

## サンプル調製のポイント

### はじめに

当財団では、食品、食品添加物、医薬品、化粧品、飼料・ペットフード、容器包装、化学工業品、環境試料など多岐にわたる分野において分析試験を行っています。その中でも食品や飼料、ペットフードにおいては、複数の試験部門で分析することは少なくありません。お預かりしたサンプルを均質化してそれぞれの部門に偏りなく分ける必要があります。一方で、汚染や変質がおきないように留意する必要もあります。サンプルを調製する際の注意すべきポイントをご紹介します。

### サンプル調製とは

試験分野が多岐にわたる場合、それぞれの試験部門に適切なサンプルを分ける作業が発生します。その際に行う均質化や縮分の作業がサンプル調製です。サンプル調製と聞くと、「全体を細かくする」や「全体を混ぜる」と想像される方が多いかもしれません。しかし、単に細かくする、混ぜればよいというわけではありません。無菌エリアでの取り扱い、特定の素材の器具の使用は避ける、粉碎する場合は安定化处理をするなど、分析する試験項目、サンプルの種類、性状により、留意しなければならないことが異なります。正しい分析試験結果を提供するために、最初の工程である『適切なサンプル調製・分割作業』を行うことが必要不可欠となります。

### サンプル調製の留意点

#### 1) 分析部位の確認

食品表示基準では、その食品が販売される状態の可食部分で栄養成分を表示することとなっています。ただし、汁を含む漬物等、製品全てを食するものでないものは、食されることのない部分を含めて表示する必要はありません。お湯や牛乳を加えて作るスープなどは、他の食品を加えて食するものでも、販売される状態の可食部分で表示することとなっていますが、標準的な調理方法と調理後の栄養成分の量を併記することが望ましいとされています。

生鮮食品(農畜水産食品)に関しては、栄養成分分析の場合、日本食品標準成分表に廃棄部位が記載されており、これを参考に分析部位をご提案しております。一方、残留農薬分析など食品衛生法に基づく分析の場合、分析部位が定められているため、それに従った分析部位となります。オレンジを例として、日本食品標準成分表と食品衛生法の分析部位の違いを図-1に示しました。ご依頼の目的やご要望により、お預かりしたサンプルのどの部分を分析するのか、含める部分や除く部分があるのかを確認しています。

#### 2) 均質化

試験分野ごとに注意点は存在するものの、どの分野でもサンプルの均質化は重要事項となります。均質とは「成分や密度がムラなく一様であること」という意味です。例えば、ベーコンのように脂の部分と肉の部分が分かれているサンプルは、偏った採取により脂質やたんぱく質

の分析結果に影響します。ゴマ塩のようなサンプルは、ゴマと塩の結晶との採取割合が偏ると、食塩相当量の分析結果に影響します。これらは図-2 に示すように、粉砕機(フードカッター、ミルなど)を使用して粉砕することにより均質にできます。粉砕は、粉砕機の特長・サンプルの性質・分析試験項目の注意点の組み合わせにより、数種類の機種を使い分けています。



図-1 日本食品標準成分表と食品衛生法の分析部位(オレンジの場合)



図-2 粉砕機の使用による均質化(上段:ベーコン, 下段:ゴマ塩)

### 3) 縮分について

粉砕により分析結果に影響する分析項目がある場合、又は大量のサンプルからその一部を採取して分析試験を実施する場合は、偏りが生じないように、組成を変えずに全体を縮小して採取する作業が必要となります。この作業を縮分と言います。粉体試料でよく用いられる手法として、円錐四分法やインクリメントスコップによる方法があります。

円錐四分法は、平面上に粉体の円錐状の山を作り上部を軽くならして円盤状にし、中心部から直角に四等分し、対角にある部分をそれぞれ混合することで2つに分ける方法です。これを繰り返すことで縮分します。大量の粉末や粒の粗いサンプルをすべて均質化することは容易で

はありませんので、一部を採取する際に実施します(図-3 円錐四分法)。

カボチャのような球形の野菜・果物類は、一つ一つの個体差が大きい場合があるため、上下で2分し、それぞれ8分割した後、上下で交わらない場所の対角を採取します(図-3 カボチャ等の球形)。

大容量のバターのような固まりは縦横高さを等分したものから対角を採取します(図-3 大容量のバター等)。

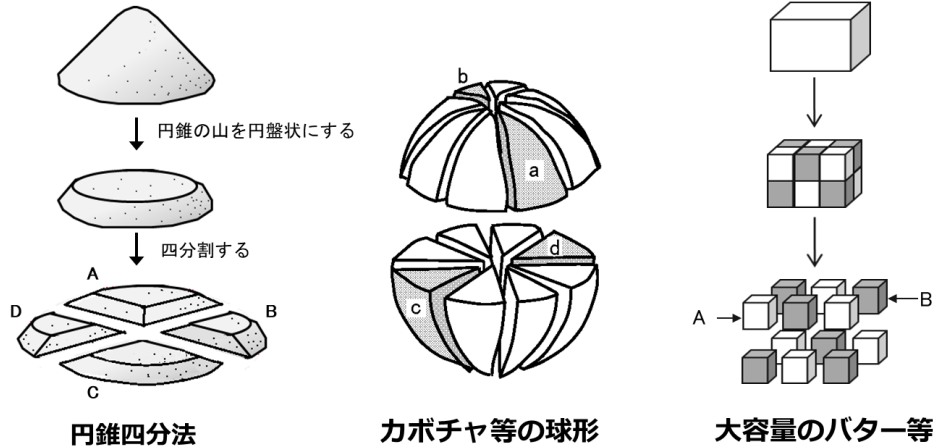


図-3 縮分の手法

#### 4) 均質化の実例

##### 事例①：固体サンプル(お弁当)

お弁当は均質化を行う前に分析部位を確認する食材があります(図-4)。梅干しの核(たね)やミニトマトのへた、魚の骨を私たちは日頃除いて食していますので、除くことを前提に分析部位の確認を行います。またエビの尾や魚の皮については、人により食する場合と食さない場合がありますので、試験に含めるか除くかはお客様(ご依頼者様)に確認します。



図-4 お弁当の分析部位の確認

お弁当の均質化方法を図-5 に示します。複数の食材を粉砕する場合、食材の量やそれぞれの硬さ(柔らかさ)が異なるので、一度に全量を粉砕せずに分けて粉砕すると効率的に均質化することができます。ご飯とおかずに分けて粉砕すると、ご飯はやや粒が細かく粘性を帯びた状態に、おかずはペースト状になります。これら2つを合わせる際はご飯におかずのペーストを数

回に分けて入れながら混合します。他にも、人参やレンコンなどの根菜類や豆などは硬さが残っている場合があるので先に潰してから他の具材と混ぜる、大きな食材はハサミで細かくしておくなど、均質化しやすくするために工夫をします。



図-5 お弁当の均質化方法

### 事例②：粉末サンプル

色が単一で見たいは均質に見える粉末でも、何種類かの素材が混合されているサンプルは、それぞれの粒度や比重の違いにより偏りが生じている場合があるため、容器を切り開き、ヘラなどで全量かき取ってから粉砕します。また、フリーズドライ製品やエキス粉末は吸湿しやすいので、取扱いに注意が必要です。可能な限り振とう又はかくはん混合し、なるべく時間をかけないようにポリ瓶など密栓できる容器に移し保存します。

### 事例③：液体サンプル

透明な液体の場合は沈殿物や固形物の有無がわかりやすいですが、着色や濁りのある液体の場合は、確認しにくいのでよく観察した上で作業します。一度別の容器に移し、流動性、最初と最後の液の状態、容器内の沈殿の有無などを確認し、再び元の容器に戻して混ぜるという操作を繰り返します。紙パック製品は内部に空間がほとんどなく、ただ振っただけでは中の液体は混ざりません。そのため、別の容器に中身を移し替え、容器を切り開いてヘラなどで全てをかき出します。特に乳飲料は、乳成分等が沈殿して容器の底にたまりやすいため、沈殿の有無についても念入りに確認し混ぜる必要があります。

### 事例④：液体サンプル(分離液状ドレッシング)

油と水の二層に分かれているサンプル(分離液状ドレッシングなど)は、振った直後は混ざりますが、放置するとすぐに分離した状態に戻ります。これはミキサーなどを用いて調製しても同様です。一見均質に見えても、油分、固形分が偏っています。そのまま分析を行うと脂質項目などの分析結果に影響が出ます。そのため、サンプル調製時に乳化剤を添加し混ぜることにより、均質な状態を保つことができます。乳化剤を添加する前後の均質化の様子を図-6に示します。乳化剤を添加した試料を用いて分析を行った場合、乳化剤の添加量を補正計算した上で分析結果を算出します。

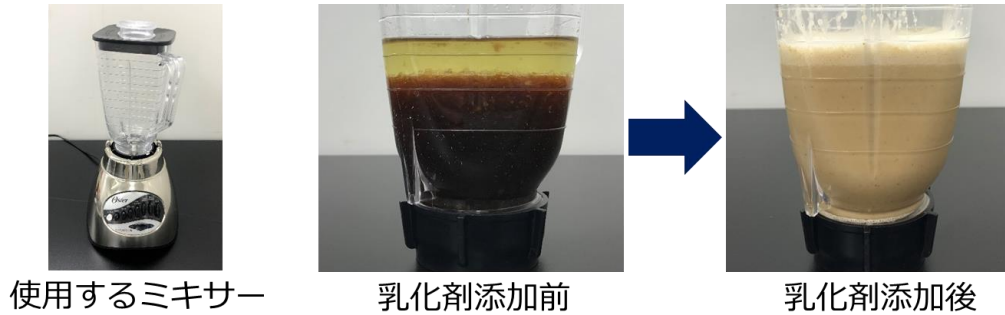


図-6 乳化剤の添加による分離液状ドレッシングの均質化の様子

### 5) 安定化処理

ビタミン項目がある場合、生鮮食品(農畜水産食品)は4)で示したような粉砕機を使用して均質化すると、粉砕時間の経過とともに、酵素の影響等でビタミンが壊れて減少します。また、飲料などは開封後、空気酸化により、やはりビタミンが減少する場合があります。いくら均質化したサンプルで分析試験を実施しても、減少させてしまっただけでは、適切な分析試験を実施したことにはなりません。そのため、減少を抑える目的で、適切な試薬をサンプルに加え、分析開始まで冷蔵庫又は冷凍庫で保管し安定化させています。

ビタミン B1, B2, C の水溶性ビタミンが分析項目にあるサンプルには、メタリン酸溶液を加えます。図-7 にメタリン酸溶液による安定化処理の手順を示します。

ビタミン A, D, E, K の脂溶性ビタミンが項目にあるサンプルには、抗酸化剤であるピロガロールを加えます。

葉酸が分析項目にあるサンプルには、リン酸緩衝液を加えて葉酸を安定化させます。試薬を添加したサンプルを用いて分析を行う場合は、3)事例④の液体サンプル(分離液状ドレッシング)に乳化剤を添加した時と同様に、試薬の添加量を補正計算した上で分析値を算出します。

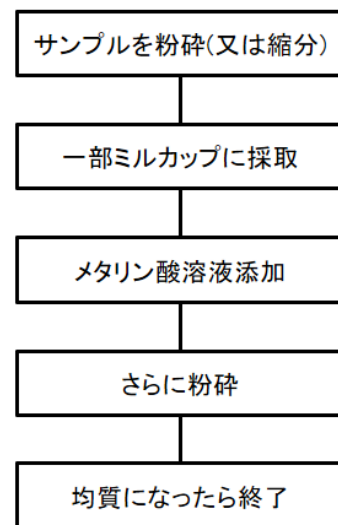


図-7 メタリン酸溶液による安定化処理

### 6) コンタミネーションを防ぐ

#### ① 微生物試験

微生物項目(一般細菌数・大腸菌群など)がある場合はサンプルを取り扱う環境が重要となります。個包装のサンプルが1つしかなく開封が必要な場合は、環境からの汚染を防止するため、サンプル調製は無菌的に実施する必要があります。調製する場所も微生物項目専用としています。また、サンプルそのものやサンプルを入れる容器に滅菌されていない器具が触れると、菌のコンタミネーションの原因となります。逆に、消毒液などが触れることで細菌を死滅させる危険性もあるので注意が必要です。

## ② 器具や容器からのコンタミネーション

調製器具からのコンタミネーションにも注意が必要です。器具の洗浄不足による汚染が起きないように、刃部、カップ、蓋、パッキンなど細かく部品を分解でき、全体を洗浄しやすい器具を選定しています。また、使用する器具の材質そのものが影響しない適切な器具・容器の選択が必要となります。例えば、ステンレスにはクロム、ニッケル、モリブデンが含まれるため、分析項目にクロム、ニッケル、モリブデンがある場合、ステンレス素材の器具は使用できません。器具由来の金属がコンタミネーションし、測定される危険性があります。また、BHA(ブチルヒドロキシアニソール)、BHT(ジブチルヒドロキソトルエン)は酸化防止剤として、ポリ袋やポリ瓶に含まれていることがあるため、これらが分析項目にある場合は使用せず、サンプルをアルミホイルで包む、もしくはガラス瓶に入れて保管します。

## ③ 乾燥剤・脱酸素剤

健康食品や菓子などには、乾燥剤や脱酸素剤などが入っていることがあります。誤って一緒に粉砕しないために確実に取り除かなくてはなりません。

そのため、粉末や錠剤は図-8 で示すような 1 センチ程度の穴の開いたふるいを通し、乾燥剤・脱酸素剤を取り除く工夫をしています。乾燥剤・脱酸素剤が複数個入っている場合もあるため、全量を通過させることで確実に除きます。

ふるいの穴を通らない 1 センチを超えたサイズのサンプルは、バットに薄く広げ、全体を見やすくして乾燥剤・脱酸素剤の有無を確認します。

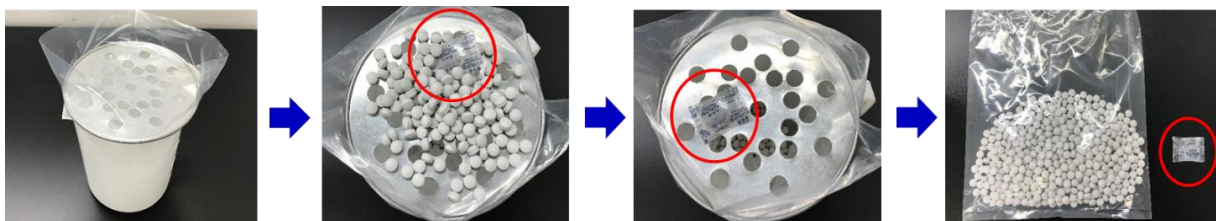


図-8 ふるいを使用した乾燥剤・脱酸素剤の除去方法(例)

## おわりに

分析試験を実施する上で、サンプル調製は最初の工程となります。その後の分析工程を適切に実施したとしても、サンプル調製が不適切に行われていれば、正確な分析結果を得ることができません。ここに紹介したサンプルの種類や分析項目は、ほんの一例にすぎません。適切なサンプル調製を実施するには、多くの情報が必要となります。サンプルの種類や原材料、お預かりしたサンプルの量、多岐にわたる試験分野での分析試験項目の注意事項など、あらゆる角度から情報を得て、適した方法を選択しサンプル調製を行っております。

## 参考資料

- ・食品表示研究会編. 食品表示基準対応早わかり食品表示 Q&A. 中央法規出版, 2018.
- ・香川明夫. 八訂食品成分表 2021. 女子栄養大学出版部, 2021.
- ・食品衛生研究会編. 食品衛生小六法令和 6 年版, 新日本法規出版, 2023.
- ・菅原龍幸, 新食品分析ハンドブック, 建帛社, 2000.
- ・JIS M 8100:1992 粉塊混合物ーサンプリング方法通則.