

アプリケーションノート

酢酸/無水酢酸を溶媒とする滴定による アクリノール水和物の定量

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

アクリノール水和物は、日本薬局方に収載されている医薬品のひとつです。このアプリケーションでは、日本薬局方に基づいて本品を定量した例を紹介합니다。日本薬局方では、「本品を定量するとき、換算した脱水物に対し、アクリノール98.5～101.0%を含む」と規定されています。そのため、別途カールフィッシャ法で水分を測定する必要があります。

2. 測定上の注意点

- ・試料が溶媒に溶けにくいいため充分攪拌し、試料が完全に溶解してから測定を開始してください。
- ・この滴定では水の混入が誤差の要因となります。水の混入を避けるため、比較電極の内部液として以下のいずれかをご使用ください。

- 1) 1mol/L 塩化リチウム酢酸溶液
- 2) 飽和過塩素酸ナトリウム酢酸溶液

1) の内部液は弊社にて取り扱っておりますので、ご要望の際は弊社までご連絡ください。
2) の内部液を使用される場合は、お客様にて調製して頂く必要があります。調製の際は、無水過塩素酸ナトリウムを酢酸に飽和させ、上澄み液を用います。

3. 分析終了後の処置

内部液の流出を抑制するため、比較電極を使用しない時は、内部液充填口をゴム栓で密栓してください。

ガラス電極は、乾燥状態で保管すると性能の低下が早まります。以下のように保管することを推奨します。

- ・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 3.3mol/L 塩化カリウム水溶液を 1:1 の体積比で混合した溶液に浸漬させて保管。

4. 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 : ガラス電極
 ダブルジャンクション型比較電極(外筒内部液:1mol/L塩化リチウム酢酸溶液)

5. 試薬

滴定液 : 0.1mol/L過塩素酸酢酸溶液
 溶媒 : ギ酸 (純度98~100%)
 無水酢酸と酢酸を体積比1:1で混合したもの

6. 分析手順

～測定～

- 1) 試料約0.27gをビーカーに採取し、質量を測定します。
- 2) ギ酸5mLを加え、試料を溶解させます。
- 3) 無水酢酸・酢酸の混合溶媒60mLを加え、直ちに0.1mol/L過塩素酸酢酸溶液で滴定します。
- 4) 別途、空試験を行い、試料測定時の滴定量を補正します。

7. 計算式

アクリノール水和物の純度(%)=(EP1-BL1)×TF×C1×K1/(S*((100-SMW)/100))

| | | |
|-----|-------------|--------------|
| EP1 | : 滴定量 (mL) | |
| BL1 | : 空試験時の滴定量 | = 0.04993mL |
| TF | : 滴定液のファクタ | = 1.04695※1 |
| C1 | : 濃度換算係数 | = 34.34mg/mL |
| K1 | : 単位換算係数 | = 0.1 |
| S | : 試料採取量 (g) | |
| SMW | : 試料の水分量 | = 5.1999%※2 |

※1 容量分析用標準物質のフタル酸水素カリウムを基準にしてファクタを求めました。標定の詳細な手順は、日本薬局方をご参照ください。

※2 試料の水分量は、別途容量滴定式カールフィッシャ水分計で測定します。水分測定方法の詳細は、日本薬局方をご参照ください。

また、弊社のアプリケーションノート「APKF-0153」も参考にしてください

8. 測定例

—滴定パラメータ—

<滴定モード> : 自動間欠
 <滴定様式> : 自動終点停止

| | |
|--|---|
| <滴定パラメータ> ビュレット No. : 1 最大滴定量 : 20 (mL) 検出方法(制御用) : Ch1, mV 検出方法(参照用) : Off pH 入力電位 : 標準 滴定の種類 : チェックしない 終点検出方向 : 自動 滴定前の待ち時間 : 0 (s) 定量注入モード : しない | <制御パラメータ> 終点検出数 : 1 ゲイン : 1 終点判断方法 : 自動 データ採取条件 : 自動 制御速度モード : 標準 その他の制御 : 標準 スターラスピード : 4 |
|--|---|

上記測定パラメータは一例です。機種によりパラメータ項目が異なる場合があります。

—滴定曲線の一例—

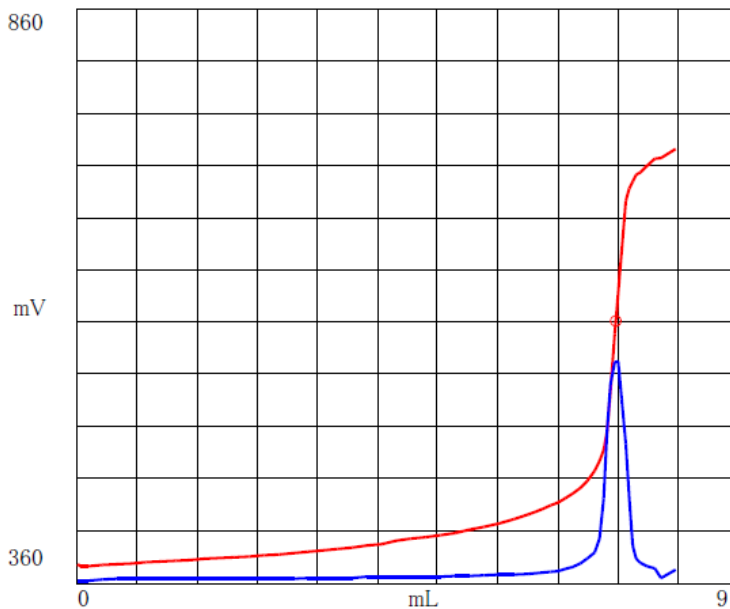


Table 1 アクリノールー水和物の測定結果

| | 採取量 (g) | 終点滴定量 (mL) | 滴定時間 (:分:秒) | 純度 (%) |
|--------|------------|---------------|----------------|-----------|
| 1 | 0.2744 | 7.4306 | 0:04:40 | 100.76 |
| 2 | 0.2776 | 7.3831 | 0:04:04 | 100.18 |
| 3 | 0.2751 | 7.3435 | 0:04:26 | 100.54 |
| 平均値 | | | | 100.49 |
| 標準偏差 | | | | 0.29 |
| RSD(%) | | | | 0.29 |

9. まとめ

繰り返し性はRSD(相対標準偏差)で1%未満となり、良好な精度が得られました。また、定量値は98.5~101.0%の範囲内となり、日本薬局方の規定を満たしました。弊社の電位差自動滴定装置を用いることにより、アクリノールー水和物の定量が可能です。