

Application News

No.051

全有機体炭素測定
Total Organic Carbon Analysis

USP の Sterile Water の TOC システム適合性試験データ

TOC System Suitability Test of Sterile Water in USP

米 国 薬 局 方 USP では、Bulk Purified Water (精製水)、Water for Injection (注射用水) とともに、Sterile Purified Water, Sterile Water for Injection 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。USP の Sterile Water に使用する TOC 計については、炭素量 8.0 mg/L を試験液とする TOC システム適合性試験を満たすこと、そして 0.1 mg/L 以下の TOC が検出可能であることが要求されています。

今回は、島津燃焼酸化式 TOC-L_{CPH} を使用した TOC システム適合性試験の実施例についてご紹介します。

M. Tanaka

■ USP の Sterile Water の TOC システム適合性試験の概要

TOC System Suitability Test of USP Sterile Water

USP の Sterile Water 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合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 Procedure of USP

<p>TOC システム適合性試験の手順</p> <p>(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。</p> <p>(2) スクロース標準液 (炭素濃度 8.0 mg/L) の TOC を測定し、r_s とする。</p> <p>(3) システム適合性試験 (炭素濃度 8.0 mg/L の 1,4-ベンゾキノン溶液) の TOC を測定し、r_{ss} とする。</p> <p>(4) システム適合性試験の検出率 = $100 (r_{ss} - r_w) / (r_s - r_w)$ が、85 % ~ 115 % であればシステム適合性試験を満たす。</p>
--

■ USP の TOC システム適合性試験データ

Data of TOC System Suitability Test of USP

Table 1 の手順にしたがい、島津燃焼酸化式 TOC-L_{CPH} 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、0 と 8.0 mgC/L フタル酸水素カリウム水溶液で校正しました。TOC システム適合性試験のデータを Fig. 1 に示します。USP では検出率の算出を分析計の応答値で評価することになってはいますが、ここでは測定結果の濃度値で評価しました。

その結果、システム適合性試験液 (1,4-ベンゾキノン水溶液) の検出率は 99.0 % 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：島津全有機体炭素計 TOC-L_{CPH}

触 媒：高感度触媒

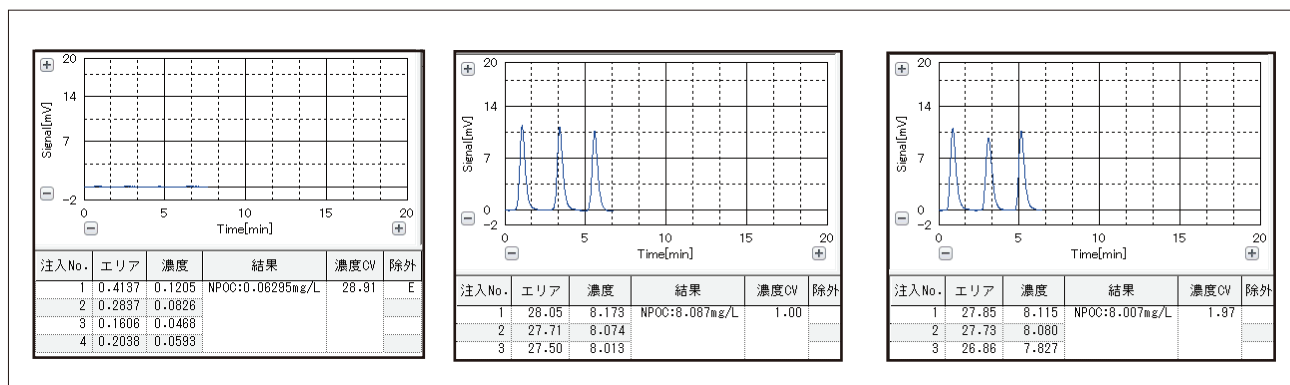
注 入 量：51 μ L

測定項目：TOC (=NPOC：酸化通気処理による TOC)

検 量 線：0-8.0 mgC/L フタル酸水素カリウム水溶液使用 2 点検量線

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

<p>(1) 純水の TOC 値 $r_w = 0.063$ mg/L</p> <p>(2) スクロース標準液の TOC 値 $r_s = 8.087$ mg/L</p> <p>(3) システム適合性試験 (1,4-ベンゾキノン水溶液) の TOC $r_{ss} = 8.007$ mg/L</p> <p>(4) システム適合性試験の検出率 = $100 (r_{ss} - r_w) / (r_s - r_w)$ = $100 (8.007 - 0.063) / (8.087 - 0.063)$ = 99.0 %</p>
--



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)

Fig. 1 TOCシステム適合性試験データ
Data of TOC System Suitability Test

0.1 mg/L 以下の TOC 測定

Data of Less Than 0.10 mg/L TOC

USP では、0.10 mg/L 以下の TOC が定量できる装置を使用することが記載されています。そこで、TOC 濃度が 0.10 mgC/L のフタル酸水素カリウム水溶液の測定を行いました。その結果を Fig. 2 および Table 3 に示します。測定結果は 0.0987 mgC/L、変動係数 (CV 値) は 4.31 % でした。この結果は定量下限付近での CV 値とされる 10 % 以内であることから、USP の TOC 測定における装置の必要条件である 0.10 mg/L 以下の TOC 測定について、島津燃焼酸化式 TOC-L_{CPH} が可能であることがわかります。

<測定条件>

分析計：島津全有機体炭素計 TOC-L_{CPH}

触媒：高感度触媒

注入量：500 μL

測定項目：TOC (=NPOC：酸性化通気処理による TOC)

検量線：0-0.1-0.5-1.0-2.0 mgC/L フタル酸水素カリウム水溶液使用 5 点検量線

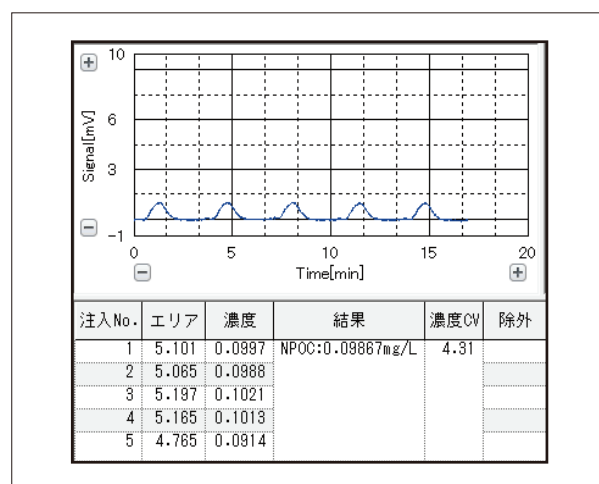


Fig. 2 0.1 mgC/L 以下の TOC 測定結果
Measurement Data of Less Than 0.1 mg/L TOC

Table 3 0.1 mgC/L 以下の TOC 測定結果
Measurement Data of Less Than 0.1 mg/L TOC

試料名	TOC値 [mgC/L]	変動係数CV [%]
フタル酸水素カリウム	0.0987	4.31 %