

TOC

## 0.050mg/L以下のTOC測定

## 1. 測定の概要

日本薬局方 (JP)、米国薬局方 (USP) ならびに欧州薬局方 (EP) において、全有機炭素 (TOC) 測定装置として、0.050mg/L (50ppb) 以下まで測定可能な装置を用いることが明記されています。

本稿では平沼全有機炭素測定装置 TOC-2300 を用いて、0.025mg/L および 0.050mg/L のフタル酸水素カリウム水溶液を測定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 100mgC/L フタル酸水素カリウム (以下、KHP と略記します) 標準液

KHP 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 に調製します。

④ 0.500mgC/L KHP 標準液

100mgC/L KHP 標準液を 2.5mL 採取し、500mL に希釈して調製します。

### (3) 試料

① 0.050mgC/L KHP 水溶液

0.500mgC/L KHP 標準液を 50mL 採取し、500mL に希釈して調製します。

② 0.025mgC/L KHP 水溶液

0.500mgC/L KHP 標準液を 25mL 採取し、500mL に希釈して調製します。

※ 試薬および試料の調製に使用する水は、すべて超純水を使用します。

## 3. 測定手順

① ブランク水 (KHP 標準液の調製に使用した水) および 0.500mgC/L KHP 標準液による検量線を作成後、0.050mgC/L、0.025mgC/L KHP 水溶液、ならびに KHP 水溶液の調製に使用した水 (試料調製用水) を測定します。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 : ブランク水 (KHP 標準液の調製に使用した水)
- ・ポート No.2 : 0.500mgC/L KHP 標準液
- ・ポート No.3 : 0.050mgC/L KHP 水溶液
- ・ポート No.4 : 0.025mgC/L KHP 水溶液
- ・ポート No.5 : 試料調製用水

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、0.050mgC/L、0.025mgC/L KHP 水溶液および試料調製用水の順に測定が実施されます。

## 4. 測定条件例および測定結果

### 条件設定例

SMP 1-1 C.No.0

検量線 (CALB) ファイル

検量線 (CALB) No. 0 1 2 3 4 5

測定項目 TOC 測定時間1 (TC/TOC) 0 分

IC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)

SMP 6-1 C.No.0

検量線ファイル 標準液濃度設定

検量線 (CALB) No. 0 1 2 3 4 5

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	0.50	5.00	2500.0
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)

SMP 1-1 C.No.0

コンディションファイル

コンディションNo. 0 1 2 3 4 5

測定項目 TOC 測定時間1 (TC/TOC) 0 分

IC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

CALB 0.0 ngC C.No.0 ポートNo. 1

サンプルファイル

S.No	Mode	C.No.	Port	試料量	希釈率	IDコード	Port	Tbl
1	CALB	0						
2	SMP	0	3	5.00	1	0.050mg/L	5	
3	SMP	0	4	5.00	1	0.025mg/L	5	
4	SMP	0	5	5.00	1	Blank	5	
5	END					画面ハードコピー終了		
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	

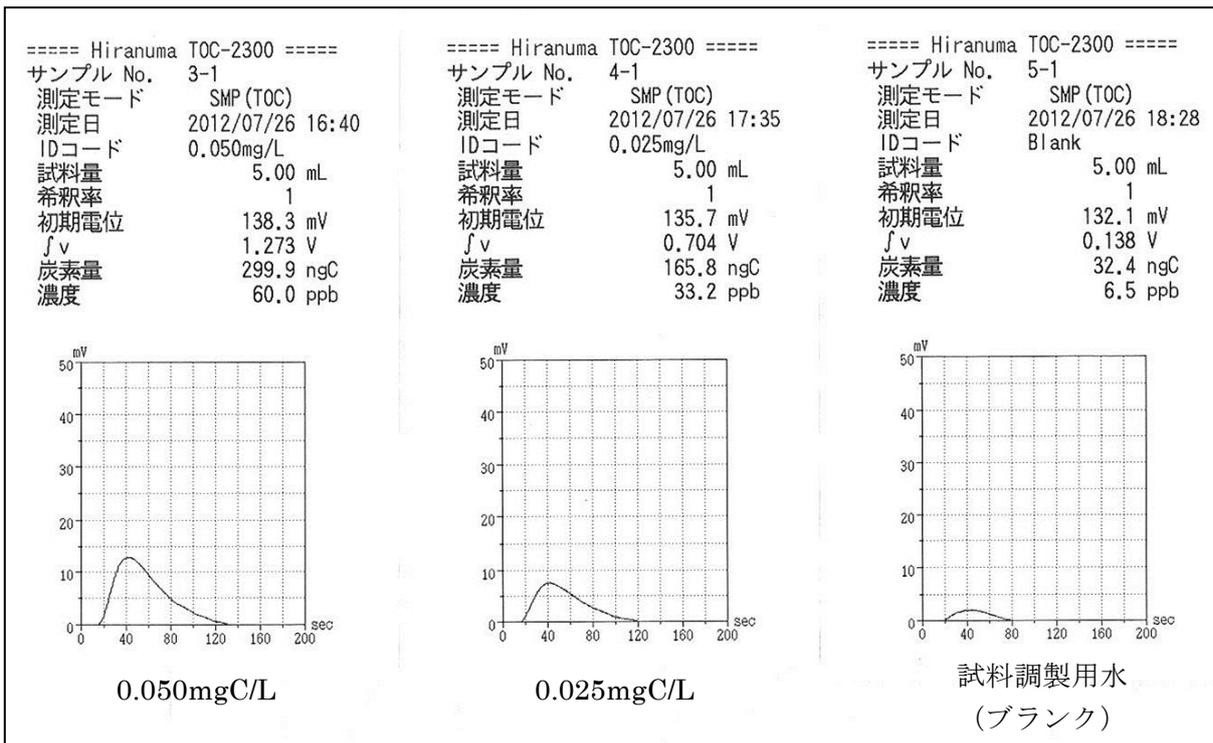
設定する項目をタッチしてください。(S.No.タッチで測定位置を決定します)

メニュー 印刷 編集 測定開始

サンプルファイル

### 測定結果

試料	測定回数	測定値 (ppbC)	統計計算	ブランク減算値 (ppbC)
0.050mgC/L (50ppbC)	1	60.0	平均値 : 59.5 ppbC 標準偏差 : 3.56 ppbC 変動係数 : 6.0 %	53.2
	2	65.3		
	3	58.8		
	4	56.9		
	5	56.4		
0.025mgC/L (25ppbC)	1	33.2	平均値 : 32.8 ppbC 標準偏差 : 2.20 ppbC 変動係数 : 6.7 %	26.5
	2	35.4		
	3	34.2		
	4	31.2		
	5	30.0		
試料調製用水 (ブランク)	1	6.5	平均値 : 6.3 ppbC 標準偏差 : 0.75 ppbC 変動係数 : 11.9 %	-
	2	6.0		
	3	5.5		
	4	6.1		
	5	7.5		



### 測定曲線例

## 5. 摘要

### (1) 測定結果について

0.050mgC/L、0.025mgC/Lの測定において、試料調製用水の測定値をブランクとして減算することにより、ほぼ理論値通りの結果が得られています。薬局方の装置条件である0.050mg/L以下が測定可能であるという規定を満たしていることが実証されました。

### (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。本件のような低濃度のTOCを測定する場合は、特に注意が必要です。

キーワード：日本薬局方（JP）、米国薬局方（USP）、欧州薬局方（EP）、有機体炭素試験法