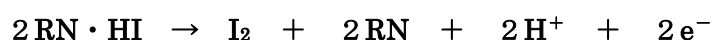


HIRANUMA APPLICATION DATA		水分データ AQシリーズ	データNo	9	25/6/30
水分	医薬品 – 電量滴定 チアミン塩化物塩酸塩および葉酸				

1. 測定の概要

AQ シリーズおよび MOICO-A19 では、カールフィッシャー電量滴定法を採用しています。

電量法では、カールフィッシャー試薬のヨウ素成分は発生液に含まれるヨウ化物イオンの電気分解によって与えられます。



薬局方の各条にて水分量が%水準と比較的高い試料を電量滴定により測定すると規定されている場合、試料の添加量は数 10mg と微量になります。試料が粉末状であれば、超微量固体試料採取器を用いて試料の採取および添加を行うと、セル内への外気の混入が抑えられるため、測定が簡単かつ正確です。

参考文献：JIS K0113 電位差、電流、電量、カールフィッシャー滴定法通則
日本薬局方 第 18 改正

2. 装置構成および試薬

1) 装置構成

本体	:	微量水分測定装置	MOICO-A19, AQ シリーズ
滴定セル	:	二室電解セル（ドレインコックなし）	
採取器	:	超微量固体試料採取器（図 2・1）	パーツ No. E730016-D

2) 試薬

発生液	:	アクアライト RS-A	パーツ No. D327660-A02
対極液	:	アクアライト CX	パーツ No. D311174-1



図 2・1 超微量固体試料採取器

3. 測定手順

- ① 滴定セルの共栓を外し発生液 100mL、対極室に対極液 1 アンプルを加えます。図 3・1 に発生液および対極液の注入図を示します。
- ② 滴定セルの共栓を外し、超微量固体試料採取器を図 3・2 に示すように取り付けます。
- ③ 滴定セル内のブランクを消去し、水分のバックグラウンド値を安定させます。
- ④ 試料をカプセルに採取して天秤で秤量します。
- ⑤ 超微量固体試料採取器にカプセルをセットします。図 3・3 に試料添加の概念図を示します。
- ⑥ カプセルを滴定セル中に投入して測定を開始します。測定条件は表 4・1 に示します。
- ⑦ ④の秤量値を試料量として本体に入力します。

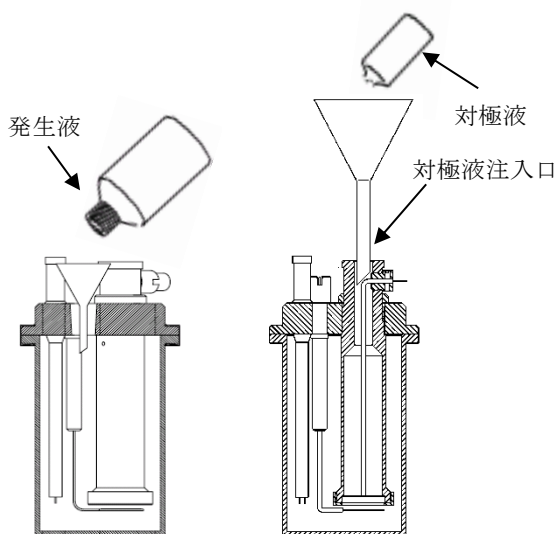


図 3・1 発生液および対極液の注入図



図 3・2 超微量固体試料採取器の取付

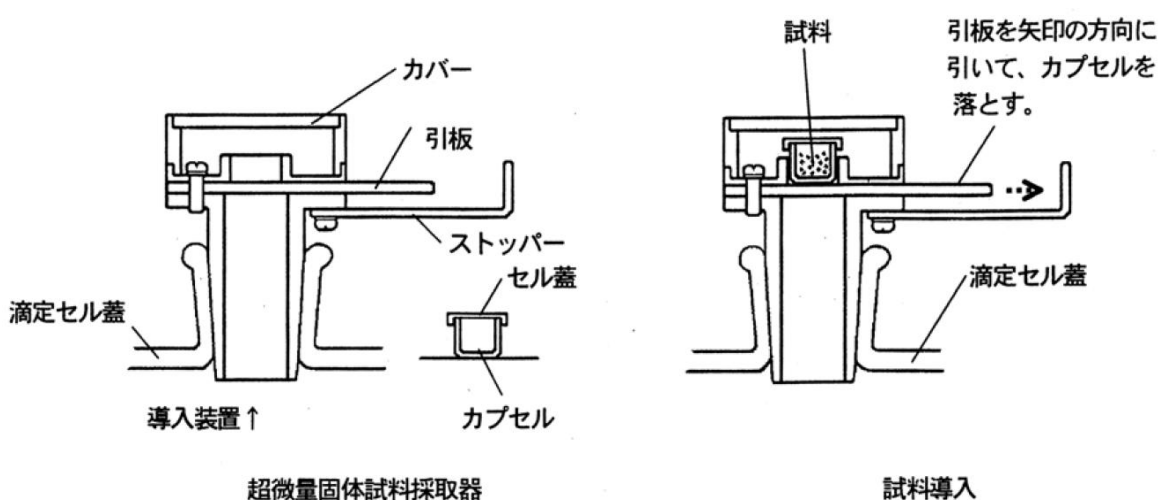


図 3・3 超微量固体試料採取器による試料添加の概念図

4. 測定条件例および測定結果

表 4・1 測定条件例

コンディションファイル	
計算式	0:重量採取 (S) $X=(H_2O-BLANK)/SIZE$
待ち時間	30 秒
電解電流	MEDIUM
S. タイマ	10 分
ブランク値	0 μ g
水分量単位	AUTO
オートインターバル	0 g
最小電解量	5 μ g
BG 自動補正	ON
試料量入力	毎回入力
電解セル	二室セル (標準)

表 4・2 測定結果

試料	試料量 (mg)	測定値 (μg)	水分量		統計結果			備考
チアミン塩化物 塩酸塩	30.1	1143.8	3.8000	%	平均	3.8649	%	発生液 に不溶
	30.4	1177.5	3.8734	%	標準偏差	0.0611	%	
	30.5	1196.0	3.9213	%	変動係数	1.58	%	
葉酸	10.2	798.8	7.9880	%	平均	7.9540	%	発生液 に不溶
	10.1	805.1	7.8931	%	標準偏差	0.0529	%	
	10.0	798.1	7.9810	%	変動係数	0.66	%	

5. 摘要

水分測定を行うときは下記の点に注意して測定を行ってください。

- ① 実験器具は良く乾燥したものを使用してください。乾燥が不十分であると試料が吸湿し、安定した測定結果が得られない可能性があります。
- ② 微量水分の測定を行うときはバックグラウンド値が高いと測定に影響しますので、バックグラウンド値が 10 以下になってから測定を行ってください。
- ③ 超微量固体試料採取器 (パーツ No. E730016-D, 図 3・2) は滴定セルフタに取り付けて使用します。付属のカプセルの容量は約 0.2 mL であり、粉体またはグリース状試料の採取に適します。カプセルはフッ素樹脂でできているため、汚れや水分が吸着しにくく、洗浄・乾燥して繰り返し使用可能です。
測定時に試料とともにカプセルをセルに加えるので、連続測定においてはセル内にカプセルが蓄積します。10 個ほどになると攪拌に支障が出る場合がありますので、取り除いてください。
- ④ 超微量固体試料採取器は他にカプセル容量を 0.3 mL と 0.6 mL に拡大したタイプもございます。(パーツ No. D333492-D)

キーワード：チアミン塩化物塩酸塩、葉酸、日本薬局方