

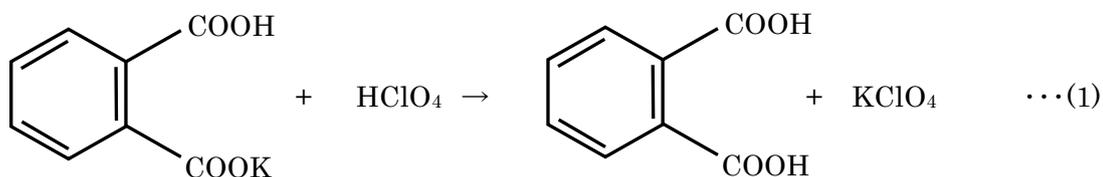
医薬品

フタル酸水素カリウムによる 過塩素酸-酢酸標準液の力価標定

1. 測定の概要

各種医薬品の定量法として、過塩素酸-酢酸標準液を用いて測定する方法が、日本薬局方に規定されており、過塩素酸-酢酸標準液の力価標定としてフタル酸水素カリウムを用いる方法が記載されています。

本データシートは、フタル酸水素カリウムを酢酸に溶解して、過塩素酸-酢酸標準液で電位差滴定を行って力価を測定したものです。フタル酸水素カリウム 1mol と過塩素酸 1mol が定量的に反応します(式 1)。



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	: ガラス電極	GE-101B
	: 比較電極	RE-201

注)比較電極の内部液を飽和過塩素酸ナトリウム/酢酸溶液に変更

(2) 試薬

滴定液	: 0.1mol/L 過塩素酸-酢酸標準液
滴定溶媒	: 酢酸(特級試薬) 50mL
標準試料	: フタル酸水素カリウム 容量分析用標準物質(認定値付き)

3. 測定手順

- 100mL ビーカーにフタル酸水素カリウム約 0.3g を採取し精秤します(0.1mg の桁まで)。
- 酢酸 50mL を加え、攪拌子を入れてホットスターラで加温及び攪拌して試料を溶解し、溶解後室温まで冷やします。
- 電極を浸漬し 0.1mol/L 過塩素酸-酢酸標準液で滴定を行ないます。また、同様の操作で空試験を行ってブランクを求めます。

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.	17
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0.0000 g	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.	1	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	0.0000	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
検出開始 mL	0 mL	結果単位	mL	最小滴加量	16
検出感度	300	計算式	D		0.02 mL
過滴加 mL	0.2 mL	小数点以下桁数	3		
最大滴加mL	1.0 mL	自動入力先パラメータ	無し		

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.	8
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0.0000 g	山越タイム	0 秒
ビュレットNo.	1	B:ブランクmL	0.0100 mL	滴加係数	5
アンプNo.	1	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	0.9998	待ち時間	5 秒
スタートタイム	10 秒	K:係数1	204.224	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	8.0 mL	L:係数2	1.000	ビュレット速度	2
反応タイム	30 秒	結果単位	Fact2	最小滴加量	40
検出開始 mL	0.2 mL	計算式			0.05 mL
検出感度	300	$S * F * 1000 / (K * M * (D - B))$			
過滴加 mL	0 mL	小数点以下桁数			
最大滴加mL	30 mL	自動入力先パラメータ	無し		

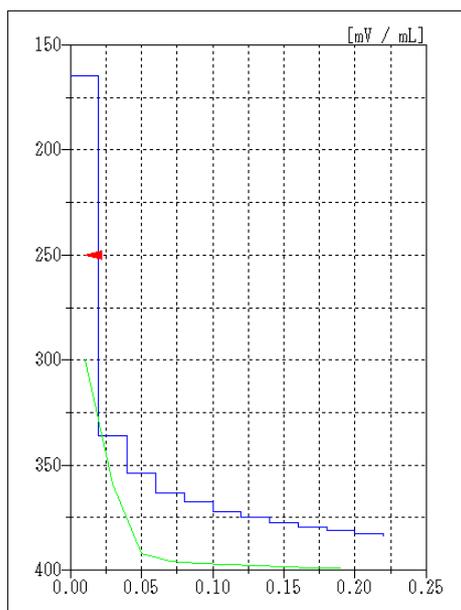
測定結果

ブランクの測定

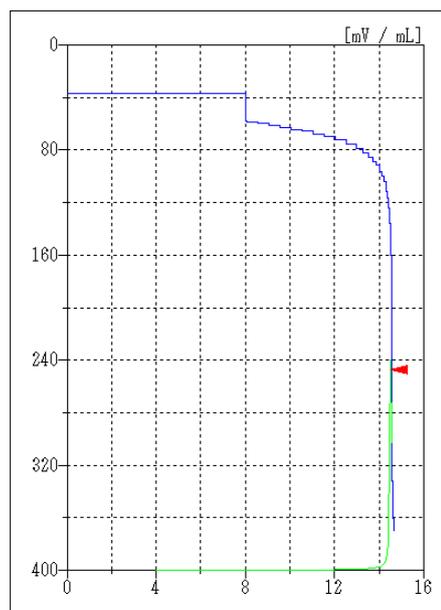
測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)
1	—	0.010
2	—	0.010
	平均値 (ブランク)	0.010 mL

試料の測定

測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)	力価
1	0.2908	14.271	0.9983
2	0.3068	15.061	0.9979
3	0.2956	14.526	0.9969
		平均値	0.9977
		標準偏差	0.001
		変動係数	0.072 %



ブランクの測定



試料の測定

滴定曲線例

5. 摘要

(1) 過塩素酸滴定における水の影響について

過塩素酸滴定においては、測定系中に水が混入すると、水の水平化効果の影響を受けて、反応系の変化による定量性の低下や終点付近における電位変化の低下などの悪影響を及ぼします。そのため、できるだけ水が混入しないように注意する必要があります。一般的に使用される内部液が塩化カリウム溶液の比較電極では、滴定中に水が混入しますので、下記の(2)で示すような比較電極の作成が必要になります。

(2) 過塩素酸滴定用比較電極の製法について

本測定に使用する比較電極は非水滴定用の電極が必要となります。本測定に使用する比較電極の製法は以下のようになります。

- ・ 比較電極 RE-201 の内部液を抜き取り、内部を酢酸でよく洗浄します。次に過塩素酸ナトリウム（試薬特級品）を酢酸に飽和させた溶液を調整しておき電極の補充口より注入します。製作直後は電極電位が安定しないことがありますので、一昼夜放置後に使用することを推奨します。

(3) 過塩素酸滴定における温度の影響について

過塩素酸-酢酸標準液は有機溶媒(酢酸)を使用しているため、通常の水溶液の滴定液に比べて温度変化にともなう体積変化が大きい(1℃で約 0.11%変化)ため、試料測定時の過塩素酸-酢酸標準液の液温を、できるだけ力価標定時の温度付近とすることが大切です。力価標定時と試料測定時の液温が異なる場合には、力価補正を行う必要があります(力価補正の詳細は、アプリケーションデータ B19 を参照ください)

キーワード：医薬品、日本薬局方、過塩素酸滴定、力価標定、非水滴定、フタル酸水素カリウム