

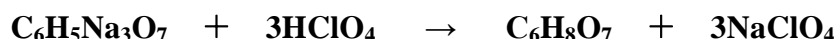
医薬品

クエン酸ナトリウムの定量

1. 測定の概要

医薬関連におけるクエン酸ナトリウムは、採取した血液の凝固防止として用いられます。クエン酸ナトリウムの定量法は、日本薬局方にその測定法が規定されています。

本稿は、クエン酸ナトリウム水和物を乾燥後、酢酸を溶媒として過塩素酸-酢酸標準液で電位差滴定した例を紹介します。



2. 装置構成および試薬

(1) 装置構成

本体	:	平沼自動滴定装置	COM シリーズ
電極	:	ガラス電極	GE-101B
	:	比較電極	RE-201

注)比較電極の内部液を飽和過塩素酸ナトリウム/酢酸溶液に変更

(2) 試薬

滴定液	:	0.1mol/L 過塩素酸-酢酸標準液
滴定溶媒	:	酢酸(特級試薬) 50mL

3. 測定手順

- ① クエン酸ナトリウム水和物 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) を約 1g 採取し、180℃、2 時間乾燥します。(本工程で水和物が無くなります。)
- ② 100mL トールビーカーに、①で乾燥したクエン酸ナトリウム約 0.2g を採取し精秤します。
- ③ 酢酸 30mL を加え、攪拌子を入れて攪拌し、試料を溶解します。
- ④ 電極を浸漬し 0.1mol/L 過塩素酸-酢酸標準液で滴定を行ないます。また、同様の操作で空試験を行ってブランクを求めます。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

ブランクの滴定

コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	17
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0 g	山越タイマ	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	0.000 mL	滴加係数	0
アンプ No.	1	M:滴定液濃度	0.100 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F:ファクタ	1.004	待ち時間	5 秒
スタートタイマ	10 秒	K:係数 1	0	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイマ	0 秒	結果単位	mL	最小滴加量	16
検出開始 mL	0 mL	計算式	D		
検出感度	1000	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.1 mL	滴定液名			
最大滴加 mL	1 mL	電極名	GE-101B/RE-201		
		自動入力先パラメータ	無し		

クエン酸ナトリウムの滴定

コンディション No.	2	コンスタント No.	2	制御モード No.	8
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0 g	山越タイマ	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	0.010 mL	滴加係数	5
アンプ No.	1	M:滴定液濃度	0.100 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F:ファクタ	1.004	待ち時間	5 秒
スタートタイマ	10 秒	K:係数 1	86.02	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	20 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイマ	5 秒	結果単位	%	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	$(D-B)*K*F*M/(S*10)$		
検出感度	300	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.3 mL	滴定液名			
最大滴加 mL	40 mL	電極名	GE-101B/RE-201		
		自動入力先パラメータ	無し		

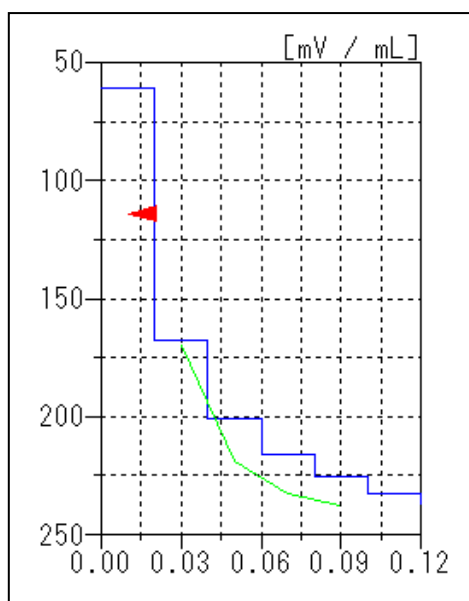
測定結果

ブランクの測定

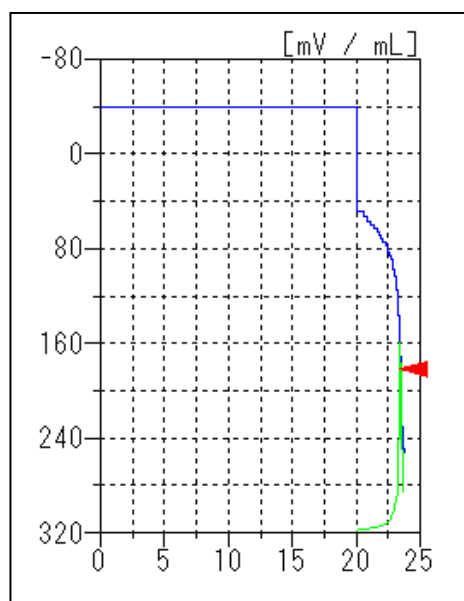
測定回数	試料量(g)	滴定値(mL)
1	—	0.010
2	—	0.010
平均値		0.010 mL

試料の測定

測定回数	試料量(g)	滴定値(mL)	濃度(%)
1	0.2029	23.419	99.640
2	0.2052	23.675	99.601
3	0.2052	23.670	99.580
平均値		:	99.61 %
統計計算		標準偏差	: 0.0304 %
		変動係数	: 0.03 %



ブランクの測定



試料の測定

滴定曲線例

5. 摘要

(1) 過塩素酸滴定における水の影響について

過塩素酸滴定においては、測定系中に水が混入すると、水の水平化効果の影響を受けて、反応系の変化による定量性の低下や終点付近における電位変化の低下などの悪影響を及ぼします。そのため、できるだけ水が混入しないように注意する必要があります。一般的に使用される内部液が塩化カリウム溶液の比較電極では、滴定中に水が混入しますので、下記の(2)で示すような比較電極の作成が必要になります。

(2) 過塩素酸滴定用比較電極の製法について

本測定に使用する比較電極は非水滴定用の電極が必要となります。本測定に使用する比較電極の製法は以下のようになります。

- 比較電極 RE-201 の内部液を抜き取り、内部を酢酸でよく洗浄します。次に過塩素酸ナトリウム（試薬特級品）を酢酸に飽和させた溶液を調整しておき電極の補充口より注入します。製作直後は電極電位が安定しないことがありますので、一昼夜放置後に使用することを推奨します。

(3) 過塩素酸滴定における温度の影響について

過塩素酸-酢酸標準液は有機溶媒(酢酸)を使用しているため、通常の水溶液の滴定液に比べて温度変化にともなう体積変化が大きい(1℃で約 0.11%変化)ため、試料測定時の過塩素酸-酢酸標準液の液温を、できるだけ力価標定時の温度付近とすることが大切です。力価標定時と試料測定時の液温が異なる場合には、力価補正を行う必要があります(力価補正の詳細は、アプリケーションデータ B19 を参照ください)

キーワード：クエン酸ナトリウム、過塩素酸滴定、非水滴定