

シート No.

GT-310-ME-019

製薬・化粧品

チオ硫酸ナトリウム液の標定(日本薬局方)

1/3

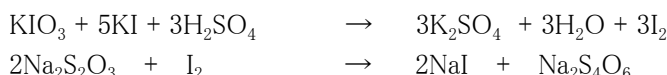
関連規格：第十八改正日本薬局方

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と標定に関して記載されています。「0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液」の標定は、でんぷん試液を加えて終点を色の変化で判別する指示薬法と、白金電極を用いた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

酸性条件下において、よう素酸カリウムとよう化カリウムを反応させてよう素を遊離する。チオ硫酸ナトリウムで遊離よう素の酸化還元滴定を行う。滴定は、複合白金電極の白金検出電極-参照電極間の電位差を記録しながら行う。当量点付近では急激な電位差の変化を生じるので、その点を終点として検出する。量り取ったよう素酸カリウムの質量と終点までに滴下したチオ硫酸ナトリウム液の滴下量より 0.1 mol/L チオ硫酸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 複合白金電極 150 (内部液：3.3M 塩化カリウム溶液)*

フッ素樹脂ノズル 150

*:よう素瓶の口径が狭く容器高さがあるため、スリ下 150 mm ノズルとスリ下 150 mm 複合電極を使用しています。

使用試薬

[滴定試薬] ■0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液(日本薬局方用)

[調製試薬] ■よう素酸カリウム(認証標準物質)・・・120～140℃で1.5～2時間乾燥した後、デシケーター(シリカゲル)中で放冷したもの。

■希硫酸・・・硫酸(特級)5.7 mL を純水 10 mL に加え、流水、氷浴などで冷却後、純水を加えて 100 mL としたもの(10%)。

■よう化カリウム(特級)

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 (%)
よう素酸カリウム	0.05245	14.6988	1.003	1.004	0.2
	0.05364	14.9853	1.006		
	0.05222	14.6285	1.004		

シート No.

GT-310-ME-019

製薬・化粧品

2/3

実験手順

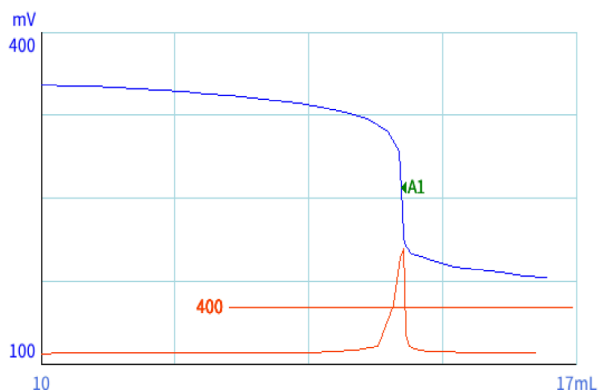
1. よう素酸カリウム約 50 mg をよう素瓶(250 mL よう素フラスコ)に精密に量り、純水 25 mL を加え溶かした。
2. よう化カリウム 2 g 及び希硫酸 10 mL を加え、密栓し、10 分間放置した。
3. 純水 100 mL を加え、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定した。
4. 別途、空試験を行った。

計算式

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

- W : 量り取ったよう素酸カリウムの質量(g)
X1 : 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL に相当するよう素酸カリウムの質量を示す換算係数(=3.567 mg/mL)
A1 : 滴定に要した 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の体積 (mL)
B : 空試験に要した 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の体積 (=0.04490 mL)
X2 : よう素酸カリウムの純度 (=99.97 %)
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	: よう素酸カリウム		
滴定量	: 14.6988 mL	260.2	mV
測定開始	: 10.000 mL	352.8	mV
測定終了	: 16.602 mL	178.8	mV
測定時間	: 3 分 20 秒		

シート No.

GT-310-ME-019

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。

空試験		本滴定
スターラー回転速度	: 2.5	: 2.5
測定方法	: 一般滴定	: 一般滴定
検出器	: mV	: mV
プリセット 1	: なし	: 容量*1
P1 注入量		: 10 mL
滴定前待ち時間	: 10 s	: 10 s
滴下制御方法	: コンスタント [細かい*2]	: 設定 [普通*2]
最大滴定量		: 300 μ L
滴下量		
最小滴定量	: 6 μ L	: 20 μ L
安定判断速度	: 設定 [速い*2]	: 設定 [速い*2]
安定判断基準電位差	: 2 mV	: 2 mV
安定判断時間	: 4 s	: 3 s
終点 1	: 変曲点	: 変曲点
終点 1 基準電位	: 250 mV	: 250 mV
終点 1 電位幅	: 500 mV	: 500 mV
終点 1 微分判定値	: 500 mV/mL	: 400 mV/mL
終点 1 終点判定数	: 3	: 8
最大滴定量	: 0.3 mL	: 25 mL
過剰滴定量	: 0.05 mL	: 0.5 mL *3

*1: 滴定時間短縮のため、使用しています。

*2: 設定以外のパラメーターでも使用できます。

*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。
- 定期的に電極の内部液を交換してください。
- 電極の液酪部を溶液に浸漬させて測定してください。