

Application News

No. 069

全有機体炭素測定

TOC と TN 測定による食品製造設備の洗浄バリデーション

食品製造工場では、製造設備の洗浄後に前の製品が残留していないかを確認し、その量が許容値以下であることを検証する洗浄バリデーションが、品質管理や安全性の確保の観点から重要視されてきています。

食品には有機物のほか、タンパク質やアミノ酸なども含まれますが、有機物は全有機体炭素 (TOC) で、窒素化合物であるタンパク質やアミノ酸は全窒素 (TN) で濃度を評価することができます。

そこで製造設備を洗浄した後の水に含まれる TOC と TN を測定することにより、設備が適切に洗浄できているかを確認できます。

一般的に食品中のたんぱく質を測定する方法としてはケルダール法がよく使用されますが、個別の試料ごとに複数の試薬や器具を使用して分解や蒸留などを行うため、人の手による何時間もかかる操作が必要です。

しかし島津全有機体炭素計に熱分解-化学発光方式の全窒素ユニット TNM-L を付加したシステムで測定すると、1 回あたり 5 分程度と迅速に TOC と TN を同時に測定することができ、またオートサンブラを使用すれば複数の試料を自動測定することも可能です。

今回は島津燃焼式全有機体炭素計 TOC-L_{CPH} と全窒素測定ユニット TNM-L のシステムを使用して、酢を入れた容器を洗浄したときの洗浄水を TOC/TN 測定し、洗浄の効果を確かめましたので紹介します。

M. Tanaka

試料の準備

図 1 の丸型ステンレス容器 (容量約 700 mL) に、米酢および玄米黒酢を約 5 mL 入れて容器の内側全体に酢を付着させ、以下のように洗浄し、そのときの洗浄水を TOC/TN 測定用の試料としました。

<洗浄方法>

- ① 容器内の酢を捨てる。
- ② 容器の上部まで精製水を入れて攪拌し、容器から取り出す。
この洗浄水を 1 回目の洗浄水とする。
- ③ ②と同様に洗浄し、2 回目の洗浄水とする。
- ④ 同様に洗浄し、3 回目の洗浄水とする。



図 1 ステンレス容器

分析方法

洗浄に使用した精製水と 1~3 回目の各洗浄水について、TOC と TN を同時測定しました。TOC 用検量線は 250 mgC/L のフタル酸水素カリウム水溶液で校正して作成しました。また TN 用検量線は 0 と 5 mgN/L の硝酸カリウム水溶液で校正して作成しました。



図 2 食品製造設備

表 1 測定条件

分析計	: TOC-L _{CPH} +全窒素測定ユニット TNM-L
触媒	: TOC/TN 触媒
測定項目	: TOC (=酸性化通気処理による TOC) および TN の同時測定
検量線	: TOC : 250 mgC/L フタル酸水素カリウム水溶液による 1 点検量線
	: TN : 0-5 mgN/L 硝酸カリウム水溶液による 2 点検量線

分析結果

米酢と玄米黒酢の入った容器を洗浄した洗浄水および洗浄に使用した精製水の測定結果を表 2 に示します。洗浄を繰り返すにつれ TOC と TN は徐々に低濃度になり、3 回目の洗浄水の TOC と TN は、洗浄に使用した精製水とほぼ同じ濃度になりました。

このように洗浄水の TOC と TN の濃度値を評価することにより、容器の洗浄効果を確かめることができました。

表 2 測定結果

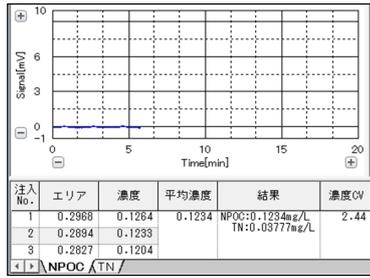
試料	TOC 測定値 (mgC/L)	TN 測定値 (mgN/L)
洗浄に使用した精製水	0.123	0.038

試料	TOC 測定値 (mgC/L)	TN 測定値 (mgN/L)
米酢の洗浄水 (1 回目)	196.2	1.62
米酢の洗浄水 (2 回目)	3.36	0.076
米酢の洗浄水 (3 回目)	0.127	0.046

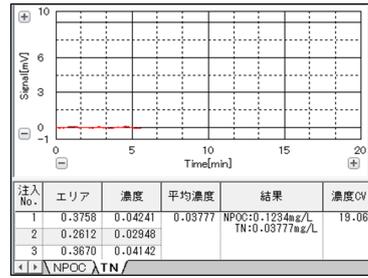
試料	TOC 測定値 (mgC/L)	TN 測定値 (mgN/L)
玄米黒酢の洗浄水 (1 回目)	129.4	3.63
玄米黒酢の洗浄水 (2 回目)	0.535	0.062
玄米黒酢の洗浄水 (3 回目)	0.116	0.040

■分析データ

洗浄に使用した
精製水

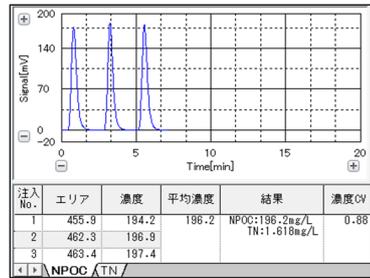


TOC 測定

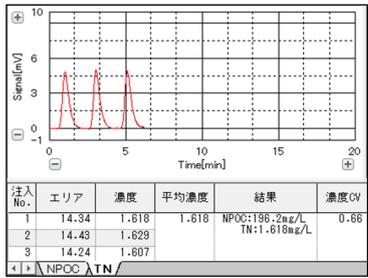


TN 測定

米酢の洗浄水
(1回目)

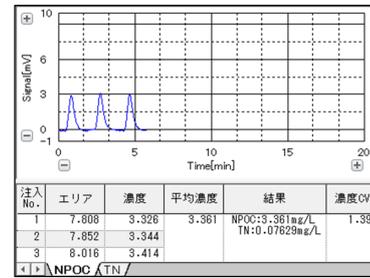


TOC 測定

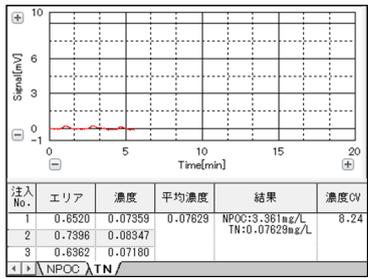


TN 測定

米酢の洗浄水
(2回目)

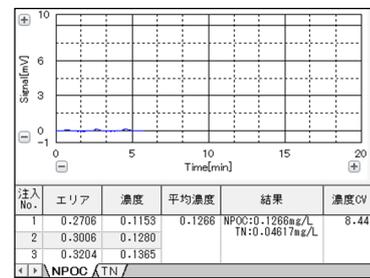


TOC 測定

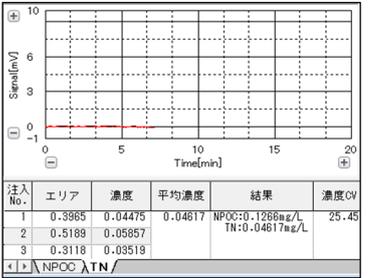


TN 測定

米酢の洗浄水
(3回目)



TOC 測定



TN 測定

図3 米酢の洗浄水の測定データ



図4 全有機体炭素計 TOC-L+全窒素測定ユニット TNM-L