

オキシドール中の過酸化水素分析 (日本薬局方)

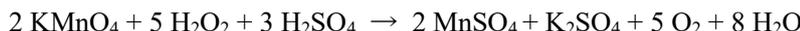
関連規格： 第十八改正日本薬局方

測定概要

殺菌消毒剤などとして用いられるオキシドールは、日本薬局方に適当な安定剤を含有した 2.5～3.5 w/v% の過酸化水素水として定められています。本シートでは日本薬局方の定量法を参考にして、オキシドール中の過酸化水素濃度を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

過マンガン酸カリウムによる酸化還元滴定を行う。酸性条件下において過マンガン酸カリウムは5価の酸化剤として働くため、下記の反応式となる。滴定は白金検出電極-参照電極間の電位差を記録しながら行う。当量点付近では急激な電位差の変化を生じるので、その点を終点として検出する。分取したオキシドールの容量と、終点までに滴下した過マンガン酸カリウム液の滴下量より過酸化水素の濃度を算出する。



装置構成

自動滴定装置 GT-310

電極 白金検出電極 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] ■ 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 (日本薬局方用)

[調製試薬] ■ 希硫酸・・・硫酸(特級) 5.7 mL を水 10 mL に注意しながら加え、流水、氷浴などで冷却後、水を加えて 100 mL とする(10%)。

測定結果

試料名	試料採取量 (mL)	滴定量 (mL)	濃度 (w/v%)	平均値 (w/v%)	相対標準偏差 (%)
オキシドール	1	17.5797	2.995	2.995	0.1
		17.5618	2.992		
		17.5958	2.998		

シート No.

GT-310-ME-014

製薬・化粧品

2/3

実験手順

1. 試料 1 mL をホールピペットで 50 mL トールビーカー*へ分取した。
2. 純水 10 mL と希硫酸 10 mL を加えた。
3. 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定した。

*規格ではフラスコを使用していますが、溶媒量が少なく電極が溶液に浸漬しないため、ビーカーを使用しています。

計算式

$$\text{濃度 (w/v\%)} = A1 \times X1 \times f / W / 10$$

A1: 滴定に要した 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液の体積 (mL)

X1: 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 1 mL に相当する過酸化水素の質量 (=1.701 mg/mL)

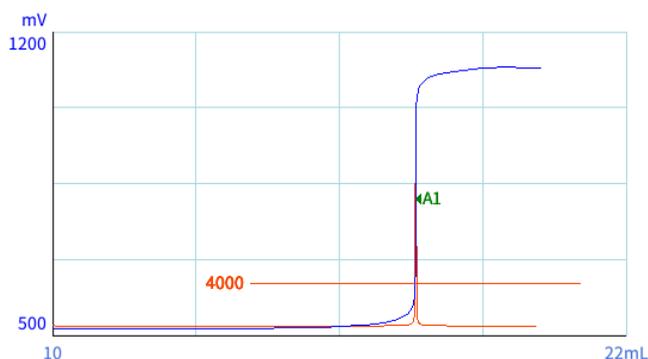
f: 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液のファクター(=1.0015)*¹

W: 試料量 (=1 mL)

1/10: mg → g への単位換算係数 1/1000 と %への単位換算係数 100 の積

*1: 日本薬局方を参考に標定を行った。(アプリケーションシート GT310-ME-015: 過マンガン酸カリウム液の標定(変曲点法) / GT310-ME-016: 過マンガン酸カリウム液の標定(日本薬局方) 参照)

測定データ



サンプル名	オキシドール	
滴定量	: 17.5797 mL	816.6 mV
測定開始	: 10.000 mL	520.2 mV
測定終了	: 20.185 mL	1115.4 mV
測定時間	: 7分10秒	

シート No.

GT-310-ME-014

製薬・化粧品

3/3

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。

スターラー回転速度	: 3.5
測定方法	: 一般滴定
検出器	: mV
プリセット 1	: 容量*1
P1 注入量	: 10 mL
初回吸引位置	: 50 %*2
滴下量制御方法	: 設定 [普通*3]
最大滴下量	: 200 μ L
最小滴下量	: 10 μ L
安定判断速度	: 設定 [速い*3]
安定判断基準電位差	: 5 mV
安定判断時間	: 3 s
終点 1	: 変曲点
終点 1 基準電位	: 800 mV
終点 1 電位幅	: 500 mV
終点 1 微分判定値	: 4000 mV/mL
終点 1 終点判定数	: 25
最大滴定量	: 28 mL

*1:電極の液絡部の浸漬及び時間短縮のため使用しています。

*2:終点付近でのビュレットの吸引を防ぐため、50% (10 mL) 吐出時に初回吸引する様に使用しています。

*3:設定以外のパラメーターも使用できます。

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。
- 測定は電極の液絡部を浸漬する必要があります。規格の溶媒量が少ない関係で、滴定開始時は液絡部が浸漬しない可能性がありますが、プリセット滴下後に浸漬していれば測定可能です。