

Application News

No. A535

光吸収分析

異物ライブラリの活用

異物の原因究明については、正確さ、迅速さが求められます。自社の製造ラインからだけでなく、消費者自身が誤って混入させた異物がクレームとして認識されるなど、その原因物質は多岐に渡り、解析には多くの知識や経験を必要とします。

ここでは、当社の経験や解析ノウハウを集約した異物ライブラリを使用した異物解析事例をご紹介します。

S. Iwasaki

■異物ライブラリの概要

異物ライブラリは、当社 FTIR の装置制御・データ解析を行うソフトウェア LabSolutions IR にオプションとして追加いただくことで、標準ライブラリと同様にご使用いただけます。本ライブラリには、実際に捕集された異物（水道事業体、食品会社で提供）やパッキンのような混合物など、485 点にも及ぶデータが収録されているため、単一成分のデータのみを収録した市販のライブラリとは異なり、検索精度が格段に向上しています。また従来のライブラリは成分名のみを表記であったため、異物の出所を特定することは困難でしたが、本ライブラリでは出所を推測できるような表記を採用しました。

異物ライブラリには、1 回反射 ATR 法で取得した赤外スペクトルの他、試料の写真、主要元素、色、形状、硬さ、金属光沢の有無などの詳細情報が含まれています。収録されている試料すべてにおいて EDX 分析も行っているため、異物ライブラリでヒットした試料について、該当する EDX プロファイルデータベースを PDF ファイルにより閲覧することができます。これには、定性プロファイルと定量分析結果が記載されています。

■異物解析の実例

ある製造ラインで発見された異物 1 について、FTIR 分析を行いました。装置および分析条件を表 1 に示します。測定結果と異物ライブラリでの検索結果を図 1 に示します。骨片が 1 位にヒットし、リン酸カルシウムやタンパク質の混合物と考えられました。異物 1 には 1750 cm⁻¹ 付近のピーク (C=O 基由来) が見られますが、これは食用油などの影響と考えられます。

ライブラリでヒットした骨片の EDX プロファイルデータベースを図 2 に示します。EDX 分析を行うと、骨の主成分である Ca や P の存在を確認することができます。これは、FTIR の解析結果を裏付けるもので、FTIR と EDX の両機種での分析を推奨する事例となります。

表 1 装置および分析条件

Instruments	: IRAffinity-1S, MIRacle10 (Diamond prism)
Resolution	: 4 cm ⁻¹
Accumulation	: 40
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: DLATGS

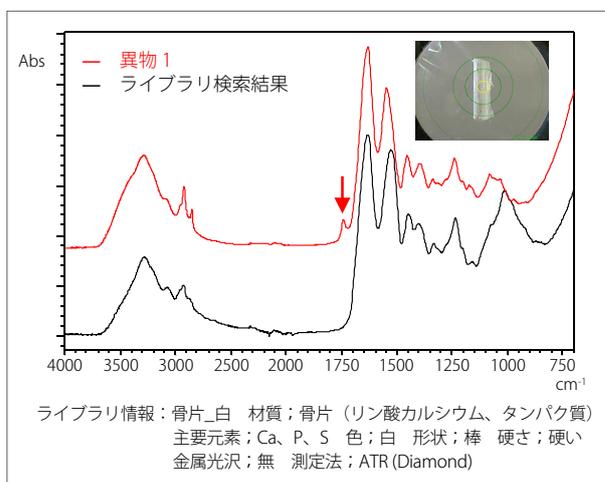


図 1 異物 1 の測定結果と検索結果

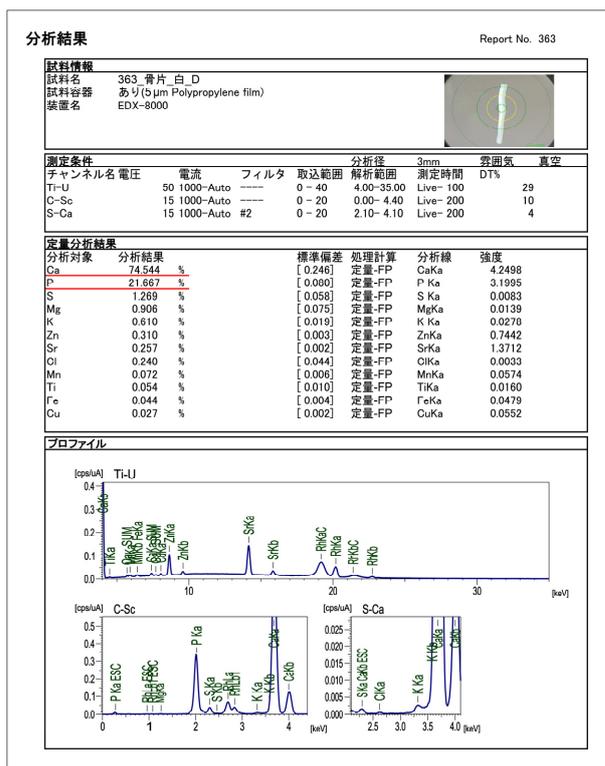


図 2 「骨片」の EDX プロファイルデータベース

次に、食品の製造ラインで発見された異物 2 の FTIR 分析を行いました。測定結果と異物ライブラリでの検索結果を図 3 に示します。デンプン塊が 1 位にヒットしました。これにはデンプン、脂肪酸、タンパク質が含まれていますが、異物 2 には 1750 cm⁻¹ のピーク (C=O 基由来) はほとんど見られないことから、脂肪酸は含まれていないと推定されたと考えられます。

ライブラリでヒットしたデンプン塊の EDX プロファイルデータベースを図 4 に示します。データベースでは、Na、Cl など食品由来と推定される塩 (NaCl) が検出されていますが、異物 2 では金属元素はほとんど検出されませんでした。

以上より、異物 2 はデンプン、タンパク質を主成分とする原材料の可能性がります。

最後に、異物ライブラリに含まれるデータの一例を表 2 に示します。

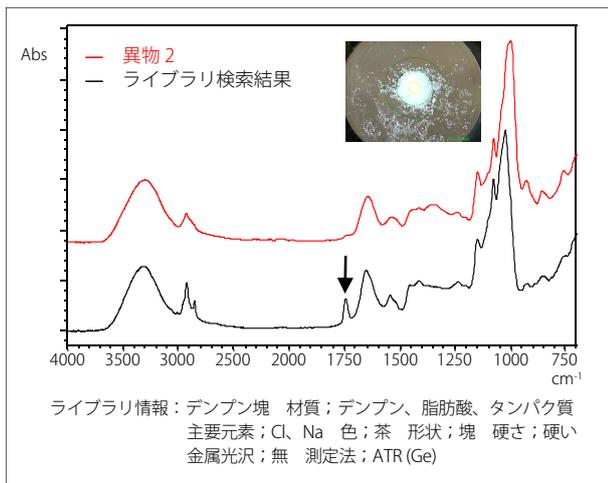


図 3 異物 2 の測定結果と検索結果

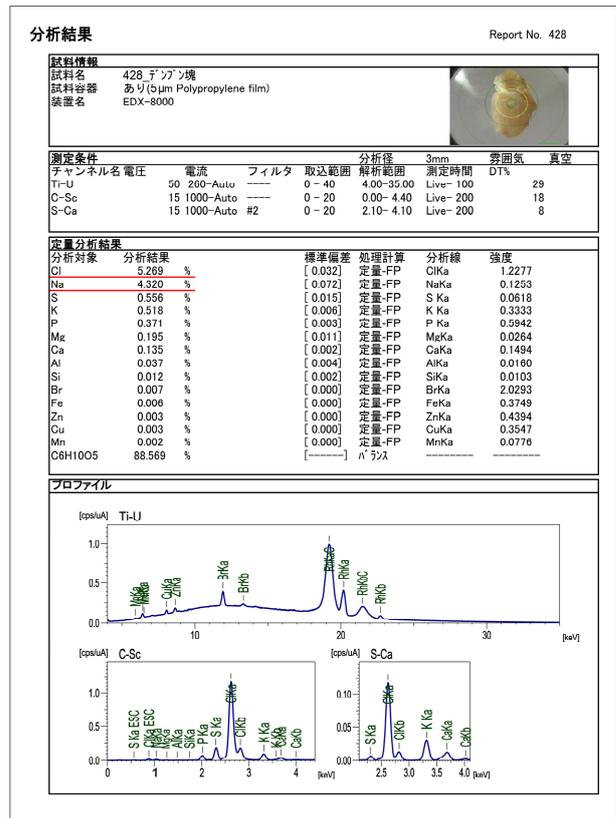


図 4 「デンプン塊」の EDX プロファイルデータベース

まとめ

本ライブラリに含まれるデータは実際の異物をそのまま解析して登録したものであるため、異物解析に有用ですが、異物として発見された試料をユーザーオリジナルのライブラリとして蓄積していくことで、更に精度の高い解析が実現できます。

2016 年に発売された EDX-FTIR 統合解析ソフトウェア EDXIR-Analysis では、異物ライブラリの FTIR、EDX 両データ

が電子ファイルで登録されており、両データを用いて統合解析することができます。異物 1 の事例で触れましたが、FTIR 分析だけでは同定しにくい異物試料について、EDX 分析を行うことで有用な情報が得られることもあります。異物解析においては、有機、無機の多角的な分析手法が大変有効です。詳細は Application News No. A522A をご参照ください。

表 2 異物ライブラリに含まれるデータ一例

名前	コメント
水道関連異物	給水管スリッパッキン 材質: ポリエチレン (PE) 主要元素: 1%未満 色: 黒 形状: 樹脂、リング 硬さ: 硬い 金属光沢: 無 測定法: ATR (Ge)
	シールテープ 材質: ポリテトラフルオロエチレン (PTFE) 主要元素: F 色: 白 形状: フィルム 硬さ: 柔らかい 金属光沢: 無 測定法: ATR (Ge)
	水道管内壁コーティング剥がれ_1 材質: ポリスチレン (PS)、アクリル樹脂 主要元素: Cl 色: 茶 形状: 破片 硬さ: 柔らかい 金属光沢: 無 測定法: ATR (Ge)
	カビ 材質: タンパク質、ケイ酸塩 主要元素: 1%未満 色: 茶 形状: カビ 硬さ: 柔らかい 金属光沢: 無 測定法: ATR (Ge)
	ポンプ内コーティング_白 材質: ポリアミド (PA) (ナイロン 11)、酸化チタン (IV) (TiO ₂) 主要元素: Ti、Na 色: 白 形状: 剥離片 硬さ: 脆い 金属光沢: 無 測定法: ATR (Ge)
食品関連異物	原料植物の一部 材質: 植物表皮 (セルロース)、脂肪酸 主要元素: Cl、Na 色: 茶 形状: 塊 硬さ: 柔らかい 金属光沢: 無 測定法: ATR (Ge)
	白色毛髪 材質: 人毛 (タンパク質) 主要元素: S 色: 白 形状: 繊維 硬さ: 柔らかい 金属光沢: 無 測定法: ATR (Ge)
	爪片 材質: 爪 (ケラチン) 主要元素: S 色: 白 形状: 破片 硬さ: 硬い 金属光沢: 無 測定法: ATR (Ge)
	骨片_茶 材質: 骨片 (リン酸カルシウム、タンパク質) 主要元素: Ca、P、Mg 色: 茶 形状: 棒 硬さ: 硬い 金属光沢: 無 測定法: ATR (Ge)
	ホッチキス針 1 材質: ステアリン酸亜鉛 (金属表面付着物) 主要元素: Fe、P 色: 黒 形状: 棒 硬さ: 硬い 金属光沢: 有 測定法: ATR (Ge)
	ガラス片 材質: ガラス (SiO ₂) 主要元素: Pb、Si、K、Na、Zn 色: 透明 形状: 塊 硬さ: 硬い 金属光沢: 無 測定法: ATR (Ge)
ステンレス鋼_1 材質: 不明 (金属表面付着物) 主要元素: Fe、Cr、Ni、Mn 色: 銀 形状: 金属 硬さ: 硬い 金属光沢: 有 測定法: ATR (Ge)	