

## 有機酸類

## 過酸化水素と過酢酸の分別定量

## 1. 測定の概要

過酢酸 (CH<sub>3</sub>COOOH) は、酸化剤、漂白剤および殺菌剤として使用されています。過酢酸は分解して酢酸と酸素を生成し、この時発生する酸素によって、漂白殺菌効果が生ずるものと推測されています。一方、過酸化水素 (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) は、作用する対象によって、酸化剤または還元剤として作用します。食品工業では、容器の殺菌剤として過酢酸と同様に使用されています。近年、清涼飲料用ペットボトルの普及によって、容器の殺菌用として過酸化水素、過酢酸および酢酸の混合液の使用が増大しています。本稿では、過酸化水素、過酢酸および酢酸の混合液中の過酸化水素および過酢酸を分別定量した例について紹介します。

過酸化水素と過酢酸の分別滴定は、次の手順で行われます。まず、被滴定液を硫酸酸性にしたのち、過酸化水素を過マンガン酸カリウム標準液で滴定します (式1)。滴定終了後、ヨウ化カリウムを加えると過酢酸と等量のヨウ素が遊離します (式2)。この遊離したヨウ素をチオ硫酸ナトリウム標準液で滴定することにより (式3) 過酢酸を定量します。



## 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
オプション	:	ビュレット、簡易分注器	各 1 台
電極	:	白金電極	PT-301
	:	比較電極	RE-201

※上記以外の電極として、PR-701B (白金比較複合電極) も使用可能です。

## (2) 試薬

滴定液	:	0.02mol/L 過マンガン酸カリウム標準液
滴定液	:	0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液
添加剤	:	硫酸 (1+9)
添加剤	:	1mol/L ヨウ化カリウム溶液

## 3. 測定手順

- ① 試料 2mL をホールピペットで採取し、100mL ビーカーに入れます。
- ② 純水を約 50mL 加えます。
- ③ 硫酸 (1+9) を 2mL 加えます。

- ④ 電極を浸漬し、滴定を開始します。0.02mol/L 過マンガン酸カリウム標準液による過酸化水素の滴定、1mol/L ヨウ化カリウム溶液の分注（簡易分注器）、0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液による過酢酸の滴定が順次行なわれます。

## 4. 測定条件例および測定結果

### 滴定条件例

#### ① 過マンガン酸カリウム標準液による過酸化水素の滴定

コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	5
メソッド	変曲点検出	S:試料量	2 mL	山越タイム	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	5
アンプ No.	2	M:滴定液濃度	0.02 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F:ファクタ	1.003	待ち時間	3 秒
スタートタイム	10 秒	K:係数 1	85	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	0.3 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 mL	滴定液名			
最大滴加 mL	20 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

#### ② 1mol/L ヨウ化カリウム溶液の分注

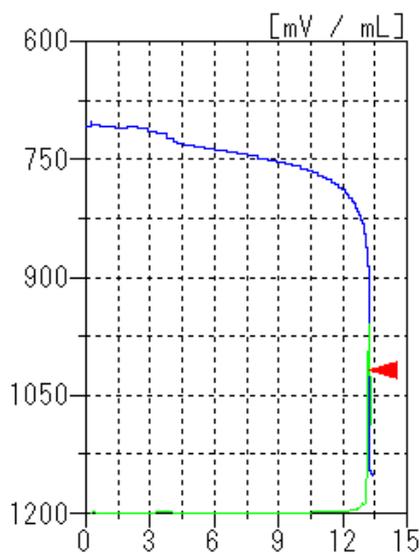
コンディション No.	2
メソッド	分注
ビュレット No.	2
スタートタイム	0 秒
分注量	2 mL

#### ③ チオ硫酸ナトリウム標準液による過酢酸の滴定

コンディション No.	3	コンスタント No.	3	制御モード No.	5
メソッド	変曲点検出	S:試料量	2 mL	山越タイム	0 秒
ビュレット No.	3	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	5
アンプ No.	2	M:滴定液濃度	0.1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F:ファクタ	1.005	待ち時間	3 秒
スタートタイム	10 秒	K:係数 1	38.03	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数 2	1	ビュレット速度	2
反応タイム	0 秒	結果単位	※1 %	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	$(D-OA*L)*K*F*M/(S*10)$		
検出感度	300	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0.2 mL	滴定液名			
最大滴加 mL	20 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

※1：計算式中の OA および L について

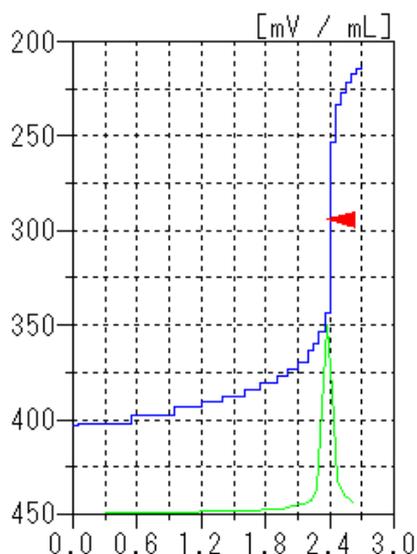
過酸化水素の滴定後、過剰の過マンガン酸カリウムはヨウ化カリウムと反応しヨウ素を遊離するため、減算する必要があります。計算式の OA は過マンガン酸カリウムの過滴加分に相当し、L（係数 2）には過マンガン酸カリウム標準液とチオ硫酸ナトリウム標準液の規定度による濃度比を入力します。（本件はどちらも 0.1N でするので、1 を入力します。）本計算によって過マンガン酸カリウムの過剰分を減算しています。



過酸化水素の滴定曲線例

### 過酸化水素の測定結果

測定回数	試料量 (mL)	滴定値 (mL)	過酸化水素 濃度(%)
1	2	13.219	1.127
2	2	13.217	1.127
3	2	13.265	1.131
統計計算		平均値 :	1.128 %
		標準偏差 :	0.0023 %
		変動係数 :	0.205 %



過酢酸の滴定曲線例

### 過酢酸の測定結果

測定回数	試料量 (mL)	滴定値 (mL)	過酢酸 濃度(%)
1	2	2.414	0.4363
2	2	2.378	0.4290
3	2	2.416	0.4359
統計計算		平均値 :	0.434 %
		標準偏差 :	0.0041 %
		変動係数 :	0.946 %

## 5. 摘要

酸化還元滴定によって過酸化水素と過酢酸を分別定量しました。本稿のようにオプションのビューレットおよび分注器をそれぞれ1台ずつ増設することにより、過酸化水素と過酢酸の逐次測定が可能となります。

キーワード：過酸化水素、過酢酸、過マンガン酸カリウム、ヨウ化カリウム、チオ硫酸ナトリウム、酸化還元滴定