

Application News

No. X261

X 射线分析
X-ray Analysis

食品制造工序中的异物分析

- EDX 和 FTIR 的运用 -

Contaminants Analysis in Food Manufacturing Process by EDX and FTIR

FTIR 和 EDX 均被广泛用于异物分析。最近，也有联用两种仪器进行详细分析的方法¹⁾。虽然该方法可以识别的异物有限，但可以根据得到的测定结果详细地分析异物，有助于提高分析数据的可信度。

需要识别何种异物，预处理过程中样品是否会发生变质以及成分的破坏，分析速度等因素直接决定采用的分析方法和样品预处理方法。本文向您介绍在实际食品制造工序中对混入的异物进行分析的示例。

■ 样品

Pretreatment and Analysis Procedures

在食品制造工序中，混入的异物样品有以下①、②、③、④、⑤等 5 种。

■ 预处理和分析的步骤

Pretreatment and Analysis Procedures

如图 1 所示，首先在不进行预处理的情况下进行 EDX 测定。然后进行 FTIR 测定。此时需清洗去除附着物后进行测定。

在本次 FTIR 分析中，因为样品的尺寸比晶体小，样品可能被压碎，所以使用 FTIR 主机进行 ATR 测定比较困难。另外，如果样品为混合物，将难以进行详细的分析。所以，我们采用显微 ATR 测定，由此可以在目标测定位置上使样品紧贴晶体。

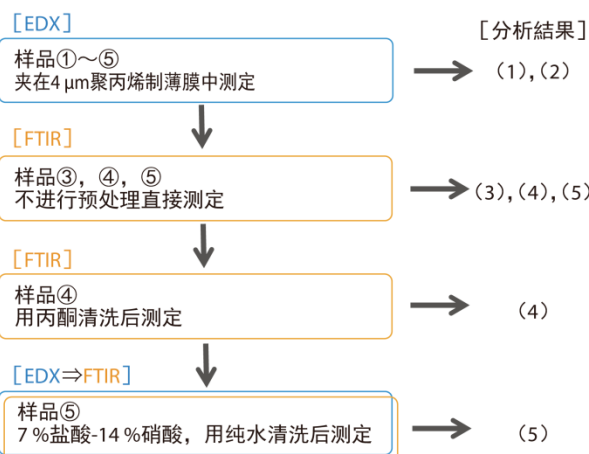


图 1 预处理和分析的步骤
Pretreatment and Analysis Procedures

■ 分析结果

Analysis Result

图 2~图 9 分别为各样品的 EDX、FTIR 分析结果；表 1~表 5 为根据分析结果识别到的异物。

(1) 样品①的特点：有金属光泽、坚硬、银白色

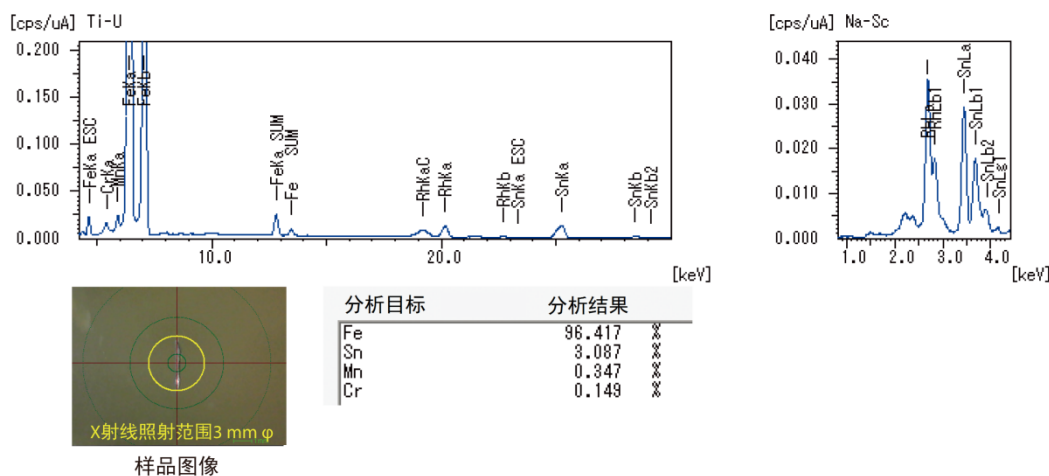


图 2 样品①的定性定量分析结果：EDX
Sample ① Qualitative-Quantitative Results by EDX

表 1 样品①的分析和判断结果
Analysis Results for Sample ①

	测定结果	推测	通过 EDX 和 FTIR 综合分析后判断
EDX	主成分为 ^{26}Fe ，其次是 ^{50}Sn 最多	镀锡钢板、锡罐的碎片	镀锡钢板、锡罐的碎片
FTIR	省略（未检测出有意义的峰）	可能是金属及无机化合物	（仅通过 EDX 分析即可判断异物为金属）

(2) 样品②的特点：有金属光泽、坚硬、银色

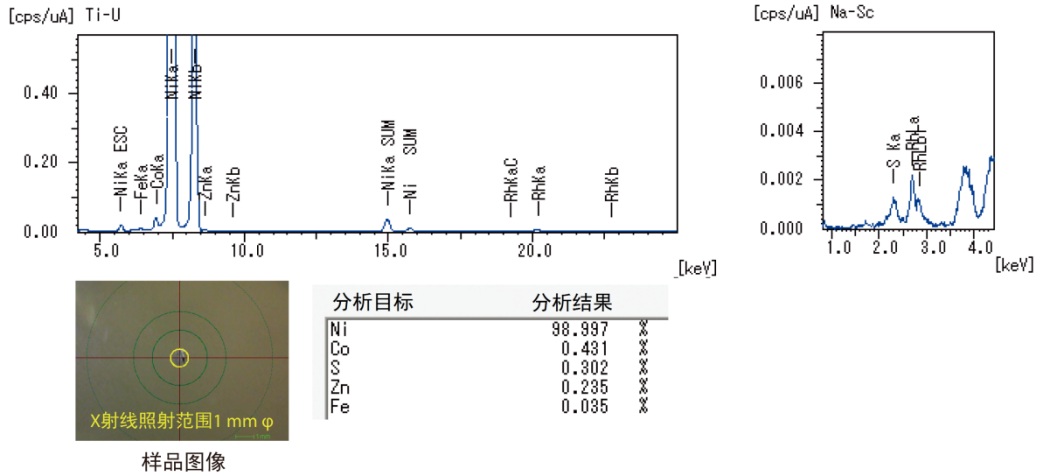


图3 样品②的定性定量分析结果：EDX
Sample ② Qualitative-Quantitative Results by EDX

表2 样品②的分析和判断结果
Analysis Results for Sample ②

	测定结果	推测	通过 EDX 和 FTIR 综合分析后判断
EDX	主成分为 ^{28}Ni ，其他均少量	镍、镀镍的剥落物	镍、镀镍的剥落物
FTIR	省略（未检测出有意义的峰）	可能是金属及无机化合物	（仅通过 EDX 分析即可判断异物为金属）

(3) 样品③的特点：无金属光泽、脆弱、茶褐色

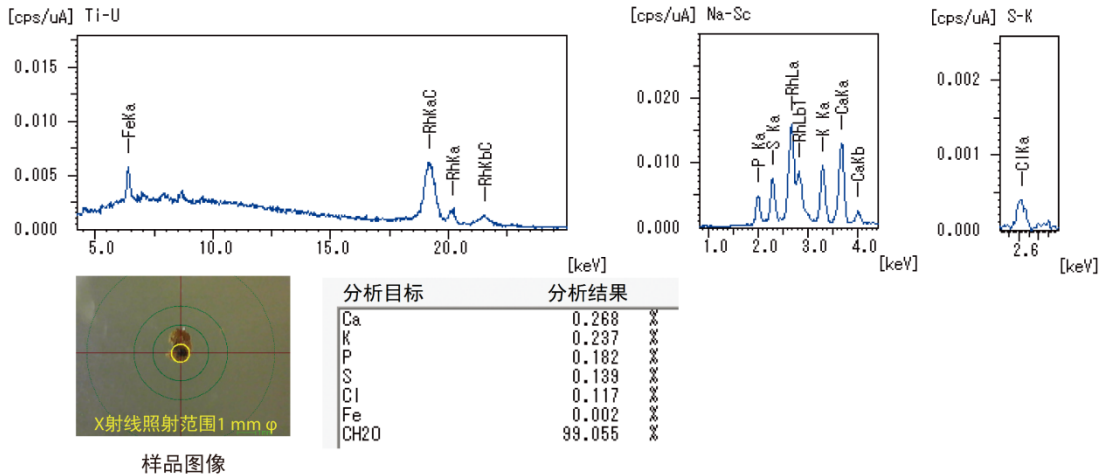


图4 样品③的定性定量分析结果：EDX
Sample ③ Qualitative-Quantitative Results by EDX

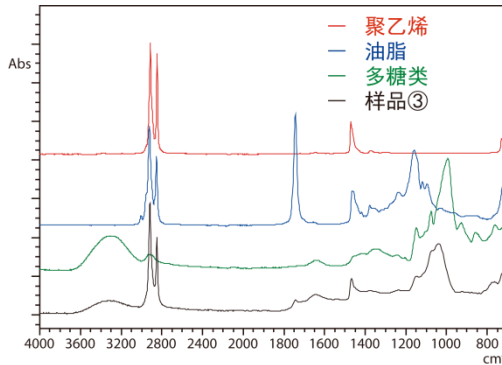


图5 样品③的红外光谱和搜索结果：FTIR
Infrared Spectrum and Search Results for Sample ③ by FTIR

表3 样品③的分析和判断结果
Analysis Results for Sample ③

	测定结果	推测	通过 EDX 和 FTIR 综合分析后判断
EDX	检测出 ^{19}K 、 ^{20}Ca 等食品成分，主成分为 ^9F 以下（ RhKaC 较大 ²⁾ ）	食品块	附着了食品成分的聚乙烯
FTIR	聚乙烯、油脂、多糖类	附着了油脂、多糖类的聚乙烯	

(4) 样品④的特点：有非金属光泽、坚硬、黑色

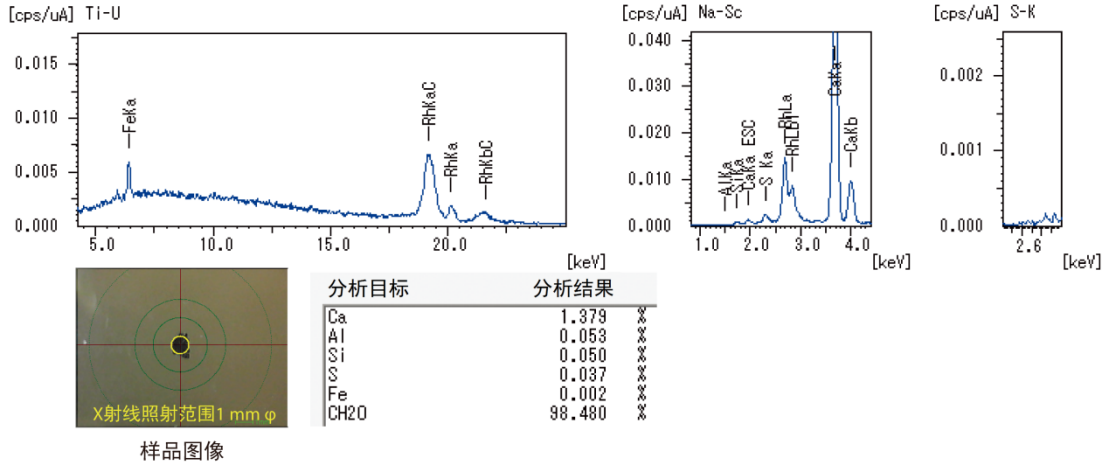


图6 样品④的定性定量分析结果：EDX
Sample ④ Qualitative-quantitative Results by EDX

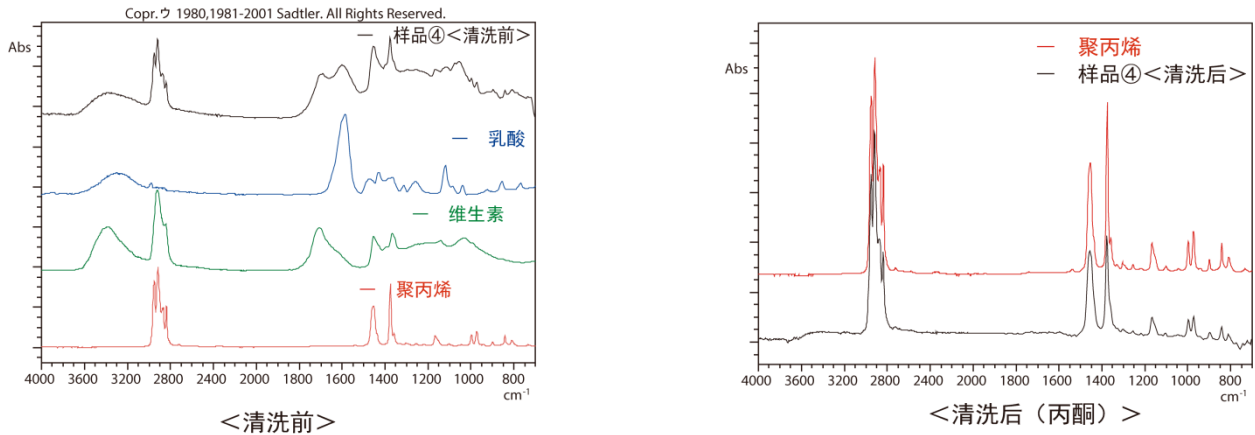


图7 样品④的红外光谱和搜索结果：FTIR
Sample ④ Infrared Spectra and Search Results by FTIR

表4 样品④的分析和判断结果
Analysis Results for Sample ④

	测定结果	推测	通过 EDX 和 FTIR 综合分析后判断
EDX	检测出 ^{20}Ca 等食品成分，主成分为 ^9F 以下	食品块、树脂等	附着了食品成分的聚丙烯
FTIR	(清洗前)	聚丙烯、乳酸、维生素	
	(清洗后)	聚丙烯	

(5) 样品⑤的特点：有部分金属光泽、坚硬、黑色、银黑色

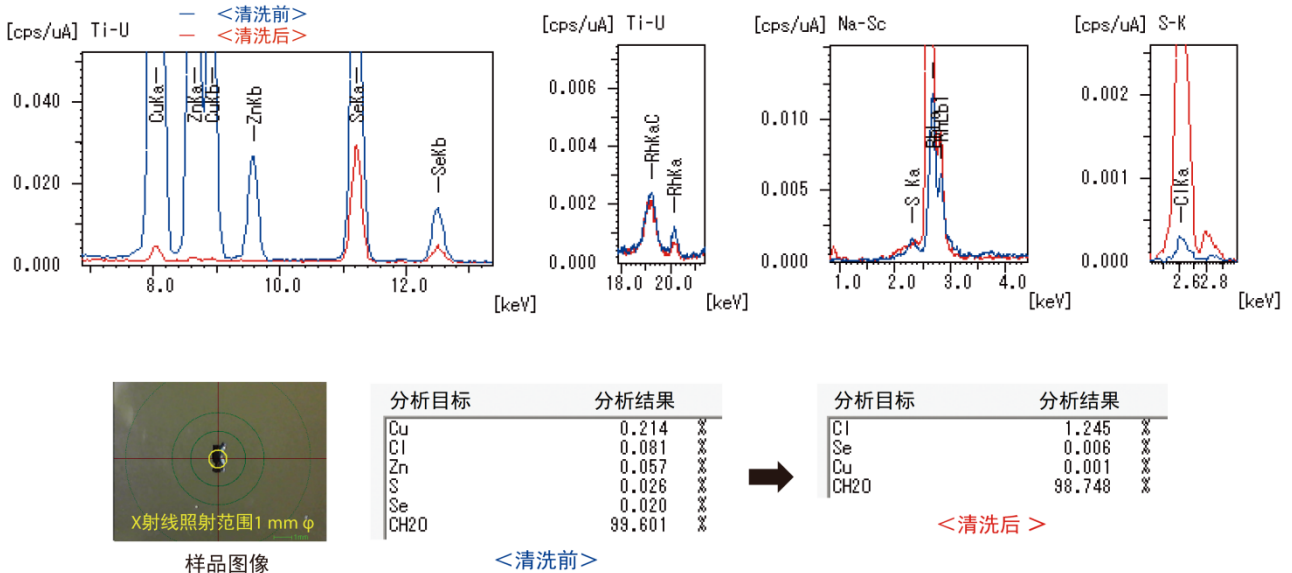


图8 样品⑤的定性定量分析结果：EDX
Sample ⑤ Qualitative-quantitative Results by EDX

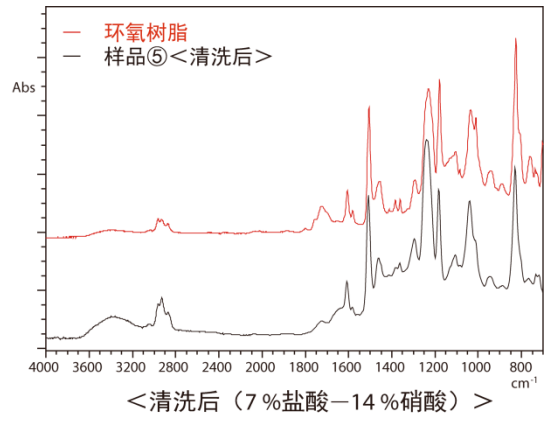
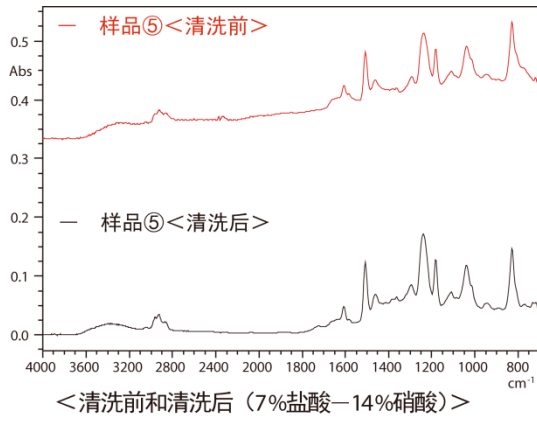


图9 样品⑤的红外光谱和搜索结果: FTIR
Sample ⑤ Infrared Spectra and Search Result by FTIR

表5 样品⑤的分析和判断结果
Analysis Results for Sample ⑤

		测定结果	推测	通过 EDX 和 FTIR 综合分析后判断
EDX	(清洗前)	主成分为 9F 以下, 29Cu、30Zn、34Se 较多	铜合金、树脂复合材料、锌、硒添加物	附着有铜薄膜的环氧树脂中附着了食品添加剂锌、硒的物质
	(清洗后)	主成分为 9F 以下, 29Cu、30Zn 在洗脱后几乎消失, 34Se 少量残留	薄膜	
FTIR	(清洗前)	环氧树脂 (随着红外光谱的基线上升, 说明存在金属)	环氧树脂和金属的复合材料	
	(清洗后)	环氧树脂 (红外光谱基线没有上升)	环氧树脂	

*关于 EDX 定量分析结果
 • 有机物以 CH₂O 为代表, 保持均衡。
 • 较多、较少等是相对参考值。
 (将电镀、薄膜、附着物汇总为样品块)

■ 总结

Conclusion

由上述 EDX、FTIR 的分析结果可知, 该分析方法可迅速、简单、有效的对食品制造工序中的异物, 无需进行预处理即可判定其属于金属还是树脂, 或属于混合物还是复合材料。通过比较简单的预处理, 还可以详细明确地判断异物种类。

- 1) 岛津应用报告 No. A452
- 2) 中井泉 (编辑); 荧光 X 射线分析的实际, 株式会社朝仓书店, 90 (2006)

表6 测定条件 [EDX]
Analytical Conditions [EDX]

仪器	: EDX-7000
元素	: Na-U
分析组	: 定性-定量
检测器	: SDD
X 射线管	: Rh 靶材
管电压 [kV]	: 15, 50
管电流 [μA]	: 自动
准直器 [mmφ]	: 1 or 3
单色化	: Non, #2
氛围	: 真空
积分时间 [sec]	: 50 /ch
死时间 [%]	: Max30

表7 测定条件 [FTIR]
Analytical Conditions [FTIR]

仪器	: IRTracer-100、AIM-8800
分辨率	: 8cm ⁻¹
积分	: 40
变迹函数	: Sqr-Triangle
检测器	: MCT



岛津企业管理 (中国) 有限公司
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2015 年 7 月