

HIRANUMA APPLICATION DATA	滴定データ COMシリーズ	データNo	K2	14/10/10
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	GR-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

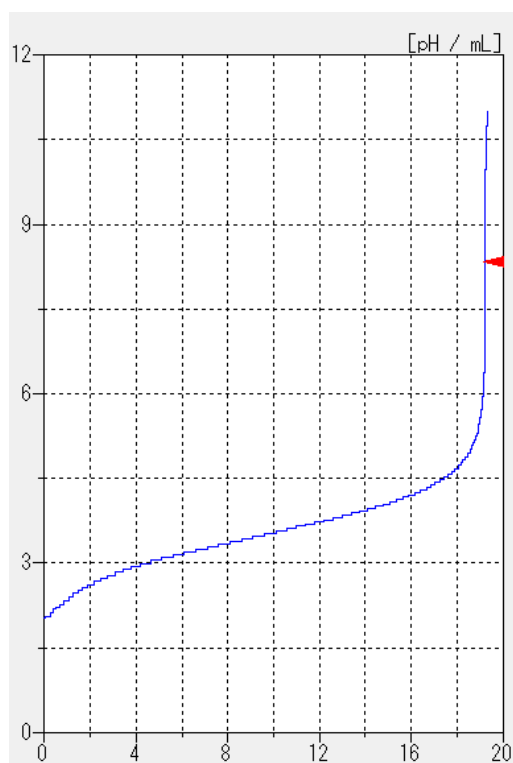
- ①20 mL の純水を 100 mL ビーカーに入れます。
- ②そのビーカーに約 1 g の試料を入れ、質量を 0.1 mg の桁まではかりとります。
- ③ビーカーに攪拌子と 50 mL の純水を加え、スターラーでかき混ぜてビーカー内を均一にします。
- ④電極をビーカー内に浸漬させて、1 mol/L 水酸化ナトリウム標準液で滴定します。

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	%

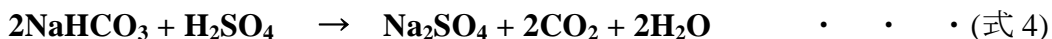
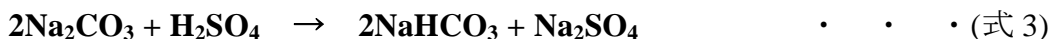
5. 摘要

(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見定液には炭酸ナトリウムを含むため、見定曲線の約 pH 4 付近と約 pH 9 に変曲点を示す見定曲線となります(式 3,4)。



キーワード：ぎ酸、水酸化ナトリウム、中和、JIS K 8264