

予冷式ドライアイス凍結粉碎法 ガイドブック



株式会社アイスティサイエンス

はじめに：

分析は試料の均一性が重要です。

食品分析に共通する重要事項の一つに「試料の均一性」があげられます。例えば残留農薬分析では食品に残留している農薬が偏在または点在している場合、均一性の悪さは定量性の悪さに直結します。同じ試料を分取しても、分析のたびに定量値が異なると基準値判定が難しくなります。また近年分析装置の高感度化に伴い分析試料の少量化が進んでおり、より一層試料均一化の重要性が増しています。

そこでアイスティサイエンスでは「予冷式ドライアイス凍結粉碎法」を提案しています。この手法により試料をパウダー状に粉碎し均一化することができます。

本ガイドブックではアイスティサイエンスが開発した凍結粉碎機フレストントFST-4000を使用した粉碎例をご紹介します。

1, 予冷式ドライアイス凍結粉砕法	・・・ 4
1) 概要	・・・ 5
2) 粉砕手順	・・・ 6
3) 粉砕例	・・・ 8
2, 参考：液体窒素による凍結粉砕	・・・ 16
1) 粉砕手順	・・・ 17
2) 粉砕例	・・・ 19

1, 予冷式ドライアイス凍結粉碎法

1,1) 概要

1,1) 概要

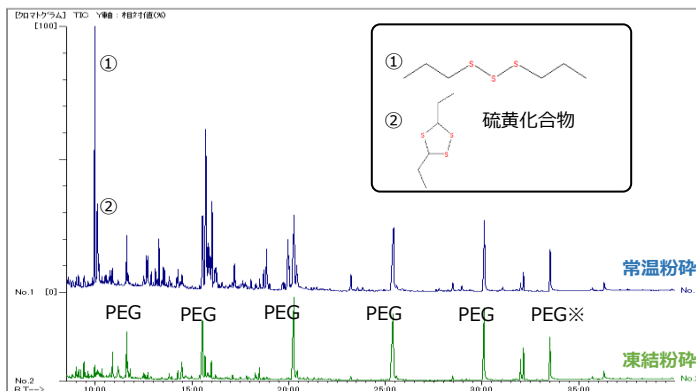
概要

【予冷式ドライアイス凍結粉砕法とは？】

試料をドライアイスとともに粉砕する方法です。この手法により試料をパウダー状にまで粉砕することができるため「均一性」が増します。また、低温で粉砕することで試料中の酵素活性を抑制し、分析への影響を低減することができます。

予冷式ドライアイス凍結粉砕のメリット

- パウダー状にまで粉砕可能なため**均一性が向上**
- すじや繊維質が多い試料も**パウダー状に粉砕**
- パウダー状のため**試料採取が容易**
- 均一性に伴う**分析のコンパクト化及び省力化**
- ドライアイスによるかさ増しで**少量試料の粉砕も可能**
- 水分と固形物が均一化された状態のため、**秤量誤差が低減**
- 凍結により**酵素活性を抑制**し、夾雑成分の増加を抑えることにより、キャプタン、クロロタロニルなどの**農薬の分解を抑制**



常温粉砕に比ドライアイス凍結粉砕の方が妨害ピーク（特に硫黄化合物）が小さく、バックグラウンドも抑えられる傾向があります。

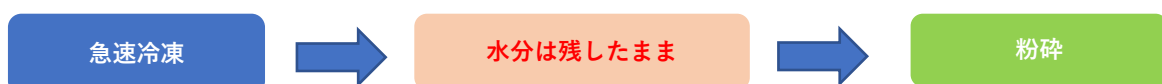
タマネギを常温粉砕または凍結粉砕しSTQ法にて分析した時のそれぞれのクロマトグラム (TIC)

※PEG：ポリエチレングリコール

【凍結粉砕と凍結乾燥の違い】

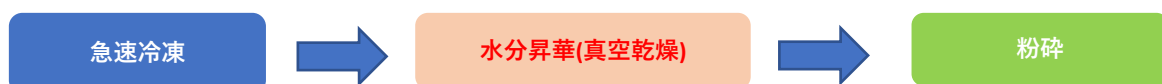
◆凍結粉砕

試料中の水分も含めて凍結し低温脆性を利用して粉砕します。試料の成分組成を維持したままパウダー状に粉砕します。



◆凍結乾燥(フリーズドライ)

-30℃に急速冷凍し、そこから減圧乾燥させます。乾燥により水分が昇華するため試料の成分組成が異なります。



1,2) 粉碎手順

1,2) 粉碎手順

粉碎手順

予冷式ドライアイス凍結粉碎法のポイントは「予冷」です。
失敗しないためには「容器」、「試料」、「備品」をしっかり予冷してください。

予冷が重要

(1)準備するもの

- ◆凍結粉碎機フレステント
- ◆試料
- ◆ドライアイス
- ◆試料予冷用ポリ袋・・・厚さ0.03mmのもの
- ◆ドライアイス計量用タッパーウエア
- ◆スコップ、スプーン、葉さじ



(2)手順概要

試料細切 → ドライアイス粉碎
ペレットまたはブロック状のものをパウダー状に粉碎 → 試料予冷 → 粉碎機予冷 → 粉碎 → 冷凍庫でドライアイス気化

手順概要



試料細切



ドライアイス粉碎
ペレットまたはブロック状のものをパウダー状に粉碎



試料予冷



粉碎機予冷



粉碎



粉碎後

(3)ドライアイス使用量

- ◆容器予冷用 : 100g
- ◆試料予冷用 : 試料と同重量
※試料が50g未満の場合は試料量に関係なく100gご用意ください。ドライアイスでかさ増しします。
試料によっては同量以上のドライアイスが必要な場合があります(p.12,13,15参照)
- ◆スプーン予冷用 : 適宜
※粉碎後の試料をすくうスプーンを予冷します。

※上記ドライアイス量は目安です。室温によりドライアイスの気化状況が異なります。ドライアイスが少ないようであれば適宜追加していただいて構いません。

1,2) 粉碎手順

【ほうれんそうの粉碎例】

注意：ドライアイスは急激に気化するため、密状態器での操作はお控え願います。

- ① 試料は重量を量り予め5cm幅にカットしておく。
- ② 板状またはペレット状のドライアイスの場合は予め粉碎（パウダー状）しておく。
- ③ ①のカットした試料を予冷容器(ビニール袋)に均等になるように入れる。
…①
- ④ ③の試料に試料と**同量のドライアイス**を上から均等に振りかけて加え、**約3分間**放置する。 …②
- ⑤ ④の試料とドライアイスを予冷容器(ビニール袋)ごと振り、試料全体を凍結させて予冷する。このときビニール袋内にドライアイスが残っていることを確認する。残っていない場合はドライアイスを100g程度追加する。
- ⑥ 粉碎機にドライアイス**100 g**を入れ15秒程粉碎しながら容器を予冷する。
- ⑦ ⑤の予冷した試料と残存ドライアイスを⑥の容器に移す。
このとき⑥の容器内にドライアイスが残っていることを確認する。残っていない場合はドライアイスを100g程度追加する。
- ⑧ 試料を凍結粉碎する。かぼちゃやオレンジなど塊状の試料は少しずつ入れて様子を見ながら粉碎する。
- ⑨ 冷やしたスプーンで試料を保管容器に移し冷凍庫に保管する。
このとき容器を密閉しない。 …③④
- ⑩ ドライアイスが気化したことを確認し容器を密閉する。 …⑤



留意点

- ① トマトなど切断面から水分が出る試料は予冷ドライアイス量の約1/3をビニール袋に入れ、切断面をそこにつけるように試料を並べます。その上から残りのドライアイスを均等に振りかけます。
- ② ブルーンなどは一部の試料では予冷のドライアイス量と時間を増やします。
- ③ スプーンや薬さじ(試料秤量時使用のものを含む)はドライアイスで十分冷却します。常温のまま使用すると試料がシャーベット状になって器具に付着し操作性が悪化します。
- ④ 粉碎直後はまだドライアイスが残っていますので保存容器を密閉するとドライアイスが気化し試料が飛び散る恐れがあります。
- ⑤ ドライアイス気化の目安
 - ・ 試料温度が-20℃程度になっている (ドライアイスは-79℃で気化)
 - ・ 重量変化がない
 - ・ 体積変化がない

1,3) 粉碎例

1,3) 粉碎例

粉碎例

野菜・果実

ほうれんそう

トマト

かぼちゃ

ごぼう

しいたけ

アボカド

オレンジ

デラウェア

もも

さつまいも

畜水産物

鶏モモ肉

牛すじ

鯛のあら

加工食品

かんぴょう

ごま

コーヒー生豆

プルーン

納豆

お弁当


サンドイッチ

グミ

その他

ペットフード

【野菜・果実】

試料	凍結粉碎前	凍結粉碎後
ほうれんそう		
トマト		
かぼちゃ		
ごぼう		


【野菜・果実】

試料	凍結粉碎前	凍結粉碎後
しいたけ		
アボカド		
オレンジ		
ぶどう		

【野菜・果実】

試料	凍結粉碎前	凍結粉碎後
もも		
さつまいも		

【畜水産物】

試料	凍結粉碎前	凍結粉碎後
鶏モモ肉		
牛すじ※		
鯛のあら※		

※予冷のドライアイス量及び時間が通常より多く必要です。

【加工食品】



試料	凍結粉碎前	凍結粉碎後
かんぴょう		
ごま		
コーヒー生豆		
プルーン※		

※予冷のドライアイス量及び時間が通常より多く必要です。

【加工食品】

試料	凍結粉碎前	凍結粉碎後
納豆		
お弁当		
サンドイッチ		
グミ		

【その他】

試料	凍結粉碎前	凍結粉碎後
ペットフード※	 A photograph showing several pieces of light-colored, cylindrical pet food pieces, likely freeze-dried, arranged on a white surface.	 A photograph showing a pile of fine, light-colored powder in a dark container, with a small yellow circular object (possibly a lid or marker) placed on top.

※予冷のドライアイス量及び時間が通常より多く必要です。

2, 参考：液体窒素による凍結粉碎

2,1) 粉碎手順

2,1) 粉碎手順

粉碎手順

ドライアイスの代わりに液体窒素を用いて試料を予冷することも可能です。液体窒素の沸点は -196°C と非常に低温であり、その低温脆性を利用することでドライアイスよりも予冷がスムーズに行える試料もあります。また液体窒素はドライアイスのように粉碎後に気化させる必要がありません。

(1)準備するもの

- ◆凍結粉碎机フレステント
- ◆試料
- ◆液体窒素
- ◆予冷用容器・・・特に規定はありません
- ◆お玉、網杓子・・・試料や液体窒素を粉碎容器に移す用
- ◆スプーン、葉さじ

(2)手順概要

試料細切 → 試料予冷 → 粉碎机予冷 → 粉碎

手順概要



試料細切



試料予冷



粉碎机予冷



粉碎

(3)液体窒素使用量

- ◆容器予冷用 : 約200mL
- ◆試料予冷用 : 試料が約200gの場合 3～4 L
- ◆スプーン予冷用 : 適宜

※粉碎後の試料をすくうスプーンを予冷します。

※上記液体窒素量は目安です。試料の体積や室温により気化状況が異なります。

(4)液体窒素予冷に向いている試料

- ◆糖度の高い粘性のあるもの
プルーンなど糖度が高いものは細かく粉碎するには完全に硬く凍らすことが必要です。液体窒素では効率的に試料を完全に凍らすことができます。
 - ◆硬いもの
肉類のすじ、魚の頭、ペットフード(カルシウム補給)など硬い試料は液体窒素の低温脆性を利用することで粉碎しやすくなります。
- ※これらの試料はドライアイスでも予冷時間とドライアイス量を増やすことで対応可能ですが液体窒素の方が効率的に予冷することができます。

2,1) 粉碎手順

【ペットフードの粉碎例】

注意：液体窒素使用時は低温やけどや換気にご注意ください。

- ① 試料を予冷容器にできるだけ平になるように並べる。
- ② 液体窒素を2回にわけて入れる。
 - ・1回目：試料が浸るように全体に万遍なくかける。ほぼ気化し、音が静かになるまでそのまま放置する(1分程度)。
 - ・2回目：もう一度試料が浸る量を入れて300mL程度までそのまま数分放置する。(5分程度)

※2回目を入れるときに音がして白く煙(気化)が出るようであれば1回目と同程度入れて音が収まるまで放置する。そのあと2回目を入れる。

2回目は白い煙が少なく容器内の液体が確認できる状況から始めるとよい。
- ③ 粉碎容器のカッターを外し、②の残っている液体窒素約200mLを入れる。**ほぼ気化したら**カッターを戻して蓋をし粉碎容器が冷えていることを確認する。・・・①②
- ④ 予冷容器内の液体窒素がなくなってから②のサンプルを粉碎容器に入れて粉碎する。途中で液体窒素を追加する必要はない。・・・②
- ⑤ 粉碎後は速やかに冷凍庫に保管する。

①



②

1回目



②

2回目



③



③



④



④



留意点

- ① カッターの軸はナイロン製のため液体窒素に接触しないようになっています。
- ② 液体が残った状態で粉碎すると試料が通気口から吹き上がる場合がありますのでお気を付けてください。

2,2) 粉碎例

2,2) 粉碎例

粉碎例

野菜・果実

小松菜

オレンジ

畜水産物

牛すじ

鯛のあら

加工食品

プルーン

コーヒー生豆

その他

ペットフード



【野菜・果実】

試料	凍結粉碎前	凍結粉碎後
小松菜		
オレンジ		



【畜水産物】

試料	凍結粉碎前	凍結粉碎後
牛すじ		
鯛のあら		

【加工食品】

試料	凍結粉碎前	凍結粉碎後
プルーン		
コーヒー生豆		

【その他】

試料	凍結粉碎前	凍結粉碎後
ペットフード	 凍結前のペットフードの塊は、硬く、塊状の形状をしています。	 凍結後のペットフードは、粉末状に砕け、容器の底に広がっています。

アイスティサイエンスホームページのご案内

- WWW.aisti.co.jp -



凍結粉碎機フレステントURL : https://www.aisti.co.jp/archives/product/dryice_set.

凍結粉碎機フレステントはお貸出しや試料をお預かりしての粉碎も行っています。お気軽にお問合せください。



株式会社アイスティサイエンス
TEL : 073-475-0033
E-mail : as@aisti.co.jp

株式会社 アイスティサイエンス

【本社】
〒640-8390 和歌山県和歌山市有本18-3
TEL:073-475-0033 FAX : 073-497-5011

【東日本営業所】
〒351-0033 埼玉県朝霞市浜崎1-1-31-610
TEL : 048-424-8384 FAX:073-497-5011