

水酸化ナトリウム溶液の標定 (国税庁所定分析法)

参考規格: 国税庁所定分析法 (訓令) 3-5-1 試薬

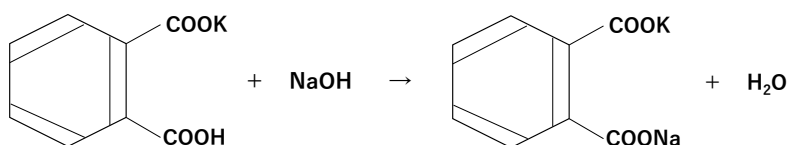
測定概要

国税庁所定分析法には、間接税課税物件及びこれに関連ある物件 (酒類など) の試験方法が記載されています。「3-5-1 試薬」を参考に総酸 (遊離酸) やアミノ酸の試験に使用する 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の標定を行いました。国税庁所定分析法にはフェノールフタレインを添加して淡紅色を呈する点を終点とする方法が記載されています。今回はガラス電極による電位差滴定により実施し、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

フタル酸水素カリウムを水酸化ナトリウム溶液で中和する。

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。はかりとったフタル酸水素カリウムの質量と、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)

[試薬] ■ フタル酸水素カリウム (認証標準物質)

測定結果

試料名	試料採取量 (g)	滴定量 (mL)	ファクター	平均値 (%)	相対標準偏差 (%)
フタル酸水素 カリウム	0.5055	24.8677	0.9955	0.9947	0.1
	0.5048	24.8527	0.9947		
	0.5083	25.0423	0.9940		

シート No.

GT-310-FO-013

食品・飼料

2/3

実験手順

1. 認証書に記載の条件で乾燥したフタル酸水素カリウム約 0.5 g を 100 mL ビーカーへ精ひょうし、純水を約 50 mL 加えた。
2. 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定した。

計算式

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

W: フタル酸水素カリウムの試料量 (g)

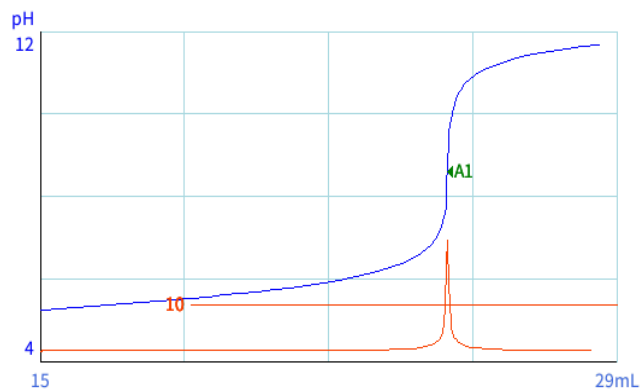
X1: 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL に相当するフタル酸水素カリウムの質量 (=20.42 mg/mL)

A1: 滴定値 (mL)

X2: フタル酸水素カリウムの純度(=100.00 %)

10: g → mg の単位換算係数(1000)を % の単位換算係数 (100)で割った値

測定データ



サンプル名	フタル酸水素カリウム	
滴定量	: 24.8527 mL	8.6198 pH
測定開始	: 15.0000 mL	5.2948 pH
測定終了	: 28.788 mL	11.6914 pH
測定時間	: 5分29秒	

シート No.

GT-310-FO-013

食品・飼料

3/3

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
プリセット 1	: 容量 ^{*1}
P1 注入量	: 15 mL
初回吸引位置	: 75 % ^{*2}
滴下量制御方法	: 設定 [普通 ^{*3}]
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 ^{*3}]
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	: 10 pH/mL
終点 1 終点判定数	: 20
最大滴定量	: 35 mL

*1: 時間短縮のため使用しています。

*2: 終点位置でのビュレットの吸引を防ぐため、75 % (15 mL)吐出時に初回吸引する様に使用しています。

*3: 設定以外のパラメーターも使用できます。

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。