

水酸化ナトリウム液の標定(日本薬局方)

関連規格：第十八改正日本薬局方

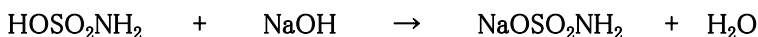
測定概要

日本薬局方の「一般試験法 9.21 容量分析用標準液」の項目では、容量分析用標準液の調製及び標定に関して記載されています。水酸化ナトリウム液の標定は、プロモチモールブルー試液を入れ色で終点を判別する指示薬法と、電極を用いて終点を検出する電位差滴定法が記載されています。本シートでは電位差滴定法で実施し、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液の滴下量より水酸化ナトリウム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 水酸化ナトリウム液 (日本薬局方用)

[試薬] ■ アミド硫酸 (認証標準物質)

測定結果

NaOH 濃度 (mol/L)	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	0.1515	15.7360	0.991	0.993	0.2
	0.1535	15.9061	0.993		
	0.1522	15.7585	0.994		

シート No.

GT-310-ME-009

製薬・化粧品

2/3

実験手順

1. デシケーター(減圧、シリカゲル)で約 48 時間乾燥したアミド硫酸 約 0.15 g を 50 mL ビーカーへ精密にはかりとった。
2. 純水 25 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定した。

計算式

$$\text{ファクター}(f) = W / X1 / A1 \times X2 \times 10$$

W : 量りと取ったアミド硫酸の質量 (g)

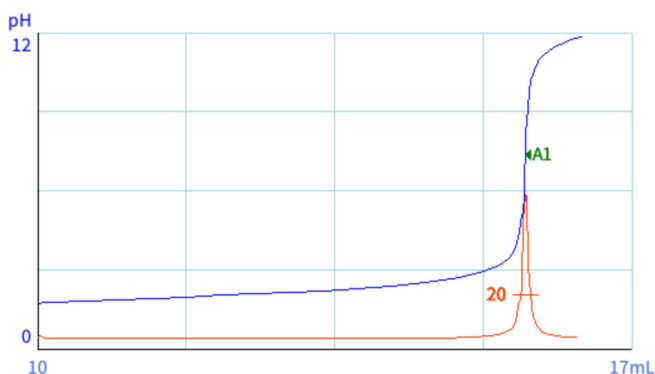
X1: 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL に相当するアミド硫酸の質量を示す換算係数(=9.709 mg/mL)

0A1: 滴定に要した 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の体積 (mL)

X2: アミド硫酸の純度 (=99.95 %)

10: g →mg への単位係数 1000 と%の単位係数 1/100 との積

測定データ



滴定試薬	: 0.1M NaOH	
サンプル名	: アミド硫酸	
滴定量	: 15.7360 mL	7.3728 pH
測定開始	: 10.0000 mL	1.7062 pH
測定終了	: 16.3970 mL	11.8318 pH
測定時間	: 5 分 02 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	: 10 mL
滴定前待ち時間	: 10 s
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 ^{*3}
終点1 終点判定数	: 6 ^{*3}
最大滴定量	: 25 mL
過剰滴定量	: 0.5 mL ^{*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が、プリセット滴下後に浸漬していれば測定可能です。