

ラマン分光計による 食用油の簡易検査

Melissa J. Gelwicks

食用油には様々な役割があります。日々の食生活にも欠かせないものですが、それだけでなく食品・化粧品・スキンケア 製品等の製造においても重要な役割を持っています。このように多用途であることから、様々な油脂を簡便に識別できる検証方法が望まれています。

一般的に油脂の検証は実験室にてクロマトグラフィーを代表とする分析によって行われています。このホワイトペーパーでは、ラマン分光法と主成分分析（PCA）を組み合わせることで、食用油脂16種類の優れた判別結果が得られたことを紹介します。

ラマン分光法では、炭素の単結合と二重結合をもつ物質はラマン活性が高い傾向にあります。油脂は炭素鎖が長いためラマン分析に適したサンプルであるといえます。食用油の種類は多く、さらに構造が似ているため、ラマンスペクトルを視覚的に観察しても大きな差異を見付けることができません。しかしながら、スペクトル変化をより敏感に反映するPCA分析と組み合わせることで、種々の油脂を正確に同定し、品質まで検査できる強力なツールとなります。





Methods Description

はじめに

携帯型ラマン分光計Miraは ORS™技術を搭載しており、16種類の油脂サンプルを正確に判別できることが証明されています。ラマン分光法は食用油の飽和度、脂肪酸組成、分解、不純物の研究に利用されており、製造ラインのプロセス制御においても重要な役割を果たしています。Mira Pはメトローム社の製品ラインナップの中で、物質の同定と検証を行うことができる機種となっています。Mira PにはPCA分析が実装されており、p値の大小によりPASS/FAILの判定結果が得られます。これは、スペクトル間の非常に小さな差異を持つ種々の識別に優れた方法であることが実証されています。Mira Pを使用したサンプルの分析は、迅速かつ簡単、非破壊的で、サンプル前処理を必要としません。このホワイトペーパーでは、Mira Pが95%の信頼区間を用いて、16種類の油脂を100%正確に検証することが示されています。このホワイトペーパーには検証に使用するトレーニングセット（判別モデル）の作成と編集についても記載があります。

サンプル

16種類の食用油は地元の食料品売り場で購入しました。4種類の異なるタイプのオリーブオイルを含む様々なオイルをテストし、Mira Pを用いてそれらを判別できるかどうかを検証しました。

準備

オイルは販売パッケージから分析用の小さなガラスバイアルに分取しました。

装置

ORS™を搭載した携帯型ラマン分光計Mira Pを使用しました。専用ソフトウェアのMiraCalにてトレーニングセットを設定後、16種類の油脂の同一性を検証しました。

トレーニングセット（判別モデル）

各オイルのトレーニングセットは60点のサンプルに基づいて構築されました。60点のスペクトル中にはレーザー出力、露光時間、使用するアタッチメント、照明条件、温度などの試験条件におけるすべての変動を意図的に含めています。この実験で10種類のオイルについては、トレーニングセットにすべてのスペクトルを使用しました。それ以外のオイルでアフリカンバーム、アボカド、ココナッツ、エキストラバージンオリーブオイル、ピュアオリーブオイルの6つのオイルについては、視覚的に正常でないスペクトルがあったため、それらのスペクトルは除外して設定しました。

評価方法

まず、16種類のオイル、それぞれについてトレーニングセットを作成しました。続いて、各オイルのスペクトルについて、すべての種類のオイルのトレーニングセットで評価しました。例えば、ピュアエキストラバージンオリーブオイルのスペクトルを、コーン油、カノーラ油、グレープシード油、ピュアオリーブオイル等のトレーニングセットで評価しました。

分析パラメータ

モード	確認試験
信頼レベル	0.95
レーザーパワー	3
露光時間	オート
平均回数	5
アタッチメント	バイアルホルダー

結果と考察

各オイルは、そのサンプルのトレーニングセットで正確に判別され、p値が0.145以上であることが確認されました。ラマン分光法による食用油の分析に関する利用可能な文献を簡単に調べてみると、類似した研究では85.6～93.1%の精度でラマン分析による油の検証が行われていることがわかります。^{1,2,3}

Mira Pを用いて、トレーニングセットを設計、構築することで、100%の正確な判別が可能です。次項のデータは今回用いた分析手法の能力を示しています。蛍光が発生する食用油のラマンスペクトルは複雑で非常に類似しているため、サンプル間である程度の一致があり低いp値 (<0.100、#で示されています) が得られたものの、正確にPass/Failの判別できていることがわかります。

メトローム社の携帯型ラマン分光計Miraにより、食用油の判別分析を正確かつ効率的に行うことができ、顧客や製造者に製品品質の信頼を与えることが可能となります。

Metrohm White Paper

参考

- 1) Korifi (2011) J. Raman Spec. 42: 1540
- 2) Yang et al. (2001) J. of the American Oil Chem. Soc. 78: 889
- 3) Yang (2005) Food Chem. 93: 25

Table of Results for Verification of Edible Oils

サンプル ↓	判別モデル (#サンプル点数)															
	パーム (43)	アボカド (50)	カノーラ (60)	ココナッツ (42)	トウモロコシ (60)	ELオリーブ (60)	EVオリーブ (52)	グレーブシード (60)	バージンココナッツ (31)	ピーナッツ (60)	プレミアムEVオリーブ (60)	ピュアオリーブ (52)	ピュアパーム (30)	精製ごま (60)	ひまわり (60)	クルミ (60)
パーム	P	#		#							#	#				
アボカド		P						#			#	#				
カノーラ			P											#		
ココナッツ				P					#							
トウモロコシ				#	P	#								#	#	
エクストラ ライトオリーブ				#	#	P				#				#		
エキストラ バージンオリーブ		#					P	#		#						
グレーブシード		#						P				#				
バージン ココナッツ				#					P							
ピーナッツ				#	#	#				P				#		
プレミアム EVオリーブ		#							#		P					
ピュアオリーブ		#							#			P				
ピュアパーム	#										#	P				
精製ごま				#	#	#				#		P				
ひまわり				#	#				#				P			
クルミ				#	#	#							P			

