

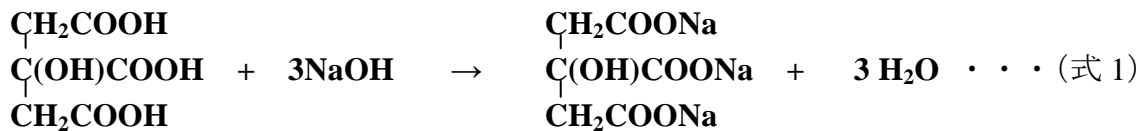
有機酸

くえん酸の純度測定

1. 測定の概要

くえん酸は、カルボキシル基(-COOH)とアルコール性水酸基(-OH)を有するオキシカルボン酸で、水に溶解し、酸性を示します。くえん酸は、有機化合物の原料として、また食品添加物として製造されています。くえん酸の定量法は JIS K 8283 に規定されており、フェノールフタレイン指示薬を用いた中和滴定によって定量されます。

本稿では JIS K 8283 に基づいて、くえん酸一水和物の純度を、水酸化ナトリウム標準液を用いた電位差滴定(式 1)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

- ①約 2.0 g の試料を 0.1 mg の桁まではかりとり、ビーカーに入れます。
- ②ビーカーに攪拌子と 40 mL の純水を加え、スターラーでかき混ぜて試料を溶解させます。
- ③電極をビーカー内の溶液に浸漬させて、1 mol/L 水酸化ナトリウム標準液で滴定します。

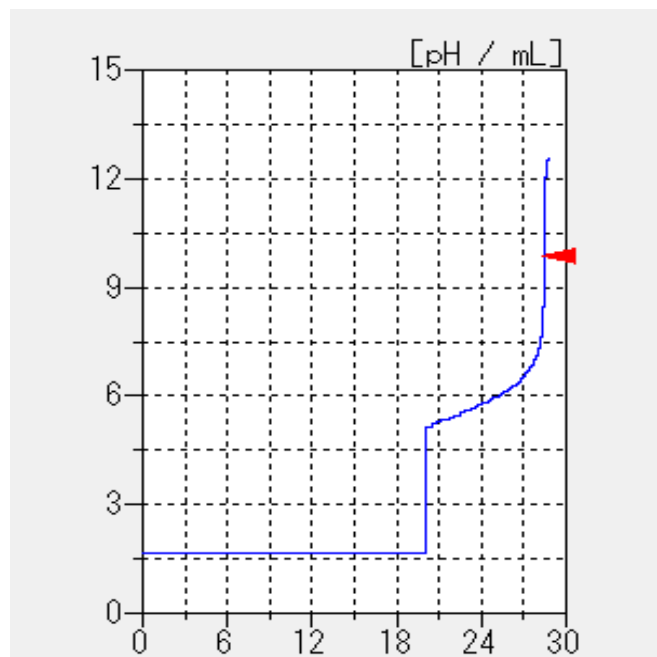
4. 測定条件例および測定結果

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.	5
メソッド	変曲点検出	S:試料量	2.0000 g	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.	1	M:滴定液濃度	1.000 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.004	待ち時間	3 秒
スタートタイム	5 秒	K:係数 1	70.05	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	20 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	$(D-B)*K*M/(S*10)$		
検出感度	3000	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.3 mL				
最大滴加 mL	40 mL				

測定結果

測定 No.	試料量(g)	滴定値(mL)	純度(%)	統計計算		
1	2.0006	28.431	99.948	平均値	99.95	%
2	2.0005	28.429	99.946	標準偏差	0.002	%
3	2.0014	28.443	99.950	変動係数	0.002	%



滴定曲線例

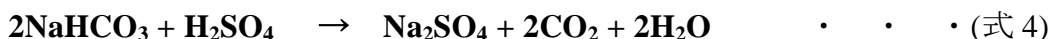
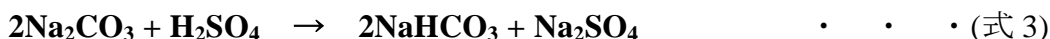
5. 摘要

(1) 試料の採取について

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

(2) 滴定液の管理について

本測定の滴定液には、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、空気中の炭酸ガスを吸収しやすいため(式3)、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滴定液には炭酸ナトリウムを含むため、滴定曲線の約 pH 4 付近と約 pH 9 に変曲点を示す滴定曲線となります(式4,5)。



(3) 測定時間の短縮について

本測定は滴定値が約 28mL となります。本測定のように滴定値が多い場合は、「連続滴加 mL」という機能を使用することにより、測定時間の短縮が可能になります。本滴定例では 20mL まで水酸化ナトリウム標準液を連続的に滴加しました。

キーワード：くえん酸、水酸化ナトリウム、中和滴定、JIS K 8283