として発見されたものが食品の一部であることや、異物に食品成分が付着していることが少なくありません。後者の場合には、異物を測定した後に、水などで食品成分を溶解させて再度分析を行うこともあります。(ただし異物成分も溶解する場合がありますので、必ず前処理を行う前に測定しておいてください。) 異物分析において、より正確な定性結果を得るためには、異物が発見された場所等の情報や、光学顕微鏡による外観観察で得られた情報も重要です。

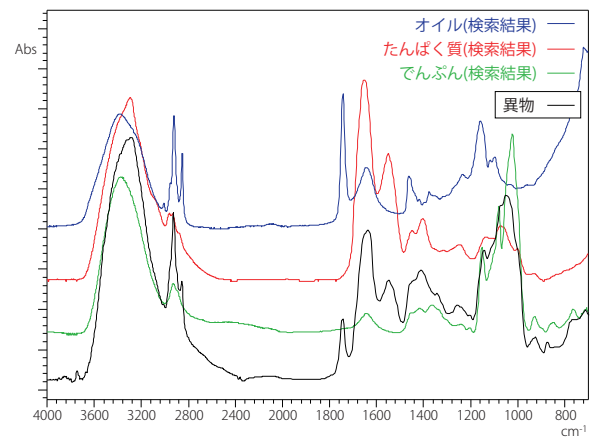


図6 解析結果

まとめ

KBr Cuttings を用いた食品異物の分析例をご紹介しました。従来の KBr 錠剤法とは異なり、手間なく簡単に測定を行っていただくことが可能です。また、KBr ディスクは、赤外顕微鏡による測定だけでなく、本体 FTIR での透過測定にもご利用いただけるようになっています。異物分析の測定手法として、ぜひご活用ください。

参考文献:

- 1) Application News No.A536
「KBr 錠剤成形用の簡易 KBr プレート KBr Cuttings のご紹介」