

# 制药业系统适用性测试—苯醌与蔗糖的 TOC 测定

USP第<643>章，ChP 2010年版二部“注射用水”要求TOC测定（测定方法见附录VIII R）<sup>4</sup>，要求测定蔗糖与对苯醌，表示TOC测定的系统适用性。Siemers\* 800型TOC分析仪超过了USP与ChP对TOC测定的系统适用性的要求。

## 背景材料

美国药典委（United States Pharmacopeial Convention Inc., USP）<sup>1</sup>与ChP包括对水的TOC（Total Organic Carbon）含量的要求。为符合此项规定，选择TOC分析仪时，几项内容必须考虑。最基础的考虑是TOC分析仪是否符合USP要求，能够有效测定TOC。

规定的要求之一是保证难于氧化的有机化合物与易氧化物能够同等程度被氧化，使用保证二者均能精确定量的TOC分析仪。USP与ChP选择苯醌作为系统适用性化合物，蔗糖作为标准，或易于氧化的物质<sup>2</sup>。当TOC成功测定蔗糖与苯醌时，这表明TOC测定能够有效地监测广泛范围的有机化合物。

本文阐述了使用Siemens 800型TOC分析仪测定苯醌与蔗糖的结果。数据清晰地表明Siemens 800能够象测定标准溶液蔗糖一样，同样有效地准确测定USP

系统适用性化合物苯醌。

通过对比苯醌溶液与蔗糖溶液的TOC回收率，进行测定。USP与ChP规定可以接受的比率，用百分比表示，为85%至115%。系统适用性化合物—苯醌，被认为是有些难于控制的化合物，因此苯醌的测定对商用的TOC分析仪采用的氧化方法提出了挑战。

对此研究，使用被广泛接受的校准参考物质邻苯二甲酸氢钾（KHP）校准了Siemens 800 TOC分析仪。使用《Siemens 800 操作手册》中阐述的标准协议，完成此校准。此次校准可以在约一年的时间内保持稳定。

定量准确度使用USP推荐的标准溶液确认。蔗糖溶液配制为500 ppb C，在进一步测定前，在不连续的三天内测定。图1表明了所有三天的蔗糖的平均响应值。对这些测定，蔗糖的响应为100.0%，说明仪器被准确校准。

蔗糖测定后，每天测定三个不同浓度的苯醌溶液。（USP与ChP要求分析500 ppb C的苯醌溶液。）这些测定的结果也表示于图1中。这些三种不同浓度的数据表明在应用范围内仪器对苯醌有线性响应。

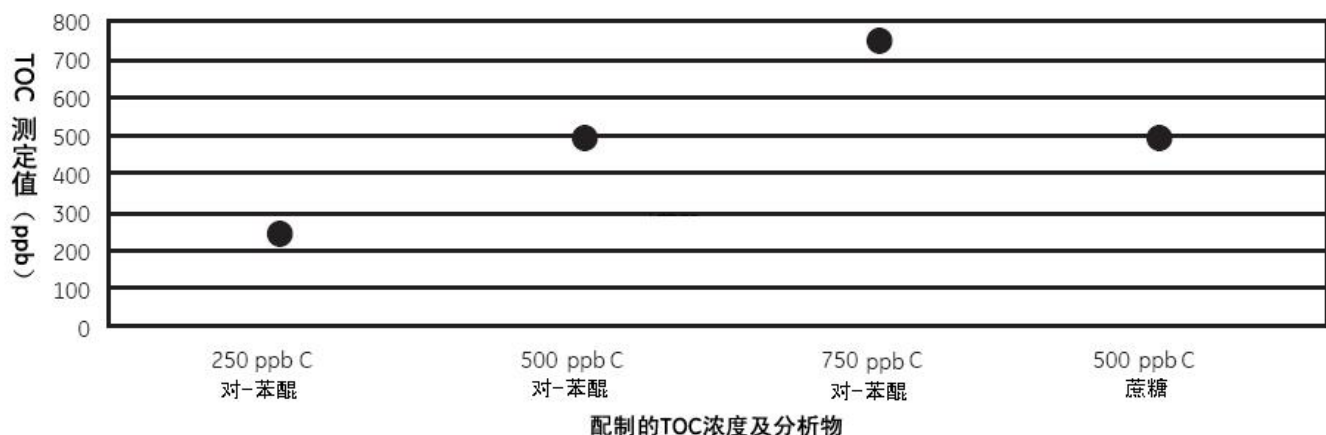


图1. 测定对-苯醌与蔗糖（5次测定的平均值）

表1 使用Sievers 800型TOC分析仪测定对-苯醌与蔗糖的TOC数据

序号	对-苯醌 250 ppb	对-苯醌 500 ppb	对-苯醌 750 ppb	蔗糖500 ppb
1	253	505	755	500
1	254	504	755	500
1	254	505	755	500
1	254	504	755	501
1	254	502	754	501
平均值± 3σ	253.8 ± 1.3 ppb	504 ± 3.7 ppb	754.8 ± 1.3 ppb	500.4 ± 1.6 ppb
2	254	509	763	499
2	255	510	764	499
2	254	507	764	497
2	254	508	764	498
2	255	509	764	499
平均值± 3σ	254.4 ± 1.6 ppb	508.6 ± 3.4 ppb	763.8 ± 1.3 ppb	498.4 ± 2.7 ppb
3	244	492	736	505
3	245	491	737	504
3	248	491	737	505
3	246	491	736	506
3	244	491	737	505
平均值± 3σ	245.4 ± 5.0 ppb	491.2 ± 1.3 ppb	736.6 ± 1.6 ppb	505.2 ± 2.5 ppb

苯醌测定的准确度与精确度非常优异。苯醌溶液的平均回收率为101%。三天里九个独立配制的溶液的全部结果给出苯醌的回收率为99—102%。五次重复测定同一个500 ppb C苯醌溶液，给出标准偏差范围为0.43—1.23 ppb（见表1）。

这些数据表明Sievers 800型使用的氧化反应器的氧化效力。使用800型可提供的最温和的氧化条件获得苯醌的回收率。仅使用紫外灯就可以完全氧化，要获得蔗糖或苯醌的完全回收率，均不需要过硫酸盐氧化剂。这与Ionics仪器公司所建议的，对于TOC浓度低于1 ppm的情况，均不需要过硫酸盐氧化剂，是一致的。

Sievers 800 TOC分析仪针对USP与ChP规定的TOC测定有着优异的表现。蔗糖与苯醌的回收率均超出了USP与ChP的要求。使用正确配制的参考物质，响应效率（500 ppb C的苯醌对蔗糖的回收率比）为100%。使用800型，能够以优异的重现性，准确定

量苯醌与蔗糖。这样，此分析仪的优异的表现可以使用户能持续地满足USP与ChP的要求。

这是理想的响应效率，表明了对易于氧化的物质与难于氧化的物质可以达到相同的回收率，并且很好地落在USP与ChP指明的85—115%范围。

## 参考文献

1. USP <643> Total Organic Carbon, Pharmacopeial Forum, Jan-Feb. 1996, Volume 22, Number 1, page 1842.
2. Draft of In-Process Revision scheduled to appear in Jan./Feb. edition of Pharmacopeial Forum.
3. Also Quinone, 2,5-Cyclohexadiene-1,4-dione, and 1,4-benzoquinone. This compounds has a molecular weight of 108.09. The theoretical carbon content of this compound is 66.67% (Merck Index Eleventh Ed., 8108)
4. 《中华人民共和国药典》2010年版，国家药典委员会编，中国医药科技出版社，《注射用水》，二部第500页；《附录VIII R 制药用水中总有机碳测定法》，附录67页。



扫二维码，  
关注 Sievers 分析仪官方微信。

请访问以下网站并点击“联系我们”，查询当地代理：[cn.sieversinstruments.com](http://cn.sieversinstruments.com)。

\*苏伊士的商标，在一个或多个国家注册。

©2018 年苏伊士。版权所有。

300 00003 CS Rev B