

異物検査について

はじめに

異物混入の際、異物が何であるかを調べる必要がありますが、この“異物検査”は一般的な分析試験とは違い、特に決まった方法があるわけではありません。また、異物は微小でかつ量も少ない場合も多く、正確な結果を導き出すためには、複数の分析手法を組み合わせ、適切に試験を進めていく必要があります。

そこで、今回は異物検査の基本的な流れや各種分析法をご紹介します。

異物検査の基本的な流れ

異物検査ではまず、目視観察・性状確認を行います。そこでおよその予想を立て、異物の種類に応じて異物検査の3点セットと呼ばれる顕微鏡観察、赤外分光分析及びX線分析による元素の定性試験を単独もしくは複数組み合わせを進めます(図-1)。その後、必要に応じてヨウ素デンプン反応などの定性試験、DNA 検査及び機器を用いた各種クロマトグラフィー等を行います。

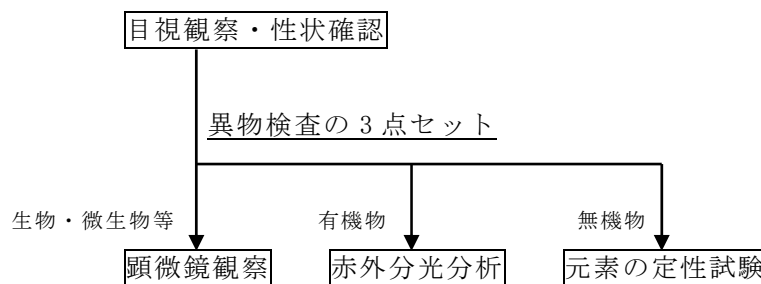


図-1 異物検査の基本的な流れ

目視観察・性状確認

異物検査では、この観察の工程が非常に重要となります。ここでの見立てを誤ると間違った方向へと進みかねません。経験豊富な担当者ほど、この見立てが正確で、結論までの最短ルートを導くことができます。この工程では、目視や実体顕微鏡(80倍程度までの拡大観察が可能)及びデジタルマイクロスコープ(デジタル処理により深度補正や3D表示が可能のため、小さくて凹凸があるものも観察可能)を用いて、異物の特徴的な形状を確認し、異物がどのようなものなのかを推定します。

観察後、生物・微生物等であれば顕微鏡観察へ、有機物であれば赤外分光分析へ、無機物であればX線分析による元素の定性試験へと進めて行きます。場合によっては、複数組み合わせることもあります。

顕微鏡観察

異物が生物(植物片, 昆虫, 寄生虫等), 微生物(細菌, カビ, 酵母, 藻類等), 毛, 糞, 菌・骨などと考えられる場合, 顕微鏡観察を行います。光学顕微鏡を用いて観察を行い, 特徴的な構造・形状から異物が何であるかを判定していくこととなります。葉, カビ, 藻類, 花粉, 植物性繊維及び再生紙の光学顕微鏡写真の例を図-2 に示しました。この中の再生紙の場合, 主体である植物性繊維以外に赤色や青色といったもとの印刷に由来する微細な物質が混在しているか否かが判断材料となります。

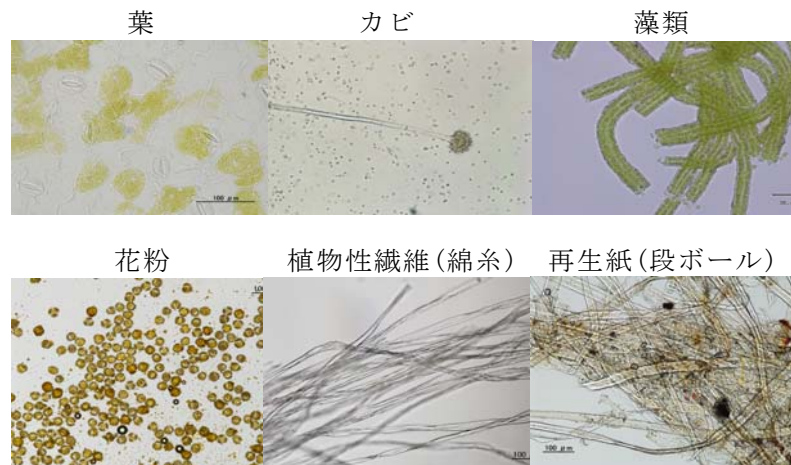


図-2 光学顕微鏡写真例

赤外分光分析

異物が有機物(合成樹脂, ゴム, ワックス, 鉱物油, 塗料片, 炭化物, 生成沈殿物等)と考えられる場合, 赤外分光分析を行います。赤外分光光度計を用い, 異物の構成成分や材質を調べます。弊財団では, 微小の異物も測定できるように顕微鏡搭載のフーリエ変換赤外分光光度計(図-3)を使用しています。測定後, 得られた赤外吸収スペクトルから物質又は官能基の推定を行います。ただし, 異物が単一の物質ではなく混合物の場合は, 個々の成分由来のピークが重なったスペクトルが得られることになるため, その解析には注意が必要です。また, 樹脂やゴムなどに含まれる添加剤や表面に油脂などの付着物がある場合も, 正確な測定が困難となります。このような場合は, 溶媒等による抽出や除去操作を行い, 個々の成分ごとに分別して測定を行います。



図-3 顕微鏡搭載のフーリエ変換赤外分光光度計

X線分析による元素の定性試験

異物が無機物（金属片、鋳物、ガラス、シリカゲル、金属由来の歯科材料等）と考えられる場合、X線分析を行います。X線分析装置を用いて、鉄や銅及びクロムといった元素の種類とおおよその量を調べます。弊財団では、エネルギー分散型X線分析装置（走査型電子顕微鏡に搭載）や蛍光X線分析装置を使用しています（図-4及び5）。前者は、微小な異物でも測定できるといったメリットがあり、後者は、鉄や銅などの重元素の検出感度に優れているため、異物の大きさや測定したい元素により使い分けをしています。

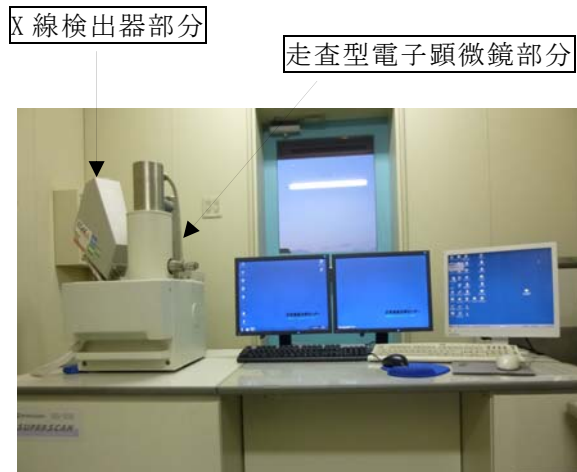


図-4 エネルギー分散型X線分析装置
(走査型電子顕微鏡に搭載)



図-5 蛍光X線分析装置

各種定性試験

異物検査では、可能な限り複数の分析手法の結果から結論を導き出すことが重要となります。異物の種類によっては、前項までの試験で得られた結果の妥当性確認や、さらに詳しい情報を得る目的で、ヨウ素デンプン反応などの定性試験を行うことがあります。以下に、一般的な定性試験を示します。

- ・ヨウ素デンプン反応・・・・・・・・・・デンプンの含有確認
- ・ルミノール発光反応・・・・・・・・・・血液の定性反応
- ・人血検査・・・・・・・・・・便潜血キットを用いた人血か否かの確認
- ・発泡試験・・・・・・・・・・炭酸塩などの含有確認
- ・アンスロン硫酸反応・・・・・・・・・・糖の定性反応
- ・フロログルシンー塩酸反応・・・・・・・・リグニンの含有確認
- ・ニンヒドリン反応・・・・・・・・・・タンパク質の定性反応
- ・カタラーゼ反応・・・・・・・・・・毛髪や虫の加熱の有無の判断
- ・バイルシュタイン反応・・・・・・・・ハロゲン元素の含有確認

DNA 検査

異物が植物組織や動物組織の場合に、その動植物種を調べるためにはDNA検査を行う必要があります。異物から抽出したDNAをPCR法により増幅させた後、ウシ、豚、鶏、ウマなどの特

定の動物種に由来する DNA が検出されるかどうかを確認する試験、もしくは、シーケンサーで解析し、データベースから特定する試験などを行います。

機器を用いた各種クロマトグラフィー

最近では、機器を用いた各種クロマトグラフィーによって、より具体的な結果を導き出すことも可能となりました。ここでは、熱分解ガスクロマトグラフ-質量分析計（熱分解 GC-MS）及びフォトダイオードアレイ検出器付き液体クロマトグラフ-四重極飛行時間型質量分析計（PDA 付き LC-QTOF/MS）を紹介します。

・熱分解 GC-MS による測定

熱分解 GC-MS とは、GC-MS の試料導入部に熱分解装置（Pyrolyzer）を装着させた装置のことで、高分子化合物の測定に威力を発揮します。熱分解装置において高分子化合物を 600 °C 程度の高温で加熱し、構造単位に分解したものを GC-MS で測定します。赤外分光分析では明確にならないゴムや合成樹脂などの材質鑑別に役立ちます。例えば、エチレン-プロピレン-ジエンゴム（EPDM）をこの装置で測定すると、プロピレン、1-ブテン、1-ペンテンなどの特徴的な炭化水素のピークがパイログラム上に観察されます。

・PDA 付き LC-QTOF/MS による測定

PDA 付き LC-QTOF/MS は、LC-QTOF/MS（JFRL ニュース Vol.4 No.36 参照）と紫外・可視領域が測定可能な PDA 検出器を組み合わせた装置です。精密質量の測定が可能なおことから未知物質の組成式を推定することができます。また、PDA 検出器を搭載していることから、食品等の一部が変色・着色しているといった事例での色素の定性に用いることができます。可視領域波長で検出されたピークと同じ保持時間のマススペクトルを測定し、データベースや標準品との比較により、変色・着色の原因を特定することができます。

おわりに

冒頭でも述べましたように、異物検査は一般的な分析試験とは違い、決まった分析方法があるわけではないので、複数の手法を組み合わせることで適切に試験を進めていかなければなりません。また、それらの複数の手法を用いてデータを得ることにより、より正解に近い結果を導き出すことが重要であると考えられます。

弊財団では、長年蓄積された受託実績をもとに、今回紹介させて頂いた手法・機器を駆使して異物検査を行っております。また、豊富な経験や知識を持つ異物担当者が直接対応させて頂く異物ホットライン（<http://www.jfrl.or.jp/item/abnormal/abnormal1.html#hotline>）を開設しておりますので、是非、お気軽にお問合せ下さい。

参考資料

- ・ 猪之鼻修一：異物検査の手法と分析事例，ソフト・ドリンク技術資料，Vol.172，No.1，117-128（2014）