

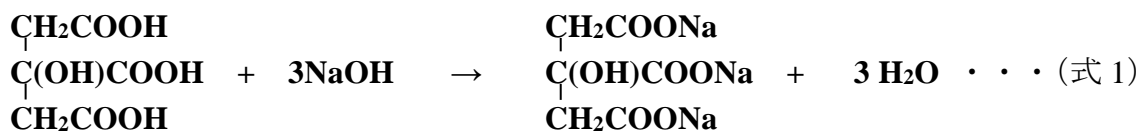
## 有機酸

## 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。

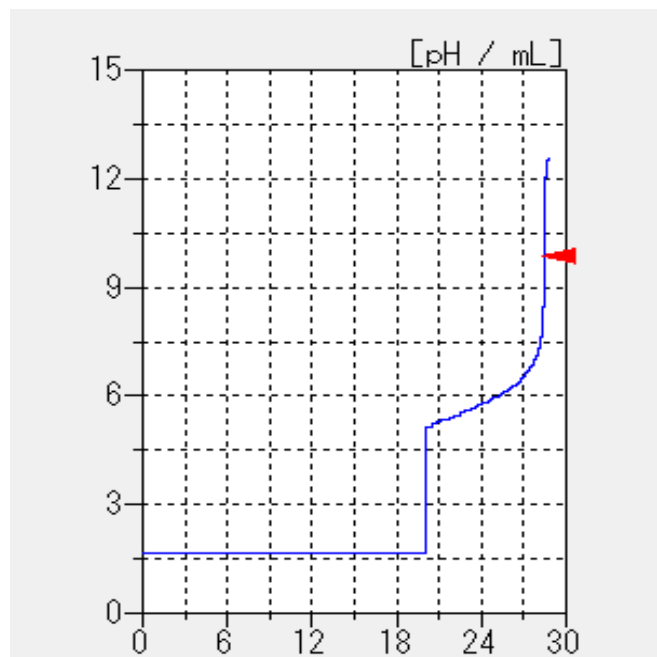
## 4. 測定条件例および測定結果

### 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	山越タイマ	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
スタートタイマ	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
反応タイマ	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	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

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 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。



### (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