



Application Note AN-NIR-111

近赤外分析による食用油のヨウ素価 、FFA、屈折率、脂肪酸組成の測定

数秒で食用油のマルチハラメーターを測定可能

食用油は私達の生活に不可欠な食品です。その油質を評価するためにヨウ素価、遊離脂肪酸(FFA)、屈折率、脂肪酸組成などの種々のハラメータを用います。脂肪酸組成分析は、食用油中に含まれる種々の異なる脂肪酸の濃度を測定します。必須リノレン酸(C18:2)および α -リノレン酸(C18:3)の含有量は、その食用油製造者にとって大変重要なハラメーターと言えます。

滴定分析やカスクロマトグラフィーのような従来の

分析手法は非常に時間のかかる、またしほは、健康リスクを引き起こしかねない有害な溶剤試薬を使用して、分析コストを増加させることがあります。これらの従来の基準分析法とは対照的に、OMNIS NIRアライサーによる近赤外(NIR)分析法によって、サンフルの前処理なしで、わずか数秒で、このような食用油質の重要ハラメーターを同時に測定することが可能になります。

実験

8mm光路長の使い捨てカラスハイアルを用いて、OMNIS NIRリキッドアナライサーの透過測定モード(1000~2250nm)で様々な食用油(ひまわり油、菜種油、こま油、大豆油を含む)を1000サンフル以上測定しました。OMNIS NIRリキッドアナライサーの温調機能は40°Cに設定し、精度良く再現性のある測定が可能となりました。専用のOMNISソフトウェアを用いて全スペクトルデータ測定、検量線予測モデルの計算を行いました。



図1 図1. OMNIS NIRリキッドアナライザーと測定に使用した8mm使い捨てガラスバイアル

表1: ハードウェアおよびソフトウェアの機器構成

装置	製品番号
OMNIS NIR Analyzer Liquid	2.1070.0010
Holder OMNIS NIR, vial, 8 mm	6.07401.070
Disposable vial, 8 mm, transmission	6.7402.240
OMNIS Stand-Alone license	6.06003.010
Quant Development software license	6.06008.002

結果

測定されたNIRスペクトル(図2)を用いて検量線予測モデルを作成し、ヨウ素価(IV)、FFA、屈折率、ハルミチン酸(C16:0)、ステアリン酸(C18:0)、オレイン酸(C18:1)、リノレイン酸(C18:2)、 α -リノレン酸(C18:3)の8種類の油質評価項目すべてを定量しました。

全ての項目のNIR予測値と従来分析値に高い相関関係($R^2 > 0.94$)が得られ、精度の良い検量線予測モ

ルが作成可能と判断されました。全サンフルの内、25%のサンフルをハリテーションセットとし、残りの75%のサンフルをカキャリフレーションセットとして選択し、それぞれの項目の各種統計値(FOM)を評価し、それぞれの項目の検量線予測モデルは日常(ルーチン)分析に使用可能であると判断されました(図3-10)。

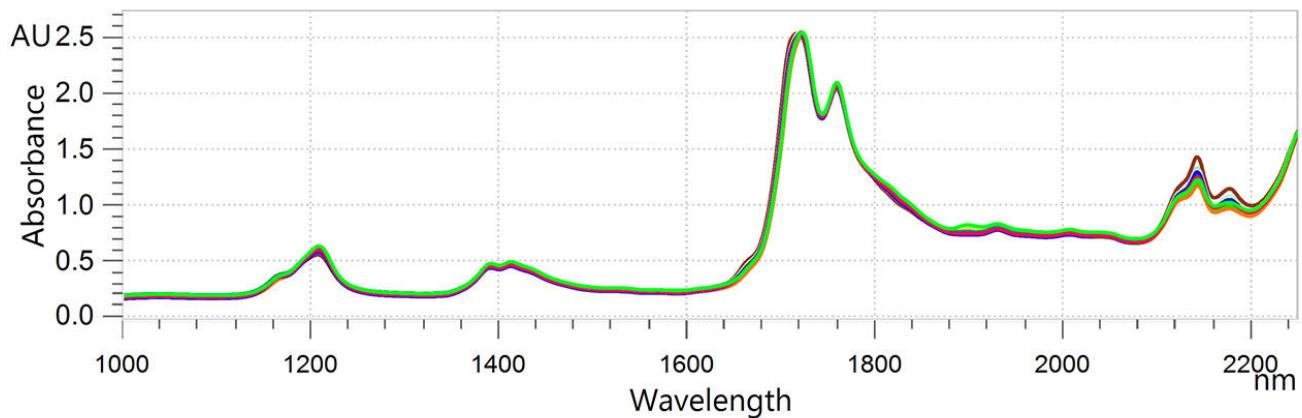


図2. OMNIS NIRアナライザーで8mmリガラスバイアルで測定した食用油サンプルのNIRスペクトラル (40°Cに温調して測定)

結果:IV(ヨウ素価)

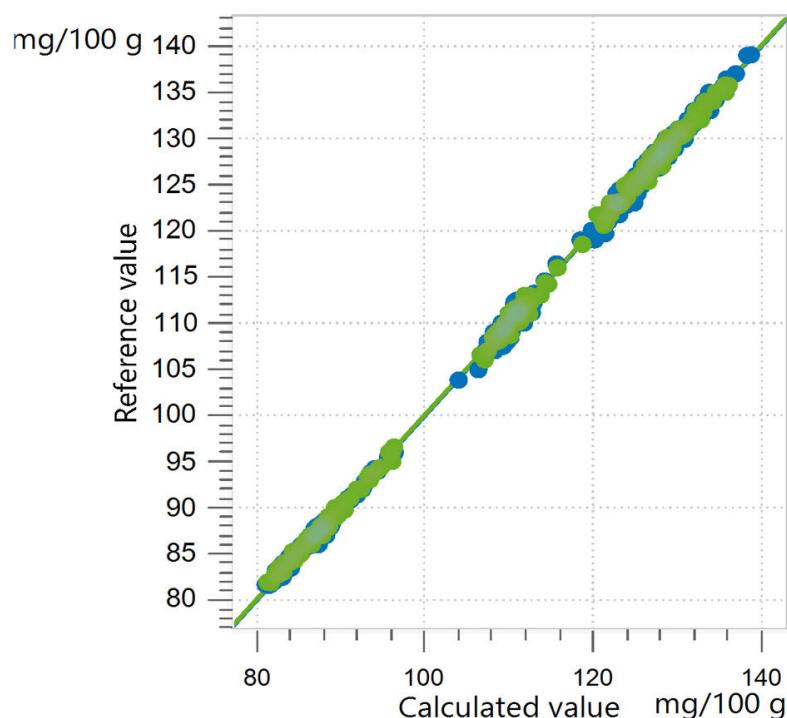


図3. OMNIS NIRリキッドアナライザーを用いた食用油中のIV（ヨウ素価）の検量線モデル相関図と各種統計値（FOM）。従来分析値はガスクロマトグラフィーを用いました。

項目	SEC (mg/100g)	SECV (mg/100g)	SEP (mg/100g)	R2CV
IV	0.47	0.48	0.50	0.999

結果:FFA(遊離脂肪酸)

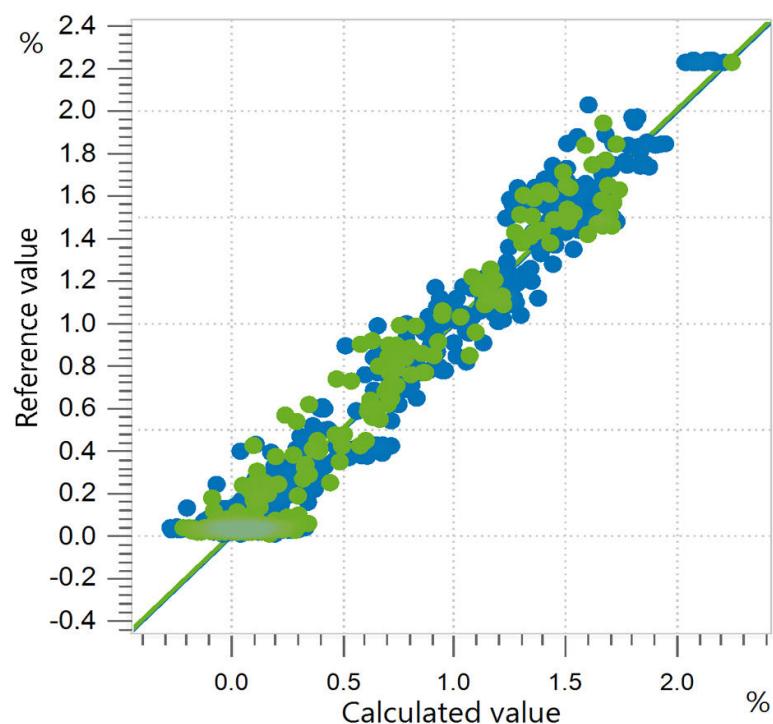


図4. OMNIS NIRリキッドアライザーを用いた食用油中のFFAの検量線モデル相関図と各種統計値 (FOM)。従来分析値は滴定法を用いました。

項目	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)	R2CV
FFA(遊離脂肪酸)	0.12	0.12	0.13	0.946

結果:屈折率

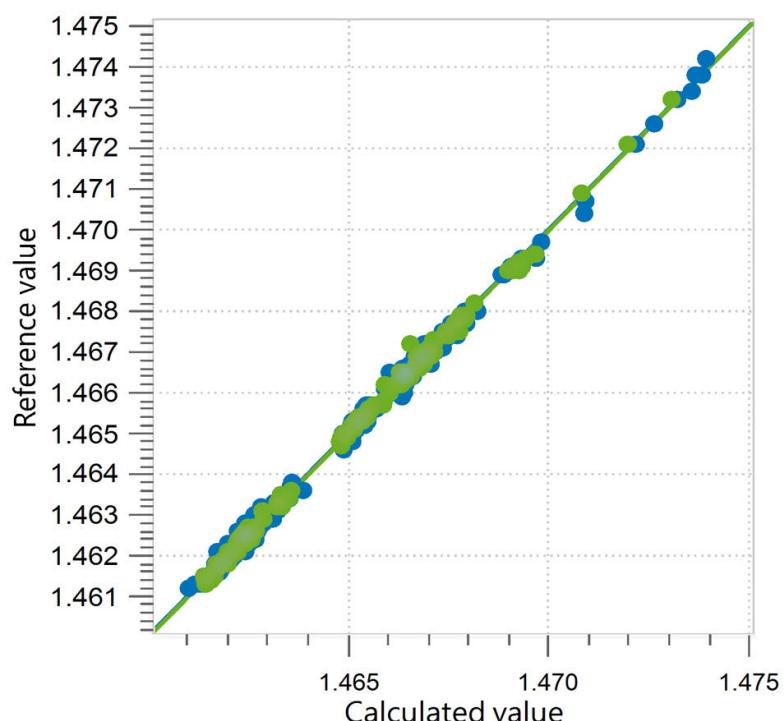


図5. OMNIS NIRリキッドアナライザーを用いた食用油の屈折率 (RI) の検量線予測モデル相関図と各種統計値 (FOM)。従来分析値は屈折率計を用いました。

項目	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)	R2CV
屈折率(RI)	0.00011	0.00012	0.00012	0.998

結果:C16:0(ハルミチン酸)脂肪酸含有量

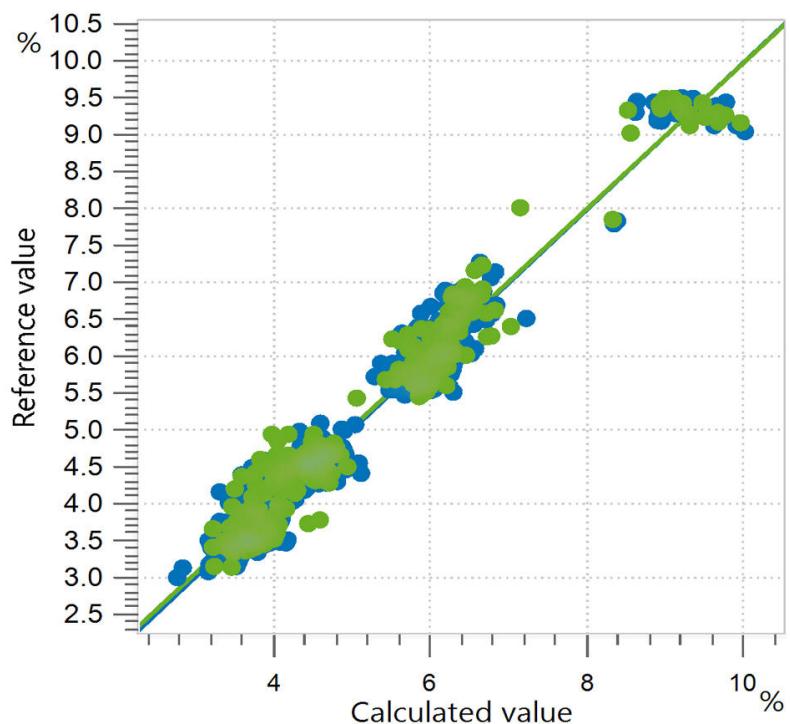


図6. OMNIS NIRリキッドアナライザーを用いて食用油中のC16:0脂肪酸（ハルミチン酸）含の検量線予測モデル図とその各種統計値(FOM)。従来分析値はガスクロマトグラフィーを用いました。

項目	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)	R2CV
C16:0(ハルミチン酸)	0.26	0.27	0.31	0.958

結果:C18:0(ステアリン酸)脂肪酸含有量

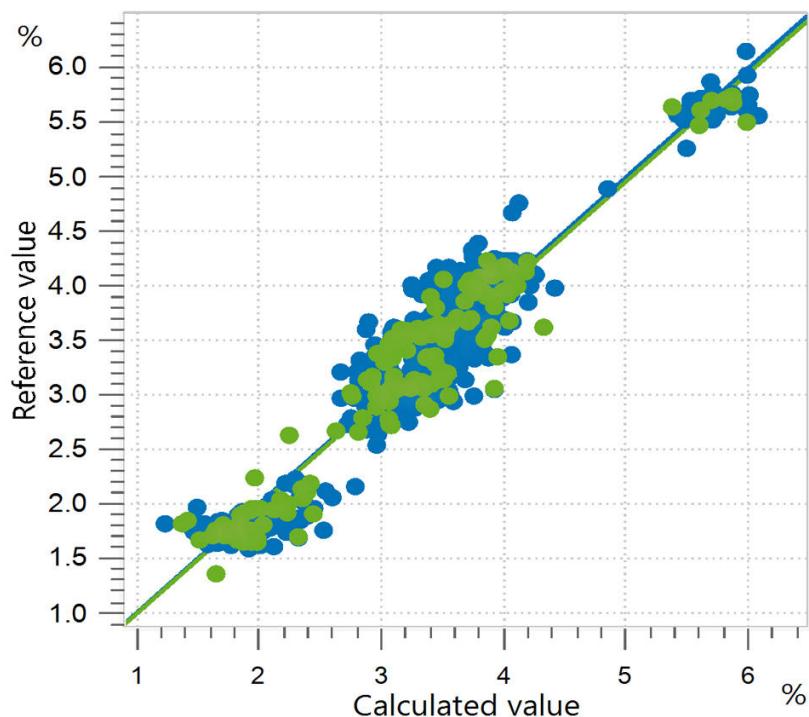


図7. OMNIS NIRリキッドアナライザーを用いて食用油中のC18:0脂肪酸（ステアリン酸）含量の予測検量線モデル図とその統計値(FOM)。従来分析値はガスクロマトグラフィーを用いました。

項目	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)	R2CV
C18:0(ステアリン酸)	0.26	0.27	0.25	0.936

結果:C18:1(オレイン酸)脂肪酸含有量

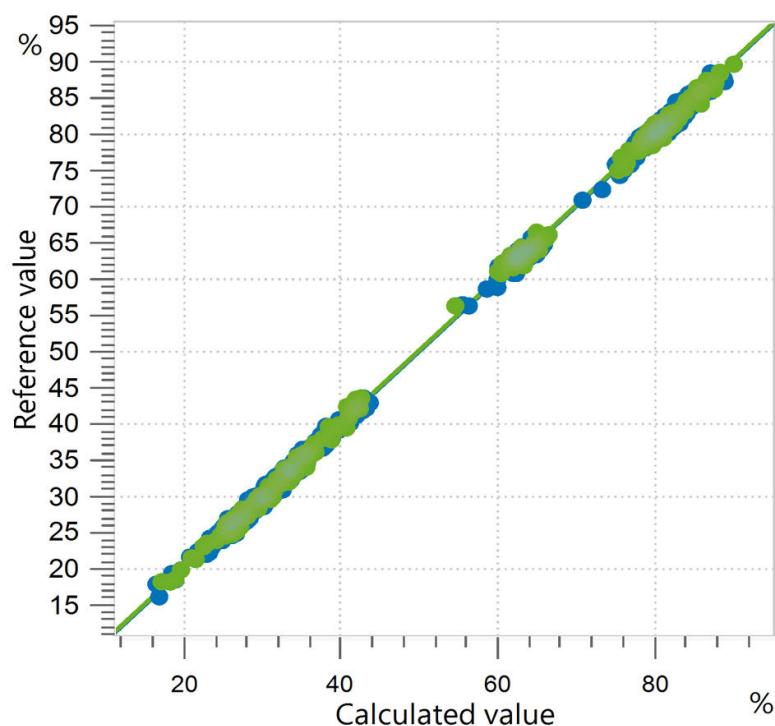


図8. OMNIS NIRリキッドアライザーを用いて食用油中のC18:1脂肪酸（オレイン酸）含量の予測検量線モデル図とその統計値(FOM)。従来分析値はガスクロマトグラフィーを用いました。

項目	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)	R2CV
C18:1(オレイン酸)	0.64	0.67	0.71	0.999

結果:C18:2(リノレイン酸)脂肪酸含有量

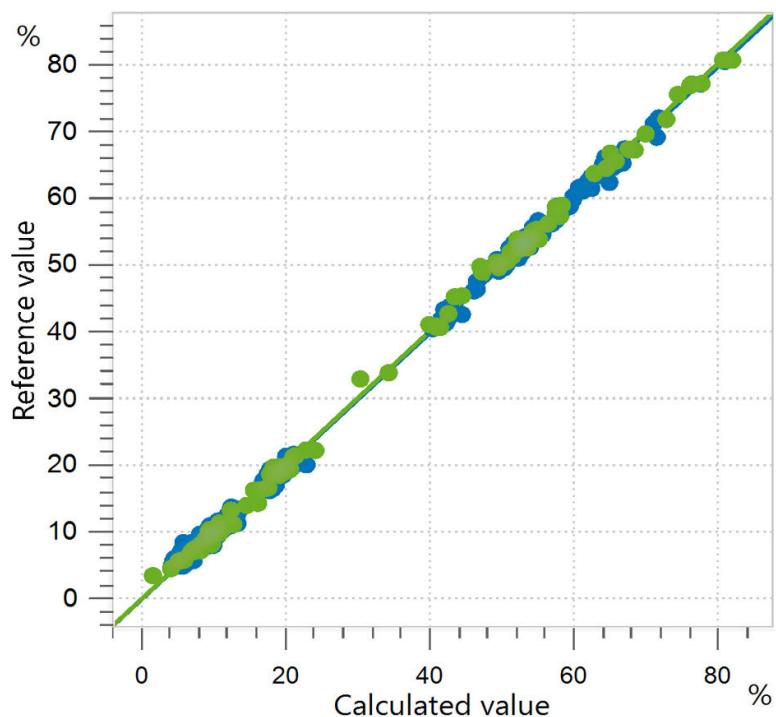


Figure 9. OMNIS NIRリキッドアナライザーを用いた食用油中のC18:2脂肪酸（リノレイン酸）含量の予測検量線モデル図とその統計値(FOM)。従来分析値はガスクロマトグラフィーを用いました。

項目	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)	R2CV
C18:2(リノレイン酸)	0.63	0.77	0.84	0.999

結果:C18:3(Α-リノレン酸)脂肪酸含有量

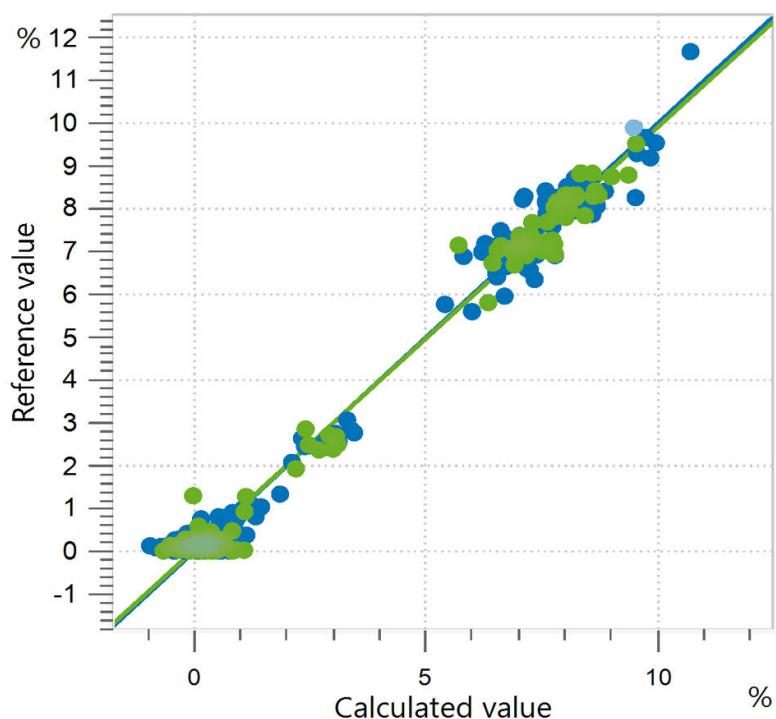


図10. OMNIS NIRリキッドアライザーリキッドを用いた食用油中のC18:3脂肪酸(Α-リノレン酸)含有量の予測検量線モデル図とその統計値(FOM)。従来分析値はガスクロマトグラフィーを用いました。

項目	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)	R2CV
結果:C18:3(Α-リノレン酸)脂肪酸含有量	0.32	0.36	0.36	0.989

結論

このアフリケーションノートでは、食用油メーカーの分析ラボにおいて、各種の重要な品質管理項目をOMNIS NIRリキッドアライザーリキッドで測定可能であることを表しています。

NIR分析法はサンフル前処理や化学溶剤を使用しま

せんので、わずか数秒で全項目の同時測定が可能で、サンフル前処理を必要としませんので、最終的には作業負荷(表2)及びその関連コストの削減、加えて分析人員のより安全な作業が可能になります。

表2:食用油中のヨウ素価、FFA含有量、屈折率、脂肪酸組成の測定の従来分析法の概要

項目	分析手法	測定時間
よう素価	カスクロマトグラフィ	~30分 サンフル前処理(メチルエステル化+試料調製) + ~20分 GC測定
FFA含有量	滴定	~10分/サンフル
屈折率	屈折率計	~2分/サンフル
脂肪酸組成	カスクロマトグラフィ	~30分/サンフル

Internal reference: AW NIR CH-0074-042023

CONTACT

メトロームジャパン株式会
社
143-0006 東京都大田区平
和島6-1-1
null 東京流通センター アネ
ックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

装置紹介



OMNIS NIR Analyzer Liquid

液体サンフルのための近赤外スペクトロメーター。

OMNIS NIR Analyzer は、スイスの品質基準に従って開発・製造された、生産チェーン全体に沿ったルーチン分析のための近赤外分光法 (NIRS) ソリューションです。最新技術の適用と最新の OMNIS Software への統合は、この NIR スペクトロメーターの速度、ユーザビリティ、柔軟な使用に反映されています。

OMNIS NIR Analyzer Liquid の利点の概要:

- 10 秒未満で液体サンフルを測定
- 25° C ~ 80° C のサンフルの温度制御
- サンフル容器の取り付けと取り外しの自動検出
- オートメーションシステムへの統合、またはその他の分析技術 (滴定) との連結が容易
- 様々な光路長を有する多数のサンフル容器に対応

OMNIS NIR8 mm

8 mm 使い捨てハイアル (6.7402.240) のための
OMNIS NIR Analyzer 用ハイアルホルター。



8 mm100

透過した液体を分析するための光学的距離 8 mm の
カラス製 (ホウケイ酸塩) 使い捨てハイアル 100 個。
使い捨てハイアルには閉し蓋 (個数 = 100) が付属
されています。

次の製品と互換性があります:

- ホルター OMNIS NIR、ハイアル、8 mm
(6.07401.070)
- 使い捨てハイアル 8 mm 用の DS2500 ホルタ
ー (6.7492.020)

OMNIS

WindowsTMコンピューター上のOMNISソフトウ
エアをスタントアローン操作することが可能になり
ます。

特徴:

- ライセンスには、既に1つのOMNISテハイスク
イセンスが含まれています。
- メトローム・ライセンシンクホータルにて、ア
クティフ化する必要があります。
- 他のコンピューターに移行することはできませ
ん。

Quant Development

スタントアローン型 OMNIS Software のインストー
ルにおける定量化モデルの作成と編集のためのソフ
トウェアライセンス。

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE