

シート No.

GT-310-CH-005

化学

1/3

水酸化ナトリウム溶液の標定 (JIS K 8001)

関連規格: JIS K8001 (2017) 試薬試験方法通則

測定概要

JIS K 8001 試薬試験方法通則には、試薬の試験に関する共通事項が規定されています。なお、この規格と個別規格との間に相違がある場合には、個別規格によるものとする記載されています。付属書 JA.6.4 r) 水酸化ナトリウム溶液の標定方法は、指示薬としてプロモチモールブルーを入れ終点を色で判別する方法と、電極を用いて終点を検出する電位差滴定方法が規定されています。本シートでは電位差滴定方法により水酸化ナトリウム溶液のファクターを測定し、相対標準偏差 1 %未満の測定結果が得られました。

測定原理

アミド硫酸を水酸化ナトリウムで中和する。

滴定はガラス電極により pH を記録しながら行う。当量点付近では急激な pH の変化を生じるので、その点を終点として検出する。はかりとったアミド硫酸の質量と、終点までに滴下した水酸化ナトリウム溶液の滴下量より水酸化ナトリウム溶液のファクターを算出する。



装置構成

自動滴定装置 GT-310

電極 ガラス電極 105

参照電極 105(ダブルジャンクション型) (外部液:1M 硝酸カリウム溶液、内部液:1M 塩化カリウム溶液)

使用試薬

[滴定試薬] ■0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 (容量分析用)

■0.5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 (容量分析用)

[試薬] ■アミド硫酸 (認証標準物質)

測定結果

濃度	試料採取量 (g)	滴定量 (mL)	ファクター	平均値	相対標準偏差 (%)
0.1	0.2436	25.2182	0.994	0.995	0.1
	0.2555	26.4482	0.994		
	0.2511	25.9692	0.995		
0.5	1.2077	24.8806	0.999	0.999	0.0
	1.2025	24.7824	0.999		
	1.2284	25.2967	1.000		

シート No.

GT-310-CH-005

化学

2/3

実験手順

1. 認証書に記載の条件で乾燥したアミド硫酸を表 1 に従い 0.1 mg の桁まではかりとり、100 mL トールビーカーへ移した。
2. 純水 25 mL を加えて溶解させた。
3. 水酸化ナトリウム溶液で滴定した。

表 1 濃度別の試料はかりとり量

濃度(mol/L)	試料採取量(g)
0.1	0.24~0.26
0.5	1.2~1.3

計算式

$$\text{ファクター}(f) = W / X1 / A1 \times X2 / 100$$

W: はかりとったアミド硫酸の質量 (g)

X1: 水酸化ナトリウム溶液 1 mL に相当するアミド硫酸の質量を示す換算係数 (表 2 の値)

A1: 滴定に要した水酸化ナトリウム溶液の体積 (mL)

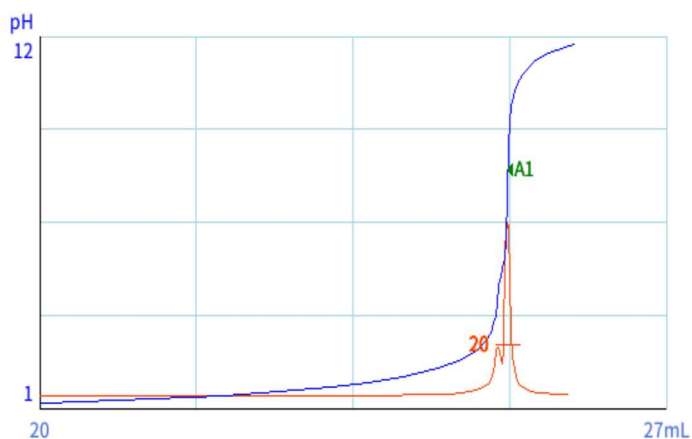
X2: アミド硫酸の純度 (99.95 %)

100: %の単位換算係数

表 2 濃度別の X1 の入力数値

濃度(mol/L)	X1(g/mL)
0.1	0.009709
0.5	0.04855

測定データ



滴定試薬	: 0.1M NaOH	
サンプル名	: アミド硫酸	
終点 1	: 25.2182 mL	8.0594 pH
測定開始	: 20.0000 mL	1.1640 pH
測定終了	: 25.9610 mL	11.761 pH
測定時間	: 5分49秒	

滴 定 条 件

- 下記に記載のないパラメーターは初期設定の数値を使用しています。

検出器	: pH
測定方法	: 一般滴定
スターラーの回転速度	: 2.5
プリセット1	: 容量 ^{*1}
プリセット1 注入量	: 20 mL
滴下量制御方法	: 設定 [普通 ^{*2}]
最大滴下量	: 400 μ L
最小滴下量	: 20 μ L
安定判断速度	: 設定 [速い ^{*2}]
安定判断基準電位差	: 0.1 pH
安定判断時間	: 3 s
終点1	: 変曲点
終点1 基準電位	: 7 pH
終点1 電位幅	: 5 pH
終点1 微分判定値	: 20 pH/mL
終点1 終点判定数	: 6 ^{*3}

*1: 電極の液絡部の浸漬及び時間短縮のため使用しています。

*2: 設定以外のパラメーターも使用できます。

*3: 初期値を使用しています。

そ の 他

- 測定に使用する薬品のラベル表示や安全データシートを必ず確認し、充分注意して取扱ってください。
- 試薬の取扱い時には保護めがねや手袋などの保護具を着用ください。
- 定期的に参照電極の内・外部液の交換を行ってください。
- 測定前に pH 校正を行ってください。
- 測定は電極の液絡部を浸漬する必要があります。規格の溶媒量が少ない関係で、滴定開始時は液絡部が浸漬しない可能性があります。プリセット滴下後に浸漬していれば測定可能です。