

医薬品**乳糖の水分**

カールフィッシャー水分計

Karl Fischer Moisture Titrator

容量滴定法
(直接)

規格

JIS K 0113
ASTM E 203日本薬局方
ISO 760

1.概要

カールフィッシャー試薬による水分定量は、最も信頼できる水分定量法として、世界中で広く用いられています。国際規格のISOや各国の標準試験法のASTM等、国内ではJISをはじめとする多くの公定法に採用されています。

乳糖の水分を、JIS K 0113・2005電位差、電流、電量、カールフィッシャー滴定法通則にもとづき、容量滴定法で測定します。

乳糖は、脱水溶剤FM II (糖類用)に容易に溶けるので、この溶剤にて水分測定を行います。

2.参考文献

- 1) JIS K 0113-2005 電位差・電流・電量・カールフィッシャー滴定方法通則
- 2) ASTM E 203-16 Standard Test Method for Water Using Volumetric Karl Fischer Titration
- 3) ISO 760:1978 Determination of Water-Karl Fischer method (General method)
- 4) ハイドラナール マニュアル RdH社発行
- 5) 日本薬局方 第17局

3.測定上の注意点

- 1) 測定の際、雰囲気的水分影響を受けないように、空調の設備された部屋で測定を行ってください。
- 2) 試料の取扱いには、十分注意してください。
- 3) カールフィッシャー試薬の力価は、測定に使用する溶剤を用いて事前に求めておいてください。
- 4) 一般的に糖類は脱水溶剤FMにて行いますが、乳糖に限ってはホルムアミドとメタノールを1:2で混合している脱水溶剤FM IIにて測定を行ってください。

4.分析終了後の処置

滴定フラスコ内の試料と脱水溶剤を排液し、電極を洗浄してください。
また滴定フラスコには脱水溶剤を加えて、電極が浸かった状態にしておいてください。

5.装置構成

本体 : 容量滴定方式 カールフィッシャー水分計
電極 : KF用双白金電極

6.試薬

滴定液 : ハイドラナール コンポジット2および5 (RdH社製)
脱水溶剤 : 脱水溶剤FMⅡ(糖類用) (林純薬工業株式会社製)

7.分析手順

—準備—

- 1) 滴定フラスコに脱水溶剤FMⅡを約30mL入れます。
- 2) 予備滴定を行い、滴定フラスコ内を滴定液にて無水状態にします。

—測定—

- 1) 試料性状に適したサンプルに約0.2gの試料を採取します。
- 2) 0.1mgの最小表示値を持つ天びんで1)項のサンプル質量を測定します。
- 3) サンプルの試料を滴定フラスコに投入し、脱水溶剤に溶かします。
- 4) 水分計のStartキーを押します。
- 5) 3)項のサンプル質量を測定します。
- 6) 水分計のWt1に2)項の質量を、Wt2に5)項の質量を入力します。
- 7) 自動検出する終点の滴定量から、水分濃度を求めます。

8.計算式

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

Data : 滴定量 (mL)
F : 滴定液の力価 (mg H₂O / mL)
Blank : ブランク値 (mg)
Wt1 : 試料 + 容器の質量 (g)
Wt2 : 容器の質量 (g)

9.測定例

-滴定パラメータ-

MKV-710M/S,MKA-610	MKA-520	MKS-500
Method No. 1 [Titration] Titr.mode Normal t(stir) 0 s t(wait) 10 s t(max) 0 s t(interval) 0 s Max.volume 10 mL Titr.bur.No. 1 Dose mode Off [Control] End time 30 s Final vol. 0.01 mL Titr.speed 3 Detect.mode 1 Drift titr. On Start mode Manual End level 75 mV Samp.time 5 s Stir.speed 4	[Titration] Method 1 Titr Mode Normal Titr Buret No. 1 End Time 30 s Final Vol. 0.01 mL Titr.Speed 3 Detector Mode 1 t(stir) 0 s t(wait) 10 s t(max) 0 s Drift Titr On Start Manual Max.Volume 10 mL Dose mode Off Oven Off	[Titration] Method Direct Titr.Speed 3 End Time 30 s Final Vol. 0.01 mL Detector Mode Normal t(stir) 0 s t(max) 0 s Drift Titr. On Max.Volume 10 mL

-計算パラメータ-

MKV-710M/S,MKA-610	MKA-520	MKS-500
[Calculation] Calc.type Sample Blank No. 1 Calc.No. 2 Unit % Decimal 2 Fraction Round (Half adjust) Drift comp. Off Evaluation Off	[Calculation] Calc. 2 Unit % Weight Variable	[Calculation] g->%

—測定結果—

試料名	試料採取量 (g)	溶剤	水分値	
			mg	%
乳糖（無水物）	0.1539	脱水溶剤FMⅡ	0.90	0.58
乳糖（一水和物）	0.1840	脱水溶剤FMⅡ	9.24	5.02

10.まとめ

乳糖はラクトースとも呼ばれる化学式 $C_{12}H_{22}O_{11}$ 、分子量342.3の二糖です。牛乳や人乳問わず哺乳類の乳汁に含まれています。

今回の試料においては、脱水溶剤FMⅡに溶解しますので水分測定は問題なく行うことができます。

カールフィッシャー水分計を使用することによって、より安定した水分測定が可能になります。