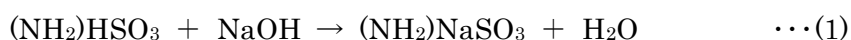


HIRANUMA APPLICATION DATA	滴定データ COMシリーズ	データNo	O2	22/2/03
ファクタ	水酸化ナトリウム標準液の ファクタ標定			

1. 測定の概要

水酸化ナトリウム標準液を用いた中和滴定により酸性物質を測定する方法は、滴定法において広く用いられております。市販試薬の容量分析用グレードの標準液にはファクタが付属されておりますが、必要に応じて定期的にファクタの確認をすることが望ましく、また実験室内で標準液を調製した場合はファクタ標定が必要となります。また、滴定装置の動作確認をしたい場合にも、標準試料を用いたファクタ標定による繰り返し精度の確認が有効です。水酸化ナトリウム標準液のファクタ標定には、容量分析用標準物質のアミド硫酸を用いることが JIS K8001 や日本薬局方に定められています。より簡易的な方法としては、水酸化ナトリウムと同モル濃度でファクタが既知である塩酸標準液を標準物質とすることも可能です。

本データシートでは上記2種類の標定方法を実施しました。標準物質にアミド硫酸を用いる場合は、秤取したアミド硫酸を純水に溶解し、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム標準液で電位差滴定を行ってファクタを標定します。アミド硫酸 1 mol と水酸化ナトリウム 1 mol は式(1)により定量的に反応し、滴定曲線に変曲点を示します。



標準物質に塩酸標準液を用いる場合は、ホールピペットで採取した塩酸標準液を純水で希釈して、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム標準液で電位差滴定を行ってファクタを標定します。塩酸 1 mol と水酸化ナトリウム 1 mol は式(2)により定量的に反応し、滴定曲線に変曲点を示します。



参考文献：日本産業規格 JIS K8001 試薬試験方法通則
日本薬局方 第18改正

2. 装置構成および試薬

(1) 装置構成

本体	：	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

(2) 試薬

滴定液	：	0.1mol/L (0.1 N) 水酸化ナトリウム標準液 (ビュレット No. 1)
標準試料	：	アミド硫酸 容量分析用標準物質 (認証値 純度 100.00 %)
	：	0.1mol/L (0.1 N) 塩酸標準液 (f = 1.003)

3. 測定手順

(1) アミド硫酸を標準物質とした手順

- ① 100mL ビーカーにアミド硫酸を約 0.1g を採取し、0.1mg の桁まで精秤します。
- ② 純水 50mL と攪拌子を加え、試料を溶解します。
- ③ 電極を浸漬し 0.1mol/L 水酸化ナトリウムで滴定を行ない、滴定曲線に現れる変曲点を終点として検出します。
- ④ 同様の操作で空試験を行ってブランクを求めます。

(2) 塩酸標準液を標準物質とした手順

- ① ホールピペットを用いて塩酸標準液 10 mL を 100 mL ビーカーに採取します。
- ② 純水 50mL と攪拌子を加え、試料を希釈します。
- ③ 電極を浸漬し 0.1mol/L 水酸化ナトリウムで滴定を行ない、滴定曲線に現れる変曲点を終点として検出します。
- ④ 同様の操作で空試験を行ってブランクを求めます。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

ブランクの測定

コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	16 *1
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0 g	山越タイマ	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	0
アンプ No.	1	M:滴定液濃度	0.1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	0	待ち時間	3 秒
スタートタイマ	20 秒	K:係数 1	0	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
反応タイマ	0 秒	結果単位	mL	最小滴加量	16
検出開始 mL	0 mL	計算式	D		
検出感度	300	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.3 mL				
最大滴加 mL	1 mL				

*1: このブランクでは、滴定 1 滴目で電極電位の最大変化を示すため、終点は 1 滴目以下になる。この終点を検出する場合は、Mode No. にブランクモードの機能が割り当てられている No. を設定する。COM-A19 ならば Mode No.12~19

アミド硫酸による標定

コンディション No.	2	メソッド	変曲点検出	コンスタント No.	2	制御モード No.	4
ビュレット No.	1	S:試料量		0 g		山越タイマ	0 秒
アンプ No.	1	B:ブランク mL		0.01 mL		滴加係数	9
表示単位	pH	M:滴定液濃度		0.1 mol/L		滴加感度	0 mV
スタートタイマ	20 秒	F:ファクタ		1.0000 *2		待ち時間	3 秒
連続滴加 mL	0 mL	K:係数 1		97.09 *3		待ち感度	3 mV
反応タイマ	0 秒	L:係数 2		0		ビュレット速度	2
検出開始 mL	1 mL	結果単位		Fact2		最小滴加量	40
検出感度	300	計算式		$S * F * 1000 / (K * M * (D - B))$			
過滴加 mL	0.3 mL	小数点以下桁数		4			
最大滴加 mL	20 mL						

*2 : アミド硫酸の純度 / 100

*3 : 1 mol の塩酸と反応式(1)により反応するアミド硫酸の質量 (g), アミド硫酸の式量(97.09)となる

塩酸標準液による標定

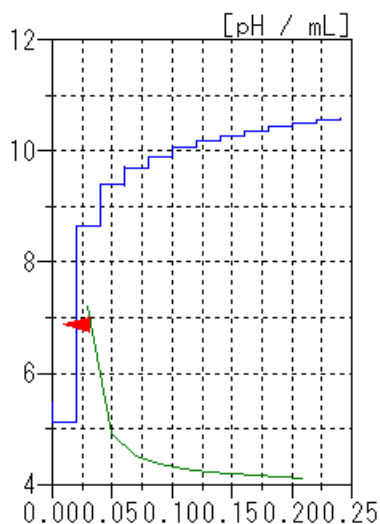
コンディション No.	3	メソッド	変曲点検出	コンスタント No.	3	制御モード No.	4
ビュレット No.	1	S:試料量		10 mL		山越タイマ	0 秒
アンプ No.	1	B:ブランク mL		0.01 mL		滴加係数	9
表示単位	pH	M:滴定液濃度		0.1 mol/L		滴加感度	0 mV
スタートタイマ	5 秒	F:ファクタ		1.003 *4		待ち時間	3 秒
連続滴加 mL	0 mL	K:係数 1		0		待ち感度	3 mV
反応タイマ	0 秒	L:係数 2		0		ビュレット速度	2
検出開始 mL	1 mL	結果単位		Fact1		最小滴加量	40
検出感度	500	計算式		$S / (D - B) * F$			
過滴加 mL	0.5 mL	小数点以下桁数		4			
最大滴加 mL	20 mL						

*4 : 塩酸標準液のファクタ

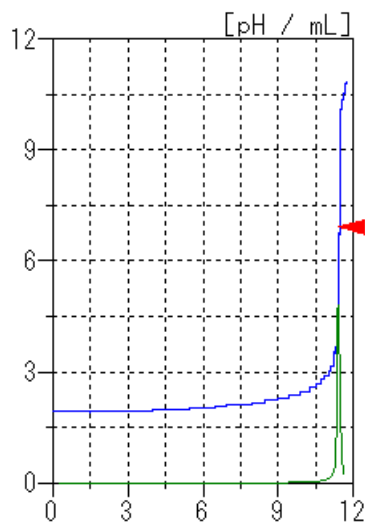
測定結果

水酸化ナトリウム標準液のファクタ標定結果

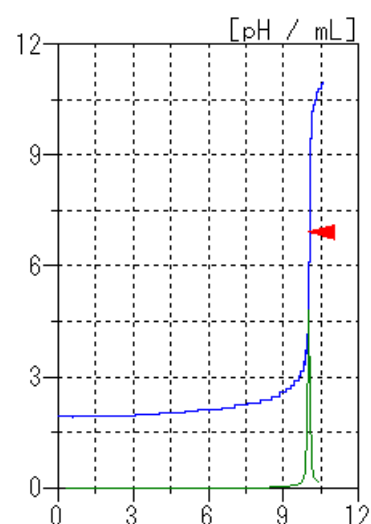
試料	測定数	試料量	滴定値 (mL)	ファクタ	統計結果	
ブランク	1	-	0.010	-	平均値	0.01 mL
	2	-	0.010	-		
アミド硫酸	1	0.1174 g	12.039	1.0052	平均	1.002
	2	0.1190 g	12.243	1.0019	標準偏差	0.003
	3	0.1098 g	11.324	0.9996	変動係数	0.28 %
塩酸標準液	1		10.009	1.0031	平均	1.003
	2	10 mL	10.008	1.0032	標準偏差	0.0002
	3		10.011	1.0029	変動係数	0.02 %



ブランクの測定



アミド硫酸による標定



塩酸標準液による標定

滴定曲線例

5. 摘要

(1) 標準物質の選択について

アミド硫酸は中和滴定における水酸化ナトリウムや水酸化カリウム標準液の標定に用いられます。容量分析用標準物質として供給されるものは、純度と不確かさが記載された認証書が付属します。例えば品質記録など、試験結果の運用上これらが必要とされる場合は容量分析用標準物質を用います。標準物質は使用前にこれらの説明書に記載される乾燥などの前処理を実施してください。

ファクタが既知である塩酸標準液は、実験室内で調製したものをアプリケーション No. 01 の手順で標定するか、試薬メーカーより容量分析用滴定液として供給されるものを選択します。固体の標準物質を使用するよりも、測定手順が容易となります。

キーワード：ファクタ標定、中和滴定、水酸化ナトリウム、アミド硫酸