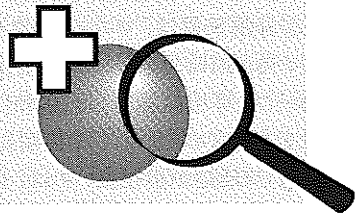


品質・
安全対策 I



The Latest Technology for Chemical Component Analyzer

最新の食品成分分析技術

— 公定法 vs 迅速・環境対応法 —

編集部

ログラムされた分析条件に従って完全自動で行われる。オペレーターは危険な試薬に触れることなく、試薬の液漏れもない。サンプルは同時12検体処理が可能で、装置も340×640×860mmと大変コンパクトな設計になっている。

灰分測定

食品分析における灰分は、一般的に食品を約525~600℃で燃焼させた際に残った灰の量として定義され、食品中の無機質の総量とされている。しかし灰化法では、非金属元素と金属元素のバランスが異なる場合、無機質総量が正確に出ない場合があり、これで無機質総量を表すには問題があるという指摘もある。このため現在の栄養成分の約束手分析において、灰分測定が重要な意味をもつのは、灰分値の表示のためより、差し引きによる炭水化物を算出するための方法としてである。灰分値の表示にあたっては、別に測定したナトリウム含量と照らし合わせての補正が必要といわれる。

灰分の測定方法としては、磁製容器、またはアルミ箔カップで直接灰化する乾式法と、硫酸または酢酸マグネシウムを添加して灰化する湿式法などがある。一般的な灰分測定の前処理法としては電気マッフル炉などでの直接灰化法が用いられることが多かったが、より高精度な値を求めたい場合や、原子吸光度やICPなどに向け元素分析をする場合には湿式法を用いることが多いようだ。食品の灰化温度は、食品の種類によって異なり、AOACでは食品ごとに一定の温度が示されている。

アステックが販売するCEM社製「マッフル炉Phoenix」はマイクロウェーブにより直接サンプルを燃焼する乾式の灰化法で、従来の電気マッフル炉に比べ、灰分測定時間を1/10に短縮できる。またこれまで8個だったルツボが15個入るように炉の容量が大きくなった。旧モデルMAS7000で証明された優れた加熱テクノロジーとプログラムできるマイクロプロセッサコントロール、高精度温度コントロール、エアフローデザインと安全機構が結合したモデルとなっている。

アクタックの販売する「スピードウェーブMWS-2」は、酸を添加して分解する湿式法だが、灰化する熱源としてマイクロウェーブを採用している。テフロン製分解容器を10本使用可

能なPP製分解ローターをオープンにかけ、圧力、温度の分解条件をセットすればよく、非接触式赤外線温度コントロールで全ての分解容器の内部温度をモニターできるようになっている。

日本ビュッヒが販売する湿式灰化装置「B-440型」は、湿式分解器とスクラバーによりなり、分解器はハロゲンランプ、ガラスフードの採用により迅速にサンプルの状態を確認しながら使用できる。廃棄浄化機能としてのスクラバーは、硫酸分解時に発生する酸化蒸気を中和し、研究室内などの環境に腐食性蒸気を飛散させることなく使用することができる。スイス・プレシーザ社製全自動灰分水分自動測定装置「prepASH129」は、天秤と電熱炉が一体となった装置。専用のルツボにサンプルを採取し、標準装備のオートサンブラー(29検体)にセット後は、全て自動で灰分の重量値を得ることができる。

ジェイサイエンスラボでは、低温灰化装置プラズマアッシュアーJPA300シリーズを販売している。減圧状態で酸素を高周波エネルギーによってプラズマ状に励起させ、この酸素プラズマを利用して試料を灰化する装置で、電気炉などによる高温灰化に比べて揮発しやすい無機成分のロスが少ない。

とくに揮発性の無機成分の正確な定量には不可欠の装置で、原子吸光分析、発光分析、X線分析、質量分析などの前処理に用いられることが多い。食品では米中のカドミウム分析の前処理によく用いられているという。

ミネラル測定

食品中のミネラルの分析対象としては、厚生労働省の規定する栄養素表示の項目に挙げられているナトリウム、亜鉛、カリウム、マグネシウム、カルシウム、銅、鉄、クロム、リン、マンガンの10成分(この中で栄養機能の表示が許可されたミネラルとしてはカルシウム、鉄、亜鉛、銅、マグネシウム)と五訂増補日本食品標準成分表に収載される、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウム、リン、鉄、亜鉛、銅、マンガンの9成分について、また安全性に関わる重金属としては、カドミウム、水銀、鉛、ヒ素、スズ、六価クロムなどがあり、これらミネラルの分析法としては吸光光度法や原子吸光法が古くから用いられて

きた。原子吸光法は高温下で試料中の目的元素を原子化し、元素特有の波長を吸収し、得られた吸光度を濃度として定量する方法。試料の前処理などの手間はそれほど要さないが、1回1元素しか測れない。それに対し近年ミネラル分析で急速に普及してきたのが多元素を同時に測れるICP発光分光分析法だ。ICP発光分光分析法は原子吸光法との相関も様々な試料で得られており、一部には公定法として認められている。

さらにこの3~4年で大きく伸びているのがICP質量分析法だ。ICP質量分析法はもともとマトリックス濃度の高い試料向きではなかったが、技術の進歩で

超小型プラズマ発光タイプの元素分析器発売

北陸先端大学発のベンチャー企業であるマイクロエミッション(0761-51-1420)では、手のひらサイズのハンディ型元素分析器「MH-5000」を開発、食品や土壌・水質分析で注目を集めている。

プラズマ発光タイプで超小型・高感度を実現しており、操作も簡単。バッテリー駆動によりフィールドでの測定を可能にしている。

プラズマ発光は、ごく少量(40μl)の試料でも測定可能で、ガスボンベや試薬が不要、かつメンテナンスがほぼ不要となる。

発光容器に液状試料を入れ、測定器にセッ

トしボタンを押すだけで、数十秒で結果が得られる。ソフトとしては定性・定量分析用、測定条件と検量線設定用、濃度データの読み込み専用があり、データをパソコンにつないでパソコン上で解析できる。

複数の元素を一度に測定することも可能で6元素の濃度が画面に表示される。6元素の組み合わせは変更可能。測定条件は液性の異なる試料、別元素設定により4モードあり、ボタンを押すだけでモード設定できる。検出限界は0.1ppm~100ppm。データ保持数は濃度データの場合、50測定分。発光スペクトルは1測定分。

試料マトリックスの複雑な食品や環境でも使えるようになり、装置価格を抑えた製品が4~5年前から登場してきたことが普及に拍車をかけた。

原子吸光分析装置からICP発光分析装置、ICP質量分析法まで、幅広く無機分析装置を扱うパーキンエルマージャパンでは、マイクロウェーブ試料前処理装置や種々のアクセサリを含め、自社開発品を揃え様々なミネラル分析ニーズに対応している。食品や水質分析分野でも最近ではICP発光分析装置やICP質量分析法の導入が増えているという。同社のICP質量分析法「ELAN DRC-e」では、試料が複雑なマトリックスの場合でも、目的対象元素の感度を落とすことなく精度よい定量値を得るための要素技術として多原子イオン除去システム（ダイナミックリアクションセル）やその他の特許技術を搭載し安定した分析を実現。ミネラルウォーターや粉ミルクなどの多元素同時分析という。通常の成分分析だけではなく、土壌や海水からくるミネラルを分析することによる産地判別や重金属の形態別分析法による有機態結合品か否かで安全性の判別をするなど、安全性確認技術としてのアプリケーションもあるという。

ICP発光分析やICP-MSに比べて、感度は落ちるが、非破壊で迅速にミネラル分析ができるとして、最近注目されてきたのが蛍光X線分析だ。スペクトリス（03-5773-9750）パナリティカル事業部では、多元素を迅速に分析できる蛍光X線分析装置「Epsilon 5」を販売する。通常のエネルギ分散型蛍光X線分析装置では単純な2次元配置が採用されていて検出限界に悪影響を及ぼしたが、「Epsilon 5」は3次元とし、また100kVでCd-K α を励起によりS/N比を改善し、高分解能ゲルマニウム検出器を備え、検出限界を上げ広範な元素の微量分析を高速・高精度で実現した。今後同社ではコメの産地の同定のためのアプリケーションなどに力を入れて開発していきたいという。

近赤外分光(NIR)法による多成分の分析

NIR分析法は多変量解析によるキャリブレーションを常に必要とする分析手法で、コンピュータ技術とケモメトリックスの進歩により完成した分析法といっても過言ではない。それだけキャリブレーションは重要で、NIR分析が紹介された当初はキャリブレーション作成に多大な時間と費用を費やさなければ使えないということが多かったようだ。最近では煩雑なキャリブレーション対策としてのハード、ソフトの開発や、外部のサポート体制の充実で利用効率を上げるための取り組みが行われている。

NIRの光学部の分光器システムはいくつかあり、それぞれ測定スピード、波長安定性、コストなどで差がある。初期からよく使用されている干渉フィルター方式は限られた波長のみ測定するものではあるが、高速測定可能で低価格。また、連続スペクトルを得られ高精度測定ができるものとして回折格子方式やAOTF（音響光学素子）、フーリエ変換を利用したものなどがある。定量分析用には従来からの回折格子型が多く使われている。フーリエ変換型は精度、迅速性の点で優れており、以前より装置価格が安くなってきたこともあり、定性分析を中心に使われているが、振動や外部の雰囲気の影響を

受けやすく、主にラボで利用されてきた。しかし最近では干渉計技術により、現場でも外部の影響を受けず利用できる装置が開発されている。このほか検出器の違い、試料セット部の違いなどが各装置間であり、これにより測定スピード、波長安定性、コスト、精度が各装置で異なっている。

NIR分析の対象としてよく利用されるのは、穀類、豆類、菓子類、酪農製品、飲料、醸造品、果実類などで、計測項目としては水分、蛋白質、脂質、窒素、灰分、糖など様々な項目に及ぶ。また最近では成分だけでなく吸水率や色相、粒度といった項目の計測も行われるようになってきている。欧米では穀類などの農産物やその加工品の分析法としてNIRが認可法になっている国も多い。これに対しわが国ではサトウキビの格付分析法として94年にNIR法が認められて以来、動きがなかったが、07年春の小麦の価格変動制への移行に伴い、小麦のたん白含量の測定法としてNIR法が認められた。

また製菓分野では97年に欧州、01年に米国でNIR法が薬局法に収載され、世界的に製菓分野の管理法として定着しつつあったが、ようやくわが国でも昨年出された第15改正日本薬局法の第2追補でNIR法が収載され動きが活発化している。

●食品分野で使われるNIR装置

フォス・ジャパンでは、FOSS Analytical製造の「INFRA TEC」シリーズと、FOSS NIR Systems製造の「TR3750」シリーズの販売を行っている。

同社の近赤外分光装置は汎用性のあるスタンダードモデル「NIRシステム」のほか、乳成分測定用の「ミルコスキャン」、乳製品や食肉製品用の「フードスキャン」、アルコール飲料用の「ワインスキャン」、現場向きの防滴・防塵仕様の「インフラエグザクト」など専用機化されており、電源を入れればすぐ使えるという簡便性を追求し好評を得ている。

06年秋には、小麦の分析法として標準計測方法に「INFRA TEC1241」が収載され、また沖縄県糖業振興協会が管理する沖縄のさとうきびの品質取引のための糖度の分析法として回折格子型の「インフラエグザクト」による方法が収載された。小麦は07年春から価格変動性に変わり、製粉会社が独自の価格で調達できる方式が始まったことで粒のまま非破壊で測定できる近赤外分析法が、たん白分析法としてとり入れられ、「INFRA TEC」シリーズの導入が増えている。

日本ビュッヒでは、フーリエ変換型（FT型）NIRの国内販売を行う。FT型は80年代に登場し90年以降普及してきているが、その特長としては波数精度が非常に良く、分光計間のデータ移設が容易。また、高エネルギーの光をサンプルに照射できるので高SIN比・外部環境からの光の影響がない。高速測定を可能にしたNIRFlex500で採用したビュッヒ独自の偏光干渉計は、振動や環境の影響が少ない特徴を有する。同機は、あらゆる形態のサンプル測定が可能で、サンプリングに専用セルを必要とせずシャーレやビーカーなどに試料を入れそのまま測定が行える。最近固体透過測定モジュールが追加され、粉体や錠剤の透過測定へと応用がひろがった。ことに、医薬や栄養食品の錠剤に含まれる成分の含量やその均一性試験への利用が期待される。さらに簡単オペレーションの汎用機SpectraAnalyzerは、旧ブランルーベ社製