

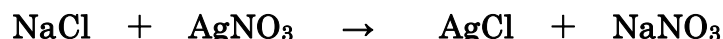
医薬品

腹膜透析液中の塩化物の定量

1. 測定概要

腹膜透析液中の塩化物を定量する例を紹介します。

塩化物の定量には、硝酸銀標準液による沈殿滴定が用いられます。試料を一定量採取し、硝酸酸性として硝酸銀標準液で電位差滴定を行い、塩化ナトリウム換算で塩化物濃度を算出します。



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 : 銀比較複合電極 AGR-811 (ダブルジャンクション型)

※上記以外の電極として、以下の電極も使用可能です。

- ・AGR-801 (銀比較複合電極)
- ・AG-311 (銀指示電極) と MS-231 (銀比較電極) の組み合わせ
- ・AG-311 と RE-241 (ダブルジャンクション型比較電極) の組み合わせ

注) 一般に用いられる比較電極 (RE-201) を使用すると塩化カリウム内部液が流出し測定の誤差となるため使用できません。

なお、AGR-801 および MS-231 は内部極に水銀 (硫酸第一水銀) を使用しています。廃棄するときは専門の産業廃棄物処理業者に依頼してください。

(2) 試薬

滴定液 : 0.1mol/L 硝酸銀標準液

添加液 : 1mol/L 硝酸溶液 2mL

*塩化銀沈殿凝集防止剤 1mL (パーツ No. E250223-A)

3. 測定手順

- ① 試料 10mL をホールピペットで採取し、100mL ビーカーに入れます。
- ② 純水を約 40mL 加えます。
- ③ 1mol/L 硝酸溶液を 2mL 加えます。
- ④ 塩化銀沈殿凝集防止剤を 1mL 加えます。
- ⑤ 電極を浸漬し、0.1mol/L 硝酸銀標準液で滴定を行ないます。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

ブランクの測定

| | | | | | |
|------------|--------|------------|--------------|----------|---------|
| コンディションNo. | 1 | コンスタントNo. | 1 | 制御モードNo. | 14 |
| メソッド | 変曲点検出 | S:試料量 | 0.0000 mL | 山越タイム | 0 秒 |
| ビュレットNo. | 1 | B:ブランクmL | 0.0000 mL | 滴加係数 | 0 |
| アンプNo. | 2 | M:滴定液濃度 | 0.1000 mol/L | 滴加感度 | 0 mV |
| 表示単位 | mV | F:ファクタ | 1.0010 | 待ち時間 | 5 秒 |
| スタートタイム | 10 秒 | K:係数1 | 0.000 | 待ち感度 | 3 mV |
| 連続滴加 mL | 0 mL | L:係数2 | 0.000 | ビュレット速度 | 2 |
| 反応タイム | 0 秒 | 結果単位 | mL | 最小滴加量 | 8 |
| 検出開始 mL | 0 mL | 計算式 | D | | 0.01 mL |
| 検出感度 | 500 | 小数点以下桁数 | 3 | | |
| 過滴加 mL | 0.1 mL | 自動入力先パラメータ | 無し | | |
| 最大滴加mL | 1 mL | | | | |

試料の測定

| | | | | | |
|------------|--------|------------|---------------|----------|---------|
| コンディションNo. | 2 | コンスタントNo. | 2 | 制御モードNo. | 4 |
| メソッド | 変曲点検出 | S:試料量 | 10.0000 mL | 山越タイム | 0 秒 |
| ビュレットNo. | 1 | B:ブランクmL | 0.0150 mL | 滴加係数 | 9 |
| アンプNo. | 2 | M:滴定液濃度 | 0.1000 mol/L | 滴加感度 | 0 mV |
| 表示単位 | mV | F:ファクタ | 1.0010 | 待ち時間 | 3 秒 |
| スタートタイム | 10 秒 | K:係数1 | 58.440 | 待ち感度 | 3 mV |
| 連続滴加 mL | 0 mL | L:係数2 | 0.000 | ビュレット速度 | 2 |
| 反応タイム | 0 秒 | 結果単位 | g/L | 最小滴加量 | 40 |
| 検出開始 mL | 0 mL | 計算式 | (D-B)*K*F*M/S | | 0.05 mL |
| 検出感度 | 500 | 小数点以下桁数 | 4 | | |
| 過滴加 mL | 0.1 mL | 自動入力先パラメータ | 無し | | |
| 最大滴加mL | 20 mL | | | | |

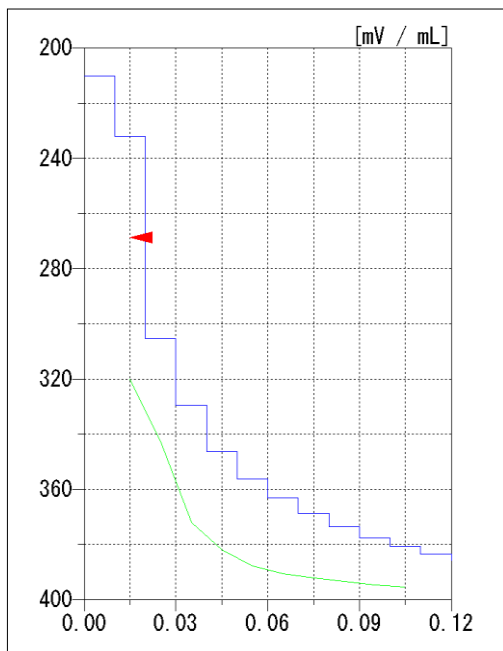
測定結果

ブランクの測定

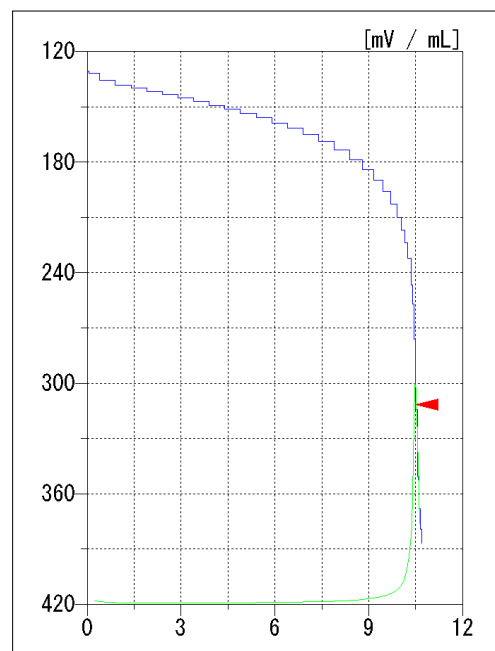
| 測定回数 | 試料量 (g) | 滴定値 (mL) | |
|------|------------|--------------|----|
| 1 | — | 0.017 | |
| 2 | — | 0.013 | |
| 3 | — | 0.015 | |
| | 平均値 (ブランク) | 0.015 | mL |

試料の測定

| 測定回数 | 試料量 (mL) | 滴定値 (mL) | 塩化物濃度 (g/L) |
|------|----------|----------|------------------|
| 1 | 10 | 10.497 | 6.1318 |
| 2 | 10 | 10.490 | 6.1277 |
| 3 | 10 | 10.509 | 6.1388 |
| | | 平均値 | 6.133 g/L |
| | | 標準偏差 | 0.006 g/L |
| | | 変動係数 | 0.092 % |



酸のブランクの測定



試料の測定

滴定曲線例

5. 摘要

(1) 腹膜透析液に含まれる塩化物について

腹膜透析液中に含まれる塩化物は、塩化ナトリウムの他に、塩化カルシウムや塩化マグネシウムが含有されるため、測定される塩化物はこれらの含量として求められることに注意してください。

(2) 測定精度の改善について

測定精度を改善するには、下記の点に注意して測定するとよい結果が得られます。

- ① 滴定の終点近傍では、塩化銀の生成が比較的遅くなることおよび滴定時の温度が低いと電極の応答速度が低下することが予測されますので“待ち時間”を少し長め(本条件では3秒)に設定します。
- ② 沈殿した塩化銀の指示電極への付着や塩素イオンの吸着を防ぐために塩化銀沈殿凝集防止剤(パーツ No. E250223-A) を添加します。
- ③ 滴定廃液に含まれる塩化銀を回収するために塩化銀沈殿凝集剤(パーツ No. E250224-A) を用いることで塩化銀を凝集することができます。

キーワード：塩化物、腹膜透析液、沈殿滴定、銀電極、硝酸銀、塩化銀沈殿凝集防止剤