

食品充填工程混入異物の全分析のための IR スペクトル分析報告書

【目的】

充填工程で微細な懸濁浮遊物が検出され、この発生原因究明のため、異物の IR スペクトル分析を行う。

【試料】

充填商品および装置から採取した 5 種類の異物
候補なりうる機材樹脂 2 種類。

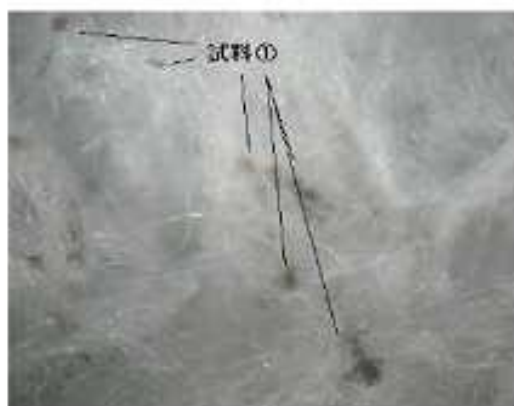
【方法】

FT-IR 装置：JEOL WINSPEC—50

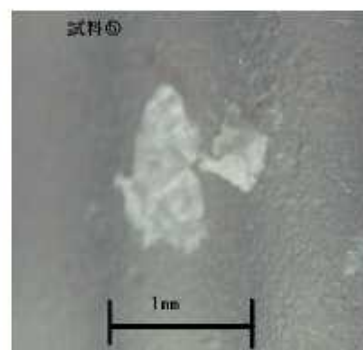
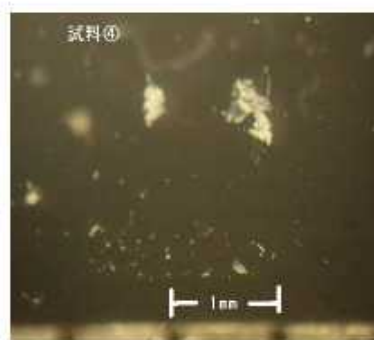
異物を高圧圧延して得られた微薄片をビームコンデンサー付属装置で FT-IR 測定ないし、濾過布中の異物は顕微 FT-IR で透過法測定。

【試料写真】

X25 ① (濾過布内)



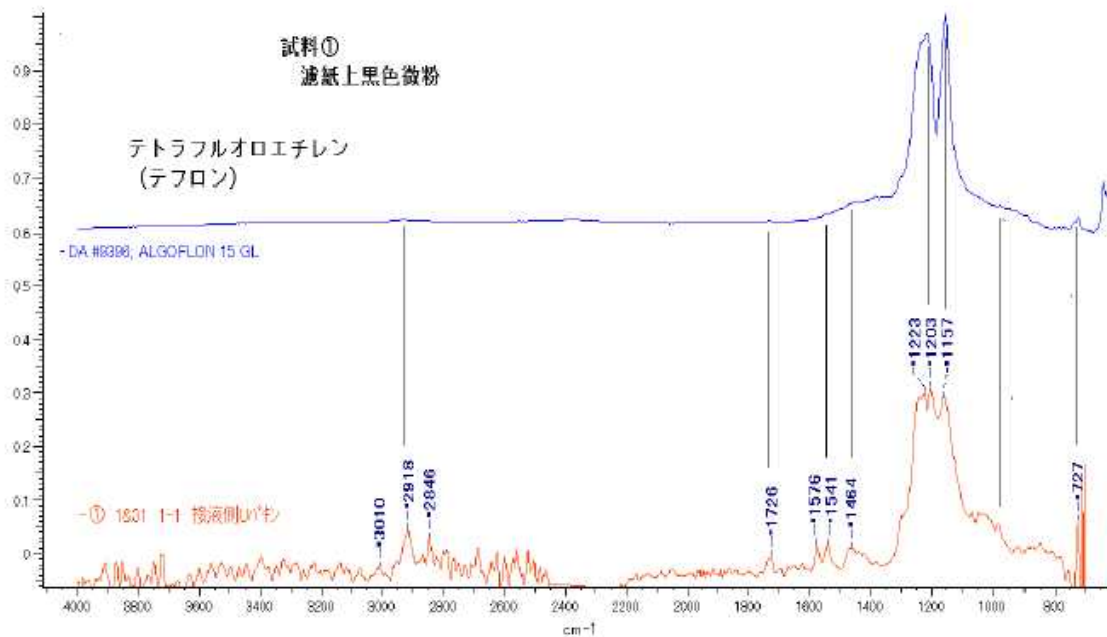
②



[分析結果]

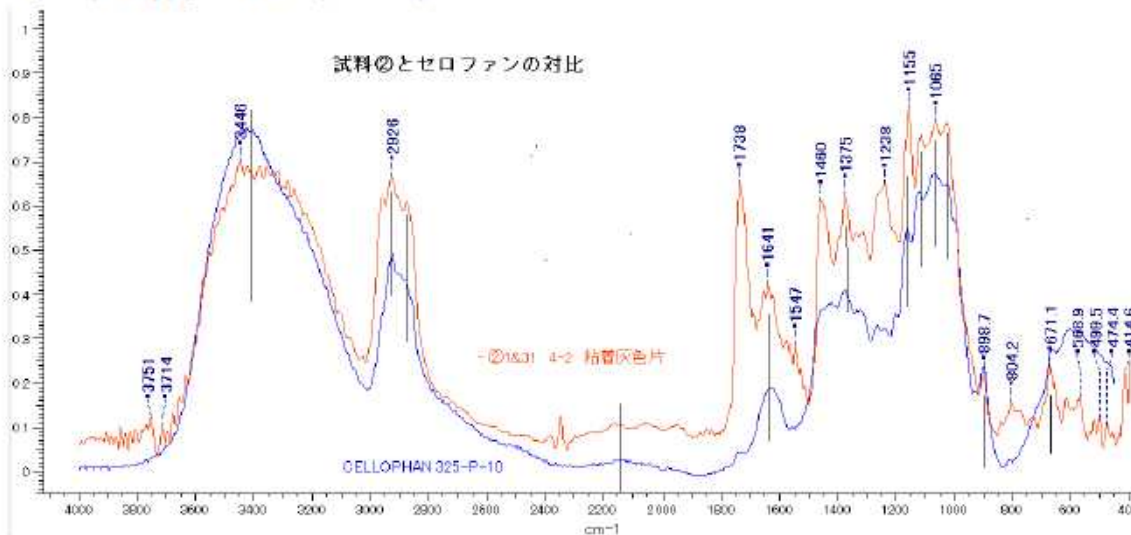
1. IR スペクトル分析結果

(IR-1) 試料①濾紙上黒色微粉の IR スペクトル (顕微 FT-IR)



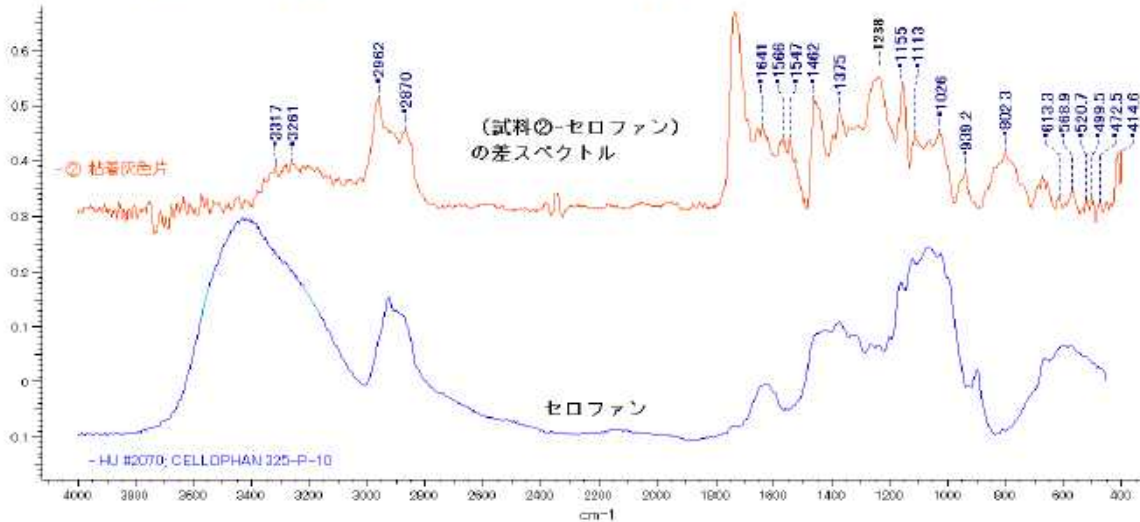
(解釈) テフロン (PTFE) である。2928, 2848, 1726, 1578, 1541, 1464 cm⁻¹ は長鎖アルキル基を有するエステル類と高級脂肪酸塩類の混在を示す。黒色ゆえ次図のカルレッツ O リングと比較。

(IR-4) 試料②とセロファンとの対比



(解釈) 縦線を付したピークはセロファンと合致する。

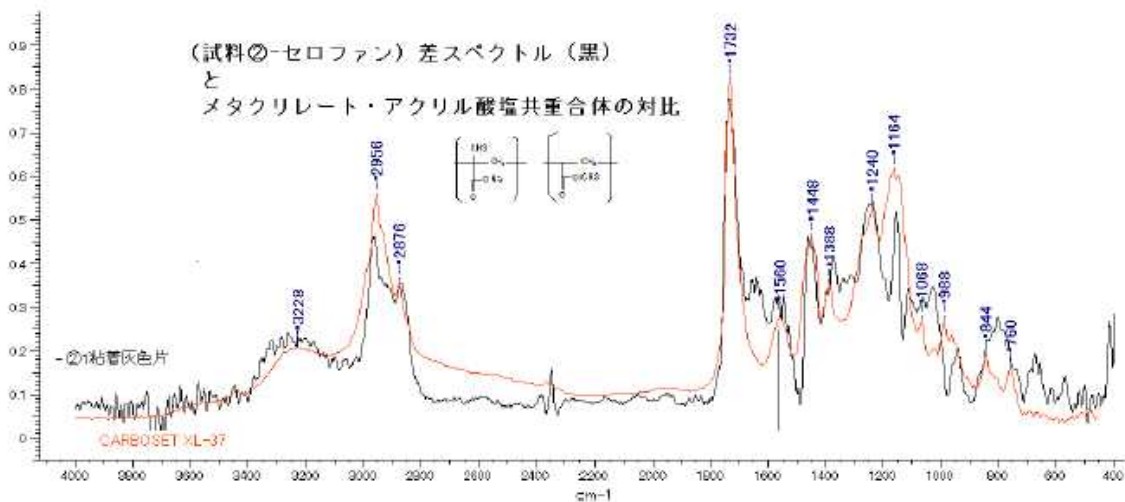
(IR-5) 試料②灰色異物からセロファン（青）を引いた差スペクトル（赤）



(解釈) 3300cm^{-1} の吸収はアミド系物質(タンパク質、ナイロンなど)存在を示す。 $1641, 1569\text{cm}^{-1}$ の $\text{C}=\text{O}$ 基存在もこれを裏付ける。メチル基の多い脂肪族エステル物質が多く、 1547cm^{-1} は脂肪酸金属塩形物質または樹脂の混在可能性を示す。

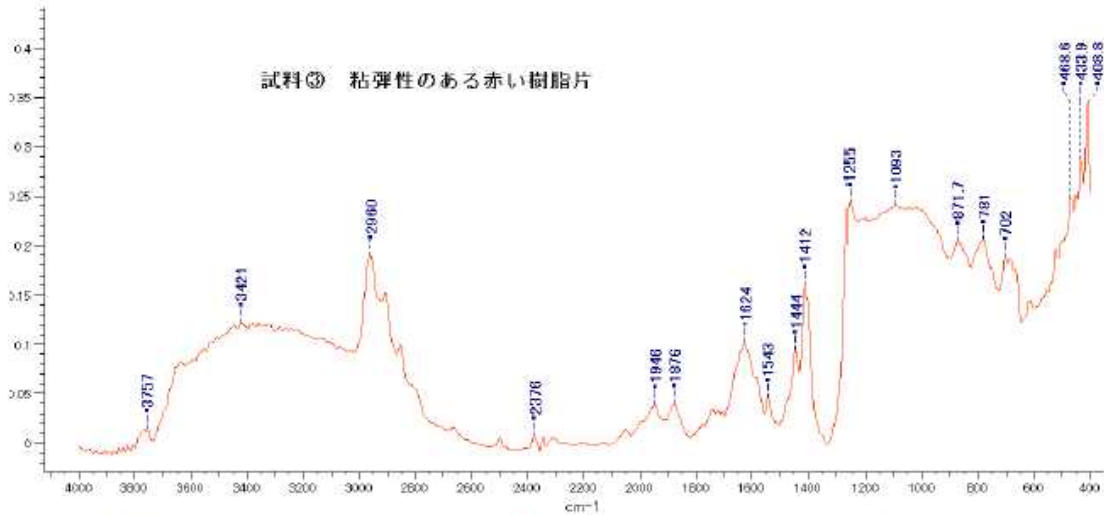
(IR-6) 試料②灰色異物からセロファンを引いた差スペクトル（黒）

とアクリル酸エステル/アクリル酸塩系共重合体樹脂（赤）との対比



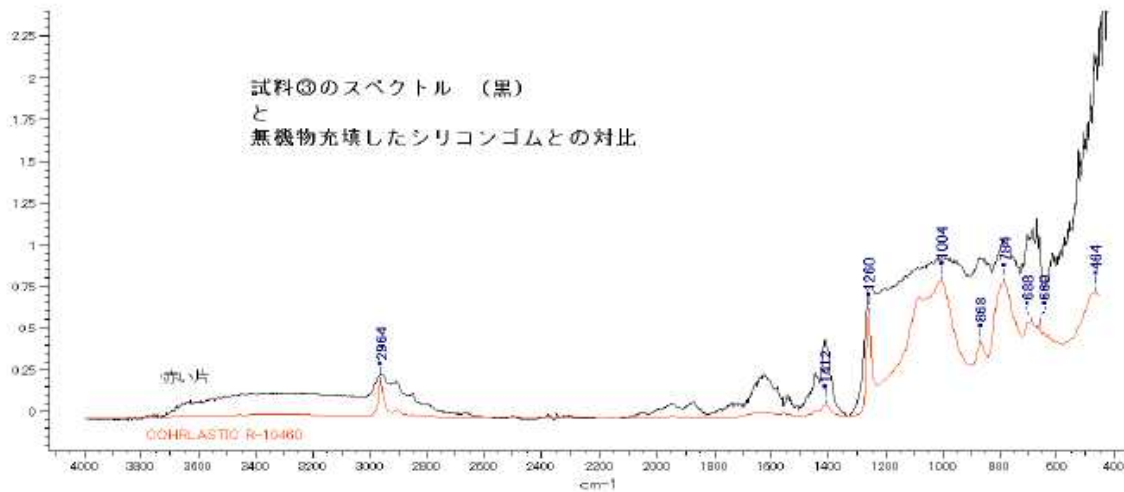
(解釈) 1560cm^{-1} の存在からアクリル酸塩をモノマーに含む接着剤向けアクリル酸エステル樹脂で、 1650cm^{-1} はアクリルアミドモノマー成分 (1670cm^{-1}) の位置とは異なり、アクリル・アクリル酸塩・アクリルアミド形共重合体系の樹脂ではない。ポリアミド樹脂ないしタンパク質が配合されたアクリル・アクリル酸塩系共重合体樹脂で、粘着剤樹脂（感圧接着剤）と判断。

(IR-7) 試料③の赤褐色片の IR スペクトル



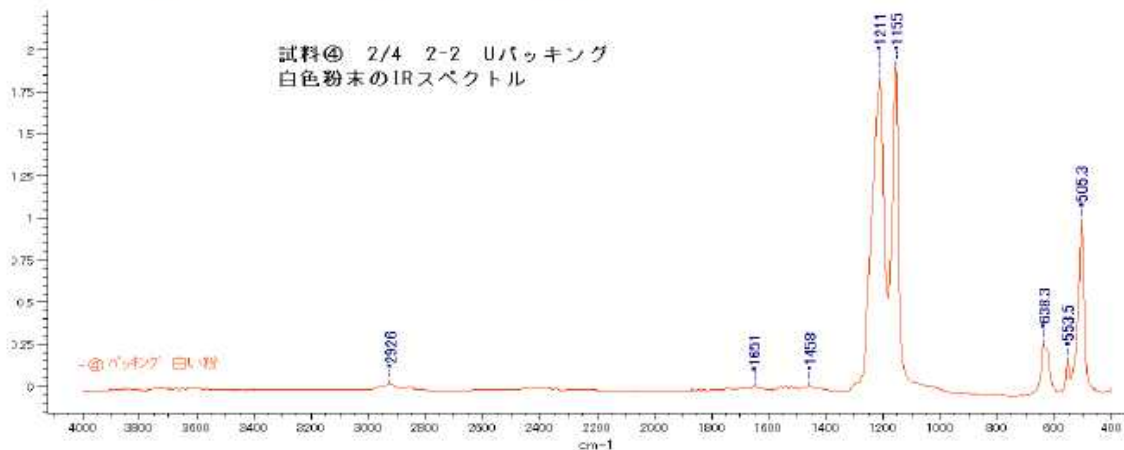
(解釈) 1100 cm^{-1} 付近の幅広吸収はシリカないしケイ酸系鉱物を充填した樹脂を示す。2960 cm^{-1} の CH_3 基存在に反して 1460 cm^{-1} の CH_2 基の不在は炭化水素系ゴムでなく、シリコンゴム可能性を示す。1255 cm^{-1} の CH_3 基はシリコン樹脂の特性ピークである。600 cm^{-1} 以下の吸収は酸化鉄赤色顔料 (Fe_2O_3) の存在を示す。

(IR-8) 試料③とシリコンゴムの対比

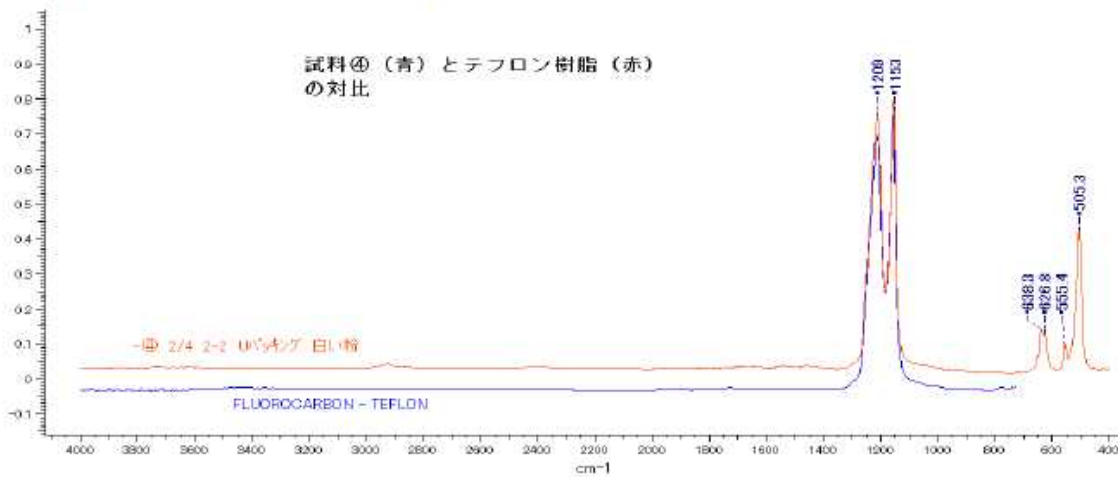


(解釈) 赤線のシリコンゴムはシリカ (1100 cm^{-1}) と酸化チタン (464 cm^{-1}) が少ない。

(IR-9) 試料④2-2 (2/4) 白い粉末状異物の IR スペクトル

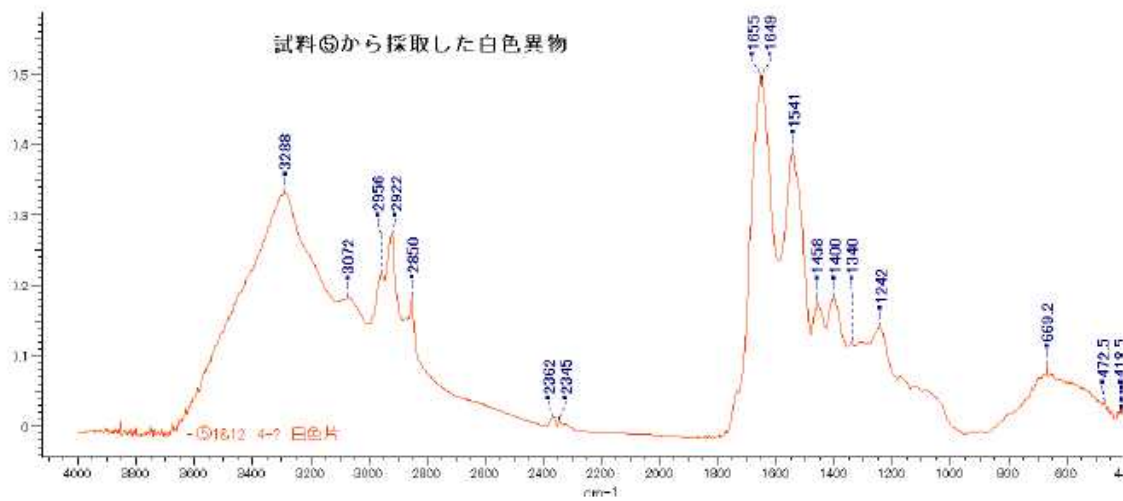


(IR-10) 試料④とテフロンとの対比



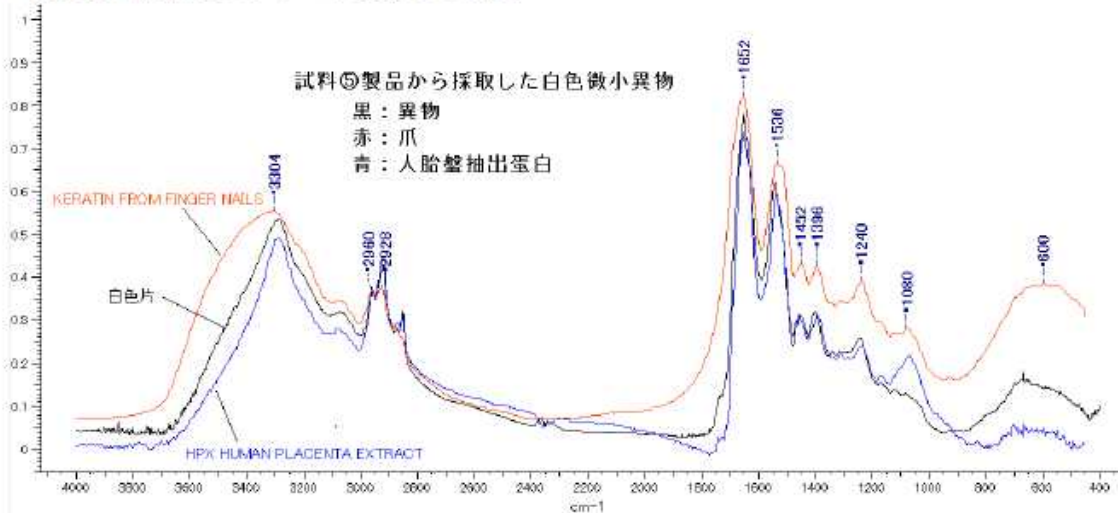
(解釈) 汚れの少ない純粋なテフロン樹脂のスペクトルである。

(IR-11) 試料⑤白色片



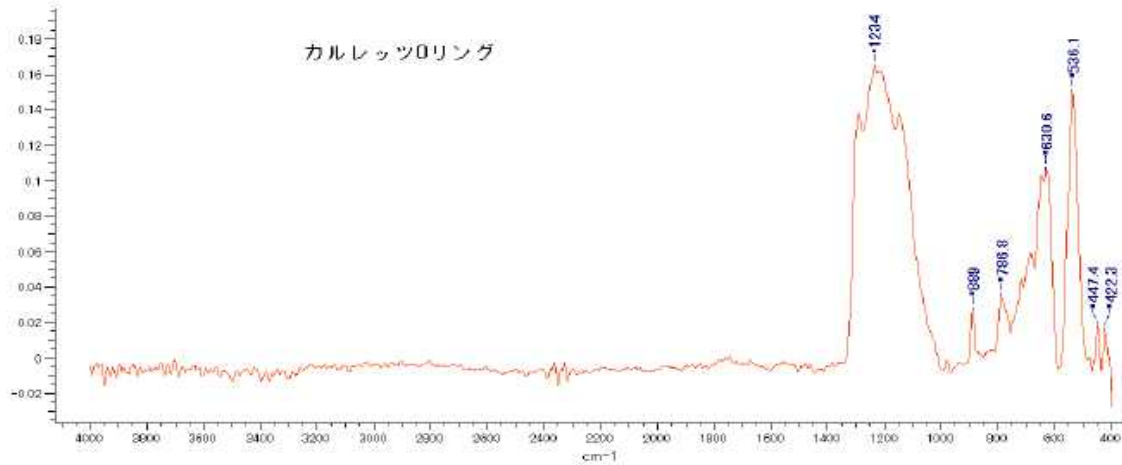
(解釈) 3288, 3070, 1650, 1540 cm^{-1} ともアミド基由来でポリアミド樹脂かタンパク質である。2900 cm^{-1} 付近アルキル基の小ささはタンパクを支持する。

(IR-12) 試料⑤とタンパク質類との対比



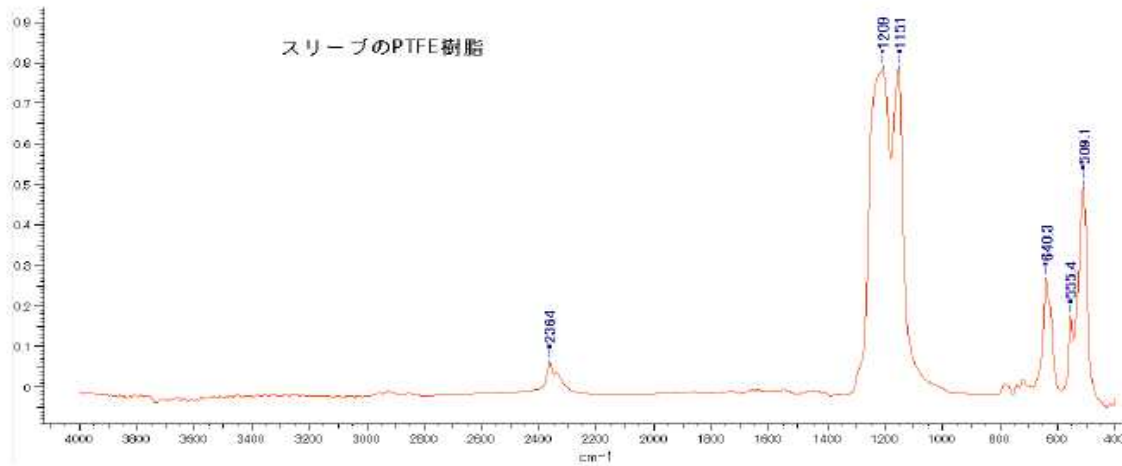
(解釈) カゼイン、ケラチンが類似するタンパク質である。

(IR-13) カルレッツ 6190 樹脂黒色 O リング



(解釈) フルオロエチレン系共重合エラストマーに多量のカーボンブラックを配合。テフロンの IR とは区別される。

(IR-14) テフロンスリーブの IR スペクトル



(解釈) 純テフロン樹脂である。

【結論】

試料異物の IR スペクトル同定結果

試料①の濾過布内黒色紛状微細物

テフロン樹脂摩耗微粉に高級脂肪酸を含む潤滑剤ないし界面活性剤が混じたもので、黒色は煤か金属摩耗微粉末の存在と推察される。SEM-EDX 確認を要す。

試料②の濾過布内粘性弾性ある灰色塊状物

セロファンテープとそのアクリル樹脂系粘着剤が摺り合わされてペースト状になって、さらに煤などを含んで灰色になったものと判断される。

試料③の赤褐色系状片

酸化鉄系赤色顔料で着色されたシリカ（ホワイトカーボン）を充填剤としたシリコンゴム片である。

試料④のパッキング（白粉状）白い膜状微粉末

純粋なテフロン樹脂で、薄膜片となっているので、樹脂固体からそぎ取られて圧延された微小片と考えられる。

試料⑤の白片状異物

カゼイン、ケラチンなど動物性タンパク質と推定される。化学的な変性は無く、配合物を含まない、純粋なタンパク質である。

（参考）カルレッツ O リング（黒）DUPONT 新品

異物に該当するスペクトルは存在しない。

テフロンスリーブ

テフロン樹脂は試料①④に見られる。IR パターンは同一であるが、テフロン
のスペクトルには銘柄差は無い。

表 各吸収帯の帰属

波数 cm^{-1}	官能基帰属	構造単位、物質
3400	OH 伸縮振動（水酸基）	—OH（セルロース）
3300/3070	NH 伸縮振動（アミド基）	C=O)-NH-
2960	CH ₃ 伸縮振動（メチル基 CO ₃ ²⁻	—CH ₃
2930-2850	CH ₂ 伸縮振動、1423 cm^{-1} の倍音	—CH ₂ —
1738	C=O 伸縮振動（エステル基）	アクリル樹脂
1650	C=O-NH（タンパク質）、水分	ポリペプチド、H ₂ O
1540	＃	＃
1570—1530	カルボン酸金属塩	R-(C=O)-O-M ⁺
1450—1400	C=O 伸縮振動（R-N ⁺ 塩、CO ₃ ²⁻ 塩）	アミノ酸、炭酸イオン
1260	Si—CH ₃ 伸縮振動	シリコン樹脂
1210/1150	C-F 伸縮振動	テフロン樹脂
1020	Si—O 伸縮振動	シリコン樹脂
1100—1000	Si—O 伸縮振動（ケイ酸塩鉱物）	珪酸（SiO ₃ ²⁻ ）
800	Si—CH ₃ 振動	シリコン樹脂
670~	アミドNH基、水酸基の面外振動	タンパク、炭水化物