

シート No.

GT200-ME009R

製薬・化粧品

## 無水カフェインの定量法

1/4

※本シートはご参考として提供するものであり、分析値を保証するものではありません。  
分析環境などによる外的要因や試料の性状を考慮し、最適条件でご使用ください。

## 測定 の 概 要

無水カフェインの規格は日本薬局方にて規定されており、乾燥したものを定量した時、無水カフェイン98.5%以上を含むことと記載されています。無水カフェインは鎮痛剤や栄養ドリンク等に利用されています。

滴定の種類 : 中和滴定 (非水)

滴定モード : INF 検出:mV

参考規格・文献: 日本薬局方 無水カフェイン・定量法

## 装 置 構 成

自動滴定装置 GT-200 電極: スリ可動型参照電極ーガラス電極

参照電極内部液: 3.3mol/Lー塩化カリウム溶液

## 使 用 試 薬

[ 滴定液 ] ■ 0.1mol/Lー過塩素酸・酢酸溶液

[ 試薬 ] ■ 無水酢酸: 酢酸 (6:1) ■ 容量分析用標準物質 フタル酸水素カリウム

■ 酢酸

## 分 析 操 作

[ 力価標定に使用する酢酸のブランク測定 ]

- (1) 酢酸 (特級試薬) 50mlをメスシリンダーにて採取し、100mlビーカーに入れます。
- (2) 0.1mol/Lー過塩素酸・酢酸溶液で滴定します。

[ フタル酸水素カリウムによる過塩素酸・酢酸溶液の力価標定 ]

- (1) フタル酸水素カリウム0.3gを100mlビーカーに正確に採取します。
- (2) ブランクを測定した酢酸50mlをメスシリンダーで採取し、ビーカーに加えます。
- (3) 攪拌して溶解し、0.1mol/Lー過塩素酸・酢酸溶液で滴定します。

シート No.

GT200-ME009R

## 無水カフェインの定量法

2/4

[ 力価標定 計算式 ]

$$\text{過塩素酸・酢酸溶液ファクター} = 1000 / S / ((A1 - BL) \times M \times E \times FW)$$

- S : 試料採取量(g)  
A1 : 力価標定時の0.1mol/Lー過塩素酸・酢酸溶液の滴定量(ml)  
BL : 酢酸のブランク  
M : 0.1mol/Lー過塩素酸・酢酸溶液のモル濃度  
E : 0.1mol/Lー過塩素酸・酢酸溶液の当量数  
FW : フタル酸水素カリウムの式量(204.2)

[ 試料測定時に使用する無水酢酸:酢酸(6:1)のブランク測定 ]

- (1) 滴定溶剤70mlをメスシリンダーにて採取して100mlビーカーに入れます。
- (2) 0.1mol/Lー過塩素酸・酢酸溶液で滴定します。

[ 無水カフェインの定量法 ]

- (1) 100mlビーカーに無水カフェイン約0.4gを0.1mgの桁まで精秤します。
- (2) 無水酢酸:酢酸(6:1)70mlをメスシリンダーにて採取してビーカーに加えます。
- (3) 攪拌して無水カフェインを完全に溶解します。
- (4) 0.1mol/Lー過塩素酸・酢酸溶液で滴定します。

[計算式]

$$\text{純度(\%)} = (A1 - BL) \times M \times E \times f \times FW / S \times R / 10 \text{ (固定式使用)}$$

- A1 : 変曲点までの0.1mol/Lー過塩素酸・酢酸溶液の滴定量(ml)  
BL : 無水酢酸:酢酸(6:1)のブランク  
M : 0.1mol/Lー過塩素酸・酢酸溶液のモル濃度  
E : 0.1mol/Lー過塩素酸・酢酸溶液の当量数(1)  
FW : 無水カフェインの式量(194.19)  
S : 試料採取量(g)  
R : 希釈率(1)

## その他

- 電極は測定の都度純水にて洗浄し、5分間純水に浸漬して復極させてください。
- ビュレット吸引位置の設定を75%にしてください。
- 復極後はアルコールなどをかけて水を置換するか、ペーパー等で拭ってから試料溶液に浸してください。
- フタル酸水素カリウム及び無水カフェインは必ず乾燥させたものを使用してください。
- 測定に使用する薬品のラベル表示や安全データシートを必ず確認し、充分注意して取り扱ってください。
- 試薬の取り扱い時には保護めがねや手袋等の保護具を着用ください。

シート No.

GT200-ME009R 無水カフェインの定量法

3/4

## 測定結果

	試料採取量(g)	滴定量(ml)	測定値(%)
1	0.4040	21.0721	100.3
2	0.4034	21.0161	100.2
3	0.4059	21.1606	100.3

データ数 (n) 3  
平均値 100.3  
標準偏差 (SD) 0.0594  
相対標準偏差 (RSD%) 0.0592

無水カフェイン(市販品特級試薬)の純度は、先の計算式より100.3%と算出されました。相対標準偏差(RSD%)は0.06%であり、再現性良く測定できました。

シート No.

GT200-ME009R

無水カフェインの定量法

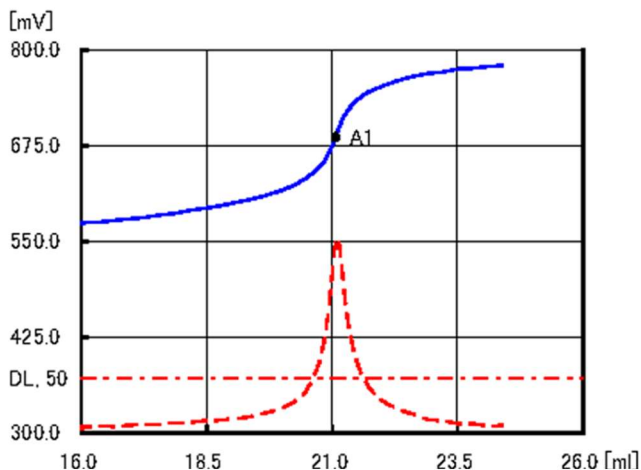
4/4

ID No. : 9 GT No.1

User : GT-200

測定日時 : 2013/12/13 15:16  
サンプル名 : 無水カフェイン

測定の種類 : Sample Titr  
サンプルサイズ(S) : 0.4040 [g]



C1 : 100.326 [%]

A1 : 21.0721 [ml] 686 [mV]

測定開始電位(Pi) : 351 [mV]  
 滴定開始(Start) : 16 [ml] 574 [mV]  
 滴定終了(End) : 24.398 [ml] 780 [mV] 測定時間(Time) : 7' 9"

実行ファイル No. : 13 無水カフェインの純度  
 滴定ファイル No. : 5 カフェイン  
 滴定モード(Mode) : IN 終点 1(End1) 電位幅(End1 Width) : 600 [mV] ± 300 [mV]  
 検出器(Detect) : mV1 プリセット 1 モード(Mode) : V ビュレット(BRT) : 1  
 ビュレット番号(BRT No.) : 1 注入量(Vol) : 16 [ml] 前待時間(Wait) : 10 [sec]  
 滴定試薬番号(Reagent) : 9 位置(Pos) : Titration  
 滴定前待ち時間(WTint) : 30 [sec]  
 最大滴下量(Vup) : 300 [μl]  
 最小滴下量(Vlow) : 10 [μl]  
 安定待ち感度(dE) : 2 [mV]  
 安定待ち時間(dT) : 3 [sec]  
 微分判定値(DL) : 50 [mV/ml]  
 終点判定数(DetCnt) : 20 C1 : (A1-BL)\*M\*f\*FW/S\*R/10 [%]  
 最大滴定量(Vmax) : 25 [ml]  
 過剰滴定量(Vover) : 0.3 [ml]  
 試薬名(Reag) : 0.1M HClO4/AcOH 当量数(E) : 1 モル濃度(M) : 0.1 [Mol/l]  
 ファクタ(f) : 0.9921 ブランク(BL) : 0.0338 [ml]  
 式量(FW) : 194.19 希釈率(R) : 1  
 試薬注入速度(BuretInjectionSpeed) : 500 [ul/sec]