

アプリケーションノート 安息香酸の定量

関連業種	医薬品
使用装置	電位差自動滴定装置
測定手法	電位差滴定法 / 中和滴定
関連規格	日本薬局方

1. 概要

安息香酸は、医薬品としては、局所の殺菌・防カビ剤等に使用されています。このため、日本薬局方では、安息香酸の定量法が規定されています。本アプリケーションでは、日本薬局方に基づいて安息香酸を定量した事例を紹介します。

2. 分析終了後の処置

電極を保管する際は、電極内部液の流出および濃縮を抑制するため、比較電極の内部液充填口をゴム栓で密栓してください。

- ・短期的な保管(一か月未満) 純水に浸漬させて保管。
- ・長期的な保管(一か月以上) pH4 標準液と 3.3 mol/L 塩化カリウム水溶液を同量の体積比で混合した溶液に浸漬させて保管。

3. 装置構成

本体	電位差自動滴定装置(標準プリアンプリファイア STD-)
電極	複合ガラス電極(外筒内部液:3.3mol/L塩化カリウム水溶液)

4. 試薬

滴定液	0.1 mol/L水酸化ナトリウム水溶液
溶媒	中和エタノール [※] 、純水
	※適量のエタノールにフェノールフタレイン試液2~3滴を加え、淡赤色を呈するまで0.01 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液を加える。溶媒は、用時調製してください。

5. 分析手順

- 1) シリカゲルを乾燥剤としたデシケータ内で試料を3時間乾燥します。
- 2) 試料約 0.5 g をビーカに採取し、質量を測定します。
- 3) 中和エタノール 25 mL および純水 25 mL を加え、試料を溶解させます。0.1 mol/L水酸化ナトリウムで滴定します。

6. 計算式

$$\text{安息香酸の純度(\%)} = (\text{EP1} - \text{BL1}) \times \text{TF} \times \text{C1} \times \text{K1} / \text{S}$$

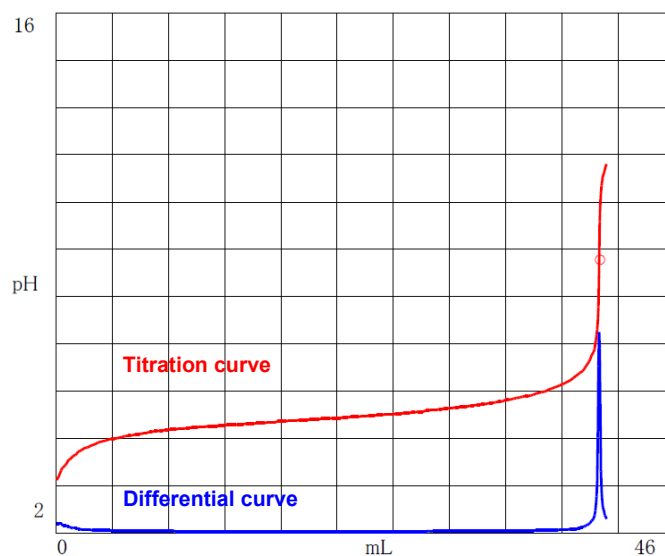
S	試料採取量 (g)
EP1	滴定量 (mL)
TF	滴定液のファクター= 0.9789
BL1	空試験時の滴定量= 0(mL)
C1	濃度換算係数= 12.21(mg/mL)
K1	単位換算係数= 0.1

7. 測定例

〈滴定モード〉	自動間欠	〈制御パラメータ〉	
〈滴定様式〉	自動終点停止	終点検出数	1
〈滴定パラメータ〉		終点判断方法	自動
最大滴定量	60mL	ゲイン	1
検出方法	chl, pH	データ採取条件	自動
滴定前の待ち時間	0s	制御速度モード	自動
定量注入モード	しない	その他の制御	標準
		スタースピード	4
		自動間欠モード	標準

(上記の設定は一例です。機種によっては設定項目が異なる場合があります。)

— 滴定曲線の一例 —



—測定結果—

Table. 安息香酸の純度測定

	採取量 (g)	終点滴定量 (mL)	純度 (%)
1	0.5085	42.5088	99.92
2	0.5074	42.3084	99.67
3	0.5017	41.8609	99.73
平均			99.77
標準偏差			0.13
RSD(%)			0.13