

TOC

米国薬局方および欧州薬局方 —システム適合性試験

1. 測定の概要

米国薬局方（USP）ならびに欧州薬局方（EP）における全有機炭素（TOC）測定装置のシステム適合性試験として、スクロース（ショ糖）と 1,4-ベンゾキノン（p-ベンゾキノン）による試験方法が記載されています。1.19mg/L スクロース溶液（炭素濃度として 0.500mg/L）と 0.75mg/L 1,4-ベンゾキノン溶液（炭素濃度として 0.500mg/L）を測定し、(1) 式に示す計算式によって、スクロースに対する 1,4-ベンゾキノンの反応効率を求めます。計算結果が 85～115%の範囲内となれば適合していることとなります。

$$\text{反応効率} = 100 \times [(r_{ss} - r_w) / (r_s - r_w)] \quad \dots (1) \text{ 式}$$

r_{ss} : 1,4-ベンゾキノン測定値

r_s : スクロース測定値

r_w : ブランク水（溶液の調製に使用した水）測定値

本稿では平沼全有機炭素測定装置 TOC-2300 を用いて、米国薬局方および欧州薬局方のシステム適合性試験を実施した例をご紹介します。

2. 装置構成および試薬

(1) 装置構成

平沼全有機炭素測定装置 TOC-2300

(2) 試薬

① 酸化チタン反応液

② 0.01mol/L 過塩素酸溶液

60%過塩素酸（試薬特級）を 1000 倍に希釈して調製します。

③ 1mgC/L フタル酸水素カリウム標準液

フタル酸水素カリウム標準物質（容量分析用標準物質）0.1063 g を純水に溶解して 500mL に調製（100mgC/L）後、純水で 100 倍に希釈して調製します。

④ 1.19mg/L スクロース溶液

スクロース（試薬特級）0.0595 g を純水に溶解して 500mL に調製（119.0mg/L）後、純水で 100 倍に希釈して調製します。

⑤ 0.75mg/L 1,4-ベンゾキノン溶液

1,4-ベンゾキノン（試薬特級）0.0150 g を純水に溶解して 1L に調製（15.0mg/L）後、純水で 20 倍に希釈して調製します。

3. 測定手順

- ① 検量線ファイル、コンディションファイル、およびサンプルファイルを設定します。各ファイルの条件設定例を次項に示します。
- ② 各ポート No.のサンプルチューブに、以下の溶液をセットします。
 - ・ポート No.1：0mgC/L（フタル酸水素カリウム標準液の調製に使用した純水）
 - ・ポート No.2：1mgC/L フタル酸水素カリウム標準液
 - ・ポート No.3：1.19mg/L スクロース溶液
 - ・ポート No.4：0.75mg/L 1,4-ベンゾキノン溶液
 - ・ポート No.5：ブランク水（スクロース溶液および1,4-ベンゾキノン溶液の調製に使用した純水）
- ③ 「測定開始」ボタンをタッチし、測定を開始します。検量線の作成、スクロース溶液、1,4-ベンゾキノン溶液およびブランク水の順に測定が実施されます。
- ④ 反応効率の計算を行ない、システム適合性試験の合否を判定します。

4. 測定条件例および測定結果

条件設定例

検量線 (CALB) ファイル

検量線 (CALB) No. 0

測定項目: TOC 測定時間1 (TC/TOC): 0 分

I/C結果保存: しない 測定時間2 (IC): 0 分

過塩素酸注入量: 0.5 mL

相関係数下限値: 0.0000

近似式1: 1次式 近似式2: 1次式

標準液数: 2 繰り返し測定数: 1

測定後処理: 毎回

設定する検量線項目をタッチしてください。

メニュー 結果 印刷 初期化 濃度設定

検量線ファイル (1)

検量線 (CALB) 標準液濃度設定

検量線 (CALB) No. 0

分割点	ポートNo.	濃度(ppm)	注入量(mL)	ngC
STD1	1	0.00	5.00	0.0
STD2	2	1.00	5.00	5000.0
STD3	3	0.00	0.00	
STD4	4	0.00	0.00	
STD5	5	0.00	0.00	
STD6	6	0.00	0.00	

設定する検量線項目をタッチしてください。

メニュー 戻る

検量線ファイル (2)

コンディションファイル

コンディションNo. 0

測定項目: TOC 測定時間1 (TC/TOC): 0 分

I/C結果保存: しない 測定時間2 (IC): 0 分

過塩素酸注入量: 0.5 mL

測定単位: Auto

検量線No.: (0.0000~5000.00 ngC) 0

希釈水ブランク: 0.000 ppm

計算式: $Conc = (Conc - \text{ブランク}) \times \text{希釈}$

測定後処理: 毎回

設定するコンディション項目をタッチしてください。

メニュー 印刷 初期化

コンディションファイル

サンプルファイル

S.No	Mode	CNo.	PNo.	試料量	希釈率	IDコード	Rpt	Tbl
1	CALB	0						
2	SMP	0	3	5.00	1	Rs		3
3	SMP	0	4	5.00	1	Rss		3
4	SMP	0	5	5.00	1	Rw		3
5	END							
6	SMP	0	1	1.00	1			1
7	SMP	0	1	1.00	1			1
8	SMP	0	1	1.00	1			1
9	SMP	0	1	1.00	1			1
10	SMP	0	1	1.00	1			1

設定する項目をタッチしてください。(S.No.タッチで測定位置を決定します)

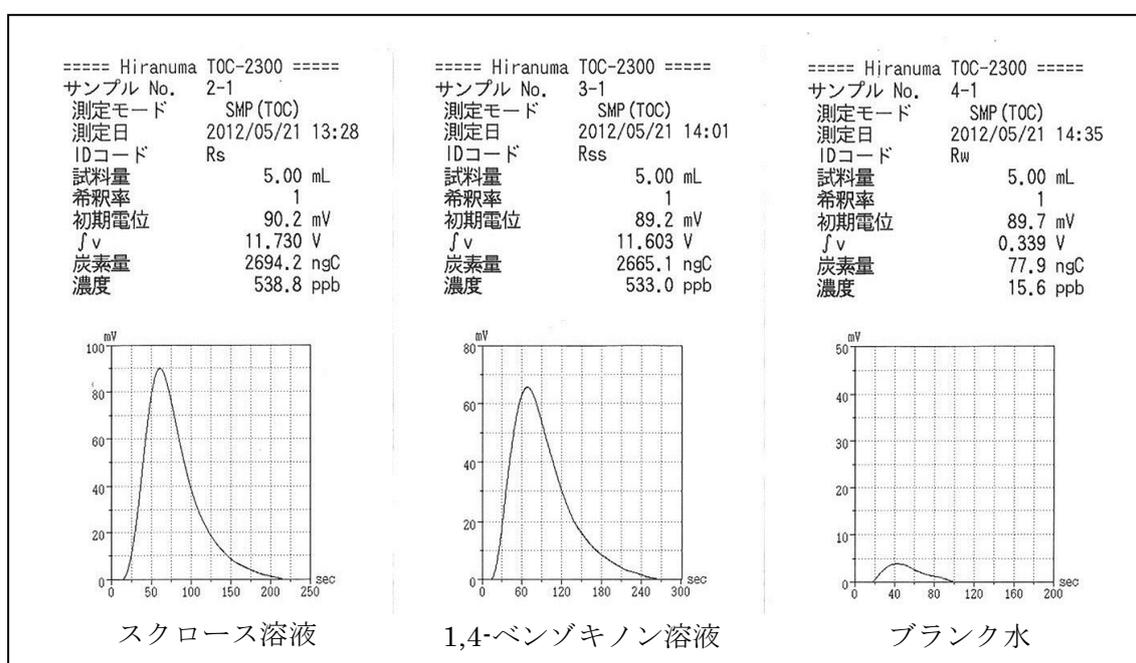
メニュー 印刷 編集 測定開始

サンプルファイル

測定結果

溶液名	測定回数	測定値 (mg/L)	統計計算
スクロース溶液 (r _s)	1	0.539	平均値 : 0.537 mg/L
	2	0.535	標準偏差 : 0.002 mg/L
	3	0.536	変動係数 : 0.39 %
1,4-ベンゾキノン溶液 (r _{ss})	1	0.533	平均値 : 0.530 mg/L
	2	0.527	標準偏差 : 0.003 mg/L
	3	0.530	変動係数 : 0.57 %
ブランク水 (r _w)	1	0.016	平均値 : 0.012 mg/L
	2	0.009	標準偏差 : 0.004 mg/L
	3	0.012	変動係数 : 28.5 %

※ 反応効率 = $100 \times [(0.530 - 0.012) / (0.537 - 0.012)] = \underline{98.7\%}$



測定曲線例

5. 摘要

(1) 測定結果について

反応効率の計算結果は **98.7%** となりましたので、TOC-2300 は米国薬局方および欧州薬局方のシステム適合性試験を満たす装置であると判断されます。

(2) 測定上の注意点について

有機物はあらゆる場所に存在しますので、TOC を測定するときは外部からの有機物の汚染に常に注意する必要があります。例えば試薬調製に使用する器具や純水の汚染、周囲の環境（有機溶剤等を使用していないこと）などを注意することによって、より正確な測定を行うことができます。

キーワード：米国薬局方（USP）、欧州薬局方（EP）、スクロース、1,4-ベンゾキノン、システム適合性試験