



Application Note AN-NIR-108

フルーツジュース中の糖分の近赤外分析計による品質管理

Fast multiparameter determination of sugars with NIRS

フルーツジュースは爽やかな風味と栄養価の高さ、そして即効性のあるエネルギー源として知られ、多くの量が消費されています。フルーツジュースを製品として考えたときに甘い飲料であるため、製品中の糖の含有量は非常に重要なパラメータとなります。中でも、フルクトース、グルコース、スクロースの含量は品質管理する上で非常に重要な糖類とされています。従来のラボ分析で果汁中のこれらの糖類

を測定するには液体クロマトグラフィーに加え、屈折率測定が行われます。このように分析手法が複数ある場合には、全ての分析に技術や時間を必要とする上、それぞれの分析装置を必要です。近赤外分析計(NIR)は、果汁中のグルコース、フルクトース、スクロース、Brixを1分以内に同時測定できる分析技術です。さらに、化学薬品は不要で、サンプルの前処理も不要です。

実験

グルコース(1–8 g/100 mL)、フルクトース(0~8g/100mL)、スクロース(1–8 g/100 mL)の範囲で計15サンプルを用意し、定量分析のための検量線モデルを作成しました。サンプルはメトロームのOMNIS NIR Analyzer Liquid(1000–2250 nm)を用いて透過モードで測定しました。光路長2 mmのフローセル用キュベットおよびフローセル用ホルダーを使用しました。液体移送には、OMNIS Sample Robot S Pick&Placeに内蔵されたたペリスタルティックポンプを使用しました。



Figure 1. OMNIS NIRアナライザー と OMNIS サンプルロボットS ピペッティングシステム付きPick&Place

6種類の異なるフルーツジュース(各種オレンジジュース、パイナップルジュース、ミックスフルーツジュース、アップルジュース)の試料を、このセットアップを用いて測定しました。糖濃度(グルコース(%), フルクトース(%), スクロース(%))およびBrix(° Brix)は、前述の検量線モデルを用いて予測し

ました。ジュース試料中の各種糖濃度の測定には、イオンクロマトグラフィ(IC)を使用しました(AN-P-072に準拠)。また、デジタル屈折計を用いてBrixを測定しました。NIRスペクトル取得と検量線モデル開発には、OMNISソフトウェアが使用されました。

結果

得られたVis-NIRスペクトル(Fig. 2)を用いてグルコース、フルクトース、スクロース、Brixの検量線モデルを作成しました。その検量線モデルは相関図および標準誤差等の統計値を用いて評価しました。相関図を用いて予測モデルの品質を評価したところ、

Vis-NIR予測値と参照値との間に非常に高い相関があることがわかります。それぞれの統計値(Figure Of Merit, FOM)は、ルーチン分析における予測値の期待精度(Fig.3-6)を示します。

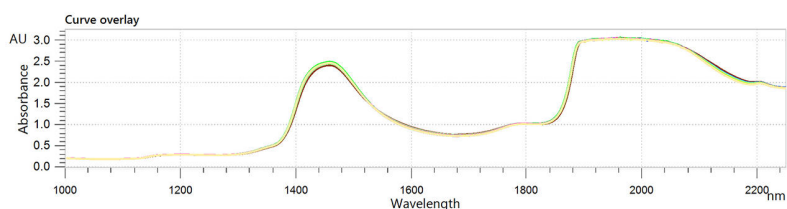


Figure 2. OMNIS NIRアナライザーで測定したVis-NIRスペクトル

結果 フルクトース含有量

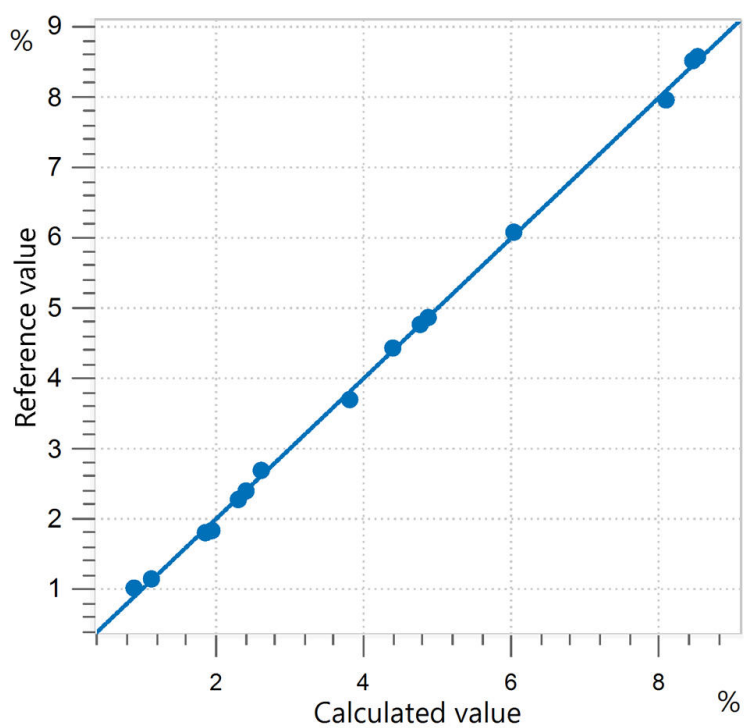


Figure 3. フルクトースの検量線モデルの相関図と各統計値

R^2	SEC (%)	SECV (%)
0.999	0.06	0.07

結果 グルコース含有量

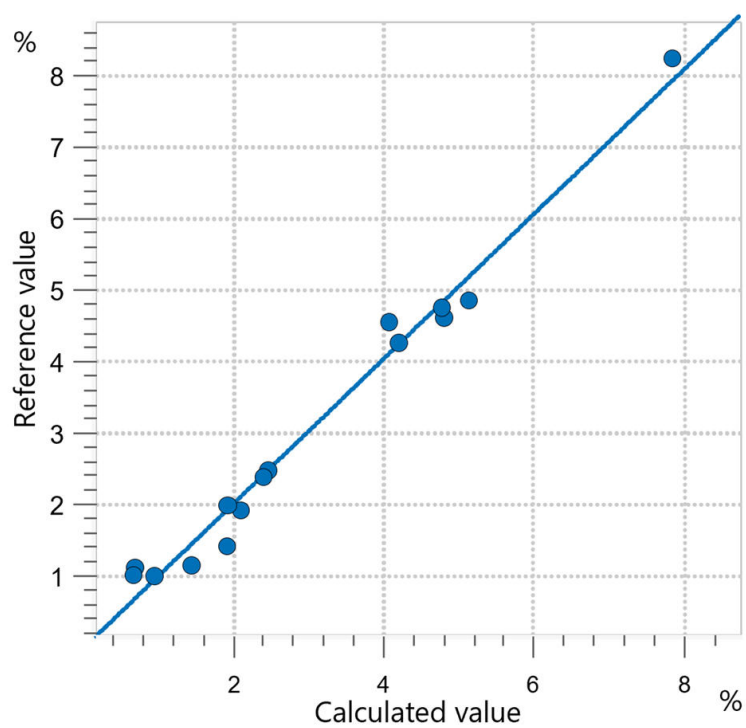


Figure 4. グルコースの検量線モデルの相関図と各統計値

R ²	SEC (%)	SECV (%)
0.981	0.21	0.28

結果 スクロース含有量

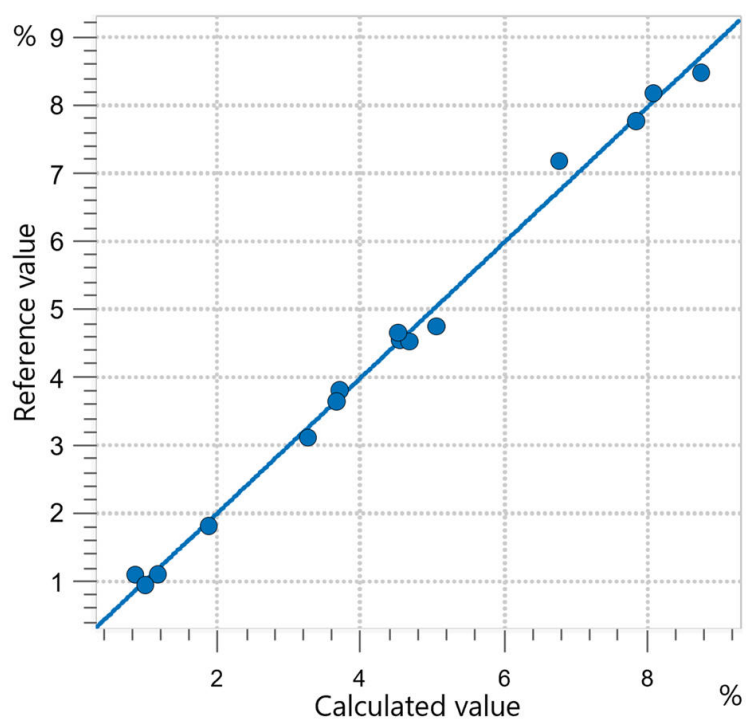


Figure 5. スクロースの検量線モデルの相関図と各統計値

R^2	SEC (%)	SECV (%)
0.995	0.14	0.18

結果 BRIX

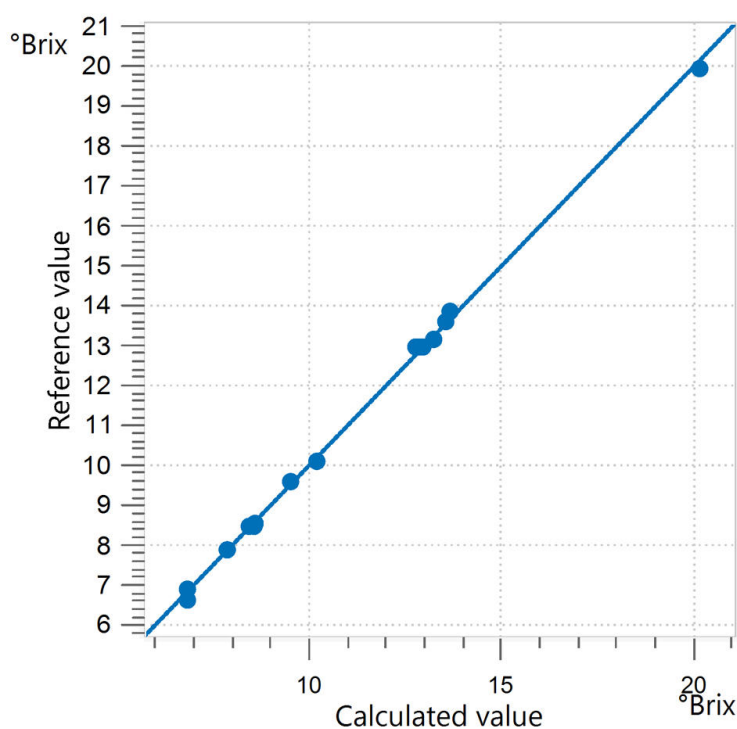


Figure 6. Brixの検量線モデルの相関図と各統計値

R ²	SEC (%)	SECV (%)
0.999	0.08	0.12

市販フルーツジュースの予測値

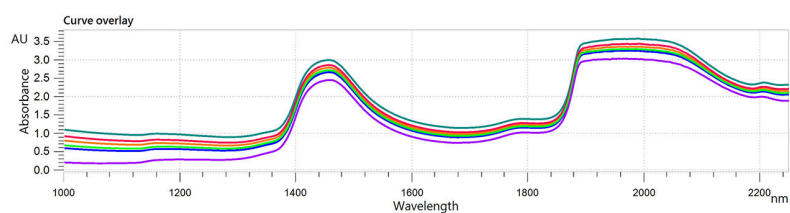


Figure 7. NIR spectra of fruit juice samples analyzed on an OMNIS NIR Analyzer Liquid.

市販フルーツジュースを試料として、図1に示した OMNIS Sample Robotセットアップを用いて、NIRスペクトルを取得しました (Figure 7)。そのスペクトルを先に述べた検量線モデルを用いて評価し

ました。測定した市販フルーツジュース(1~6)のグルコース、フルクトース、スクロース、およびBrixの評価結果をTables 1-4に示します。

Table 1. 近赤外分光法(NIR)によるBrix予測値と参照法(屈折計)による測定値の比較

サンプル番号(フルーツジュース)	Brix 屈折計 (° Brix)	NIR予測値 (° Brix)
1	11.32	11.11
2	11.32	10.96
3	12.59	12.68
4	11.32	10.94
5	11.63	11.79
6	11.06	11.74

Table 2. 近赤外分光法(NIR)によるフルクトース濃度予測値と参照法(IC)による測定値の比較

サンプル番号(フルーツジュース)	フルクトース (%) (IC)	NIR予測値 (%)
1	2.47	2.27
2	2.29	2.79
3	2.47	2.73
4	2.22	2.55
5	4.08	3.09
6	5.70	5.80

Table 3. 近赤外分光法(NIR)によるスクロース濃度予測値と参照法(IC)による測定値の比較

サンプル番号(フルーツジュース)	スクロース (%) (IC)	NIR予測値 (%)
1	3.7	2.6
2	3.86	4.21
3	5.33	4.77
4	3.95	3.33
5	3.09	2.94
6	1.04	3.29

結論

本アプリケーションノートでは、近赤外分光法を用いたジュース中のグルコース、フルクトース、スクロース、Brixの定量分析の可能性を示しました。NIR分光法を用いることで、誰でも簡単に測定でき

、化学薬品・サンプル調製を必要とせず、迅速かつ高精度な結果が得られます。したがって、NIRSは液体クロマトグラフィーのような従来の手法に代わる手法として適しています。(Table 5)

Table 5. ジュース中の各種糖成分における分析時間の概要

パラメータ	Method	Time to result
グルコース、フルクトース、スクロース	HPLC	~5 min (前処理) + ~40 min (HPLC)
Brix	屈折計	1 min

CONTACT

メトロームジャパン株式会社
143-0006 東京都大田区平
和島6-1-1
null 東京流通センター アネ
ックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

装置構成



OMNIS NIR Analyzer Liquid

Near-infrared spectrometer for liquid samples. Developed and produced in accordance with Swiss quality standards, the OMNIS NIR Analyzer is the near-infrared spectroscopy (NIRS) solution for routine analysis along the entire production chain. Its application of the latest technologies and its integration in the modern OMNIS Software are reflected in its speed, operability, and flexible utilization of this NIR spectrometer. Overview of the advantages of the OMNIS NIR Analyzer Liquid: Measurements of liquid samples in less than 10 seconds; Temperature control on the sample from 25–80 °C; Automatic detection of the insertion and removal of the sample vessel; Simple integration in an automation system or link with additional analysis technologies (titration); Supports numerous sample vessels with different path lengths;



NIRS 12.5 mm 2 mm

フロークォーツキュベットは、例えば錠剤の溶解プロセスや反応動特性を持続的に監視することを可能にします。高い耐圧性および特別な気泡回収システムにより、あらゆる測定が非常に快適に行えるようになります。

最高の純度および均一性を備えたクォーツガラス製のウィンドウは、200 nm~2500 nmの波長域において80%以上の透過性を保証します。

様々な層厚のものをご利用いただけます：

層厚0.5 mm、容量 = 175 μ L (注文番号: 67401300)

層厚1 mm、容量 = 350 μ L (注文番号: 67401310)

層厚2 mm、容量 = 700 μ L (注文番号: 67401320)

層厚5 mm、容量 = 1750 μ L (注文番号: 67401330)

層厚10 mm、容量 = 3500 μ L (注文番号: 67401340)

スペック $h \times l \times w = 35 \text{ mm} \times 12.5 \text{ mm} \times 12.5 \text{ mm}$

ウィンドウ高さ = 8.5~15 mm

XDS Rapidliquid Analyzer のための NIRS スペーサーおよび DS2500 Liquid Analyzer のための DS2500 ホルダと互換性があります。



OMNIS NIR

Cuvette holder for the OMNIS NIR Analyzer for flow-through cells(6.7401.300; 6.7401.310; 6.7401.320; 6.7401.330; 6.7401.340).

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS

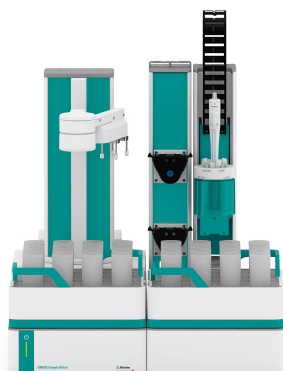
WindowsTMコンピュータ上のOMNISソフトウェアをスタンドアロン操作することが可能になります。

特徴:

- ライセンスには、既に1つのOMNISデバイスライセンスが含まれています。
- メトローム・ライセンシングポータルにて、アクティブ化する必要があります。

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE



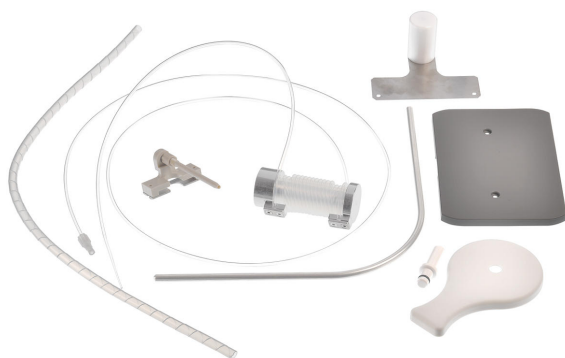
Quant Development

Software license for the creation and editing of quantification models in a stand-alone OMNIS Software installation.

OMNIS Sample Robot S Pick and Place

ポンプモジュール「Peristaltik」(2 チャンネル)、Pick&Place モジュール、および全自動滴定を直に導入するための多種の付属品のついた OMNIS Sample Robot S。このシステムでは 2 つのサンプルラックにおいて、120 mL のサンプルビーカー 32 個分のスペースが設けられており、モジュール式のシステムは、完全に組み立てられた状態で納品され、よって最短時間で稼働させることができます。

ご要望に応じて、システムには更に 2 つのペリスタリックポンプおよび追加の Pick&Place モジュールを装備することができ、スループットを倍増することができます。更なるワークステーションが必要な場合、この Sample Robot は L サイズまでの OMNIS Sample Robot に拡張することで最高 4 つまでの Pick&Place モジュールにおいて 7 つのラックのサンプルを並行して処理し、スループットを 4 倍に増やすことができます。



OMNIS

OMNIS サンプルロボット ピック&プレイスを、ピペット可能なバリエーションに装備し直すための付属品セット一式。このセットは、OMNIS サンプルロボットの全てのバージョン (S、M、および L) に取り付けることが可能です。