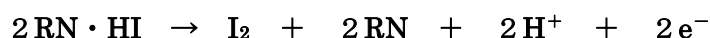


|                           |   |              |       |   |        |
|---------------------------|---|--------------|-------|---|--------|
| HIRANUMA APPLICATION DATA |   | 水分データ AQシリーズ | データNo | 9 | 14/3/5 |
| 水分                        | <b>医薬品 – 電量滴定</b><br><b>チアミン塩化物塩酸塩および葉酸</b> |              |       |   |        |

## 1. 測定概要

AQシリーズでは、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。



医薬品成分の水分を電量滴定により測定する際、水分量が%水準と比較的高い場合は試料の添加量は数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、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16改正

## 2. 装置構成および試薬

### 1) 装置構成

|      |   |                   |                   |
|------|---|-------------------|-------------------|
| 本体   | : | 平沼微量水分測定装置        | AQ-2200           |
| 滴定セル | : | 標準電解セル（ドレインコックなし） | パーツ No. E324017-1 |
| 採取器  | : | 超微量固体試料採取器        | パーツ No. E730016-A |

### 2) 試薬

|     |   |             |
|-----|---|-------------|
| 発生液 | : | アクアライト RS-A |
| 対極液 | : | アクアライト CN   |

### 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・2 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。測定条件は図 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。

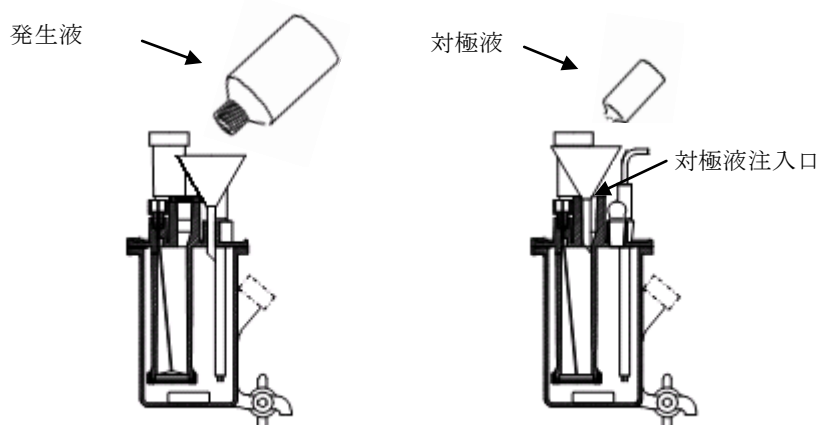


図 3・1 発生液および対極液の注入図

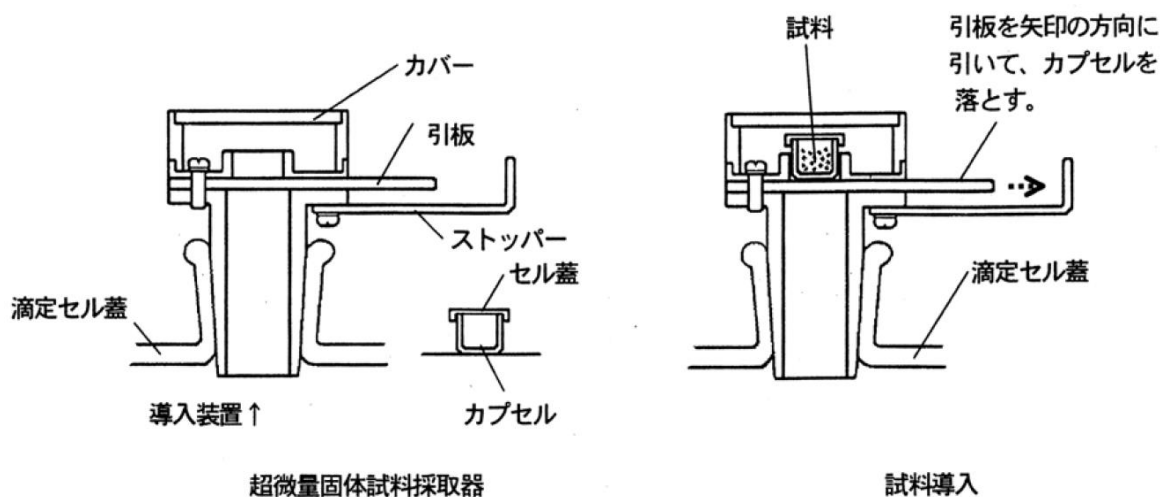


図 3・2 超微量固体試料採取器による試料添加の概念図

## 4. 測定条件例および測定結果

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

図 4・1 測定条件例

表 4・1 測定結果

| 試料名        | 装置 | 電解セル | 電解液  | 試料量<br>(mg) | 測定値<br>( $\mu$ g) | 水分量<br>(%) | 備考   |
|------------|----|------|------|-------------|-------------------|------------|------|
| チアミン塩化物塩酸塩 | AQ | 標準   | RS-A | 33.2        | 1005.4            | 3.0283     | 発生液に |
|            |    |      | CN   | 30.3        | 912.7             | 3.0122     | 不溶   |
|            |    |      |      | 32.4        | 982.7             | 3.0330     |      |
| 葉酸         | AQ | 標準   | RS-A | 12.5        | 814.9             | 7.8356     | 発生液に |
|            |    |      | CN   | 15.0        | 962.9             | 7.7032     | 不溶   |
|            |    |      |      | 11.5        | 880.9             | 7.6600     |      |

## 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。

キーワード：チアミン塩化物塩酸塩、葉酸、日本薬局方