



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ーを用います。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。必須リノレイン酸(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は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、またははしは、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アナライザーによる近赤外(NIR)分析法によって、サンプルの前処理なしで、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光路長の使い捨てガラスバイアルを用いて、OMNIS NIRリキッドアナライザ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サンプル以上測定しました。OMNIS NIRリキッドアナライザーの温調機能は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 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デル

が作成可能と判断されました。全サンプルの内、25%のサンプルをバリテーションセットとし、残りの75%のサンプルをかリフレッシュ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)。

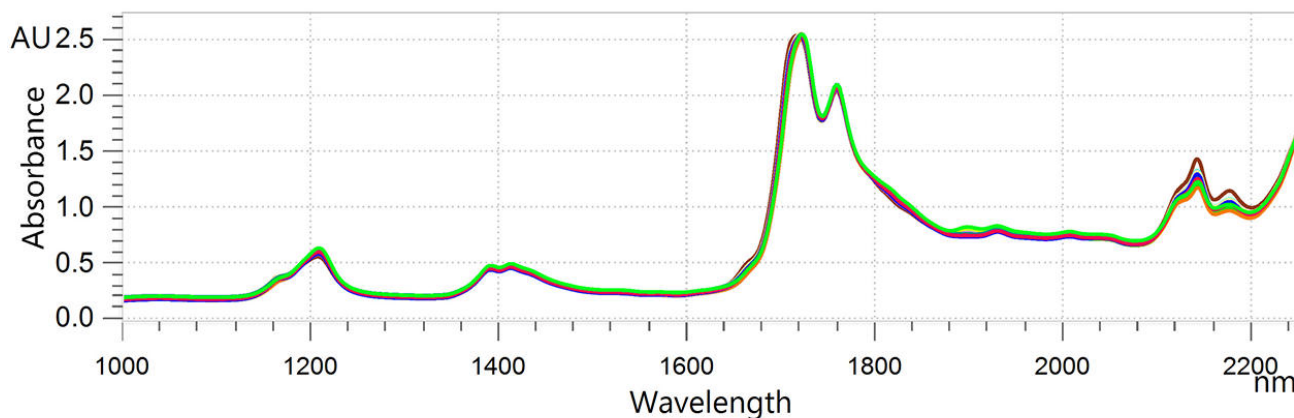


図2. OMNIS NIRアナライザーで8mmリガラスバイアルで測定した食用油サンプルのNIRスペクトル（40℃に温調して測定）

結果:IV(ヨウ素価)

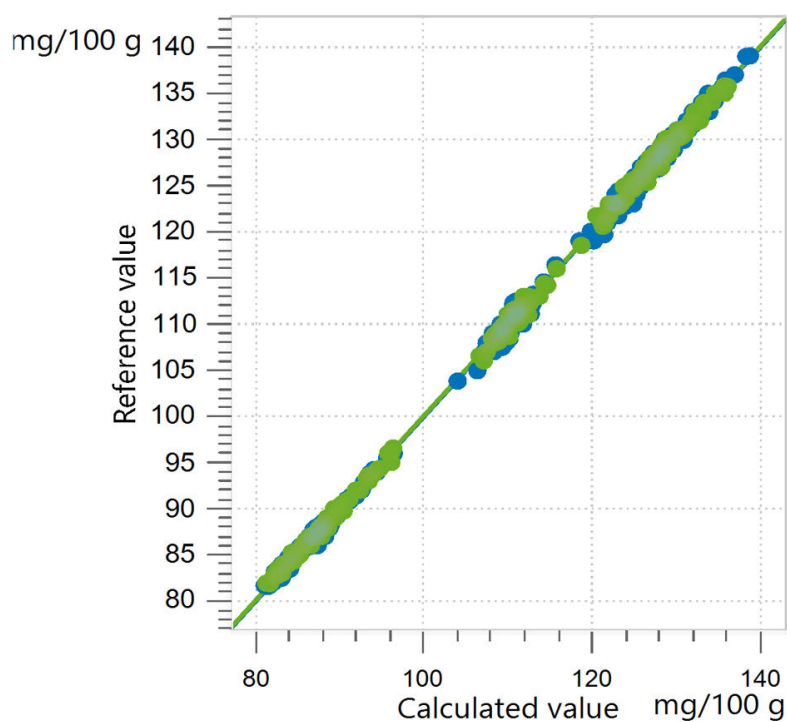


図3. OMNIS NIRリキッドアナライザーを用いた食用油中のIV（ヨウ素価）の検量線モデル相関図と各種統計値（FOM）。従来分析値はガスクロマトグラフィーを用いました。

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)

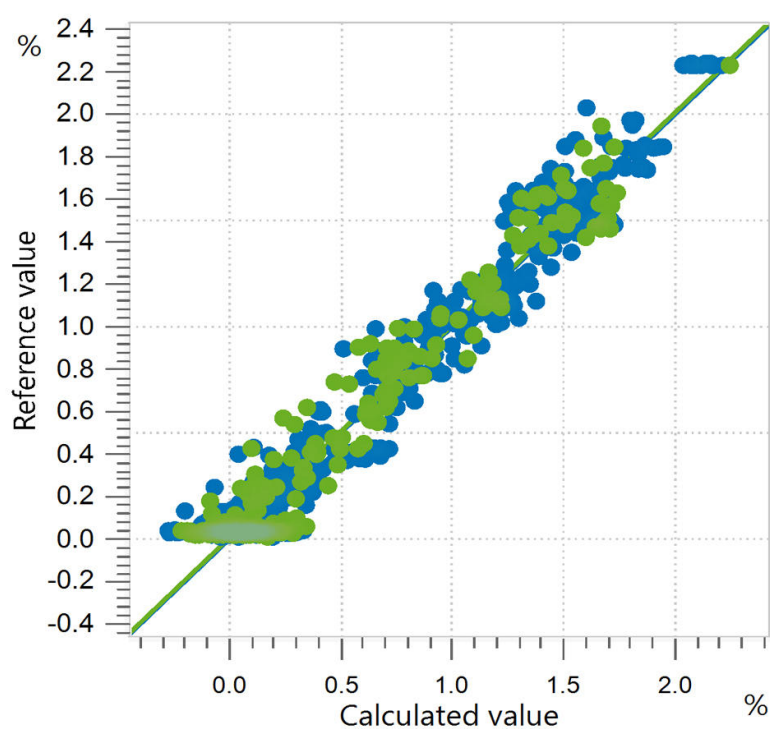


図4. OMNIS NIRリキッドアナライザーを用いた食用油中のFFAの検量線モデル相関図と各種統計値（FOM）。従来分析値は滴定法を用いました。

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

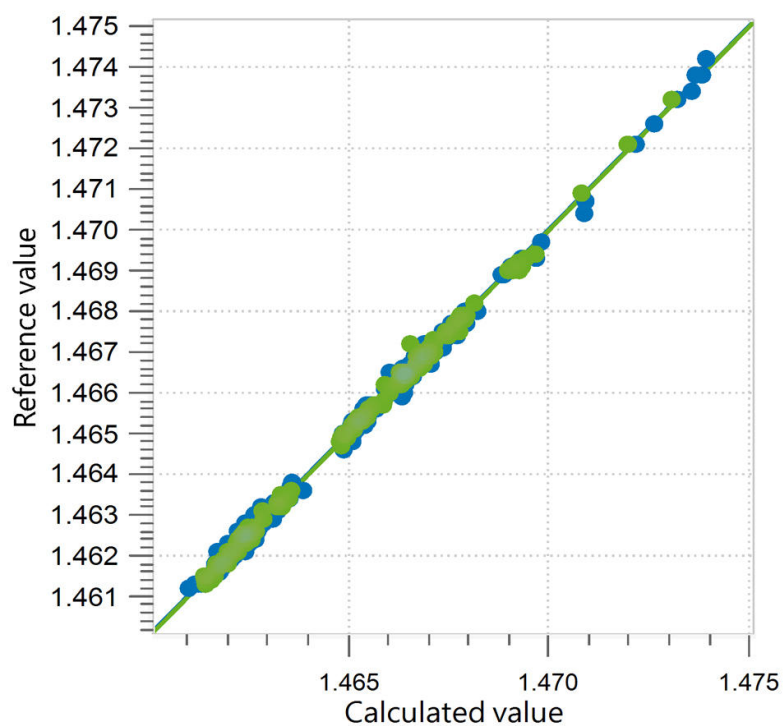


図5. OMNIS NIRリキッドアナライザーを用いた食用油の屈折率（RI）の検量線予測モデル相関図と各種統計値（FOM）。従来分析値は屈折率計を用いました。

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

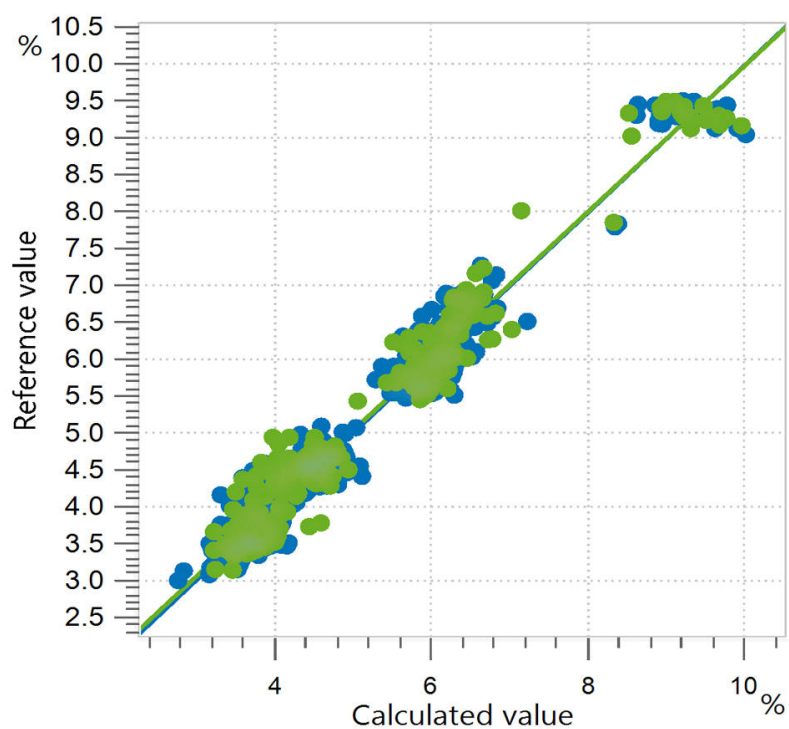


図6. OMNIS NIRリキッドアナライザーを用いて食用油中のC16:0脂肪酸（パルミチン酸）含の検量線予測モデル図とその各種統計値（FOM）。従来分析値はガスクロマトグラフィーを用いました。

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

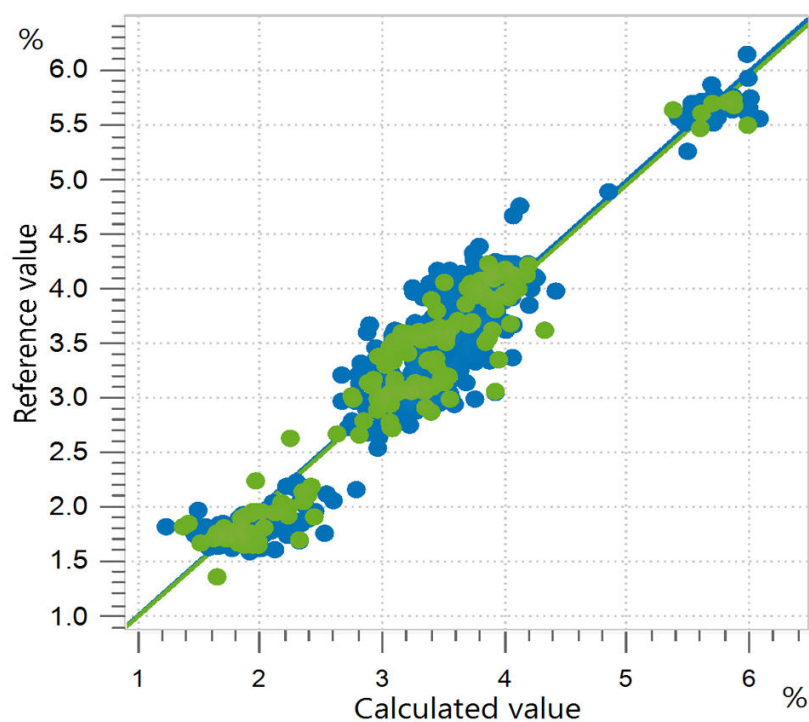


図7. OMNIS NIRリキッドアナライザーを用いて食用油中のC18:0脂肪酸（ステアリン酸）含量の予測検量線モデル図とその統計値（FOM）。従来分析値はガスクロマトグラフィーを用いました。

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

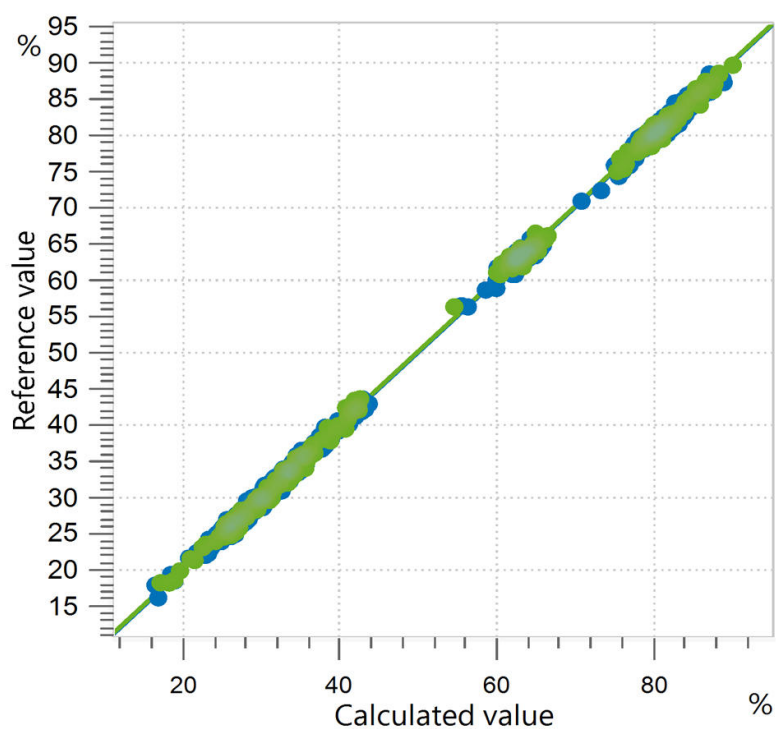


図8. OMNIS NIRリキッドアナライザーを用いて食用油中のC18:1脂肪酸（オレイン酸）含量の予測検量線モデル図とその統計値（FOM）。従来分析値はガスクロマトグラフィーを用いました。

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

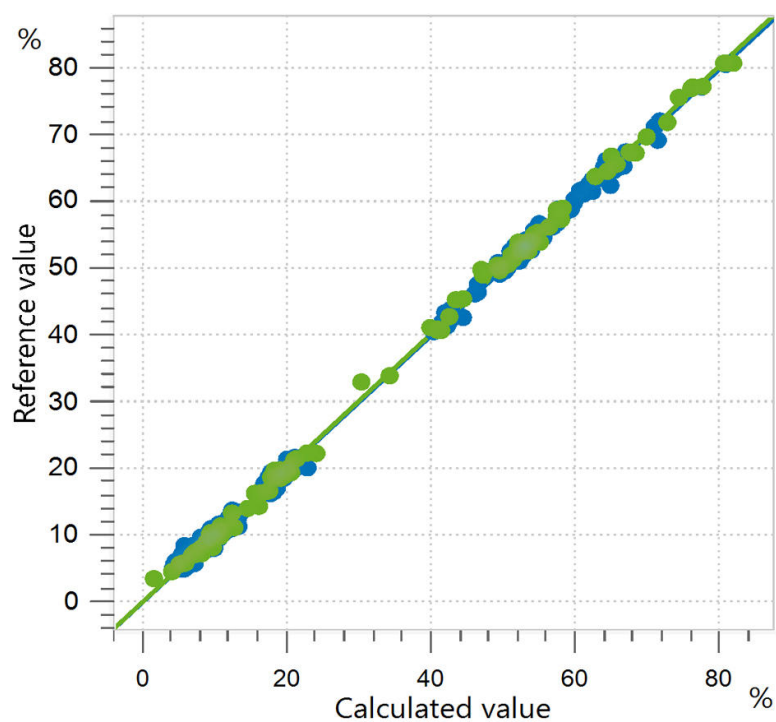


Figure 9. OMNIS NIRリキッドアナライザーを用いた食用油中のC18:2脂肪酸（リノレイン酸）含量の予測検量線モデル図とその統計値（FOM）。従来分析値はガスクロマトグラフィーを用いました。

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

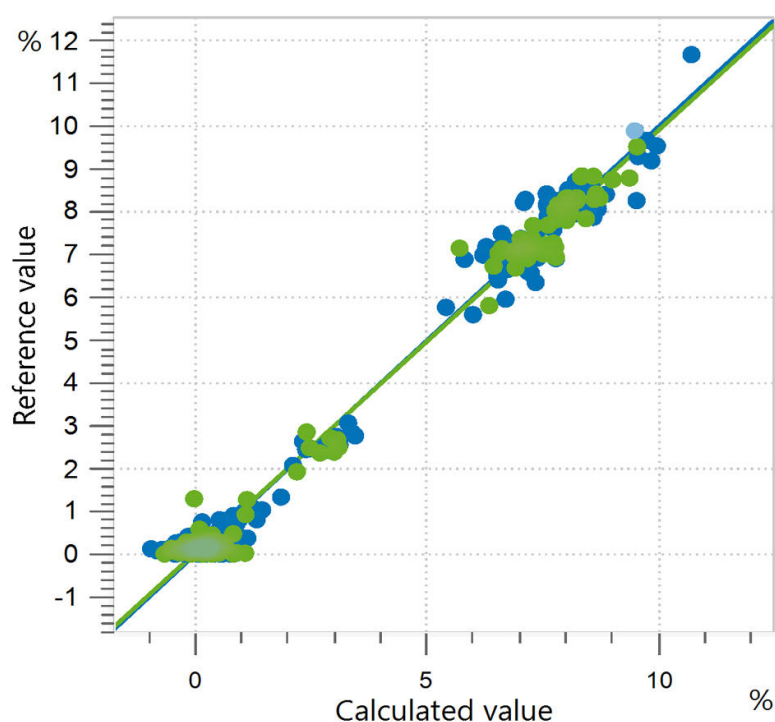


図10. OMNIS NIRリキッドアナライザー液を用いた食用油中のC18:3脂肪酸 (α -リノレン酸) 含量の予測検量線モデル図とその統計値 (FOM)。従来分析値はガスクロマトグラフィーを用いました。

項目	SEC (%)	SECV (%)	SEP (%)	R2CV
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

このアプ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リキッドアナライザーで測定可能であることを表しています。

NIR分析法はサンプ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す。サンプル前処理を必要としないので、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	カスクロマトクラフィ	~30分 サンプル前処理(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/サンプル
屈折率	屈折率計	~2分/サンプル
脂肪酸組成	カスクロマトクラフィ	~30分/サンプル

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

液体サンプ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 秒未満で液体サンプルを測定
- 25° C ~ 80° C のサンプルの温度制御
- サンプ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プル容器に対応



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

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS

Windows™ コンピューター上の OMNIS ソフトウェアをスタントアロ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 テハイスライセンスが含まれています。
- メトローム・ライセンシングポータルにて、アクティブ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。

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Quant Development

スタントアロン型 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。