

Application News

No.057

全有機体炭素測定
Total Organic Carbon Analysis

USP 661.1 によるプラスチック包装システムと 構成材料の TOC 試験

TOC-Determination According to USP 661.1 Testing of Plastic Packaging Systems and Their Materials of Construction

医薬製品向けのプラスチック包装システムは使用目的に応じて適切なものを使用することが必要です。米国薬局方では、USP39-NF34にこの内容について記載され、2016年5月から適用されています。

USP <661> Plastic packaging systems and their materials of construction (プラスチック包装システムとその構成材料) というタイトルが変更され、さらに新しく2つの章が追加されました。このアプリケーションニュースでは、はじめの章 <661.1> についてご紹介します。



■ <661.1> プラスチック構成材料

Plastic Materials of Construction

この章は、医薬品の容器や包装システムに使用される、ポリエチレンやポリオレフィン、ポリプロピレンのようなプラスチック構成材料の試験方法や規格を示すことを目的として記載されています。ここでは、同一性、生体適合性（生物学的反応性）、一般的な物理化学的性質、添加物、抽出される金属の項目に関する特性解析について示されています。

TOCは抽出可能物の指標となる物理化学試験のパラメータのひとつです。TOC測定するには精製水によって抽出します。たとえば、ガラスフラスコに25gのプラスチック材料を入れ、500mLの精製水を加え、5時間還流条件下で沸騰させます。冷却後、溶液を焼結ガラスフィルターに通します。

サンプル重量や精製水容量、加熱温度および時間は測定しようとしているプラスチックサンプルによります。

得られたサンプル抽出水のTOC測定値から、抽出に使用した超純水のTOC値を引き算した結果が5mg/Lを超えないことが必要です。

■ 製薬分野における TOC 測定

TOC Determination in Pharmaceutical Application

TOC測定についてはUSP <643>に記載されていて、純水、精製水および注射用水のTOC測定が規定されています。ここではTOC計の酸化方法についてはとくに規定されていません。しかし、無機体炭素と有機体炭素を分別できることが必要で、無機体炭素除去法（NPOC法）あるいは、TC-IC法（引き算法）のどちらかの方法でTOCを測定することができます。また、0.05mg/LのTOCを測定できる感度を有することが必要です。そして、測定方法の妥当性はシステム適合性試験により確認することが必要です。

しかしプラスチック材料の抽出液のTOC値は、抽出される有機物質が含まれますので、精製水のTOC値よりも高くなります。そこでUSP <661.1>では、0.2mg/Lを測定できる性能を持ち、0.2～20mg/Lのレンジで直線性があることが求められています。

■島津 TOC 計

Shimadzu TOC-System

島津製作所には超純水の TOC 測定用として、2 つのタイプの TOC 計があります。ひとつは湿式酸化方式の TOC-V_{WPWS} で、もうひとつは 680 °C 燃焼触媒酸化方式の TOC-L_{CPH} です。

これらは酸化方式が異なりますが、どちらの酸化方式の TOC 計も、米国薬局方 (USP <643>) と欧州薬局方 (EP 2.2.44) に適合しています。



■0.2 ~ 20 mg/L のレンジの直線性

Linear Dynamic Range from 0.2 - 20 mg/L

求められているダイナミックレンジを示すために、TOC-L_{CPH} で高感度触媒を使用して、1.0 mg/L ~ 20 mg/L のレンジで検量線を作成しました。



Fig. 1 20 mg/L 検量線：結果値
Calibration Curve 20mg/L, results

希釈操作は、TOC-L の自動希釈機能を使用しました。

注入量は検量線標準液の最高濃度に基づいて決まります。20 mg/L の濃度の場合にはデフォルト値は 50 μ L です。

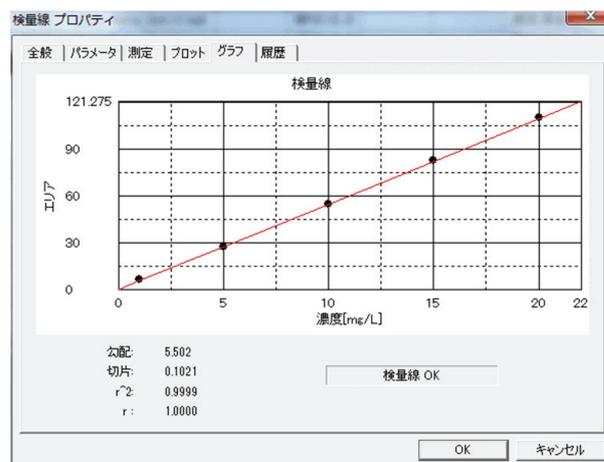


Fig. 2 20 mg/L 検量線：図
Calibration Curve 20mg/L, graphic

ドイツ工業規格 DIN 32645 による検出限界の計算

結果	
勾配 a	:5.503
切片 b	:0.091
相関係数 r	:0.9999
不確かさ	:33.3 %
エラー確率 (a)	:5 %
注入回数	:2
©DINTEST	
検出限界	:0.2 mg/L

この結果から、TOC-L_{CPH} 高感度触媒仕様で、0.2 ~ 20 mg/L のレンジで直線性があることがわかります。これより、TOC-L_{CPH} 一台で精製水とプラスチック材料の抽出液の両方を測定することができるようになります。

■分析計

Recommended Analyzer / Configuration

TOC-L_{CPH} 高感度触媒仕様
オートサンプラ ASI-L 40 mL バイアル
外部スパージキット

出典：www.usp.org

本資料は Shimadzu Europa GmbH が作成したアプリケーションニュース SCA-130-207 を翻訳したものです。