

過マンガン酸カリウム液の標定（日本薬局方（1））

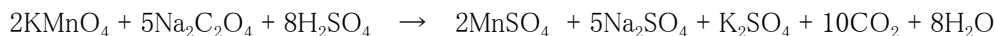
参考規格：第十八改正日本薬局方

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。「0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液」の標定は、シュウ酸ナトリウム溶液を過マンガン酸カリウム液で淡赤色を 30 秒間持続するまで滴定します。本シートでは電位差滴定法で実施し、淡赤色を呈する電位が 30 秒間維持する点を終点とするため「復帰時間」を測定方法としました。一般的な変曲点を終点とする方法は、アプリケーションシート(GT310-ME-015: 過マンガン酸カリウム液の標定(日本薬局方(2)))を参照ください。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

過マンガン酸カリウムによるシュウ酸ナトリウムの酸化還元滴定を行う。酸性条件下において過マンガン酸カリウムは5価の酸化剤として働くため、下記の反応式となる。この反応速度は遅いため、加熱して反応促進を行う。さらに、酸化還元反応により生成するマンガン(II)イオンが触媒として働くため、あらかじめ過マンガン酸カリウムと反応させマンガン(II)イオンを生成し、再度加熱後に滴定を行っている。滴定は白金検出電極-参照電極間の電位差を記録しながら行う。淡赤色が 30 秒間持続した電位を終点として設定し検出する。量り取ったシュウ酸ナトリウムの質量と、終点までに滴下した過マンガン酸カリウム液の滴下量より 0.02 mol/L 過マンガン酸カ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 白金検出電極 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] ■0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液（日本薬局方用）

[試薬] ■シュウ酸ナトリウム（認証標準物質）

■硫酸(1→20)・・・硫酸(特級)を純水で 20 倍希釈した。

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 (%)
シュウ酸ナトリウム	0.3056	5.6980	0.998	0.997	0.2
	0.3066	5.8320	0.998		
	0.3083	6.2820	0.994		

シート No.

GT-310-ME-016

製薬・化粧品

2/3

実験手順

1. シュウ酸ナトリウムを 150～200 ℃で 1～1.5 時間乾燥した後(今回は 175℃で 1.5 時間)、デシケーター(シリカゲル)中で放冷した。
2. 約 0.3 g を 500 mL ビーカー*に精密に量り、純水 30 mL に溶かした。
3. 薄めた硫酸(1→20) 250 mL を加え、液温を 30～35 ℃とした後、穏やかにかき混ぜながら速やかに 40 mL を加え(今回は GT-310BRT の分注操作を使用)、液の赤色が消えるまで放置した。
4. 55～60 ℃に加熱した後、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定した。

*規格では 500 mL 三角フラスコを使用していますが、溶媒量が少なく電極が溶液に浸漬しないため、ビーカーを使用しています。

計算式

$$\text{ファクター}(f) = W / X1 / (A1+40) \times X2 \times 10$$

W: 量り取ったシュウ酸ナトリウムの質量 (g)

X1: 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 1 mL に相当するシュウ酸ナトリウムの質量を示す換算係数 (=6.7 mg/mL)

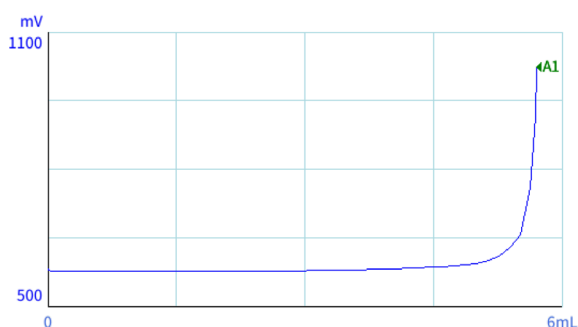
A1: 滴定に要した 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液の体積 (mL)

40: 実験手順 3 で加えた 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液の体積 (=40 mL)

X2: シュウ酸ナトリウムの純度 (=99.96 %)

10: g → mg の単位換算係数(1000)と%の単位換算係数(1/100)の積

測定データ



サンプル名	シュウ酸ナトリウム	
滴定量	: 5.6980 mL	1024.4 mV
測定開始	: 0.000 mL	582.5 mV
測定終了	: 5.6980 mL	1024.4 mV
測定時間	: 6分17秒	

シート No.

GT-310-ME-016

製薬・化粧品

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。

スターラー回転速度	: 3.5
測定方法	: 復帰時間 : R-TIME
検出器	: mV
滴定前待ち時間	: 10 s
滴下量制御方法	: 設定
最大滴下量	: 150 μ L
最小滴下量	: 10 μ L
ゲイン	: 2.5
滴下周期	: 7 s
終点判定時間	: 30 s
終点電位	: 950 mV
最大滴定量	: 20 mL

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メガネ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。