

少量試料サンプリングのためのドライアイス凍結粉碎の検討

○佐々野僚一¹、小西賢治¹、栢木春奈¹、斎藤勲²

¹ (株) アイスティサイエンス、² 東海コープ事業連合

【目的】

食品中残留農薬分析における少量の試料サンプリングによる抽出では、粉碎試料の均一化が重要である。少量サンプリングのQuEChERS法¹⁾ではドライアイス凍結粉碎を推奨しており、国内でもその凍結粉碎に関して報告²⁾³⁾されている。今回、少量サンプリングに不可欠な試料の均一化に着目して、従来の常温粉碎とドライアイス凍結粉碎の比較評価を行ったので報告する。

【実験】

試料：キュウリ、ブドウ、他。

粉碎方法：①常温粉碎：フードプロセッサーで試料を常温で粉碎。②凍結粉碎：フードプロセッサーでドライアイスを加えて試料を凍結しながら粉碎。

サンプリング：粉碎した試料を50mL遠沈チューブに10g秤取った。

【結果と考察】

1. 常温粉碎と凍結粉碎の試料状態の比較



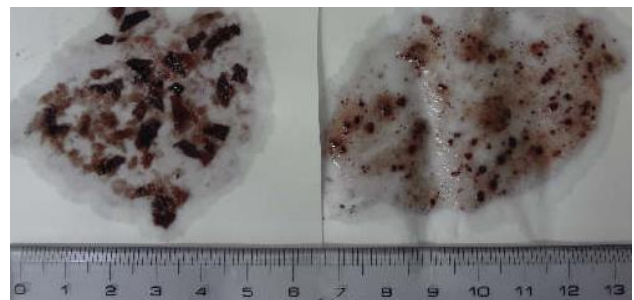
①常温粉碎

②凍結粉碎

図1 キュウリ（粉碎状態）

キュウリ：常温粉碎では、粉碎後、水分と固形分に分離しやすく、サンプリングする時は

試料をよくかき混ぜて均一化させながら採取する必要があった。一方、凍結粉碎では、試料がパウダー状で均一的に粉碎されており、少量サンプリングに適していた。



①常温粉碎

②凍結粉碎

図2 ブドウ（表皮の粉碎状態）

ブドウ：常温粉碎では大きな表皮が残っていた。凍結粉碎では表皮が細かく粉碎されており、試料の均一性の点から、少量サンプリングに適していると思われる。

2. 粉碎試料の冷凍保管について

常温粉碎した試料を冷凍保管した場合、試料全体が塊となって凍結されて、再分析する時は解凍してから、サンプリングすることになるが、ここでも水分と固形分が分離してしまい、サンプリング誤差が懸念された。凍結粉碎の場合はパウダー状のまま冷凍保管することができ、再分析する時も均一化された状態でサンプリングできた。

ドライアイス凍結粉碎は少量サンプリングに不可欠な試料の均一化を成しており、有効な粉碎方法である。

【参考文献】1) M. Anastassiades: www.quechers.com

2) 斎藤勲ら、日本食品衛生学会第98回A-17 (2008)

3) 永井ら、日本農薬学会誌37(4),362-371(2012)

少量試料サンプリングのためのドライアイス凍結粉碎の検討

○佐々野僚一¹、小西賢治¹、栢木春奈¹、斎藤勲²

¹株式会社アイスティサイエンス、²東海コープ事業連合

【目的】

食品中残留農薬分析における少量の試料サンプリングによる抽出では、粉碎試料の均一化が重要である。少量サンプリングのQuEChERS法¹⁾ではドライアイス凍結粉碎を推奨しており、国内でもその凍結粉碎に関して報告²⁾³⁾されている。今回、少量サンプリングに不可欠な試料の均一化に着目して、従来の常温粉碎とドライアイス凍結粉碎の比較評価を行ったので報告する。

【実験】

試料：キュウリ、ブドウ、パイナップル、鶏肉（ササミ）

粉碎方法：

- ①常温粉碎：フードプロセッサーで試料を常温で粉碎。
：ミルで試料を常温で粉碎
- ②凍結粉碎：フードプロセッサーでドライアイスを加えて試料を凍結しながら粉碎。
：ブレンダーでドライアイスを加えて試料を凍結しながら粉碎。

*フードプロセッサー：ステンレス容器で周囲を断熱材で覆った。
上蓋に穴をあけてドライアイスの気化ガスを抜けやすくした。

【予冷方式凍結粉碎方法】



① 試料を細切。



② 試料にドライアイスを加える。



③ 試料とドライアイスとを和える。



④ 予めドライアイスを入れておいたフードプロセッサーに試料を入れる。



⑤ フードプロセッサーで試料を粉碎する。



⑥ 試料を採取または保存する。

予め試料とドライアイスとを和えて、試料を予冷することで容器壁面への試料の付着を防ぎ、フードプロセッサーでの粉碎がスムーズに行えるようになった。

【結果と考察】

1. 常温粉碎と凍結粉碎の試料状態の比較

① 常温粉碎

キュウリ



粉碎後、水分と固形分に分離しやすく、サンプリングする時は試料をよくかき混ぜて均一化させながら採取する必要があった。

② 凍結粉碎



試料がパウダー状で均一に粉碎されていた。

ブドウ



表皮の粉碎が弱く、水分と表皮が均一になるように注意しながら採取する必要があった。



表皮も細かく粉碎され、パウダー状で均一に粉碎されていた。（ブレンダー）

パイナップル



少し表皮が残っており、かき混ぜながら採取する必要があった。

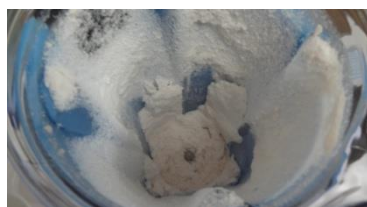


表皮も細かく粉碎され、パウダー状で均一に粉碎されていた。（ブレンダー）

鶏肉（ササミ）



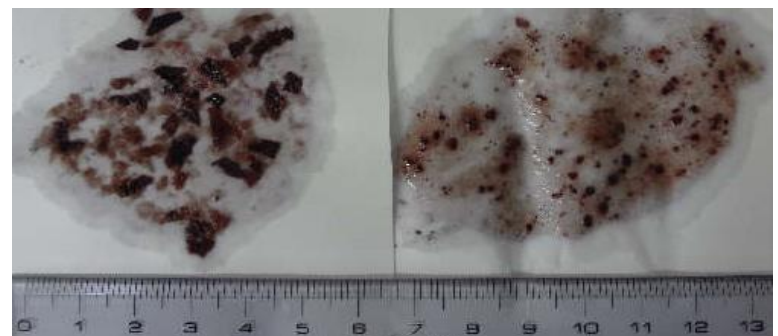
混和性が悪いように感じられ、よくかき混ぜてから採取する必要があった。（ミル）



予め冷凍庫で凍結させてから粉碎。パウダー状で均一に粉碎されていた。（ブレンダー）

① 常温粉碎

② 凍結粉碎



図。ブドウ（表皮の粉碎状態）

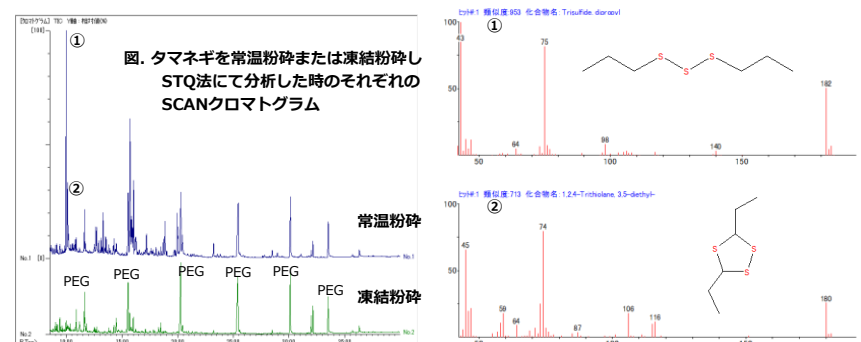
常温粉碎では大きな表皮が残っていた。凍結粉碎では表皮が細かく粉碎されており、試料の均一性の点から、少量サンプリングに適していると思われる。

2. 粉碎試料の冷凍保管について

常温粉碎した試料を冷凍保管した場合、試料全体が塊となって凍結されて、再分析する時は解凍してから、サンプリングすることになるが、ここでも水分と固形分が分離してしまい、サンプリング誤差が懸念された。凍結粉碎の場合は凍結粉末状のまま冷凍保管することができ、再分析する時も均一化された状態でサンプリングできた。

3. 凍結粉碎による酵素の失活と夾雑成分について

タマネギなどの硫黄成分を含む試料においては酵素を失活させるためにリン酸処理や電子レンジ処理⁴⁾が行われている。そこで、凍結粉碎による酵素の失活の効果を確認した。



凍結粉碎することで酵素を失活させ、夾雑物の増加を抑制できることが確認できた。

ドライアイス凍結粉碎は少量サンプリングに不可欠な試料の均一化と微粒粉碎を成し、有効な粉碎方法であり、さらに、凍結粉末状のまま冷凍保管が可能で再分析時のサンプリングにも有用であった。また、酵素を失活させるなどの効果があることが確認できた。

【参考文献】

- 1) M. Anastassiades: www.quechers.com
- 2) 斎藤勲ら、日本食品衛生学会第98回A-17（2008）
- 3) 永井ら、日本農薬学会誌, 37(4), 362-371(2012)
- 4) 起橋ら、食衛誌. Vol.37, No.1 43-47 (1996)