

テオフィリンの定量 (日本薬局方)

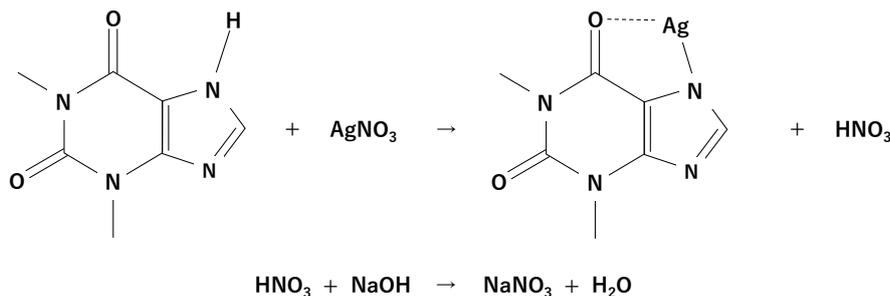
関連規格：第十八改正日本薬局方

測定概要

テオフィリンは茶葉に含まれるキサンチン誘導体のアルカロイドで、医薬品としては抗喘息薬として用いられています。本シートではテオフィリンの定量法に従って、電位差滴定法で測定しました。相対標準偏差 1 %未満の測定結果が得られました。

測定原理

テオフィリンを過剰の硝酸銀と反応させる。この反応で生成した硝酸を水酸化ナトリウムで中和する。滴定はガラス電極により pH を記録しながら行う。当量点付近では急激な pH の変化を生じるので、その点を終点として検出する。はかりとったテオフィリンの質量と、終点までに滴下した水酸化ナトリウム液の滴下量よりテオフィリンの含量を算出する。



装置構成

自動滴定装置 GT-310

電極 ガラス電極 105

参照電極 105(ダブルジャンクション型) (外部液: 1M 硝酸カリウム溶液、内部液: 1M 塩化カリウム溶液)

使用試薬

[滴定試薬] ■0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 (日本薬局方用)

[試薬] ■0.1 mol/L 硝酸銀液 (日本薬局方用)

測定結果

試料名	試料採取量 (g)	滴定量 (mL)	含量 (%)	平均値 (%)	相対標準偏差 (%)
テオフィリン	0.2529	14.0660	99.55	99.65	0.1
	0.2511	13.9744	99.61		
	0.2548	14.2034	99.78		

シート No.

GT-310-ME-008

製薬・化粧品

2/3

[空試験]

1. 200 mL ビーカーに純水 100 mL を加えた。
2. 0.1 mol/L 硝酸銀液 20 mL をホールピペットで加えて攪拌した。
3. 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定した。

[本滴定]

1. 105 °C で4時間 乾燥した試料 約 0.25 g を 200 mL ビーカーに精密に量り、純水 100 mL を加えて溶解した。
2. 0.1 mol/L 硝酸銀液 20 mL をホールピペットで加えて攪拌した。
3. 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定した。

計算式

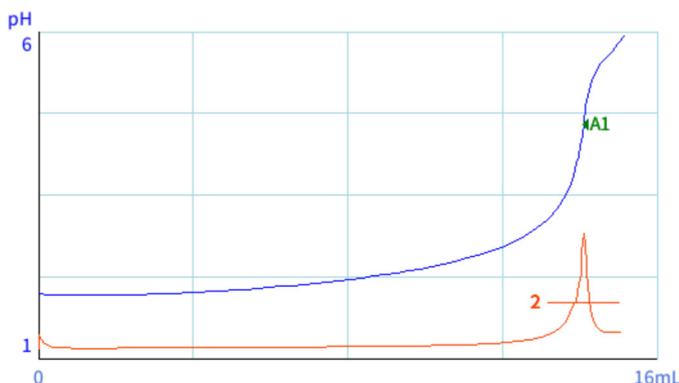
$$\text{含量(\%)} = (A1-B) \times X1 / W \times f / 10$$

- A1: 滴定に要した 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の体積 (mL)
 B: 空試験に要した 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の体積 (= 0mL) *1
 X1: 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL に相当するテオフィリンの質量 (=18.02 mg/mL)
 W: 試料量(g)
 f: 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液のファクター(=0.9933) *2
 1/10: mg → g への単位換算係数 1/1000 と %の単位補正係数 100 の積

*1: 空試験の開始電位(pH)が本滴定の変曲点(A1)の pH より低い場合は、0 mL としてください。

*2: 薬局方を参考に標定を行った(アプリケーションシート: 水酸化ナトリウム液の標定(日本薬局方)参照。

測定データ



サンプル名	テオフィリン	
滴定量	: 14.0660 mL	4.5791 pH
測定開始	: 0.000 mL	2.0350 pH
測定終了	: 15.101 mL	5.9251 pH
測定時間	: 4分18秒	

滴 定 条 件

- 下記に記載のないパラメーターは初期設定の数値を使用しています。

	空試験	本滴定
検出器	: pH	: pH
測定方法	: 一般滴定	: 一般滴定
滴定前待ち時間	: 20 s ^{*1}	: 0 s
滴下制御方法	: コンスタント [細かい ^{*2}]	: 設定 [普通 ^{*2}]
滴下量 最大滴定量	: 10 µL	: 300 µL
滴下量 最小滴定量		: 20 µL
安定判断速度	: 設定 [速い ^{*2}]	: 設定 [速い ^{*2}]
安定判断基準電位差	: 0.1 pH	: 0.1 pH
安定判断時間	: 4 s	: 3 s
終点 1	: 変曲点	: 変曲点
終点 1 基準電位	: 6 pH	: 6 pH
終点 1 電位幅	: 2.5 pH	: 2.5 pH
終点 1 微分判定値	: 2 pH/mL	: 2 pH/mL
終点 1 終点判定数	: 3	: 10
最大滴定量	: 0.4 mL	: 20 mL
過剰滴定量	: 0.05 mL	: 0.5 mL ^{*3}

*1: 滴定開始時の pH が安定するまでの待ち時間です。

電極の状態に依存しますので適宜調整してください。

*2: 設定以外のパラメーターでも使用できます。

*3: 初期値を使用しています。

その他

- 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、充分注意して取扱ってください。
- 試薬の取扱い時には保護めがねや手袋などの保護具を着用ください。
- 定期的に参照電極の内・外部液の交換を行ってください。