

製薬用水のTOC測定

後東 あかり

ユーザーベネフィット

- ◆ 製薬用水の有機不純物管理は、島津TOC計により迅速かつ容易に行うことができます。
- ◆ TOC濃度が数十 $\mu\text{g}/\text{L}$ の製薬用水の測定は、燃焼酸化式TOC-L、湿式酸化式TOC-Vのいずれでも高精度で測定可能です。

■はじめに

医薬品の製造工程で使用される製薬用水は、不純物が少なく安全性の高い水が要求されますが、その有機不純物管理には全有機体炭素 (TOC) が用いられます。使用用途に応じて各国の薬局方で管理基準が規定されており、例えば日本薬局方 (JP) では精製水と注射用水 (パルク) のTOCが0.500 mg/L以下であることが定められています。このように高感度・高精度な測定が求められる場合も、島津全有機体炭素計で有機不純物の管理を迅速かつ容易に行うことができます。

アプリケーションニュース No.081ではTOC-1000eによる超純水のオンライン測定についてご紹介しています。今回は、ラボでのバッチ測定が可能な燃焼酸化式TOC-Lおよび湿式酸化式TOC-Vによる製薬用水測定の例をご紹介します。

■測定原理-酸化方式-

一般的にTOC計は試料中の有機物を酸化分解し、発生した二酸化炭素を測定しますが、酸化分解の方法は「燃焼酸化式」と「湿式酸化式」の2種類に大別されます。それぞれの特長および主な用途を表1に示します。

燃焼酸化式は、酸化力が高く、有機物の種類や存在状態によらず酸化分解が可能です。そのため環境水や排水の測定で最適な方法とされていますが、TOC-Lは検出限界4 $\mu\text{g}/\text{L}$ という高感度を実現しており、純水の測定にも充分対応できます。一方、湿式酸化式は高感度測定性能が高く、超純水測定に最適です。

表1 酸化方式

	湿式酸化式	燃焼酸化式
特長	高感度 ・超純水測定に最適 ・検出限界<1 $\mu\text{g}/\text{L}$	高酸化力 ・有機物の種類や存在状態によらず酸化分解が可能 ・検出限界<4 $\mu\text{g}/\text{L}$
主な用途	超純水～純水(製薬用水)～水道水	純水(製薬用水)～水道水～環境水～排水

■分析方法

燃焼酸化式TOC-Lおよび湿式酸化式TOC-Vにより、純水サンプルを表2、3の条件で測定しました。

表2 燃焼酸化式TOC-Lの測定条件

分析計	: 全有機体炭素計TOC-L _{CPH}
酸化方式	: 680 °C 燃焼触媒酸化
触媒	: 高感度触媒
測定項目	: NPOC (=酸性化通気処理によるTOC)
検量線	: 0-500 $\mu\text{g}/\text{C}/\text{L}$ フタル酸水素カリウム水溶液による 2点検量線
注入量	: 2000 μL

表3 湿式酸化式TOC-Vの測定条件

分析計	: 全有機体炭素計TOC-V _{WP}
酸化方式	: 酸化剤・UV照射・加熱による酸化
酸化剤	: ペルオキシ二硫酸ナトリウム
測定項目	: NPOC (=酸性化通気処理によるTOC)
検量線	: 0-500 $\mu\text{g}/\text{C}/\text{L}$ フタル酸水素カリウム水溶液による 2点検量線
注入量	: 3000 μL



燃焼酸化式TOC-L



湿式酸化式TOC-V

図1 島津全有機体炭素計 TOC-L_{CPH}およびTOC-V_{WP}

■ 検量線

0、500 $\mu\text{gC/L}$ (=ppb)のフタル酸水素カリウム標準液を用いて作成した検量線を図2に示します。標準液を調製するために用いた超純水中の炭素不純物の影響を取り除くために、検量線は原点を通るように平行移動しています。

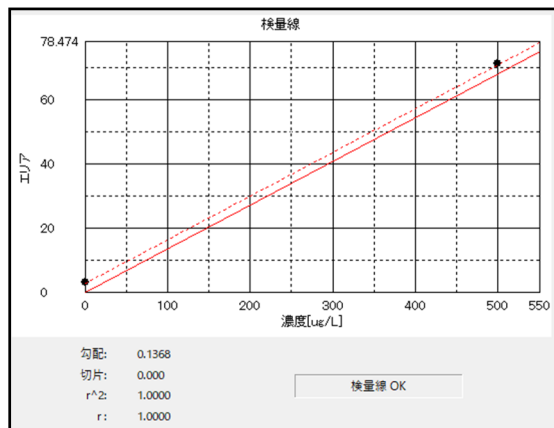


図2 検量線測定データ (燃烧酸化式TOC-L)

■ 測定結果

燃烧酸化式TOC-Lおよび湿式酸化式TOC-Vにより、純水測定した結果を表4に測定チャートを図3、4に示します。TOC濃度値は燃烧酸化式が23.33 $\mu\text{gC/L}$ 、湿式酸化式が22.54 $\mu\text{gC/L}$ で同等の結果が得られました。また、いずれも変動係数は約3%以下で再現性良く測定ができました。

表4 測定結果

酸化方式	燃烧酸化式TOC-L	湿式酸化式TOC-V
結果 ($\mu\text{gC/L}$)	23.33	22.54
変動係数 (%)	3.09	2.60

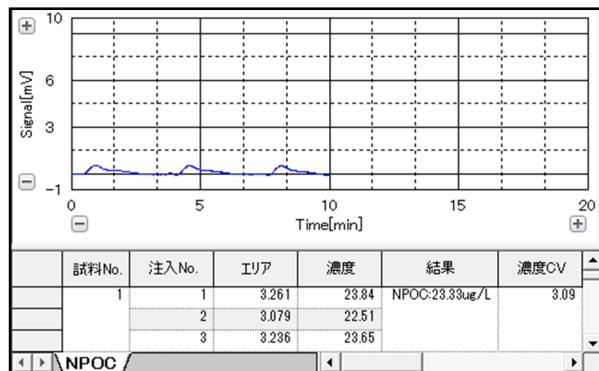


図3 燃烧酸化式TOC-Lの測定データ

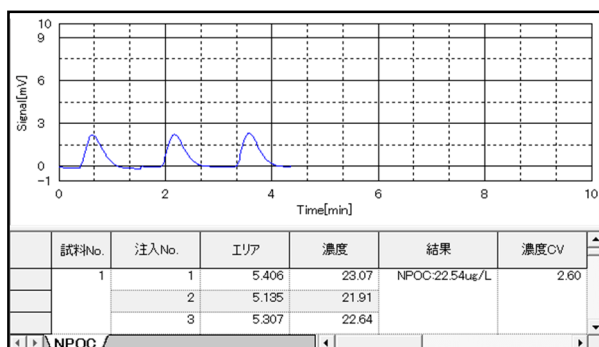


図4 湿式酸化式TOC-Vの測定データ

■ まとめ

本稿では燃烧酸化式TOC-Lおよび湿式酸化式TOC-Vにより、純水のTOC測定をおこないました。測定結果は両者で同等のTOC濃度値が得られ、変動係数は約3%以下で再現性良く測定ができました。この結果より燃烧酸化式TOC-Lおよび湿式酸化式TOC-Vのいずれでも高感度・高精度で製薬用水のような低濃度の純水測定が可能です。