



### キーワード

すすの形成しない最短の測定時間での乳酸の完全分解

### 概要

フレームセンサーテクノロジーを使用した時間およびマトリックス最適化水平燃焼

## multi EA 5100 による乳酸中の N / S / Cl の安全かつ迅速な測定

### はじめに

乳酸は、食品、動物向け食品、化粧品業界で最も一般的な生化学物質の1つであり、持続可能な生体高分子の生産のための貴重な出発原料です。特に食品業界では、pH 値を調整したり、飲料の味を改善したりするための添加物として、冷蔵食品や乳製品の保存期間を延長するため、または抗菌剤として多くの用途で使用されています。乳酸は真の万能薬であり、需要が急速に増加しています。その結果、工業生産はますます重要になっています。

乳酸は、主にデンプンまたは糖分の豊富な材料（トウモロコシ、糖蜜、牧草サイレージ、乳清など）の発酵により製造します。これらの天然の前駆体と製造プロセスは、乳酸と乳酸塩中の硫黄、塩素、窒素濃度に直接影響します。不純物は、食品の品質、安全性、保存期間に好ましくない影響を与える可能性があるため、厳密に監視する必要があります。燃焼法による元素分析は、これらの元素の信頼できる測定のための最適なツールと言えます。

正しい測定結果を得るための前提条件は、物理的特性（沸点 / 融点、分解挙動）に関係なく、すべてのサンプルタイプ（固体、液体、高粘度）を完全に燃焼することです。微量元素分析装置 multi EA 5100 の革新的なフレームセンサー技術は、あらゆるマトリックスタイプ、サンプル量、組成に合わせて燃焼プロセスを自動的に最適化します。完全燃焼によりすすの形成と分析装置の汚染が防止でき、メンテナンスの労力が最小限に抑えられます。さらに、自動化プロセスにより、エラーが発生しやすく時間のかかるマトリックス固有のポートプログラムの開発の必要性が減り、高速で信頼性の高いサンプル測定が可能になります。

## サンプルと測定条件

2つのグレード (A および B) の異なる乳酸サンプルを測定しました。乳酸は粘性の高い無色の液体です。

### サンプルと試薬

- 乳酸
- アナリティクイエナ標準キット 0-100 mg/L イソオクタン希釈したジベンゾチオフェン,ピリジン, 2,4,6-トリクロロフェノール

### サンプル前処理

前処理は行いませんでした。

### 検量線

サンプルの測定に先立ち、multi EA 5100 で窒素、硫黄、塩素の検量線を作成しました。イソオクタン希釈した 0.1 ~ 100 mg/L の濃度範囲のピリジン、ジベンゾチオフェンおよび 2,4,6-トリクロロフェノールを使用しました。検量線は、検量線標準とは別の標準で確認しました。作成した検量線を図 1a ~ 3b に示します。

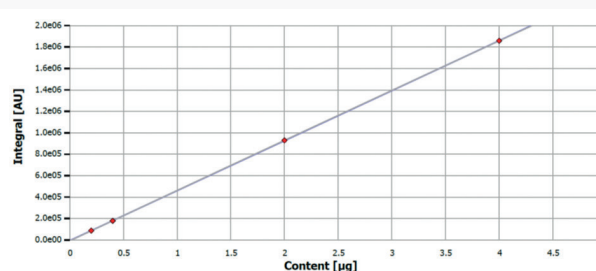
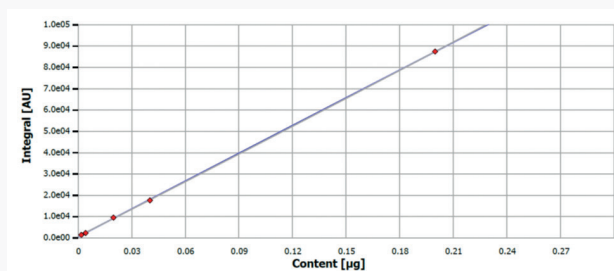


図 1 a-b: TNマルチレンジ検量線 左;微量 右;高濃度

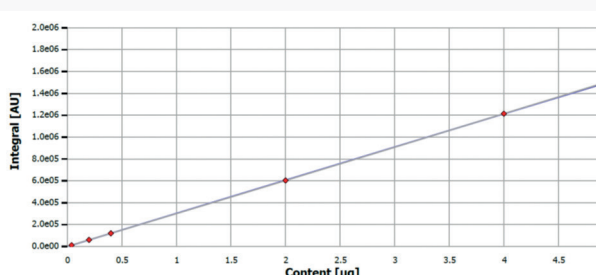
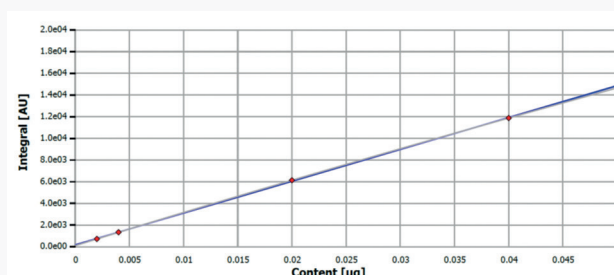


図 2 a-b: TNマルチレンジ検量線 左;微量 右;高濃度

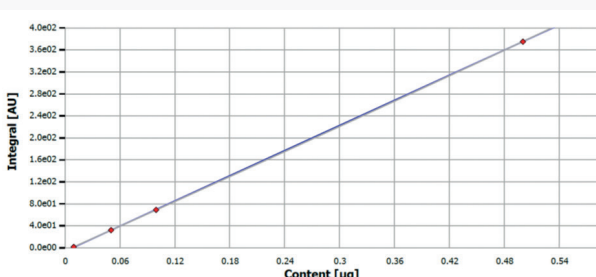
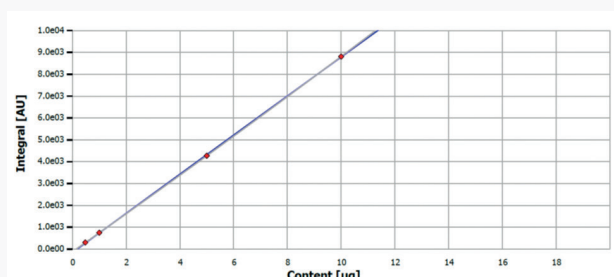


図 3 a-b: TCIマルチレンジ検量線 左;微量 右;高濃度

## 装置

水平モードの multi EA 5100 と窒素、硫黄、塩素の測定に CLD、UVFD、電量滴定検出器を使用しました。システムにはフレイムセンサーとサンプルの導入と装置へのサンプルの移送に、MMS マルチマトリックスサンプラーを備えたオートポートドライブ (ABD) を接続しました。

乳酸と標準の注入量は、TN / TS は 20  $\mu$ L、TCl は 100  $\mu$ L で行いました。サンプルの分解は、石英管内での効率的な無触媒高温燃焼によって行いました。このプロセスは、フレイムセンサー技術により、すべてのマトリックスが完全に燃焼するように自動的に制御および最適化します。最短時間でマトリックスの影響を受けない最適な結果が得られます。プロセスは二つの段階に分かれています。第一段階では、不活性ガスであるアルゴン雰囲気中で揮発性の成分が蒸発し、揮発性の低い重い成分は熱分解されます。生じたガス状生成物は、純粋な酸素雰囲気で酸化します。第二段階では、システムは完全に酸素に切り替わり、残りの成分を定量的に燃焼します。

オートプロテクションシステム (粒子およびエアロゾルトラップ) は、最高の操作安全性と形成された HCl の “高感度” セルへの完全な移動 (凝縮損失なし) を保証します。塩素含有量の測定は、微量電量滴定によって行います。multi EA 5100 の塩素の検出限界は、50  $\mu$ g/L です。オプションのセルを使用すると、最大 10 wt% の Cl 含有量を直接測定できます。SO<sub>2</sub> と NO<sub>x</sub> は、紫外蛍光検出器と化学発光検出器で同時に検出しました。

## メソッドパラメーター

乳酸サンプルは、液体サンプルのメソッドを使用して測定しました。サンプルの粘度が高いため、シリンジの吸引速度は最小に設定しました。測定パラメーターと検出パラメーターを表 1 および 2 にまとめます。

表 1: N / S / Cl 液体測定パラメーター

パラメーター	設定値
ファーン温度	1050 °C
二段階目燃焼	60 秒
アルゴン(一段階目燃焼)	200 mL/分
酸素 メイン流量	200 mL/分
酸素 (二段階目燃焼)	200 mL/分
吸引	1 $\mu$ L/秒
サンプル注入	3 $\mu$ L/秒
最大冷却時間	360 秒

表 2: N / S / Cl 固体測定パラメーター

パラメーター	設定値
ファーン温度	1050 °C
二段階目燃焼	120 秒
アルゴン(一段階目燃焼)	200 mL/分
酸素 メイン	200 mL/分
酸素(二段階目燃焼)	200 mL/分
パージ	100 秒

メソッドライブラリの標準メソッド設定を使用しました。検出器の読み込みパラメーター設定を次の表に示します。

表 3: N/S 検出パラメーター

パラメーター	設定値 N / S
最大積算時間	600 秒
開始 (N)	1.9 ppb
しきい値 (N)	2.0 ppb
開始 (S)	1.0 ppb
しきい値 (S)	1.1 ppb
安定	7

表 4: Cl 検出パラメーター

パラメーター	設定値 Cl
最大積算時間	1200 秒
しきい値	300 cts
最大ドリフト	100 cts/秒
しきい値	25 cts
セル温度	23 °C
滴定遅延	30 秒

## 測定

TN、TS、および TCI の結果の計算は、multi Win ソフトウェアで行いました。

## 結果と考察

サンプルおよび 3 つの標準試料の平均値と RSD 値を表 5 にまとめます。典型的な測定曲線を図 4a ~ 6b に示します。

表 5: 乳酸と標準試料の測定結果

標準	TN		TS		TCI	
	結果	RSD [%]	結果	RSD [%]	結果	RSD [%]
乳酸 grade A*	5.60 mg/kg	0.84	3.89 mg/kg	0.40	1.01 mg/kg	1.07
乳酸 grade B*	13.30 mg/kg	0.52	13.20 mg/kg	0.29	21.04 mg/kg	0.32
TN 標準 10 mg/L	9.99 mg/L	0.35	-	-	-	-
TS 標準 10 mg/L	-	-	10.05 mg/L	0.30	-	-
TCI 標準 10 mg/L	-	-	-	-	10.08 mg/L	1.55

\* 乳酸の密度は1.206 kg/Lとして計算

マトリックスに対して最適化された燃焼により、1% RSD 以内の結果を得るには 3 回の測定で十分でした。これはサンプルの処理時間に著しく影響し、サンプルのスループットが向上します。得られた測定結果とその再現性は、分解プロセスが最適であったことを示しています。システム性能は、N / S / Cl の測定用の標準を測定することで確認できました (表 5 を参照)。

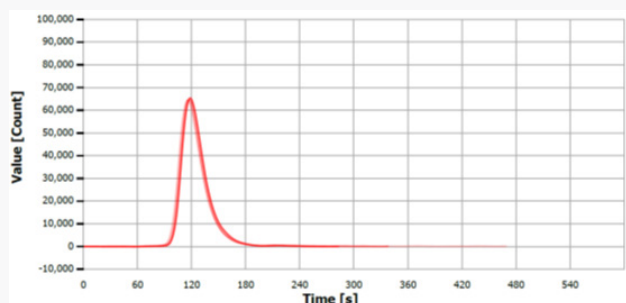


図 4 a: 乳酸 grade A の TN ピーク

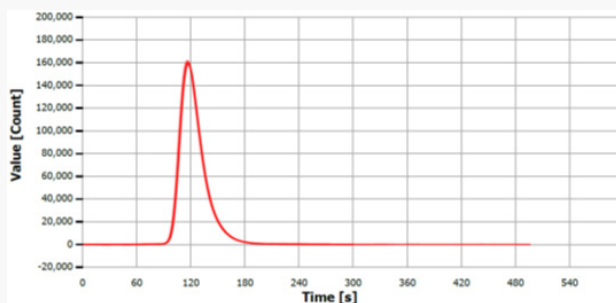


図 4 b: 乳酸 grade B の TN ピーク

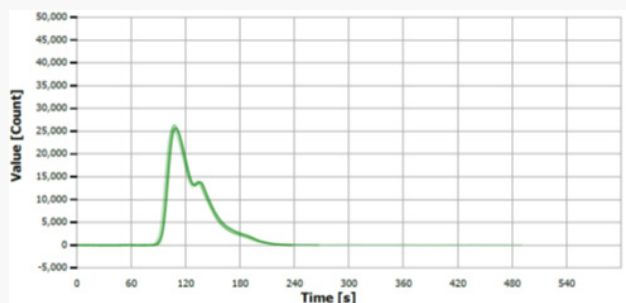


図 5 a: 乳酸 grade A の TS ピーク

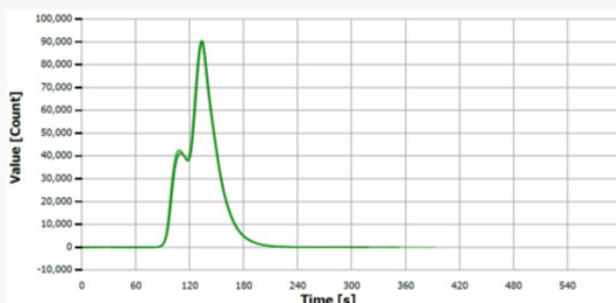


図 5 b: 乳酸 grade B の TS ピーク

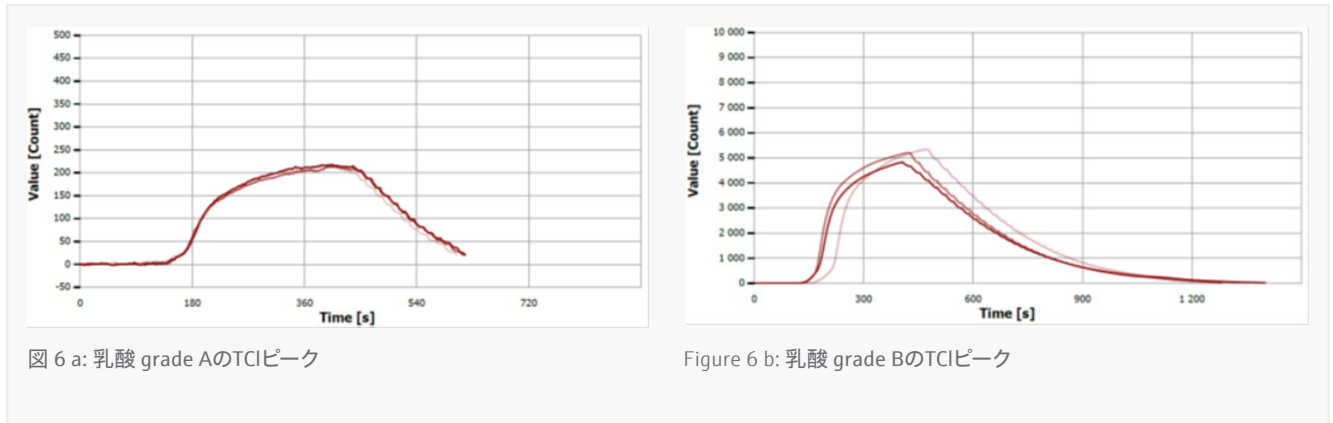


図 6 a: 乳酸 grade AのTCIピーク

Figure 6 b: 乳酸 grade BのTCIピーク

## 結論

フレームセンサー技術を備えた multi EA 5100 は、時間とマトリックスに対して最適な分解を可能にしました。これは、高粘度の乳酸や固体乳酸などのマトリックスの迅速で信頼性の高い測定に不可欠です。マトリックスに合わせたポートプログラムを開発する必要がなく、メンテナンスも最小限に抑えられるため、最大の測定効率を保証できます。サンプル量を減らすことで、サンプルマトリックスも減らすことができるため、さらに測定時間を短縮できます。また、マトリックス濃度が高くても、同じプロセスと検出パラメーターを適用できます。

HiPerSens 検出システムにより、窒素、硫黄、および塩素を広い濃度範囲で測定できるため、時間のかかる前処理は不要です。これにより、サンプル処理時間が短縮できます。

この文書は、発行時の情報とデータに基づき作成しており、情報は変更される可能性があります。技術的な変更や修正など、他の文書がこの文書より優先される場合があります。