



AUTHOR

Dr. Tanja Butt



Product Manager

 Retsch GmbH
 Retsch-Allee 1-5
 42781 Haan, Germany

 Phone: +49 (0) 2104/2333-100
 E-Mail: t.butt@retsch.com

www.retsch.com

食品分析

再現性の高い試料 信頼性の高い 分析のための準備

均質性の高い代表的な試料にする方法

食品は非常に多様な組成で存在し、不均一であることが多く、試料の成分は諸々の要因により、偏在している場合が多くあります。つまり、どの部分を採取したかによって、分析後の試料の成分値が大きく異なってしまいます。特性を同じくする代表性のある試料を作製する為には、まず試料を均質に粉碎する必要があります。分析に必要な試料の量は通常、数グラム、もしくは数ミリグラムです。しかし、僅かな量であっても、それは元の試料全体を代表するものでなければいけません。

試料の均質性の重要性を理解する良い例が、ピザの脂肪分析です。分析に必要なピザの量はわずかに数ミリグラムです。ランダムサンプリングで採取すると、マッシュルームやサラミ、チーズなどが混入してしまい、その後の分析では総脂肪量を正しく測ることが出来なくなってしまいます。(図1)。しかし、ピザを最初に 5mm以下の粗い粒子にした後、0.5mm以下の細かい粒子に粉碎すれば、均質で代表的な分析試料が得られます。

粒子径を小さくし、分析試料を均質化することで、その後の分析の標準偏差を大幅に減少させることができます。粒子径を小さくし、分析試料を均質化することで、その後の分析の標準偏差を大幅に小さくすることができます。ピザの例では、脂肪分を測定しました（図2）。粒子径が5mm前後のピザ 粒子径が5mm前後のピザの試料では脂肪分にばらつきがありましたが、均質化した試料でははるかに安定していました。ホモジナイズされた試料ではより一貫しています。標準偏差SDは、0.21%から0.03%に減少しました。（相対SDは2.10%から0.35%）に減少しました。

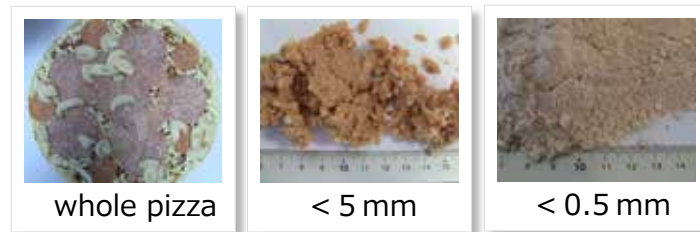


図1：粉砕前、5mm以下の粗い粒子に粉砕した試料、0.5mm以下の粒子径の完全に均質化された試料。

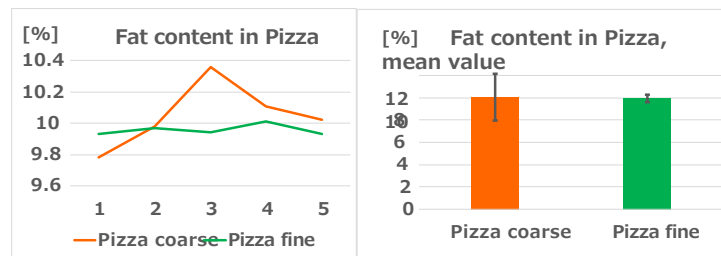


図2：左：粗いピザの試料では脂肪分が変化しているが、粉砕した試料では安定している。右：5つの試料の各バッチの平均値で、脂肪分の相対標準偏差は、均質化によって2.10%から0.35%に減少している。

1. 粉砕機とアクセサリの選定方法

適切な粉砕機とアクセサリを探す際には、水分や重金属の含有量など、測定する試料の特性に応じて、以下の点に留意する必要があります。

水分や重金属の含有量など、測定対象となる試料の特性が変化をしないよう気を付けなければなりません。最適な粉砕機を見つけるために試料の特徴を考慮する必要があります。

例えば、試料の大きさです。魚一匹のような大きな試料と、作物の粒のような小さな粒子をホモジナイズするかで大きな違いがあります。大きな初期粒子径に対応した粉砕機はその後の分析に必要な大きさの微粒子を作るのには適していません。粒子径を小さくするためには、粉砕機の粉砕原理と試料の粉砕挙動が一致していなければなりません。例えば、密度、硬さ、粘度、残留水分、脂肪分などの特性を考慮する必要があります。また、温度の安定性や試料が凝集する傾向があるかどうかも重要になってきます。

ラボ用粉砕機には様々な粉砕原理で粉砕を行う機器があります。例えば、圧力、衝撃、摩擦などは、硬くて脆い材料を粉砕するのに適しています。しかし、これらの粉砕原理は、繊維質で柔らかく、弾性のある試料にはあまり効果的ではありません。凍結乾燥した魚などを均質化するには、圧力や衝撃ではなく、切断や剪断が適しています。粉砕機の容量と試料の処理能力も重要なポイントです。ローターミルで数キログラムの小麦を粉砕すると、同じ量を最大ジャー容量50mlのミキサーミルで粉砕するよりもはるかに早く粉砕できます。粉砕機の材質の選択も粉砕効率に大きく影響します。アクセサリの材質は、過度の摩耗を避けるために、試料よりも硬いものを選ぶ必要があります。食品試料の場合、使用されているほとんどの研削材がこれに当てはまります。機械的な粉砕では必ずある程度の摩耗が発生し、その後の分析に影響を及ぼす可能性があります。その結果、鋼や酸化ジルコニウムのような材料の痕跡が試料に見られることがあります。いずれにしても、その量はほとんどの分析において検出限界以下であり、無視することができます。適切なアクセサリの選択は、研削加工に大きな影響を与えます。

1.1. 試料の乾燥や脆化

湿った試料や濡れた試料でも、機械の目詰まりや試料の損失などを考慮せず処理できるのはナイフミルだけです。その結果、材料が失われ、粉碎機の清掃に多くの時間を費やさなければなりません。そのため、次の処理を行う前に材料を乾燥させることが望ましいです。乾燥方法や温度を選択する際には、測定対象となる試料の特性が何らかの形で変化しないように注意しなければなりません。これは、温度に敏感な成分や揮発性の成分については特に重要です。通常、このようなタイプの試料は、室温での風乾しかできません。試料迅速乾燥機TG200は、多くの製品の穏やかで迅速な乾燥に適しています。

柔らかいもの、硬いもの、粘り気のあるもの、脂肪分の多いものなど、試料によっては冷却してから予備粉碎や微粉碎を行う必要があります。例えば、チョコレートやレーズンなどは、低温粉碎すると簡単に粉碎できますが、室温では均質性の低いペースト状にしかなりません。そこで、粉碎前に液体窒素 (LN₂) で試料を脆化させる方法があります。-196℃の温度では、柔らかいグミも非常に硬く脆くなるため、問題なく粉碎することができます。また、ドライアイス (固体CO₂) と混ぜる方法もあります。揮発性の物質が含まれている場合は、凍結粉碎も可能です。しかし水分を含んではいけない物質は、空気中水分が冷たい試料に結露するため、直接冷却剤で処理してはいけません。

2. 食品試料の調製によく使用される粉碎機の概要

特定の試料の粉碎には複数の粉碎機が適しています。前述のように、特定の試料に最も適した粉碎機を選択は、試料の量、試料の特性、必要なサイズ (細かさ)、およびその後の分析方法によって決まります。様々な粉碎機の動作原理を知っていれば、特定のアプリケーションに最適なミルを選択することができます。

2.1. ロータミル

超遠心粉碎機ZM200

代表的な試料：種子、コーン、トウモロコシ、小麦、乾燥藻類、塩、砂糖、乾燥魚、エンドウ豆、ナッツ、アーモンド、ココナッツ、コーヒー、お茶、根菜、ゼラチン、乾燥葉、米、香辛料ハーブ、大豆粕など

超遠心粉碎機ZM200は、軟質、中硬質、脆い、繊維質の材料を迅速に微粉碎するための粉碎機です。スクリーンとローターの間の衝撃力と剪断力によって粉碎されます。最大投入サイズは10mmです。特に最高速度では、素材にもよりますが、最終粒度は40μm (d₉₀)以下の粒度が得られます。交換可能なスクリーンの開口部の大きさ (0.08mm~10mm) によって、粉碎サイズが決まります。ZM200の回転速度は、6,000~18,000 rpmです。カセット方式を採用しているため、試料を100%回収でき、洗浄も簡単です。大量の流動性のある材料を自動で均一に供給するには、振動フィーダーDR100を使用することをお勧めします。大量の試料や温度に敏感な試料を処理する場合は、3リットルまたは5リットルの受け器を備えたサイクロンの使用をお勧めします。粉碎時に発生する摩擦熱の一部がサイクロンから排出されるため、試料の冷却に役立ちます。



超遠心粉碎機ZM200
オプション (サイクロンキット)



ロータビータミル SR 300

ロータビータミル SR 300

代表的な試料：種子、トウモロコシ、メイズ、小麦、乾燥藻類、塩、砂糖、乾燥魚、エンドウ豆、ナッツ、アーモンド、ココナッツ、コーヒー、紅茶、根菜、ゼラチン、乾燥葉、米、香料、ハーブ、大豆粕、など。

ロータビータミルSR300は、軟質、中硬質、脆い材料の予備粉碎と微粉碎に使用され、最大投入サイズは25mmです。最終粒度は、交換可能なリング状のスクリーンの目開きサイズ（0.08～10mm）によって決まります。材料の特性に応じて、50µm以下の細さを達成することができます。SR300での粉碎は、衝撃力と剪断力によって行われます。回転数は3,000～10,000 rpmの範囲で調整可能です。大量の試料を投入する場合は、振動フィーダーDR100を使って自動投入することができます。ロータビータミルは対照的に、SR300は30Lまでの大量の試料をワンステップで粉碎することができます。

サイクロンミル ツイスター

代表的な試料：種子、トウモロコシ、トウモロコシ、小麦、エンドウ豆、お茶、乾燥葉、米、スパイス、ハーブなど。

ツイスターは、近赤外分光分析（NIR分析）のために、脂肪分のない食品や飼料を処理するために特別に設計されています。この装置は、繊維質で柔らかい製品を、迅速かつ穏やかに、分析に必要な約0.5 mmの細かさまで処理します。最大14,000 rpmの高速回転と、ローターと粉碎室の粉碎形状により、気流が発生し、内蔵のサイクロンを通して試料ボトルに試料が運ばれます。これにより、クロスコンタミネーションを防ぐことができます。また、サイクロンによって、試料と粉碎ツールの冷却が行われます。これにより、水分の損失や熱劣化を防ぎ、測定対象となる試料の特性を維持することができます。粉碎された材料はサイクロンで分離され、完全に回収するために試料ボトルに集められます。ローターの回転数は3段階で調整できます。



サイクロンミル ツイスター

2.2. ナイフミル グラインドミックス GM 200, GM 300

代表的な試料：生肉、ハーブ、粉ミルク、生ベーコン、コンビニエンスフード、シリアルバー、大豆、ケーキ、鮮魚、サラダ、レーズン、トマト、生野菜、お菓子、ゼリーベア、パン、チーズ、レバー、果物、チョコレート、サラミ、スープ、ポテト、クッキー、ひき肉、ベリー類、ナッツ、種子、ゆで卵など。

ナイフミルは、脂肪分、油分、水分を多く含む試料の粉碎やホモジナイズに適しています。GM300は最大4,500mlの試料をホモジナイズすることができ、ピザやパンを一度にホモジナイズできる唯一の粉碎機です。ナイフミルの回転数は細かく設定可能で、試料の特性に合わせて最適化することができます。リバースモードでは、峰の部分で試料に衝撃を与えて粉碎します。ナイフや蓋、ポリプロピレン、ポリカーボネート、ステンレスの容器など、さまざまなアクセサリが用意されています。ポリプロピレン製の容器を除き、すべての容器はオートクレープ滅菌が可能です。重金属コンタミ防止のアクセサリもご用意しております。グラビティリッドを使用することで、粉碎されるにつれ減量する試料に応じて自重で沈み、容器の容量を減らしていくので、試料全体を底部の回転刃に誘導します。このため、試料全体の均一な粉碎が可能になります。

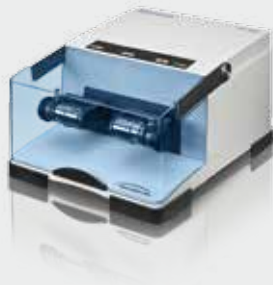
2.3. ミキサーミルMM400とクライオミル

代表的な試料：チョコレートクリーム、スパイス、ハーブ、紅茶、オリーブ果肉、乳糖パウダー、卵の殻、グミ、レバー、バニラポッド、ベリー類、クッキー、タバコ、チューインガム、小麦、ワッフル、冷凍魚、種子など。

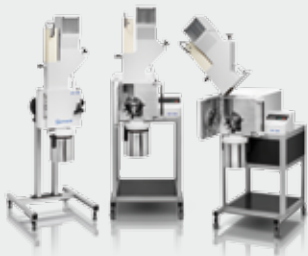
MM400は20mlまでの少量試料の粉碎に適しています。粉碎ジャーは水平方向に放射状に振動し、最大振動数は30Hzです。粉碎は衝撃力によって行われ、試料の特性に応じて最終的に5µm（d90）まで細かくすることができます。粉碎ジャーのサイズは1.5～50mlで、湿式粉碎も可能です。



ナイフミル グラインドミックス GM 200, GM 300



ミキサーミル MM 400



カッティングミル

粉碎ジャーと粉碎ボールには、さまざまなサイズと材質のものがあり、例えばメノウや酸化ジルコニウムなどのセラミック製のものがあります。また、20 x 2 ml、10 x 5 mlの反応バイアルや、8 x 50 mlのコニカル遠心分離管を取り付けられるアダプターを使用することもできます。クライオミルは凍結粉碎のために特別に設計されています。

2.4. カッティングミル SM 100, SM 200, SM 300

代表的な試料：根菜類、お茶、トウモロコシ、フリーズドライの魚、骨、キノコ、スパイス、オレンジピール、シュガービートペレット、シアナッツ、サトウキビ、ハーブ、ジャガイモ、ココアバターの塊、など。

カッティングミルは、根っこやナッツの殻、骨など、軟らかい試料や中硬質試料、繊維質の試料を予備粉碎するために使用します。カッティングミルの回転速度は、機種によって固定または最大3,000 rpmまで可変です。粉碎可能なサイズは、交換可能なスクリーンの目開きサイズ（0.25 mm～20 mm）と試料の粉碎特性によって決まります。3種類のローターが用意されており、試料に応じて最適な粉碎方法を選ぶことができます。サイクロンを使用すると、粉碎室からの試料の排出が早くなり、発生した空気流による冷却効果も得られます。

3. 粉碎例：食品のホモジナイズ

3.1. ソーセージの脂肪分（GM300）

ソーセージには大きな脂肪分の粒子が含まれていることが多く、信頼性の高い分析結果を得るためには、ソーセージを十分に均質化する必要があります。脂肪分の分析に必要な数グラムの試料を無作為に選んでしまうと、分析結果の標準偏差が大きくなってしまいます。

400gのソーセージを手作業で約20mmの大きさにカットし、GM300で2段階に分けて粉碎しました。最初の粉碎サイクルは、鋸刃の回転刃を用いて、回転速度4,000 rpmで行われました。試料はわずか25秒で5mm以下の大きさに切断されました。鋸歯状の刃は、繊維質の肉を引き裂くのに役立ちます。一部の試料は、脂肪分析のために直接採取されました。残りの試料は凍結粉碎されました。この目的のために、最初の粉碎工程の後、試料をドライアイス（1：2の割合）と混合し、その混合物をステンレススチール製の粉碎容器に充填しました。凍結粉碎用に特別に設計された金属製の回転刃と蓋を用いて、4,000rpmで20秒×3回、試料を粉碎しました（図3）。



図3：ソーセージのホモジナイズ：左から順に、粉碎前、手作業でカットしたもの、5mm以下に粉碎したものの、300µm以下に粉碎したものの

粗い試料とホモジナイズされた試料の両方について、Smart 6 (CEM GmbH, Germany) を用いたマイクロ波による乾燥と、Oracle fat analyzer (CEM GmbH, Germany) を用いたNMRスペクトロスコピーを組み合わせて、脂肪含有量を5回分析しました。各測定において、4gの試料を2.5分で乾燥させ、1分以内に分析しました。粗挽きソーセージの試料の脂肪含有量は、細挽き試料よりも変化し、粗挽きの脂肪含有量は、14.85%から17.12%の範囲で測定され、標準偏差 (SD) は0.88%でした。均質化した試料 (図4) では、SDは10倍以上減少して0.07%となり、脂肪分は15.84%から16.02%の範囲となりました (相対的なSDは5.63%から0.45%に減少)。

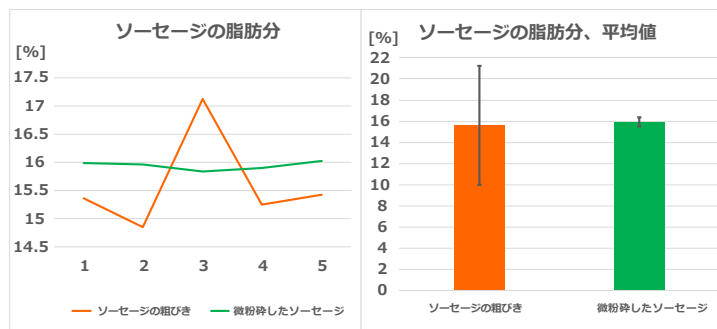


図4：左：粗いソーセージでは脂肪分にばらつきがあるが、細かく粉砕した試料では安定している。右：各5試料の平均値。

3.2. 小麦試料のNIR分析（ツイスター）

NIR（近赤外分光法）は、タンパク質含有量、水分、脂肪、灰分を一度に測定できる一般的な分析法です。そのため、高い試料処理能力と優れた柔軟性が要求される場合に使用されます。多くの議論がなされている問題は、試料の前処理の必要性です。NIR分析の前に試料を前処理することの利点は何か？ NIRの照射深度は最大1mmなので、その下にあるものはすべて検出できません。試料が完全に均質であれば問題ありませんが、粒子や種子のように異なる層で構成されている場合は、1mmまでの層のみが分析され、測定結果に過剰に反映されてしまいます。この効果を実証するために、挽いた小麦と挽いていない小麦の試料の異なる特性をNIRで分析しました。試料は10回分析され、測定ごとに分光器が補充された。試料はTwisterで14,000 rpmの回転速度で粉砕されました。小麦の分析結果は、粉砕した試料と粉砕していない試料の間で、特に灰分と繊維質の含有量について大きな差が見られました（表1）。上述したように、挽いていない小麦の表面のみを分析した結果、カーネルシェルが過剰に含まれていました。試料を均質化することで、意味のある信頼できる分析結果が得られます。

表1: 挽いた試料と挽いていない試料の灰分と繊維分の違い

| | 灰分 | 水分 | 繊維 | 脂肪 | タンパク質 |
|----------|------|------|------|------|-------|
| 小麦粉 | | | | | |
| 平均 [%] | 2.80 | 9.68 | 1.10 | 1.17 | 9.02 |
| 標準偏差 [%] | 0.03 | 0.09 | 0.05 | 0.03 | 0.07 |
| 未加工の小麦 | | | | | |
| 平均 [%] | 0.10 | 9.80 | 6.90 | 1.38 | 8.46 |
| 標準偏差 [%] | 0.10 | 0.25 | 0.62 | 0.16 | 0.45 |

3.3. ナッツ類におけるマイコトキシンの検出 (SM300およびZM200)

食品の種類によっては、特に食品の保存期間が長すぎた場合、不適切な方法で保存された場合に、真菌の侵入によるマイコトキシンの放出リスクが高まります。菌の侵入は通常、巢の中で起こるため、汚染物質の検出を可能にするためには、バルクから採取した無作為の試料が十分な大きさである必要があります。最初のステップは、カッピングミルSM300でナッツ1トンあたり1~2kgの代表的な量を、4mmのスクリーンを使って3mm未満の粒子に予備粉砕します。ナッツの殻は硬すぎて他のローターでは切断できないため、ディスクローターを使用することが重要です。その後の細粒化には、ZM200が最適です。ヘーゼルナッツの処理には、ディスタンススクリーンの使用をお勧めします。カビ毒は親油性なので、試料から脂肪分が出るのを防ぐために、粉砕プロセスはできるだけ穏やかに行う必要があります。その後のマイコトキシンの抽出やHPLC分析には、300 μ mの目開き (図5) で十分です。



図5：ナッツのホモジナイズ：左から順に、粉砕前。3mm以下に粉砕した試料；300 μ m以下に粉砕した試料

3.4. 魚からのポリ塩化ビフェニルの検出 (SM300)

魚の均質化は難しく、ウロコ、皮、骨はサイズダウンにかなり抵抗があるため、ほとんどの粉砕機で粉砕しても試料には大きな破片が残ってしまいます (例：ナイフミルでは鮮魚)。また、魚の脂肪分が多いと、脂肪分の多い粒子がくっついて大きな塊となり、粉砕機をブロックして試料を不均一にしてしまうため、処理が難しくなります。魚をフリーズドライし、SM300でさらに粉砕することで、この問題を解決することができます。

鯉またはターボット125g (4尾、プレカット1回) をSM300で回転速度3,000 rpmで粉砕し、Vローターでスケルブや魚の骨も切断しました。サイクロンを使用することで、試料を冷却します。1mmのスクリーンで2分間の粉砕を行った後、魚に大きな熱を加えることなく1mmの粒子に粉砕されます (図6)。



図6：魚のホモジナイズ。

左：粉砕前、右：1mm以下に粉砕した試料

3.5. お茶のピロリジジンアルカロイド (ZM200)

ピロリジジンアルカロイドは500種類の化合物から構成されており、主に複合花卉、ポリジ科、マメ科の植物に含まれている。カモミールの乾燥花を以下のパラメータで処理しました：最大粒径5mmの25gの試料を、0.2mmのスクリーンを用いて、ZM200の回転速度18,000 rpmで粉砕した。2分後、最終的に100 μ m以下に粉砕されました (図7)。サイクロンを使用することで、材料の排出と試料の冷却が連続的に行われます。このようにして、熱に弱いピロリジジンアルカロイドの特性を維持することができました。

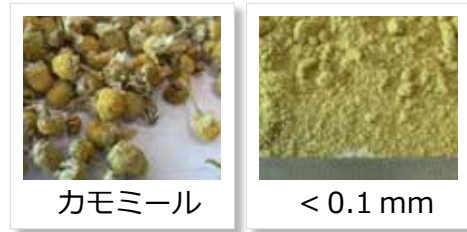


図7: カモミールのホモジナイズ。
左: 粉碎前、右: 100 μ m以下に粉碎した試料

3.6. 高麗人參のジンセノイド (MM 400)

高麗人參は、古くから中国伝統医学において、免疫反応を高める、心臓血管系をサポートするなど、健康に有益な効果があることが知られています。高麗人參のサポニンのような一連の化学物質が、その有益な効果に関与しているようです。高麗人參の根は、8mm以下の小さなものであれば、MM400で粉碎することができます。より大きな試料は、例えばセクションローターを取り付けたカッティングミルを使って、まずカットしなければなりません。50mlのステンレススチール製粉碎ジャーに、17mlの予備粉碎された高麗人參の粒子を入れ、MM400で粉碎しました。直径10mmの粉碎ボールを15個使用しました。30Hzの周波数で4分後、最終粒度<100 μ mが達成されました(図8)。



図8: 高麗人參の粉碎; 左: 粉碎前 中: 8mm以下に粉碎した試料 右: 100 μ m以下に粉碎した試料

3.7. 大量の塩の粉碎 (SR300)

岩塩や海塩は、塩化ナトリウムだけでなく、採掘地域や採掘方法によって他の鉱物や珪酸塩が含まれることもあります。塩の中の元素濃度は非常に低いため、キログラム単位での処理が必要になることが多いです。しかし、カッティングミルの回転刃は塩のような摩耗性のある物質を処理するようには設計されていないため、カッティングミルでも原理的には大量の処理が可能です。が、摩耗はSR300よりもはるかに大きくなります。SR300では、数キログラムの試料を簡単に粉碎することができます。ディスタンスローターを採用し、摩擦熱を低減。5リットルの捕集容器により、試料投入サイズが10mmまでの5kgの試料を10,000 rpmの回転速度で1回の運転で粉碎します。6分間で200 μ m以下に粉碎することができます(図9)。



図9: 岩塩の粉碎。左から順に、粉碎前、20mm以下に粉碎した試料、200 μ m以下に粉碎した試料。

3.8. ハードキャンディ中のビタミンC分析 (GM200)

菓子類は、硬いもの、粘り気のあるもの、油分の多いもの、しっとりしたものなど、非常にさまざまな食感があり、不均質なものが多くあります。ハードキャンディに含まれるビタミンCを検出するためのHPLC分析では、0.5~0.75mmの粒度分布が理想的です。GM200の典型的なホモジナイズ工程では、まず100gのハードキャンディをナイフの峰を使ってリバースモードで数秒間粗粉砕する。続いて通常モードで回転速度4,000rpm、インターバルを置いて15秒ほどかけて粉砕する。さらに6,000rpmの回転数で6~12秒粉砕すると、0.5mm以下の大きさに粉砕される(図10)。このように段階的に行うことで、家庭用ミキサーのように、砂糖や水飴を多く含む試料がナイフに付着することなく粉砕を行えます。

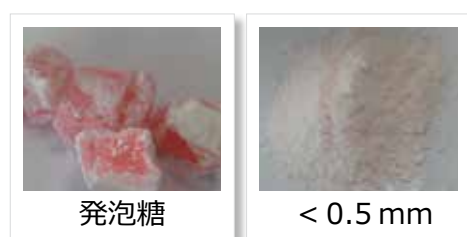


図10：泡状の砂糖（発砲糖）をホモジナイズしたもの。
左：粉砕前、右：500 μ m以下に粉砕した試料

3.9. 大豆からの遺伝子組み換え作物の検出 (GM200)

ポリメラーゼ連鎖反応(PCR)は、食品中の遺伝子組み換え作物(GMO)の検出に用いられます。PCRの前に、試料をホモジナイズする必要があります。有意義で高感度な遺伝子組み換え検査を行うためには、サンプリングと代表的な試料の入手に注意を払う必要があります。20tの大豆バルクから、約2.5kgの実験用試料が抽出され、GMOを検出するためには、より少量の分析試料(トウモロコシや大豆の場合は約1000g)を実験室試料から抽出し、GM200で十分にホモジナイズします。PCR分析では、わずか2mgの試料が必要です。均質化することで、この2mgが試料全体を代表していることを確認します。大豆のような粒状の食品は、スチール製の容器で10,000 rpmの回転速度で処理されます。250g \times 4個のバッチで、0.5mm以下の粒度が30秒以内に得られました(図11)。



図11：大豆のホモジナイズ。
左：粉砕前、右：500 μ m以下に粉砕した試料

3.10. その他の用途: 室温でホモジナイズされた食品

以下では、食品試料を室温で均質化するためのより多くの応用例を紹介します。室温での食品試料の均質化について、さらに応用例を紹介します。

表2：常温でホモジナイズされた食品の用途例

| アプリケーション例 | | | | |
|---------------|---------------------------------------|--|-----------------|---|
| 試料 | 粉砕機 | パラメータ設定とアクセサリ | 粉砕粒度 | 備考 |
| 200 g レモン | ナイフミル グラインドミックス | 8000 rpm, 10 秒; 満付きグラビティリッド | 80 mm (ペースト) | 含水率が高く、粒子径が大きい。 ナイフミルでのみ粉砕可能 |
| 280 g ラザニア | ナイフミル グラインドミックス | 4000 rpmで10秒 8000 rpmで20秒 | 80 mm (ペースト) | 短い間隔で開始することで、粉砕容器への材料の付着を防ぐことができます。 |
| 500 g パン | ナイフミル グラインドミックス | 4000 rpmで1分 チタン製ナイフ | 160 mm ~ 1.5 mm | 重金属コンタミ防止：チタンニオブコーティングした刃を持つ回転刃を使用。 |
| 100 g 乾燥した梨 | ナイフミル グラインドミックス | 4000 rpmで15秒 7000 rpmで15秒 | 50 mm ~ 1 mm | 粘着性のある材料の均質化 |
| 800 g スープ | ナイフミル グラインドミックス | 4000 rpmで インターバル30秒間隔 | 50 mm ~ ペースト状 | 液体試料用の二重密閉蓋、インターバルモードで試料の混合を改善 |
| 5個 卵 | ナイフミル グラインドミックス | 10,000 rpmで10秒 | 70 mm ~ ペースト状 | 迅速に問題なく粉砕 |
| 100 g ソラマメ | 超遠心粉砕機 ZM200 | 12本刃のローター、ディスタンススクリーン1 mm、60秒 18,000 rpm | 15 mm ~ 0.5 mm | 試料が温まらないように、ゆっくりと投入します。 |
| 150 g ゼラチン | 超遠心粉砕機 ZM200 | 12本刃のローター、ディスタンススクリーン1mmと0.35mm、45秒と120秒。 18,000 rpm, サイクロン | 70 mm ~ 0.5 mm | 試料の過熱を防ぐためディスタンススクリーンとサイクロンキットを使用し試料を冷却しながら粉砕 |
| 50 g グリーンコーヒー | 超遠心粉砕機 ZM200 | 12本刃のローター、ディスタンススクリーン 0.75 mm, 3分, 18,000 rpm, サイクロン | 15 mm ~ 0.75 mm | ディスタンススクリーンとサイクロンキットにより、過熱と脂肪の放出を抑えます。 |
| 150 g コーンコブ | 1. カuttingミルSM300 2. 超遠心粉砕機 ZM 200 | 1. セクションロータースクリーン 4mm。 1500 rpm, 20 秒; 2. 12本刃ローター、スクリーン 0.5 mm, 20 秒, 18000 rpm | 150 mm ~ 400 μm | ZM200に直接投入するには大きすぎるため、2段階で粉砕。 |
| 50 g ピオラの根 | 1. カuttingミルSM300 2. 超遠心粉砕機 ZM 200 | 1. ディスクローター、スクリーン 4 mm, 1500 rpm, 20 秒; 2. 12本刃のローター、スクリーン0.5mm、15秒。 18000 rpm | 100 mm ~ 200 μm | 手作業による予備粉砕は硬すぎて困難なため、2段階で粉砕。 |
| 5 kg 茶 | カuttingミル SM 300 | V-ローター, 0.25 mmスクリーン、3000 rpm, 25分 | 6 cm ~ 200 μm | ZM 200に比べて試料の昇温が少ないが、粒度が同等だった為、SM300を使用 |
| 10 x ゼラチンブロック | カuttingミル SM 300 | V-ローター, 6 mmスクリーン, 3000 rpm, 10 秒, サイクロン | 80 mm ~ 6 mm | サイクロンは試料の排出を促すために使用しました。(非常に軽い試料に有効) |
| 10 kg オート麦 | カuttingミル SM 300 | セクションローター 6mmのスクリーン。 700 rpm, 60秒, サイクロン | 6 mm ~ 3 mm | 回転数を下げると粒子径が大きくなり、微細な粒子が減少します。 |
| 50 g マッシュルーム | カuttingミル SM 300 | セクションローター 6mmのスクリーン。 1500 rpm, 10秒 | 30 mm ~ 4 mm | 試料を一枚一枚粉砕していたため、粗い粒子が多く含まれていました。 |

アプリケーション例 続き

| 試料 | 粉砕機 | パラメータと アクセサリ | 粉砕粒度 | 備考 |
|-----------------------|--------------------|--|------------------|---|
| 2 l マニョック | ロータビータミル SR 300 | 0.25 mm 360°スクリーン サイクロン、供給機 10,000 rpm, 11 分 | 2 mm ~ 200 µm | 振動フィーダーで大量の試料を均一に供給 |
| 20 kg ロースト 砂糖入りミルク | ロータビータミル SR 300 | 2 mm 360°スクリーン サイクロン、供給機 30リットル受器 10,000 rpm, 38 分 | 3 mm ~ 1 mm | 3mmから1mmのディスタンスで試料の付着を軽減、30リットルの受器で大量の試料に対応 |
| 2 kg ハーブ | ロータビータミル SR 300 | 0.08 mm 360°スクリーン サイクロン、供給機 30リットル受器 10,000 rpm, 80 分 | 15 mm ~ 120 µm | 振動フィーダーで大量の試料を均一に供給 2kgの試料を80分で処理 |
| 30 g トウモロコシ | サイクロンミル ツイスター | 0.5mmスクリーン 14,000 rpm, 15 秒 | 10 mm ~ 0.3 mm | 脂肪分のない試料を迅速かつコンタミなく粉砕 |
| 100 g barley | サイクロンミル ツイスター | 1mmスクリーン 14,000 rpm, 10 秒 | 10 mm to 1 mm | 脂肪分のない試料を迅速かつコンタミなく粉砕 |
| 50 g dry noodles | サイクロンミル ツイスター | 2mmスクリーン 14,000 rpm, 20 秒 | 15 mm to 0.75 mm | 脂肪分のない試料を迅速かつコンタミなく粉砕 |

4. 特殊用途：食品試料の凍結粉砕

ほとんどの試料は、室温で必要な分析用の細かさまで粉砕することができます。しかし、わずかな温度上昇でも試料に悪影響を及ぼす場合や、材料が非常に弾力性に富み、変形する場合など、また、脂肪分や粘り気のある食品試料は粉砕機の妨げになることがあります。チーズ、レーズン、ワインガム、マジパンなど、粘り気のある脂肪分の多い半液体の食品を粉砕するには、常温で粉砕すると塊になってしまうので、凍結粉砕が最適です。凍結粉砕では、試料は固まらず、効果的にホモジナイズされます。極低温下では、アルコールのような揮発性成分の損失を抑えたり、プラスチックの包装材から食品に移行する柔軟剤の残留を防いだりすることができます。このような成分は、粉砕時に試料を温めると揮発してしまいます。さらに、凍結粉砕では、ビタミンやタンパク質の本来の構造を維持することができます。液体窒素LN2 (-196 °C) やドライアイス (固体CO2、-78 °C) などの粉砕助剤を使用して粉砕します。このセクションでは、さまざまな粉砕機における凍結粉砕の特別な要件について説明します。基本的には、室温での粉砕に関するすべての規則と推奨事項は、凍結粉砕でも遵守しなければなりません。

4.1. ミキサーミルMM400またはクライオミルでの凍結粉砕

MM400のジャーに粉砕ボールと試料を入れ、しっかりと閉めてから脆化を行うことが重要です。LN2が蒸発すると粉砕ジャー内の圧力が大幅に上昇するため、粉砕ジャー内にLN2が封入されないように注意しなければならない。密閉された粉砕ジャーと試料は、LN2バスで2~3分間脆化されます。凍結粉砕に適した粉砕ジャーは、スチール製またはPTFE製で、異なる材質のジャーを使用することは推奨されません。異なる材質のものを使用すると、-196°Cという極端な温度に対する反応が異なり、ジャーが破損する可能性があります。凍結粉砕用には、1.5、2、5mlの単回使用バイアルもあります。高エネルギーを投入して摩擦熱を発生させるため、試料の温度上昇を防ぎ、破壊特性を維持するために、粉砕時間は2分以内にしてください。粉砕時間を長くする必要がある場合は、密閉された粉砕ジャーを途中で冷却することで、粉砕を中断することができます。クライオミルでは、粉砕ジャーをLN2で連続的に冷却することができます。そのため、長時間の粉砕でも-196°Cの安定した温度が持続し、途中で冷却を中断する必要がありません。さらに、ユーザーがLN2に接触することはありません。また、自動予冷機能により、-196°Cの温度に達する前に粉砕プロセスが開始されることはありません。重金属を使用しない粉砕には、酸化ジルコニウム製の粉砕ジャーを使用できます。



クライオミル 液体窒素自加圧容器

4.2. ZM200またはカッティングミルでの凍結粉碎

ZM200やカッティングミルは、ミキサーミルよりも大容量の試料を処理することができます。試料は、液体窒素の入った容器に直接浸漬された後、鉄製のスプーンや tong でミルのホッパーに連続的にゆっくりと供給します。ドライアイス を粉碎助剤として使用する場合は、試料とドライアイス を混合し（試料1：ドライアイス2）、混合物全体を粉砕機で粉砕する必要があります。ZM200の凍結粉碎では、粉碎中に蒸発した冷却剤を完全に排出するために、カセットとサイクロンの組み合わせを推奨します。試料の大きさが1mm以下の場合は、液体窒素ではなくドライアイスを使用することをお勧めします。これは、ドライアイスと試料の混合物を粉砕機に移す方が、スプーンで試料を液体窒素からすくい上げるよりも安全で簡単だからです。また、試料の熱容量が小さい場合は、粉碎中に試料を冷却することができるドライアイスが好ましく、脆くなった試料はかなり硬いので、カッティングミルはディスクローターの使用をお勧めします。

4.3. Cryogenic grinding in Knife Mills

チーズ、レーズン、ワインガム、マジパンなど、粘り気があって硬い食品試料も、ナイフミルで完璧にホモジナイズされます。また、常温ではペースト状になってしまうチョコレートも、低温で粉砕することができます。ナイフミルは-196℃の低温に対応していないので、液体窒素の使用はできません。試料はドライアイスと1:2の割合で混合され、数分後には完全に冷却され、粉碎プロセスが開始できます。ドライアイスは、試料を常に冷やしてくれます。ナイフミルで凍結粉碎を行う際には、プラスチック製の付属品を使用しないように注意しなければなりません。適切な付属品としては、ステンレス製の容器、金属製のナイフ、気体である二酸化炭素を蒸発させるための開口部付きの蓋などがあります。

表3：食品の凍結粉碎例

| アプリケーション例 | | | | |
|------------|---------------|-------------|----------------|---|
| 試料 | 粉砕機 | パラメータとアクセサリ | 粉砕粒度 | 備考 |
| 10 g クマのグミ | ミキサーミル MM 400 | 1 分, 30 Hz | 20 mm ~ 300 µm | 50 ml 粉砕ジャー + 25 mm 粉砕ボール (いずれもステンレス) |
| 20 g ガム | ミキサーミル MM 400 | 30 秒 30 Hz | 15 mm ~ 500 µm | 50 ml 粉砕ジャー + 25 mm 粉砕ボール (いずれもステンレス) |
| 10 g レバー | ミキサーミル MM 400 | 2 分, 30 Hz | 6 mm ~ 400 µm | 50 ml 粉砕ジャー + 25 mm 粉砕ボール (いずれもステンレス) |
| 3 g バニラポッド | ミキサーミル MM 400 | 20 秒 30 Hz | 10 mm ~ 500 µm | 50 ml 粉砕ジャー + 25 mm 粉砕ボール (いずれもステンレス) |
| 2 g チェリー | クライオミル | 10 秒 30 Hz | 15 mm ~ 600 µm | 約5分間の予備冷却 50ml粉砕ジャー + 25mm粉砕ボール (いずれもステンレス製) |
| 6 g リコリス | クライオミル | 2 分, 30 Hz | 10 mm ~ 300 µm | 約5分間の予備冷却 50ml粉砕ジャー + 25mm粉砕ボール (いずれもステンレス製) |
| 9 g コーヒー | クライオミル | 15 分, 30 Hz | 10 mm ~ 150 µm | 約5分間の予備冷却 50ml粉砕ジャー + 25mm粉砕ボール (いずれもステンレス製) |
| 5 g チーズ | クライオミル | 2 分, 30 Hz | 8 mm ~ 300 µm | 約5分間の予備冷却 50ml粉砕ジャー + 25mm粉砕ボール (いずれもステンレス製) |
| 1個 ブラリネ | クライオミル | 2 分, 30 Hz | 10 mm ~ 400 µm | 約5分間の予備冷却 50ml粉砕ジャー + 25mm粉砕ボール (いずれもステンレス製) |

アプリケーション例 続き

| 試料 | 粉碎機 | パラメーターと アクセサリ | 粉碎粒度 | 備考 |
|---------------|--------------------|---|----------------|--|
| 500 g ワインガム | ナイフミル グラインドミックス | リバースモード 2000 rpm 40秒; 正回転 4000 rpm 20秒 | 20 mm ~ 0.8 mm | ステンレス製容器、フルメタルナイフ、開口部付きクライオリッド（蓋）、ドライアイス |
| 300 g マジパン | ナイフミル グラインドミックス | リバースモード 2000 rpm 40秒; 正回転 4000 rpm 20秒 | 40 mm ~ 800 µm | ステンレス製容器、フルメタルナイフ、開口部付きクライオリッド（蓋）、ドライアイス |
| 400 g ベーコン | ナイフミル グラインドミックス | リバースモード 2000 rpm 45秒; 正回転 4000 rpm 30秒 | 30 mm ~ 1 mm | ステンレス製容器、フルメタルナイフ、開口部付きクライオリッド（蓋）、ドライアイス |
| 800 g レーズン | ナイフミル グラインドミックス | リバースモード 2000 rpm 45秒 | 15 mm ~ 0.5 mm | ステンレス製容器、フルメタルナイフ、開口部付きクライオリッド（蓋）、ドライアイス |
| 100 g シリアル | 超遠心粉碎機 ZM 200 | 12本刃ローター スクリーン0.5 mm, 18,000 rpm 3分 | 8 mm ~ 250 µm | サイクロンと液体窒素を使用 |
| 100 g 乾燥したリンゴ | 超遠心粉碎機 ZM 200 | 12本刃ローター スクリーン0.5 mm, 18,000 rpm 1分 | 5 mm ~ 250 µm | サイクロンとドライアイスを使用 |
| 15 g キャンディー | 超遠心粉碎機 ZM 200 | 12本刃ローター スクリーン2.0、0.5 mm, 18,000 rpm 1分 | 10 mm ~ 500 µm | サイクロンとドライアイスを使用 |
| 1 kg マス | カッティングミル SM 300 | ディスクローター、 スクリーン 20 mm 700 rpm, 60 秒 | 200 mm ~ 20 mm | サイクロンと液体窒素を使用、回転速度を落とすことで試料に熱がかかりにくくした |
| 500 g ココアバター | カッティングミル SM 300 | ディスクローター、 スクリーン 6 mm 700 rpm, 90 秒 | 100 mm ~ 6 mm | サイクロンと液体窒素を使用、回転速度を落とすことで試料に熱がかかりにくくした |
| 20 kg スイートポテト | カッティングミル SM 300 | ディスクローター、 スクリーン 20 mm 1500 rpm, 15 分 | 100 mm ~ 20 mm | サイクロンとドライアイスを使用 |

凍結粉碎のアプリケーションビデオはこちらです。

まとめ

このホワイトペーパーでは、食品分析の前に行う試料の前処理は、品質管理プロセスの重要なステップであることを、豊富なアプリケーション例を用いて説明しています。様々な種類の粉碎機やアクセサリがあるため、適切な装置を選択する前に、試料調製プロセスのあらゆる側面を考慮することが重要です。そうすることで初めて、試料分析前のこの重要なステップを最も効率的かつ信頼性の高い方法で実施することができます。試料の特性を知り、利用可能な粉碎機やアクセサリの種類を知ることによって、作業者が最小限の時間と労力で試料を処理し、最良の結果を得ることができます。