

ファクタ

チオシアン酸アンモニウム 標準液のファクタ標定

1. 測定の概要

硝酸銀標準液を用いた沈殿滴定により塩化物イオンや塩分を測定する方法は、滴定法において広く用いられております。日本薬局方の各条に記載されるいくつかの物質においては、硝酸銀滴定の逆滴定法が採用されています。逆滴定法は一般に滴定反応が遅い場合に適用され、試料成分に対して過量の滴定液を加えることで、反応の進行を速やかにします。試料に対して過量の硝酸銀標準液を添加して反応させ、残った硝酸銀をチオシアン酸アンモニウム標準液で滴定することにより、試料中の目的成分を間接的に定量します。

本データシートでは、標準物質である 0.1 mol/L 硝酸銀標準液をビュレットで分注し、チオシアン酸アンモニウム標準液で電位差滴定を行ってファクタを標定しました。硝酸銀 1 mol とチオシアン酸アンモニウム 1 mol は式(1)により定量的に反応し、滴定曲線は変曲点を示します。



チオシアン酸アンモニウム標準液のファクタ標定には、あらかじめ標定済みの硝酸銀標準液を用いることが JIS K8001 や日本薬局方に定められています。硝酸銀標準液の標定方法については、アプリケーションデータ No. O4 をご覧ください。

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
		追加ビュレット	UCB-3000, 1台
電極	：	銀比較複合電極	AGR-811

* AG-311 と RE-241 などその他の銀電極と銀比較電極の組み合わせでも適用可能です

(2) 試薬

滴定液	：	0.1mol/L チオシアン酸アンモニウム標準液(ビュレット No.2)
標準試料	：	0.1mol/L 硝酸銀標準液 (ビュレット No.1)

3. 測定手順

- ① 100 mL ビーカーに純水 50 mL と攪拌子を加えます。
- ② 電極を浸漬し、ビュレットを用いて硝酸銀標準液 10 mL をビーカーに加えます。
- ③ 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム標準液で滴定を行ない、滴定曲線に現れる変曲点を終点として検出します。

4. 測定条件例および測定結果

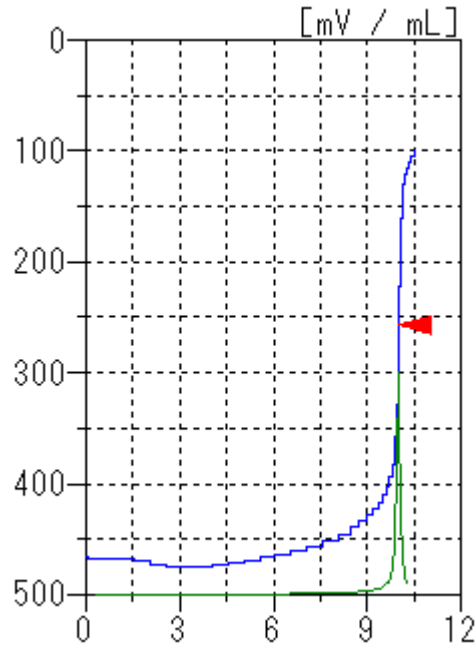
滴定条件例

マスタファイル	1+2		
コンディション No.	1		
メソッド	分注		
ビュレット No.	1		
スタートタイマ	5 秒		
分注量	10.00 mL		
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
ビュレット No.	2	S:試料量	10 mL
アンプ No.	2	B:ブランク mL	0 mL
表示単位	mV	M:滴定液濃度	0.1 mol/L
スタートタイマ	5 秒	F:ファクタ	0.995
連続滴加 mL	0.0 mL	K:係数 1	0
反応タイマ	0 秒	L:係数 2	0
検出開始 mL	1.0 mL		
検出感度	500	結果単位	Fact1
過滴加 mL	0.50 mL	計算式	$S/(D-B)*F$
最大滴加 mL	20 mL	小数点以下桁数	4
		制御モード No.	4
		山越タイマ	0 秒
		滴加係数	9
		滴加感度	0 mV
		待ち時間	3 秒
		待ち感度	3 mV
		ビュレット速度	2
		最小滴加量	40

測定結果

ファクタの標定

測定数	試料量 (mL)	滴定値 (mL)	ファクタ	統計結果	
1	10	9.973	0.9977	平均	0.997
2	10	9.980	0.9970	標準偏差	0.001
3	10	9.984	0.9966	変動係数	0.06 %



ファクタの標定

滴定曲線例

5. 摘要

(1) 硝酸銀分注用ビュレットについて

日本薬局方の各条で硝酸銀滴定の逆滴定が採用されている物質については、試料に対して過量の硝酸銀を分注した後、短時間のうちにチオシアン酸アンモニウム標準液で滴定する方法ばかりではなく、前処理試薬の添加や一晚静置、濾過などを実施してからチオシアン酸アンモニウム標準液で滴定する方法が採用されています。

このような場合、硝酸銀の分注用にオートビュレット UCB-3000 を活用すると有効です。UCB-3000 はそれ単体で分注器として使用できるほか、滴定装置に接続するとビュレットとして動作します。本アプリケーションデータのように、硝酸銀標準液を分注した後、続けてチオシアン酸アンモニウム標準液で滴定できる場合は追加ビュレットの 1 台として活用します。一方、硝酸銀標準液を分注した後に前処理が必要な場合は、スタンドアロンの分注器として硝酸銀の分注に用いることができます。

キーワード：ファクタ標定、沈殿滴定、逆滴定、チオシアン酸アンモニウム、硝酸銀