

湿式酸化式全有機体炭素計 TOC-Vws による USP の TOC システム適合性試験データ

TOC system suitability test of USP by Wet oxidation TOC-Vws

USP27 (米国薬局方) では、精製水 (PW)、注射用水 (WFI) の有機不純物管理に全有機体炭素 (TOC) が規定されています。USPIによると、使用するTOC計については、TOCシステム適合性試験を満たすこと、0.05mg/L

以下のTOCが検出可能であることが必要です。今回は、島津湿式酸化式全有機体炭素計TOC-VwsによるTOCシステム適合試験を実施した例およびTOC 0.05mg/L以下のTOCの測定例について紹介します。

M.Tanaka

USPのTOCシステム適合性試験の概要

TOC system suitability Test of USP

USPのTOCシステム適合性試験では、2種類のUSP reference standard (スクロースと1,4-ベンゾキノン) を使用することが規定されています。スクロースは基準用試験液として使用し、1,4-ベンゾキノン

はシステム適合性試験液として使用します。なお、TOC計の校正は装置に適した方法で行うことと記載されています。試験手順をTable.1に示します。

Table 1 TOCシステム適合性試験の手順
TOC system suitability Test of USP

TOCシステム適合性試験の手順

- (1) 純水 (試験液の調製に使用する純水) のTOCを測定し、 r_w とする
- (2) スクロース標準液 (炭素濃度0.50mg/L) のTOCを測定し、 r_s とする
- (3) システム適合性試験液 (1,4-ベンゾキノン溶液: 炭素濃度0.50mg/L) のTOCを測定し、 r_{ss} とする
- (4) システム適合性試験液の検出率 = $100 (r_{ss}-r_w)/(r_s-r_w)$ が、85% ~ 115%であればシステム適合性試験を満たす。

USPのTOCシステム適合性試験結果

Results of TOC System Suitability Test

Table.1の手順に従い島津湿式酸化式全有機体炭素計 TOC-Vwsを使用してTOCシステム適合性試験を行いました。分析計はあらかじめ0mgC/Lと1mgC/Lフタル酸水素カリウム水溶液で校正しました。検量線データをFig.1に、純水、スクロース標準液、システム適合性試験液 (1,4-ベンゾキノン溶液) の測定データをFig.2に示します。USPでは分析計の応答値で評価することになっていますが、ここでは測定結果の濃度値で評価しました。

システム適合性試験液 (1,4-ベンゾキノン溶液) の検出率は97.4%となり、システム適合性試験を満たしています。(Table.2)

<測定条件>

分析計: 島津湿式酸化式全有機体炭素計TOC-Vws

測定方法: 酸性化通気処理法によるTOC測定

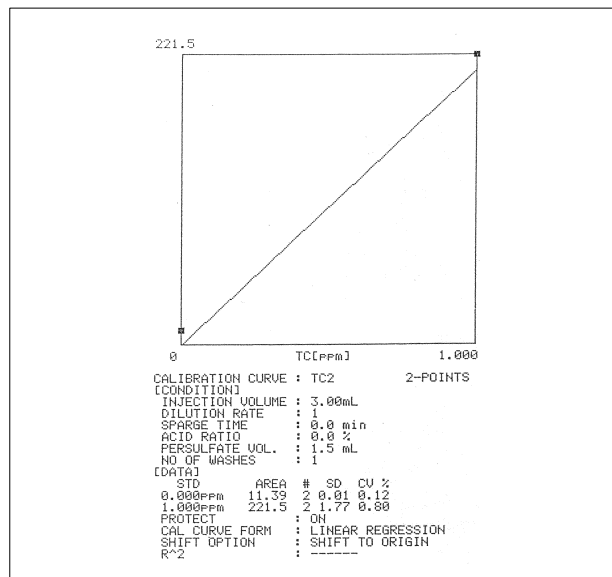


Fig.1 検量線
Calibration Curve

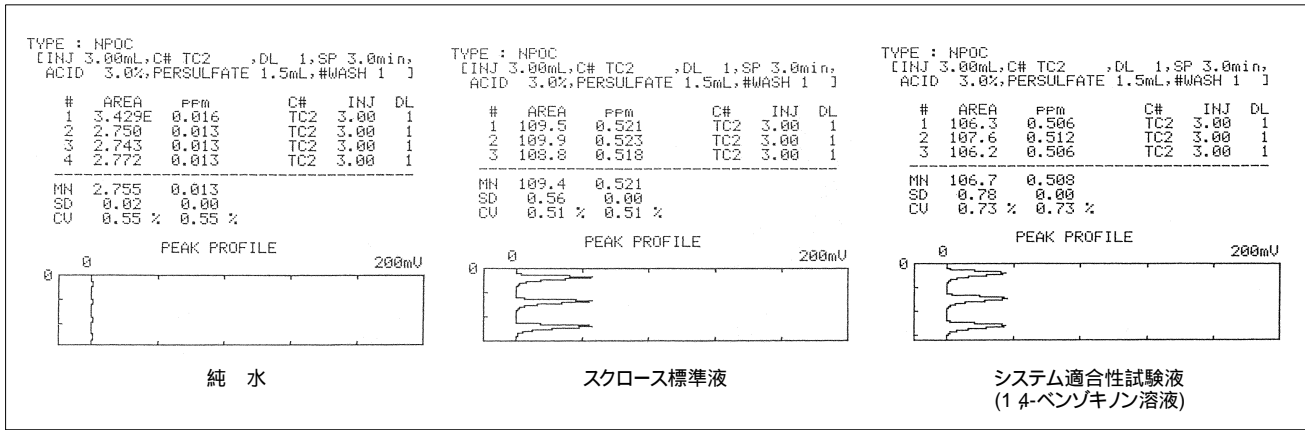


Fig.2 システム適合性試験 データ
Data of TOC System Suitability Test

Table 2 システム適合性試験結果値
Results of TOC System Suitability Test

(1) 純水のTOC値 $r_w = 0.013\text{mg/L}$
(2) スクロース標準液のTOC値 $r_s = 0.521\text{mg/L}$
(3) システム適合性試験液 (1,4-ベンゾキノン溶液) のTOC値 $r_{ss} = 0.508\text{mg/L}$
(4) システム適合性試験液の検出率 = $100 (r_{ss}-r_w)/(r_s-r_w)$
= $100 (0.508-0.013)/(0.521-0.013)$
= 97.44%

0.05mg/L以下のTOC測定

Data of less than 0.05mg/L TOC

純水にフタル酸水素カリウム水溶液を添加し、TOCが0.05mg/L以下の溶液を調製し、その溶液を島津湿式酸化式全有機体炭素計TOC-Vwsを使用して測定したデータをFig.3に示します。約0.04mg/Lの試料をCV%2%以内で精度よく測定ができていることから、USPのTOC測定における装置の必要条件である0.05mg/L以下のTOC測定について島津湿式酸化式全有機体炭素計TOC-Vwsが可能であることがわかります。

ることがわかります。

< 測定条件 >

分析計：島津湿式酸化式全有機体炭素計TOC-Vws

測定方法：酸性化通気処理法によるTOC測定

検量線：0-0.1mgC/Lフタル酸水素カリウム水溶液により作成

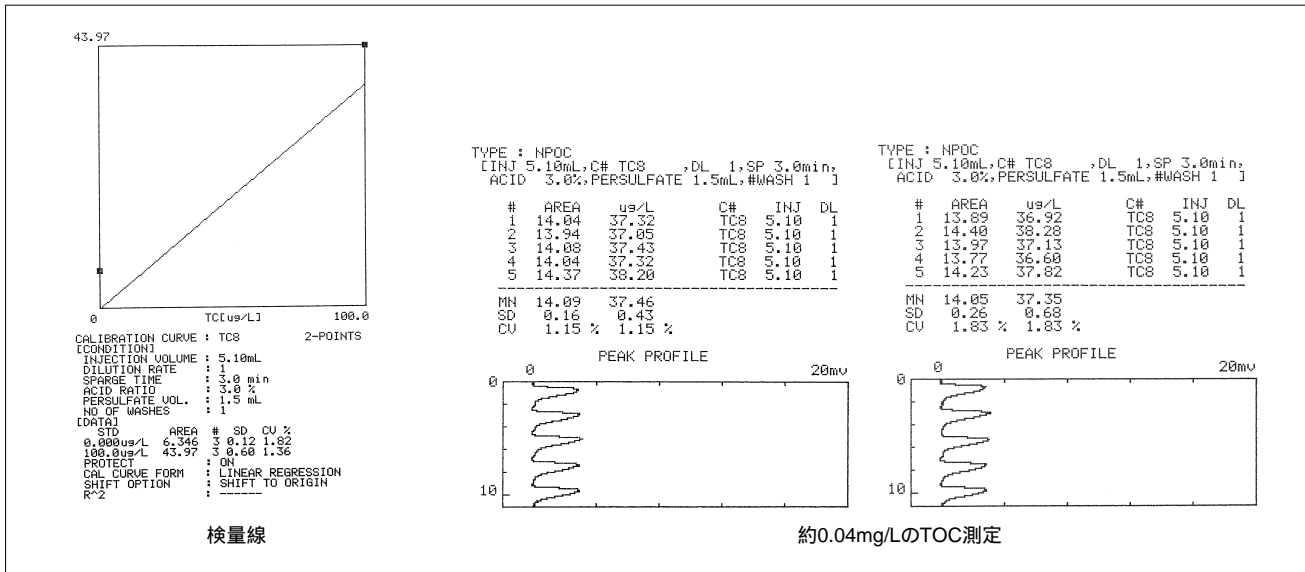


Fig.3 0.05mg/L以下のTOC測定
Data of less than 0.05mg/L TOC