

附录Ⅷ R 制药用水中总有机碳测定法

本法用于检查制药用水中有机碳总量，用以间接控制水中的有机物含量。总有机碳检查也被用于制水系统的流程控制，如监控净化和输水等单元操作的效能。

制药用水中的有机物质一般来自水源、供水系统（包括净化、贮存和输送系统）以及水系统中菌膜的生长。

通常采用蔗糖作为易氧化的有机物、1,4-对苯醌作为难氧化的有机物，按规定制备各自的标准溶液，在总有机碳测定仪上分别测定相应的响应值，以考察所采用技术的氧化能力和仪器的系统适用性。

对仪器的一般要求 有多种方法可用于测定总有机碳。对这些技术，只要符合下列条件均可用于水的总有机碳测定：

1、总有机碳测定技术应能区分无机碳（溶于水中的二氧化碳和碳酸氢盐分解所产生的二氧化碳）与有机碳（有机物被氧化产生的二氧化碳），并能排除无机碳对有机碳测定的干扰。

2、应满足系统适用性试验的要求。

3、应具有足够的检测灵敏度（最低检出限为每升含碳等于或小于0.05mg/L）。

采用经校正过的仪器对水系统进行在线监测或离线实验室测定。在线监测可方便地对水系统进行实时测定及实时流程控制；而离线测定则有可能带来许多问题，例如被采样、采样容器以及未受控的环境因素（如有机物的蒸汽）等污染。由于水的生产是批量进行或连续操作的，所以在选择采用离线测定还是在线测定时，应由水生产的条件和具体情况决定。

总有机碳检查用水 应采用每升含总有机碳低于0.10mg，电导率低于1.0 $\mu\text{S}/\text{cm}$ （25℃）的高纯水。所用总有机碳检查用水与制备对照品溶液及系统适用性试验溶液用水应是同一容器所盛之水。

对照品溶液的制备

蔗糖对照品溶液 除另有规定外，取经105℃干燥至恒重的蔗糖对照品适

量，精密称定，加总有机碳检查用水溶解并稀释制成每升中约含 1.20mg 的溶液（每升含碳 0.50mg）。

1,4-对苯醌对照品溶液 除另有规定外，取 1,4-对苯醌对照品适量，精密称定，加总有机碳检查用水溶解并稀释制成每升中含 0.75mg 的溶液（每升含碳 0.50mg）。

供试溶液

离线测定 由于水样的采集及输送到测试装置的过程中，水样很可能遭到污染，而有机物的污染和二氧化碳的吸收都会影响测定结果的真实性和准确性。所以，测定的各个环节都应十分谨慎。采样时应使用密闭容器，采样后容器顶空应尽量小，并应及时测试。所使用的玻璃器皿必须严格清洗有机残留物，并用总有机碳检查用水做最后淋洗。

在线测定 将总有机碳在线检测装置与制水系统连接妥当。取水及测定系统都须进行充分的清洗。

系统适用性试验 取总有机碳检查用水，蔗糖对照品溶液和 1,4-对苯醌对照品溶液分别进样依次记录仪器总有机碳响应值。按下式计算，以百分数表示的响应效率应为 85%~115%。

$$100 [(r_{ss}-r_w) / (r_s-r_w)]$$

式中 r_w 为总有机碳检查用水的空白响应值；

r_s 为蔗糖对照品溶液的响应值；

r_{ss} 为 1,4-对苯醌对照品溶液的响应值。

测定法 取供试制药用水适量，按仪器规定方法测定。记录仪器的响应值 r_u ，除另有规定外，供试制药用水的响应值应不大于 r_s-r_w (0.50mg/L)。

此方法可同时用于预先经校正并通过系统适用性试验的在线或离线仪器操作。这种由在线或离线测定的水的质量与水样在水系统中的采集位置密切相关。应注意水样的采集位置必须能真实反映制药用水的质量。