

アプリケーションノート 葉酸の水分

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	:	電量滴定法/直接法
関連規格	:	第十七改正日本薬局方

1. 概要

日本薬局方では、葉酸の水分はカールフィッシャー法の電量滴定法で測定すると規定されています。また、その合格基準は水分濃度が 8.5%以下であることです。

本アプリケーションでは、電量滴定法によって葉酸の水分濃度を測定した例を紹介します。

2. 測定上の注意点

- ・外気の水分の影響を抑制するため、空調設備のある室内で測定を行うようお願いします。
- ・可能であれば 0.01mg の桁まで測定できる電子天秤をご使用ください。

3. 分析終了後の処置

陽極液および陰極液を排液した後、滴定フラスコ、電解電極および双白金電極をメタノールで洗浄するようお願いします。

4. 装置構成

本体 : 電量滴定式カールフィッシャー水分計
電極 : 電解電極、双白金電極

5. 試薬

陽極液 : ケムアクア陽極液AGE
陰極液 : ケムアクア陰極液CGE

6. 分析手順

—準備—

- 1) 滴定フラスコに陽極液約100mLを充填します。
- 2) 電解電極内に陰極液約5mLを充填します。
- 3) 滴定フラスコに微量試料投入器を取り付けます。
- 4) 予備滴定を行い、滴定セル内を無水状態とします。

—測定—

- 1) 微量試料投入器に付属したカップに試料を採取します。
- 2) カップを微量試料投入器にセットし、カバーを取り付けます。
- 3) 微量試料投入器のレバーを引いてカップを滴定セルへ投入し、測定を行います。
- 4) 同様の手順で空のカップを滴定フラスコへ投入して測定を行い、これを空試験値とします。

7. 計算式

$$\text{水分(\%)} = F \times (\text{Moisture} / (\text{Wt1} - \text{Wt2})) \times k$$

F: 補正係数(1)

Wt1: 試料+ 容器の質量(g)

Wt2: 容器の質量(g)

k: 単位換算係数(0.0001)

Moisture: 水分量(Data - Drift × t - Blank) (μg)

Data: 総水分量(μg)

Drift: ドリフト値(μg/s)

t: 測定時間(s)

Blank: ブランク値(32.8 μg)

8. 測定例

—滴定パラメーター—

<滴定パラメーター>

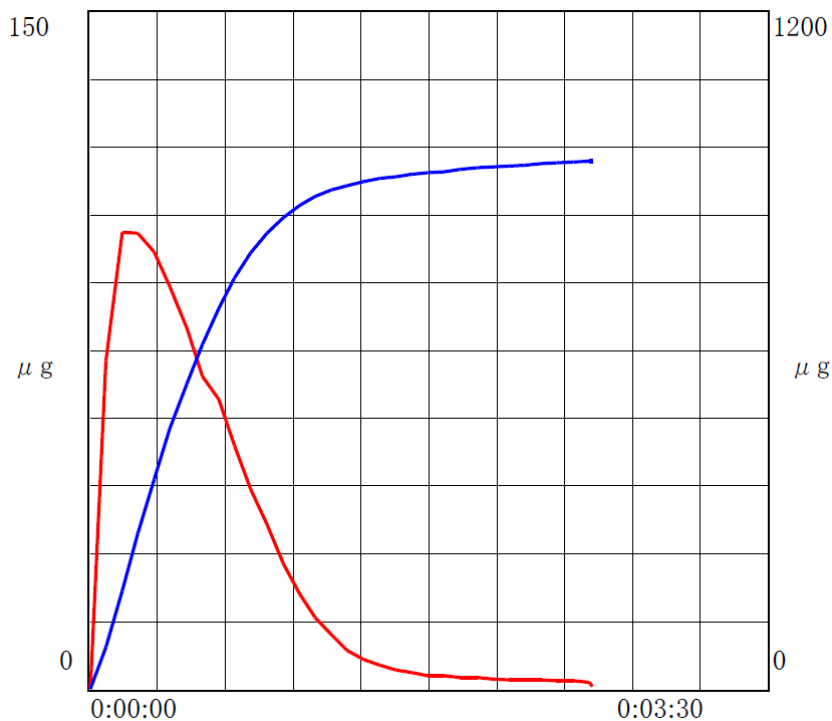
滴定モード	: 水分
滴定開始遅延時間	: 0s
終点判断禁止時間	: 15s
滴定制限時間	: 0 s
ドリフト停止モード	: 相対値
相対ドリフト値	: 0.1 μg/s

<制御パラメーター>

滴定セルタイプ	: 2液セル
安定判断値	: 0.10 μg/s
電解速度係数	: 5.0
電解モード	: 標準
終点電位	: 200mV
滴定開始モード	: 手動
データ採取時間	: 5s
スターラスピード	: 3

(上記測定パラメーターおよび滴定曲線は一例です。)

-滴定曲線および測定結果-



	採取量(g)	水分量(μg) [※]	水分濃度(%)
1	0.0104	870.0	8.37
2	0.0102	861.1	8.44
3	0.0105	843.5	8.03
平均	-	-	8.28
標準偏差	-	-	0.22
RSD(%)	-	-	2.65

※水分量は空試験値 $32.8\mu\text{g}$ を差引いた値です。

9. まとめ

繰り返し性はRSD値で3%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合格基準を満たしました。

本アプリケーションで用いた微量試料投入器は、微量の試料でも容易に採取・投入することが可能、フラスコ壁面に試料が付着しないといった利点があります。

以上