

アプリケーションノート

アクリノール水和物の水分

関連業種	：	医薬品
使用装置	：	カールフィッシャー水分計
測定手法	：	容量滴定法/直接法
関連規格	：	日本薬局方

1. 概要

日本薬局方では、アクリノール水和物の水分は、カールフィッシャー法の容量滴定法によって測定すると規定されています。本アプリケーションでは、日本薬局方に従い、本品の水分を測定した例を紹介いたします。

2. 測定上の注意点

- ・有機溶剤を用いるため、カールフィッシャー水分計は局所排気装置内に設置してください。
- ・0.01mg の桁まで測定できる電子天秤の使用を推奨します。

3. 分析終了後の処置

脱水溶剤を排液した後、滴定フラスコ、双白金電極をメタノールで洗浄してください。

ビュレットに滴定液を充填したままにした場合、滴定ノズルの先端部に結晶が析出し、吐出部が閉塞します。長期間使用しない場合は、ビュレットから滴定液を排出し、ビュレット、滴定ノズル、各種配管にメタノールを通液して洗浄してください。短期間使用しない場合は、ビュレットに滴定液を充填したまま、滴定ノズルをメタノールに浸漬した状態で保管してください。これにより、吐出部の閉塞を避けることができます。

4. 装置構成

本体: 容量滴定式カールフィッシャー水分計
電極: 双白金電極
サンブラ: 指形サンブラ

5. 試薬

脱水溶剤: ケムアクア脱水溶媒 MET
滴定液: ケムアクア滴定液 TR-3

6. 分析手順

—準備—

- 1) 滴定フラスコに脱水溶剤を約50mL充填します。
- 2) 予備滴定を行い、滴定セル内を無水化します。

—測定—

- 1) 指形サンプルに試料約0.2gを採取し、質量を測定します。
- 2) 側栓を開放し、試料を投入します。
- 3) 側栓を取り付け、測定を開始します。
- 4) 指形サンプルの質量を測定します。試料投入前後のサンプルの質量差を、採取量とします。
- 5) 検出電極の電圧が75mV以下で30秒間維持された時点を終点とします。

7. 計算式

$$\text{水分(\%)} = ((\text{Data} \times \text{TF} - \text{Drift} \times \text{T} - \text{Blank}) / (\text{Wt1} - \text{Wt2})) \times 0.1$$

Data	・・・滴定量(mL)
TF	・・・滴定液の力価(2.8187mg/mL)※
Drift	・・・ドリフト値(mg/s)
T	・・・測定時間(s)
Blank	・・・空試験値(0mg)
Wt1	・・・試料投入前のサンプルの質量(g)
Wt2	・・・試料投入後のサンプルの質量(g)

※滴定液の標定は、水分濃度が既知である標準物質(ケムアクア水標準10)を用いて実施しました。この試薬は1g中に約10mgの水分を含んでいます。純水を用いるよりも、質量測定時の誤差やセルへ投入する際の人為的な誤差を生じにくい利点があります。

8. 測定例

—装置の設定—

〈滴定パラメータ〉		〈制御パラメータ〉	
滴定モード	: 正滴定	終点判断時間	: 30s
滴定開始遅延時間	: 0s	最終滴下量	: 0.01mL
終点判断禁止時間	: 0s	滴定スピード	: 3
滴定制限時間	: 0s	検出モード	: 1
間欠時間	: 0s	ドリフト滴定	: する
最大滴定量	: 10.0mL	滴定開始モード	: 手動
定量注入モード	: しない	終点電位	: 75mV
		データ採取時間	: 5s
		スターラスピード	: 4

(上記の設定は一例です。機種によっては設定項目が異なる場合があります。)

— 滴定曲線の一例 —

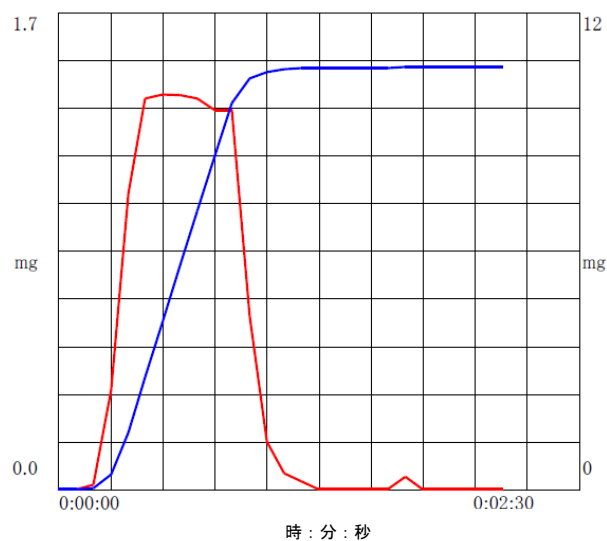


Table1 アクリノール水和物の水分測定結果

	採取量(g)	滴定量(mL)	水分量(mg)	水分濃度(%)
1	0.2052	3.780	10.6547	5.19
2	0.2058	3.785	10.6688	5.18
3	0.2029	3.760	10.5983	5.22
平均	—	—	—	5.20
標準偏差	—	—	—	0.02
RSD(%)	—	—	—	0.40

9. まとめ

RSD 値(相対標準偏差)は 1%未満となり、良好な精度が得られました。また、日本薬局方で規定されている基準(水分濃度 4.5~5.5%)を満たす結果が得られました。