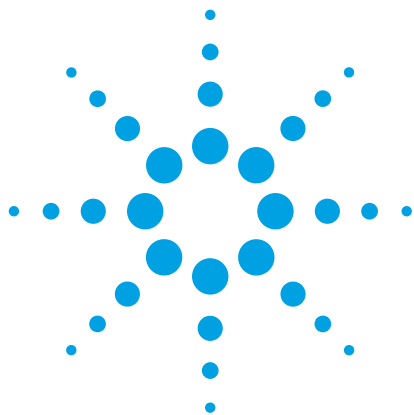




Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計による 幼児用シリアル中のスクロース濃度の測定

アプリケーションノート

食品検査・農業

著者

Chih-An Lin, Huseyin Ayvaz, and
Luis E. Rodriguez-Saona
Department of Food Science and Technology,
Ohio State University
Columbus, OH, USA

概要

スクロースでコーティングされた穀物原料の幼児用シリアルを粉碎し、Agilent Cary 630 FTIR を用いてスクロース、グルコース、フルクトース濃度を測定し、HPLC による測定値と比較しました。その結果から、可搬型 FTIR と HPLC の測定間に相関が得られることがわかりました。また、Cary 630 が朝食用シリアル中の糖濃度のリアルタイム分析に適していることが実証されました。



Agilent Technologies

はじめに

朝食用シリアルには、味および見た目をよくするためにスクロースコーティングが施されています。一方、これらの糖による健康への懸念が高まっており、シリアルの糖含有量を測定し、コントロールする必要性が生じています。糖のコーティング量は、製造時のコントロールが必ずしも容易ではないため、必然的に最終製品中の糖を測定しなければならないケースが増えることになります。この目的には、クロマトグラフィーや湿式化学分析法が広く使用されていますが、これら分析メソッドは時間がかかり、サンプル前処理にも手間を要します。こういった背景から、従来の分析メソッドに付随する問題を解消できる糖の分析メソッドに大きな関心が寄せられています。

このアプリケーションノートでは、Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計に 1 回反射型ダイヤモンド ATR サンプルインタフェースを装着したシステムにより、一般的に用いられている HPLC メソッドと同等の結果が得られることを示します [1]。Cary FTIR システムは、クロマトグラフィーメソッドと比較して次の点で優れています。

- 分析速度が向上します。
- 粉碎以外に、サンプルの希釈や前処理は不要です。
- 高いスキルがなくても信頼性の高い結果を得ることができます。
- 分析のためにサンプルを遠隔地のラボに送付する必要がありません。測定を必要とする場所で必要なときに分光光度計を使用できます。

このうち、特に最後にあげた点が重要になります。これは、食品成分の信頼性および含有量を確認するために、製造現場やさらなる加工のための製品受け入れ場所の近くで分析を実施する必要性が高まっているからです。FTIR は、こういった品質保証に役立つ非破壊の高速スクリーニングツールです。Agilent Cary 630 FTIR [2、3] や Agilent 4500 可搬型 FTIR [4] を始めとするアジレントの FTIR システムは、食料品の製造現場や受け入れ現場、製造ラインにおいて威力を発揮します。

実験方法

シリアルサンプル (プレーン、スクロースコーティング、または風味付きの 90 サンプル) をミキサーで個別に粉碎しました。各粉末サンプルを、Agilent ダイヤモンド ATR サンプルインタフェースを装着した FTIR 分光光度計 (図 1) に直接セットしました。粉末サンプルは、ATR インタフェースのサンプルプレスを用いてセンサ面に良好に接触させました。測定は、波数域 $4,000\sim 700\text{ cm}^{-1}$ 、分解能 4 cm^{-1} 、64 回積算で行い、市販の多変量解析ソフトウェアパッケージで解析しました [5]。具体的には、スペクトルを正規化し、35 点を Savitzky-Golay 二次多項式フィルタをかけて二次微分した後、部分最小二乗法 (PLS) による回帰分析を行いました。



図 1 シリアル中の糖の測定には、Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計にダイヤモンド ATR サンプルインタフェースを装着したシステムを使用しました。

また、標準的な HPLC メソッドで、粉碎して溶解した後にろ過したサンプル中のスクロース、グルコース、およびフルクトース濃度を測定しました。

結果と考察

HPLC で測定した幼児用シリアル中の糖濃度 (表 1A および 1B) は、糖コーティングの有無に応じてシリアル 100 g あたり 0.5~18.1 g の範囲で変動しました。

表 1A 幼児用シリアル中のグルコースおよびフルクトースの平均濃度 (シリアル 100 g あたり)

糖	含有量 (g)
グルコース	0.66 ± 0.32
フルクトース	1.09 ± 0.51

表 1B 糖コーティングされた幼児用シリアルおよびコーティングなしのシリアル中の平均スクロース濃度 (シリアル 100 g あたり)

	コーティングなしのシリアル	糖コーティングされたシリアル
スクロース	1.2 ± 0.7 g	11.8 ± 3.5 g

粉末シリアルサンプルの中赤外スペクトル (図 2) には、1,000 cm⁻¹ 付近に強く幅広い吸収ピークが現れました。このピークには、糖およびコーンスターチの両成分が寄与しています。

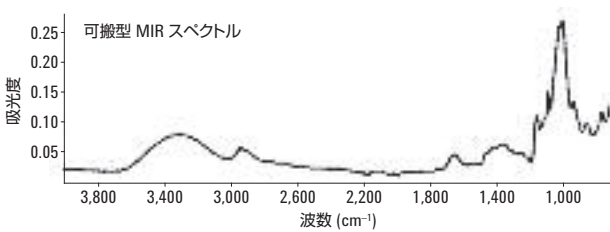


図 2 幼児用シリアルの中赤外スペクトル。波数域 1,200~900 cm⁻¹ に現れている強い吸収スペクトルは、C-C および C-O 伸縮と C-O-H および C-O-C 変角によるものと考えられます。1,000 cm⁻¹ 付近のスクロースの特徴的な吸収バンドは、コーンスターチの強い吸収によりわかりにくくなっています。

このスペクトルデータに多変量 PLS 法を適用しました。20 サンプルからなる外部バリデーションセットの結果では、スクロース濃度に関して、HPLC 分析によるデータとの高い相関性 (> 0.95) が見られました (図 3、表 2)。

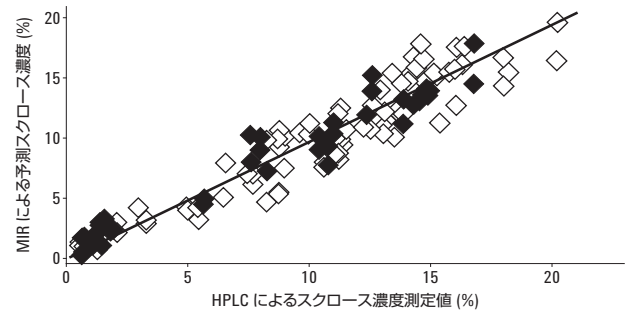


図 3 多変量 PLS モデルを用いた、FTIR スペクトルによる予測スクロース濃度と HPLC による結果の相関。黒のプロットはバリデーションサンプルを示します。

表 2 トウモロコシを原料とする幼児用シリアル中のスクロース濃度の予測における、Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計のスペクトルにもとづくキャリブレーション (予測) モデルの性能

	キャリブレーション モデル (n = 70)	バリデーション モデル (n = 20)
スクロース濃度 (%)	0.5~18.1	0.6~16.7
シリアルサンプル数	70	20
キャリブレーションモデルにおける クロスバリデーションの標準誤差	1.46	1.27
相関係数	0.97	0.97
参照データの標準偏差/予測値の 標準誤差	3.94	4.41

同様に、全糖 (グルコース、フルクトース、およびスクロース) 含有量についても、FTIR による結果と HPLC による結果との間に非常に良好な相関性があることが認められました (図 4、表 3)。

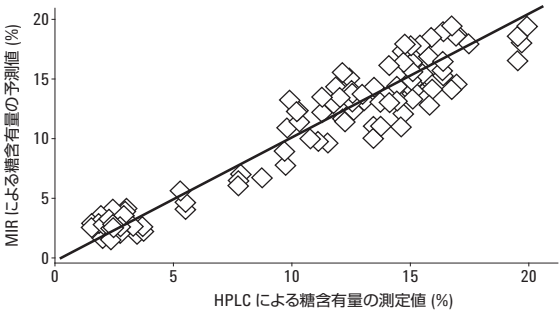


図 4 FTIR スペクトルと HPLC の結果の相関をもとに、PLS 法を用いて求めた全糖含有量の検量線

表 3 FTIR と HPLC の結果の相関にもとづく検量線の統計値

	キャリブレーション モデル (n = 80)
全糖含有量の範囲 (%)	1.4–19.9%
シリアルサンプル数	80
キャリブレーションモデルにおける クロスバリデーションの標準誤差	1.56
相関係数	0.96
参照データの標準偏差/予測値の標準誤差	3.80

コンパクトな Cary 630 および 4500 可搬型分光光度計では、直感的に操作可能な Agilent Microlab ソフトウェアによってさまざまな操作を実行できます。PLS によるキャリブレーションを簡単な操作で組み込むことができるため、基盤となるケモメトリックモデルに関する知識がなくても、正確な結果を取得し、報告することができます。

結論

幼児用シリアル中のスクロースおよび全糖含有量について、Agilent Cary 630 FTIR システムで記録した中赤外スペクトルと HPLC データとの間に非常に良好な相関性が認められました。この結果により、コンパクトな Agilent FTIR 分光光度計が、食品産業のルーチン分析および品質管理においていかに有益なツールであるかが改めて実証されました。FTIR を用いたシリアル製品中のスクロースの測定メソッドは、クロマトグラフィーによる分析メソッドよりはるかに簡便です。分析時間も短く、HPLC に付随するサンプル前処理のほとんどが不要です。また、クロマトグラフィーとは異なり、信頼性の高い結果を得るために高い技術的スキルが要求されないため、ユーザーのトレーニングレベルを問わず、さまざまな設定で中赤外システムを使用することができます。Cary 630 分光光度計だけでなく、バッテリー式の Agilent 4500 可搬型 FTIR も、ラボ外で、また分析を必要とするサンプルの近くで、測定に役立てることができます。

謝辞

このアプリケーションノートに掲載されているデータおよび結果は、オハイオ州立大学 Food Science and Technology 学部の Luis Rodriguez-Saona 教授率いる研究グループから提供されたものです [1]。

参考文献

1. C-A Lin, *et al.* "Application of Portable and Handheld Infrared Spectrometers for Determination of Sucrose Levels in Infant Cereals" *Food Anal. Methods* **7**, 1407-1414 (2014).
2. Z. Farooq, A. Ismail, QA/QC of sugars using the Agilent Cary 630 ATR-FTIR analyzer, *Agilent*, publication number 5991-0786EN (**2012**).
3. A. Rein, FTIR analysis provides rapid QA/QC and authentication of food ingredients prior to processing, *Agilent*, publication number 5991-1246EN (**2012**).
4. Piroutte Chemometric Modelling Software, *Infometrix Inc*, Woodville WA.
5. <http://www.chem.agilent.com/en-US/Products-Services/Instruments-Systems/Molecular-Spectroscopy/4500-Series-Portable-FTIR/pages/default.aspx>

詳細情報

本書に記載されたデータは典型的な結果です。アジレントの製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト (www.agilent.com/chem/jp) をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2015

Printed in Japan

July 27, 2015

5991-6126JAJP



Agilent Technologies