

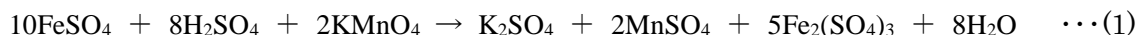
ファクタ

硫酸アンモニウム鉄(II) 標準液のファクタ標定

1. 測定概要

硫酸アンモニウム鉄(II)は還元剤であり、鉄(II)化合物の中では比較的酸化しにくい性質から、酸化還元滴定における還元剤として用いられます。利用例としては、クロムやバナジウムなどの金属化合物を含む試料を、それらに対して過量の過マンガン酸カリウムなどの酸化剤で反応させたのち、未反応のまま残った酸化剤を硫酸アンモニウム鉄(II)標準液で滴定することにより、間接的に目的の金属化合物を定量する手法があります。

上述のように、硫酸アンモニウム鉄(II)5 mol は過マンガン酸カリウム 1 mol と式(1)により定量的に反応することから、硫酸アンモニウム鉄(II)標準液のファクタ標定にもこの反応が用いられます。JIS K8001 や日本薬局方においては、標定される硫酸アンモニウム鉄(II)標準液を測定容器に入れ、標定済みの過マンガン酸カリウム標準液で滴定する方法が採用されています。



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 追加ビュレット	COM シリーズ 1台
電極	:	白金電極 比較電極	PT-301 RE-201

* PR-701B など他の白金比較複合電極でも適用可能です。

(2) 試薬

滴定液 (標準試料)	:	0.02mol/L 過マンガン酸カリウム標準液 (ビュレット No.2)
試料 (標定される滴定液)	:	0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄(II)標準液 (ビュレット No.1)
りん酸	:	試薬特級

3. 測定手順

- ① 100 mL ビーカに純水 40 mL、りん酸 5 mL と攪拌子を加えます。
- ② 電極を浸漬、測定を開始します。まずビュレットを用いて 0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄(II)標準液 10 mL をビーカに分注します。
- ③ 引き続き、0.02 mol/L 過マンガン酸カリ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

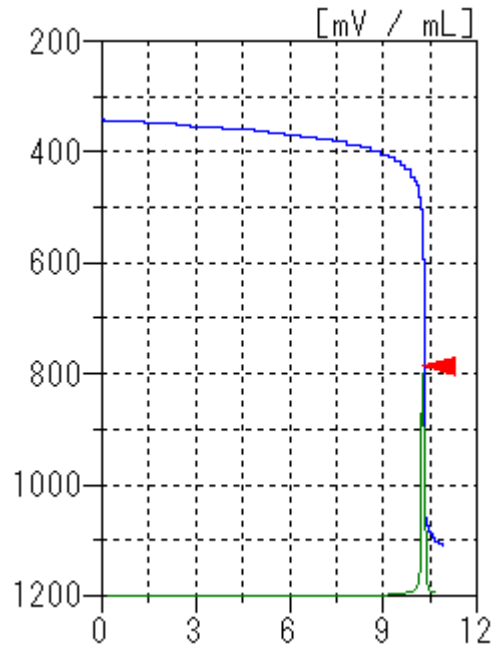
滴定条件例

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	1.000
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	1.00 mL		
検出感度	200	結果単位	Fact
過滴加 mL	0.50 mL	計算式	(D-B)/S*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	10.275	1.0275	平均	1.027
2	10	10.274	1.0274	標準偏差	0.000 ₂
3	10	10.271	1.0271	変動係数	0.02 %



ファクタの標定

滴定曲線例

5. 摘要

(1) ファクタ計算式について

滴定液の標定では、ファクタを標定しようとする滴定液を用いて、標準試料を滴定する方法が多く見られます。硫酸アンモニウム鉄(II)標準液の場合はこれと逆であり、標定しようとする硫酸アンモニウム鉄(II)標準液を試料として、標定済みの過マンガン酸カリウム標準液で滴定する方法が公定法に記載されています。

そのため、測定結果であるファクタの計算式は $[(D-B)/S \cdot F]$ のように設定します。この計算式は、滴定装置に初期設定されていないため、計算式の編集機能を用いて作成する必要があります。

計算式は次の関係式(2)を元に導出されます。左辺(下付文字 s)は滴定液であり標定済みの過マンガン酸カリウム、右辺(下付文字 t)は標定しようとする硫酸アンモニウム鉄(II)を示します。

$$n_s \times M_s \times F_s \times (D - B) = n_t \times M_t \times F_t \times S \quad \dots (2)$$

過マンガン酸カリウム

n_s : 価数 (5)

M_s : モル濃度 (0.02)

F_s : ファクタ (既知)

D-B : 終点における滴定値

硫酸アンモニウム鉄(II)

n_t : 価数 (1)

M_t : モル濃度 (0.1)

F_t : ファクタ (未知)

S : 試料採取量

キーワード：ファクタ標定、酸化還元定、硫酸アンモニウム鉄(II)、過マンガン酸カリウム

※装置のオプション構成によっては、測定できない場合があります。