

1. 測定の概要

精製水（純水）の純度管理として TOC が広く使用されています。特に日本薬局方においては、精製水および注射用水の純度試験として、平成 23 年より過マンガン酸カリウム還元性物質から TOC に変更され、0.50mg/L 以下が管理値として規定されています。精製水は一般的にイオン交換、蒸留、逆浸透（RO : Reverse Osmosis）、限外ろ過（UF : Ultrafiltration）などを単独あるいは組み合わせて用いたシステムによって製造されます。

本稿では平沼全有機炭素測定装置 TOC-2300 を用いて、精製水の TOC 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（関東化学(株)製 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（原液）

KHP 標準物質（関東化学(株)製 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 0.25mgC/L KHP 標準液

100mgC/L KHP 標準液を 400 倍に希釈して調製します。

⑤ 0.5mgC/L KHP 標準液

100mgC/L KHP 標準液を 200 倍に希釈して調製します。

3. 測定手順

- ① ブランク水（KHP 標準液の調製に使用した水）、0.25、0.5mgC/L KHP 標準液による 3 点検量線を作成後、精製水 2 検体を測定します。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ページに示します。
- 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 : 0.25mgC/L KHP 標準液
 - ・ポート No.3 : 0.5mgC/L KHP 標準液
 - ・ポート No.4 : 精製水 A
 - ・ポート No.5 : 精製水 B
- ③ 「測定開始」ボタンをタッチし、測定を開始します。

4. 測定条件例および測定結果

条件設定例

CALB 0.0 ngC C.No.0 ポートNo. 1

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 3 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)

CALB 0.0 ngC C.No.0 ポートNo. 1

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 | 0.25 | 5.00 | 1250.0 |
| STD3 | 3 | 0.50 | 5.00 | 2500.0 |
| 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)

CALB 0.0 ngC C.No.0 ポートNo. 1

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. (0.0000~2500.00 ngC) 0
 希釈水ブランク 0.0 ppb
 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. | P.No. | 試料量 | 希釈率 | IDコード | Rpt | Tbl |
|------|------|-------|-------|------|-----|------------------|-----|-----|
| 1 | CALB | 0 | | | | | | |
| 2 | SMP | 0 | 4 | 5.00 | 1 | Purified Water A | 3 | |
| 3 | SMP | 0 | 5 | 5.00 | 1 | Purified Water B | 3 | |
| 4 | END | | | | | | | |
| 5 | SMP | 0 | 1 | 1.00 | 1 | | 1 | |
| 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 | |

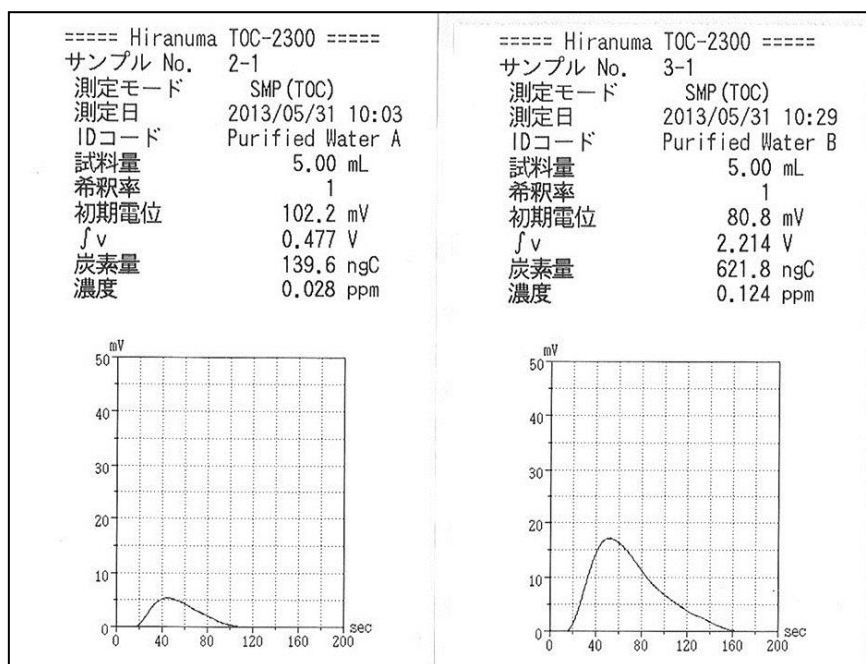
設定する項目をタッチしてください。(S.No.タッチで測定位置を決定します)

メニュー 印刷 編集 測定開始

サンプルファイル

測定結果

| 試料名 | 試料量 (mL) | 測定回数 | 測定値 (mg/L) | 統計計算 |
|-------|----------|------|------------|--|
| 精製水 A | 5 | 1 | 0.028 | 平均値 : 0.029 mg/L 標準偏差 : 0.002 mg/L 変動係数 : 5.21 % |
| | | 2 | 0.029 | |
| | | 3 | 0.031 | |
| 精製水 B | 5 | 1 | 0.124 | 平均値 : 0.124 mg/L 標準偏差 : 0.003 mg/L 変動係数 : 2.02 % |
| | | 2 | 0.127 | |
| | | 3 | 0.122 | |



測定曲線例

5. 摘要

(1) 測定結果について

精製水が精度よく測定されています。TOC-2300 は日本薬局方における精製水や注射用水の TOC を管理するための好適な装置です。

(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：精製水、注射用水、純水、日本薬局方