

岛津能量色散 X 射线荧光和红外光谱仪 测试食品中的异物

FTIREDX-005

摘要：对食品中落入的异物使用岛津能量色散 X 射线荧光和红外光谱仪进行测试，可以方便的获知异物信息，查明异物来源。

关键词：食品异物 红外光谱仪 (FTIR) 能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX)

异物是影响产品质量的一个重要的原因，特别食品中不慎进去异物的话，可能会影响食品安全，影响人类健康。异物分为外来异物和本身异物，外来异物比如金属、玻璃、砂石、毛发、线毛、纸屑、木屑、塑料、纸渣、手套皮等食品以外的物品，一般是食品加工过程中由于加工人员不当操作，或者加工器具磨损等引入。这些异物是客户反馈和客户抱怨索赔比例最高的因素之一。所

以食品加工中要避免异物产生，一旦产生异物，我们需要查明来源，避免今后再次出现。

本文测试的异物是某食品公司生产的食品中发现的，该异物肉眼判断像金属无机物，为了更全面的剖析其成分，我们结合岛津 EDX 和 FTIR 对该异物其进行了分析。

■ 实验部分

1.1 仪器

EDX-8000 能量色散型 X 射线荧光分析仪



岛津 IRTracer-100 傅里叶变换红外光谱仪



1.2 测试条件

EDX 测试条件

电压：50 kV

氛围：真空

滤光片：2#、4#

积分时间：100 s

红外测试条件

波长范围：4000~700 cm^{-1}

分辨率：8 cm^{-1}

滤光片：2#、4#

扫描次数：20

切趾函数：Happ-Genzel

1.3 样品

食品中取出的异物，以及异物的疑似来源物。



图1 测试样品状态图(异物&疑似来源)

1.4 样品前处理

EDX：将样品放入仪器样品仓中，在真空下进行测试。

FTIR：直接使用红外主机和 ATR 附件进行测试分析。

■ 测试部分

2.1.1 红外测试

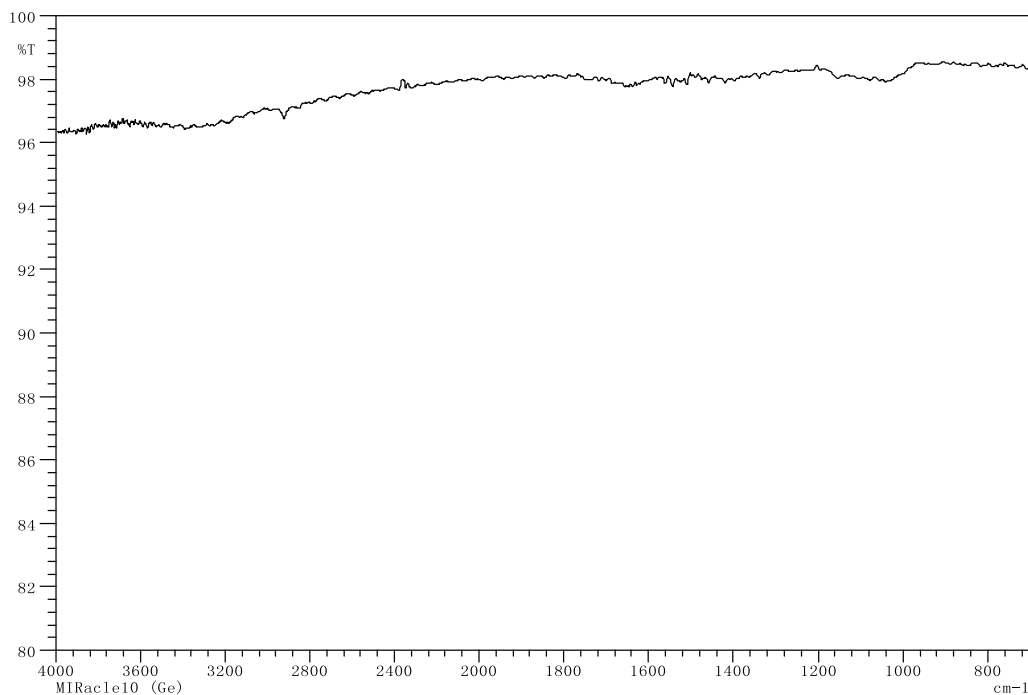


图2 样品表面红外光谱图

由以上测试结果表明，该异物的红外谱图没有任何峰，判断该异物应该是无机物质，所以进行 EDX 测试。

2.1.2 EDX 测试

我们首先对异物进行了测试，从得到的结果分析，可能为钢铁类金属材料。测试谱图和结果如图 3 和图 4。但结果中得到的 Na、Cl、K 和 Ca 等元素，一般钢铁类金属不会含有。我们选

择了异物的另一部位再次进行分析，得到结果如图 5 和 6。结果表明，异物的两个不同部位中，Na、Cl、K 和 Ca 的浓度都有明显的差异，而 Fe、Cr 和 Ni 这些主要的金属元素没有太大的差异，说明 Na、Cl、K 和 Ca 这些元素为异物表面的附着物，而 Fe、Cr 和 Ni 为异物本体中的主要成分。按结果中这三项元素的浓度分析，可能是典型的不锈钢材料。从生产工艺中可能用到不锈钢的部件中取样，并加以分析，将得到的谱图和结果与异物部位二进行比较，得到结果如图 7 和 8。

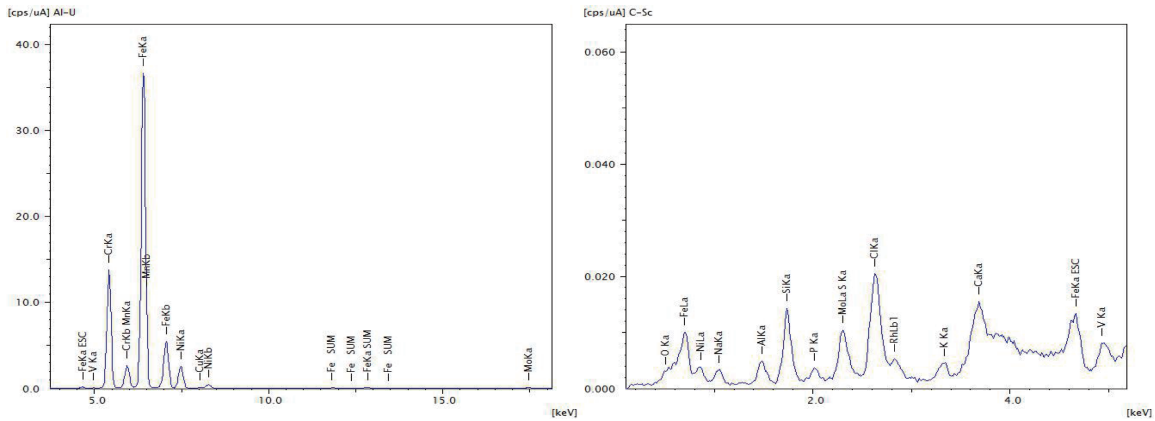


图3 异物部位一测试谱图

| 分析物 | 结果 | [3-sigma] | 处理-计算 | 线 | 强度 |
|-----|----------|-----------|-------|------|----------|
| Fe | 68.649 % | [0.209] | 定量-FP | FeKa | 273.8132 |
| Cr | 17.387 % | [0.089] | 定量-FP | CrKa | 96.4270 |
| Ni | 8.320 % | [0.093] | 定量-FP | NiKa | 20.2101 |
| Na | 1.749 % | [0.299] | 定量-FP | NaKa | 0.0224 |
| Mn | 1.231 % | [0.014] | 定量-FP | MnKa | 6.3144 |
| Si | 0.786 % | [0.039] | 定量-FP | SiKa | 0.1154 |
| Cl | 0.552 % | [0.056] | 定量-FP | ClKa | 0.4640 |
| Al | 0.450 % | [0.035] | 定量-FP | AlKa | 0.0353 |
| Cu | 0.274 % | [0.027] | 定量-FP | CuKa | 0.8060 |
| Ca | 0.147 % | [0.018] | 定量-FP | CaKa | 0.0830 |
| S | 0.128 % | [0.007] | 定量-FP | S Ka | 0.0631 |
| Mo | 0.127 % | [0.005] | 定量-FP | MoKa | 1.0370 |
| P | 0.082 % | [0.017] | 定量-FP | P Ka | 0.0200 |
| K | 0.064 % | [0.013] | 定量-FP | K Ka | 0.0246 |
| V | 0.052 % | [0.012] | 定量-FP | V Ka | 0.2212 |

图4 异物部位一成分测试结果

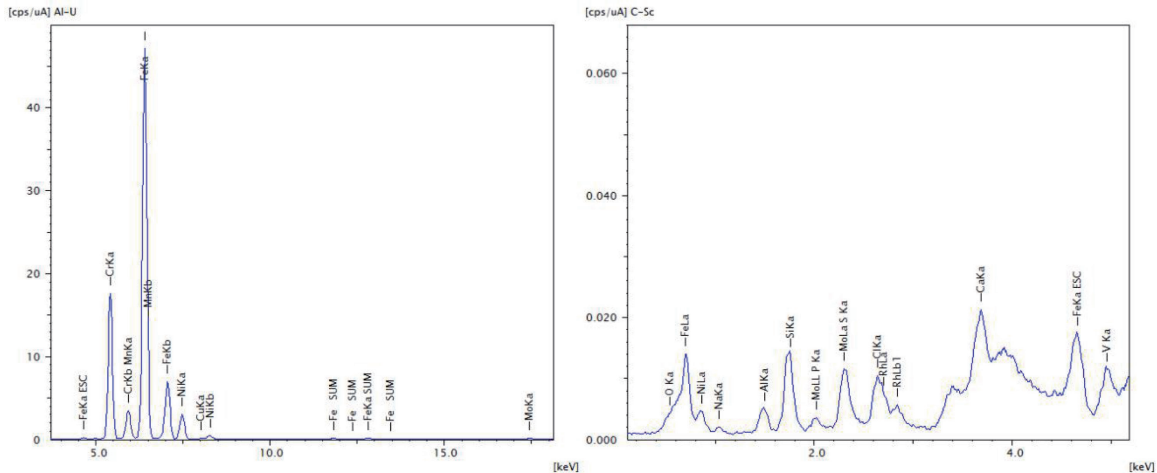


图5 异物部位二测试谱图

| 分析物 | 结果 | [3-sigma] | 处理-计算 | 线 | 强度 |
|-----|----------|-----------|-------|------|----------|
| Fe | 70.505 % | [0.211] | 定量-FP | FeKa | 352.1568 |
| Cr | 17.585 % | [0.089] | 定量-FP | CrKa | 123.7031 |
| Ni | 7.978 % | [0.091] | 定量-FP | NiKa | 24.0463 |
| Mn | 1.319 % | [0.014] | 定量-FP | MnKa | 8.5209 |
| Si | 0.671 % | [0.026] | 定量-FP | SiKa | 0.1242 |
| Na | 0.469 % | [0.156] | 定量-FP | NaKa | 0.0075 |
| Al | 0.372 % | [0.040] | 定量-FP | AlKa | 0.0368 |
| Cu | 0.309 % | [0.026] | 定量-FP | CuKa | 1.1268 |
| Ca | 0.282 % | [0.014] | 定量-FP | CaKa | 0.2026 |
| Cl | 0.143 % | [0.055] | 定量-FP | ClKa | 0.0057 |
| Mo | 0.118 % | [0.005] | 定量-FP | MoKa | 1.1973 |
| S | 0.108 % | [0.010] | 定量-FP | S Ka | 0.0675 |
| V | 0.051 % | [0.011] | 定量-FP | V Ka | 0.2739 |
| P | 0.048 % | [0.012] | 定量-FP | P Ka | 0.0149 |
| K | 0.041 % | [0.014] | 定量 | K Ka | 0.0066 |

图6 异物部位二成分测试结果

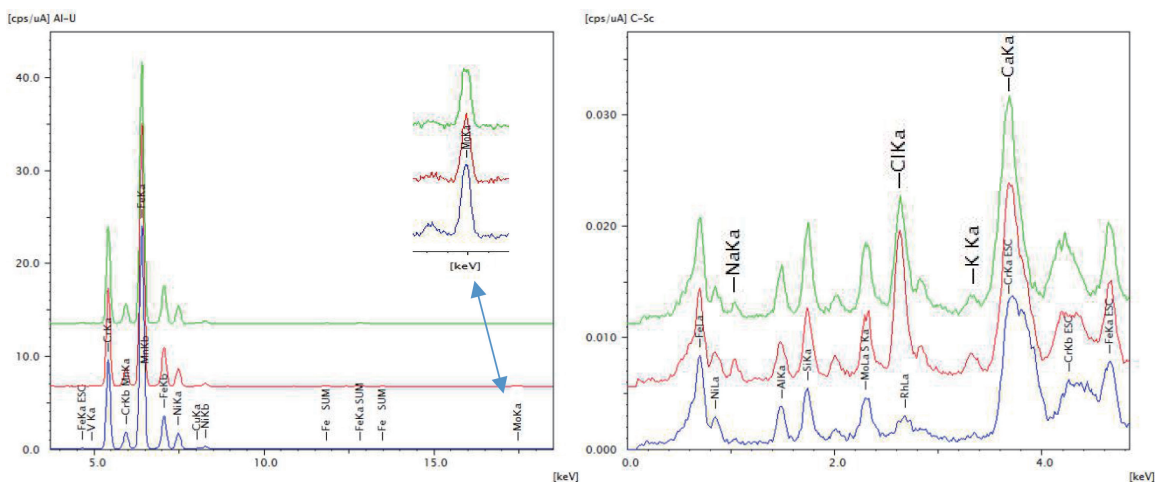


图7 异物部位与疑似来源物测试谱图对比

| 样品: 异物-1 | 结果 | 样品: 异物-2 | 结果 | 样品: 异物可能来源 | 结果 |
|----------|----------|----------|----------|------------|----------|
| 分析物 | | 分析物 | | 分析物 | |
| Fe | 68.649 % | Fe | 70.505 % | Fe | 70.456 % |
| Cr | 17.387 % | Cr | 17.585 % | Cr | 18.382 % |
| Ni | 8.320 % | Ni | 7.978 % | Ni | 8.398 % |
| Mn | 1.231 % | Mn | 1.319 % | Mn | 1.345 % |
| Si | 0.786 % | Si | 0.671 % | Si | 0.509 % |
| Na | 1.749 % | Na | 0.469 % | | |
| Cl | 0.552 % | Cl | 0.143 % | | |
| Al | 0.450 % | Al | 0.372 % | Al | 0.262 % |
| Cu | 0.274 % | Cu | 0.309 % | Cu | 0.342 % |
| Ca | 0.147 % | Ca | 0.282 % | | |
| S | 0.128 % | Mo | 0.118 % | Mo | 0.149 % |
| Mo | 0.127 % | S | 0.108 % | S | 0.065 % |
| P | 0.082 % | P | 0.048 % | P | 0.048 % |
| K | 0.064 % | K | 0.041 % | | |
| V | 0.052 % | V | 0.051 % | V | 0.044 % |

图8 异物部位与疑似来源物成分测试数据对比

通过将疑似来源与两个异物部位的测试结果进行比较，因为EDX定量所用为基本参数法，所以在表面附着物较多的异物部位一中，Fe等主元素含量稍偏低，排除这些因素后，我们发现，疑似来源物的成分为典型的不锈钢组成，与异物的主成分非常接近。而且，疑似来源物中不含有Na、Cl、K和Ca元素，这些正是在异物的两个部位都含有，但含量变化较大的元素，进一步证实了这四项元素来源于食品本体，附着在异物表面，而异物的材质能够确定为不锈钢，由加工过程的工具零件引入。

■ 结论

本文使用红外光谱仪 (FTIR) 和能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX)，对食品中混入的异物进行了分析。根据分析的情况，找到了疑似异物来源，并对其进行成分确认，与异物主成分完全吻合，确定该异物为食品加工中工具零件脱落所引入，完美“破案”。