

HIRANUMA APPLICATION DATA	水分データAQVシリーズ	データNo	13	14/10/23
水分	医薬品 – 容量滴定 乳糖水和物 およびL-ヒスチジン塩酸塩水和物			

1. 測定の概要

AQV シリーズでは、カールフィッシャー容量滴定法を採用しています。

容量法では、カールフィッシャー試薬のヨウ素成分は滴定液に含まれており、水分量は滴定液の消費量をもとに求めます。



本アプリケーションデータでは、市販試薬グレードの乳糖水和物およびL-ヒスチジン塩酸塩水和物などの固体試料を、それぞれ日本薬局方の各条の記載を参考に測定しています。

日本薬局方ではこれらの試料を測定する場合の滴定溶媒として、“水分測定用メタノール／水分測定用ホルムアミド混液(2:1)”が指定されています。この滴定溶媒の調製に使用した一般水分測定溶媒SとホルムアミドドライFはそれぞれ日本薬局方の“水分測定用メタノール”と“水分測定用ホルムアミド”に対応しており、水分量はどちらも0.1mg/mL以下となっております。

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16改正

2. 装置構成および試薬

1) 装置構成

本体	:	平沼自動水分測定装置	AQV-2200
滴定セル	:	滴定セル(ドレインコックなし), p/n	D327511-1
採取器	:	粉末ロート(足外径 12mm 以下)	

2) 試薬

滴定液	:	アクアライト KF5
水分測定用メタノール	:	一般水分測定溶媒 S
水分測定用ホルムアミド	:	ホルムアミドドライ F
滴定溶媒	:	一般水分測定溶媒 S／ホルムアミドドライ F 容量比(2:1)混液

3. 測定手順

- ① 滴定セルの共栓を外して滴定溶媒 50mL を加えます。図 3・1 に滴定溶媒の注入図を示します。
 - ② 滴定セル内のブランクを消去し、セル内を無水状態で安定させます。
 - ③ バイアル瓶などの試料を入れて保管している容器を天秤に載せて風袋を消去します。
 - ④ 滴定セルふたの共栓を取り外して粉末ロートを差し込み、薬さじを用いて試料を加えます。投入後は共栓を取り付けます。図 3・2 に粉末ロートと薬さじによる試料の投入図を示します。
 - ⑤ 測定を開始します。測定条件は図 4・1 に示します。
 - ⑥ 再度試料容器を正確に秤量し、秤量値を試料量として本体に入力します。
- * 薬さじやロートに試料が付着してしまう場合は、これらも風袋に含めます。

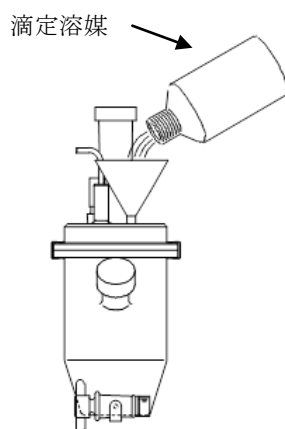


図 3・1 滴定溶媒の注入図

* 説明図はドレインコック付セルです

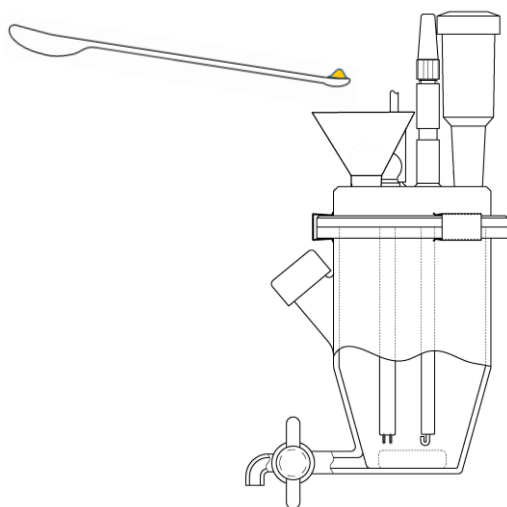


図 3・2 粉末ロートと薬さじによる試料の投入図（直接滴定法）

* 説明図はドレインコック付セルです

4. 測定条件例および測定結果

項目	
計算式	0:重量採取(S)
待ち時間	30 秒
最大滴加量	20 mL
最小滴加量	0.01 mL
S. タイマ	5 分
KF試薬力価	5.7246 mg/mL
KF Buret No.	1
KF吐出速度	12 mL/分
KF吸引速度	24 mL/分
BG自動補正	OFF
試料量入力	毎回入力
ブランク値	0 mL
水分量単位	AUTO
検出メソッド	電位差法
ソルベント	S,O,CE
断続制御点	150 mV
終点	2
オートインターバル	0 g

図 4・1 測定条件例

表 4・1 測定結果

試料名	装置	滴定液 /滴定溶媒	試料量 (g)	滴定値 (mL)	測定値 (mg)	水分量 (%)	統計計算結果	
乳糖水和物	AQV	アクアライトKF5	0.9933	8.74	50.033	5.0370	平均値	5.0202 %
		メタノール/ホルムアミド	1.0074	8.81	50.434	5.0064	標準偏差	0.0155 %
		=2:1	1.0212	8.95	51.235	5.0171	変動係数	0.31 %
L-ヒスチジン塩酸塩水和物	AQV	アクアライトKF5	0.1227	1.84	10.533	8.5844	平均値	8.5406 %
		メタノール/ホルムアミド	0.1230	1.84	10.533	8.5634	標準偏差	0.0586 %
		=2:1	0.1270	1.88	10.762	8.4740	変動係数	0.69 %

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 ビュレットに充填した滴定液は測定前にパージ操作を行い、均一にして使用してください。
- ② KF 滴定液は非水溶媒のため、測定中はなるべく一定の室温で行ってください。
- ③ 固体試料の採取は速やかに行い、試料と外気が接触する時間を短くしてください。水分量が低い場合は同一の操作手順で空試験を行い、結果を測定条件のブランク値に入力します。
- ④ メタノールとホルムアミドの混液は長期間の保管によりアンモニアが発生するとみられ、ブランクの安定化に時間を要するようになります。このような現象が見られた場合は、滴定溶媒 50mL に対して安息香酸約 3g または純水 20~30mg 程度を添加すると、ブランク消去が速やかに行われます。または、滴定溶媒を用時調製することをお勧めします。

キーワード：乳糖、ヒスチジン，日本薬局方