

HIRANUMA APPLICATION DATA	滴定データ COMシリーズ	データNo	K2	20/7/14
有機酸	ぎ酸の定量			

1. 測定の概要

ぎ酸 (H・COOH) は、一塩基性のカルボン酸で、最も低級な飽和脂肪酸に属します。ぎ酸は、他の飽和脂肪酸とやや性質が異なり、酸性が著しく強く（酢酸の 12 倍）また還元性を有し、酸化されると水と炭酸ガスに分解します。またアンモニア性硝酸銀を還元します。

ぎ酸の定量法は、JIS K 8264 に水酸化ナトリウム標準液を用いた中和滴定法(式 1)が規定されています。本稿では、JIS で規定されているフェノールフタレインを用いた指示薬法に代わり、ガラス電極を用いた電位差滴定によって測定した例を紹介します。



2. 装置構成および試薬

(1) 装置構成

本体	:	平沼自動滴定装置	COM シリーズ
電極	:	ガラス電極	GE-101B
		比較電極	RE-201

※ガラス電極および比較電極の代わりに、ガラス-比較複合電極も使用可能です。ガラス-比較複合電極としては以下のものがあります。

- ・ GR-501B(固定スリーブ型)
- ・ GR-511B(可動スリーブ型)

(2) 試薬

滴定液	:	1 mol/L 水酸化ナトリウム標準液
-----	---	---------------------

3. 測定手順

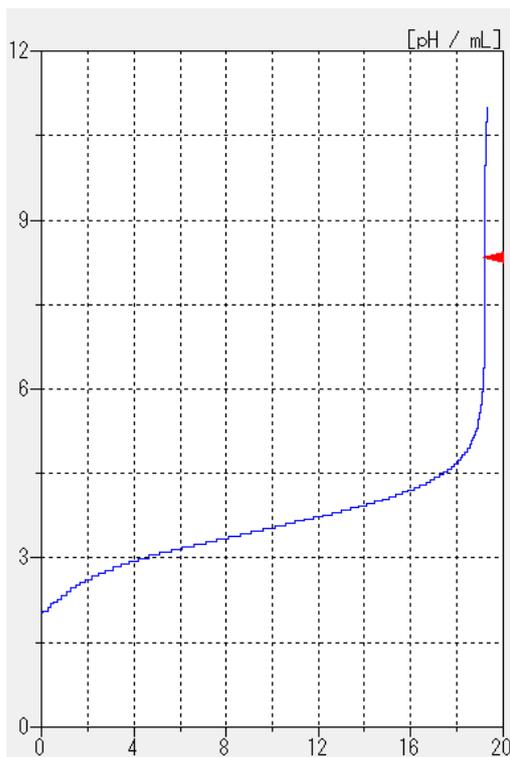
- ①20 mL の純水を 100 mL ビーカーに入れます。
- ②そのビーカーに約 1 g の試料を入れ、質量を 0.1 mg の桁まではかりとります。
- ③ビーカーに攪拌子と 50 mL の純水を加え、スターラーでかき混ぜてビーカー内を均一にします。
- ④電極をビーカー内に浸漬させて、1 mol/L 水酸化ナトリウム標準液で滴定します。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	8
メソッド	変曲点検出	S:試料量	1.0050 g	山越タイム	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	0.0 mL	滴加係数	5
アンプ No.	1	M:滴定液濃度	1.0000 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.005	待ち時間	5 秒
スタートタイム	5 秒	K:係数 1	46.03	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイム	0 秒	結果単位	%	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	$(D-B)*K*F*M/(S*10)$		
検出感度	500	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.1 mL	自動入力先パラメータ	無し		
最大滴加 mL	20 mL				

※K(係数 1)に、ぎ酸の分子量(46.03)を入力します。



滴定曲線例

測定結果

測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)	濃度 (%)
1	1.0050	19.178	88.276
2	1.0025	19.075	88.021
3	1.0034	19.175	88.403
平均値		88.23	%
標準偏差		0.195	%
変動係数		0.221	%

5. 摘要

(1) 試料の採取について

本測定の見料採取方法は、見料をビーカーに直接採取して精秤するため、見料の秤量精度が測定精度に大きく影響しますので、見料採取に注意を要します。

(2) 滴定液の管理について

本測定の見定液には、高濃度の水酸化ナトリウム標準液を用います。水酸化ナトリウムは、空气中の炭酸ガスを吸収しやすいため(式 2)、定期的に試薬瓶の炭酸ガス吸収剤(ソーダライム)を交換することが大切です。炭酸ガスを吸収した水酸化ナトリウム標準液には炭酸ナトリウムを含んでおり、酸性見料との反応(式 3)で生成する炭酸水素ナトリウムの緩衝作用により変曲点は不明瞭となる可能性があります。



キーワード：ぎ酸、水酸化ナトリウム、中和、JIS K 8264