

アプリケーションノート

過マンガン酸カリウム溶液のファクター

関連業種	:	無機化学工業製品
使用装置	:	電位差自動滴定装置
測定手法	:	電位差滴定法 / 酸化還元滴定
関連規格	:	ASTM, JIS K8001-2017

1. 概要

容量分析では、滴定や添加などに用いる標準液のモル濃度を、端数の無い数値と、端数を係数にした数値に分けて正確なモル濃度を表しますが、その時の係数をファクターと呼んでいます。0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液のファクターは「JIS K 8001-2017試薬試験方法通則」に基づいて、しゅう酸ナトリウムの硫酸酸性溶液を試料とし、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で当量点まで滴定して、その滴定量から算出します。

2. 測定上の注意点

- 1) 過マンガン酸カリウム溶液は、遮光された気密容器で、暗所に保管してください。
- 2) JIS K 8001-2017 では、過マンガン酸カリウム溶液を一定量加えてから 60℃に加熱し、十分に反応させてから更に滴定を続けるように記載されていますが本測定では、測定開始と同時に水浴等の加熱装置に試料を入れたビーカーを設置し、試料が 60℃に到達するまでに、過マンガン酸カリウム溶液を一定量加える方法で行いました。

3. 分析終了後の処置

電極は純水で洗浄した後、電極の液絡部が乾燥しない様、純水に浸漬して保管してください。

4. 装置構成

本体	:	電位差自動滴定装置 (標準プリアンプリファイア STD-)
電極	:	複合白金電極 (外筒内部液 : 3.3mol/L 塩化カリウム溶液)

5. 試薬

滴定液	:	0.02mol/L(0.1N)過マンガン酸カリウム溶液
標準物質	:	しゅう酸ナトリウム※
添加試薬	:	硫酸+イオン交換水(1+1)

※60分間200℃で加熱し乾燥する。

6. 分析手順

～前処理～

- 1) しゅう酸ナトリウムの必要量を200℃で約60分間加熱した後、デシケーターに入れて放冷します。

～測定～

- 1) 300mLトルビーカーに前処理を行ったしゅう酸ナトリウム0.20～0.24 gを精密に採取します。
 - 2) 純水200mLを添加した後、硫酸（1+1）20mLを加え、70℃に加熱します。
 - 3) 直ちに、調製した0.02mol/L過マンガン酸カリウムを緩くかき混ぜながら、一定量（28mL）注入します。
 - 4) 溶媒を攪拌しながら、定量注入機能を使用して300秒間反応させます。
 - 5) 過マンガン酸カリウム溶液で滴定します。
 - 6) 測定後、水に5分間浸漬させ、電極の温度を下げます、電位が安定するのを待ち、次の測定を行います。
- 3)、4)、5)の工程は、設定したメソッドにより自動的に行われます。

別に、同一条件で空試験を行って滴定量を補正します。なお、いずれの滴定においても滴定中の温度は、60℃以下にならないことが望ましい。

7. 計算式

$$\text{ファクター} = \text{SIZE} \times R / (\text{EP1} - \text{BL1}) / \text{C1} / \text{K1}$$

SIZE	:	しゅう酸ナトリウム採取量 (g)
R	:	しゅう酸ナトリウム純度= 99.5%
EP1	:	滴定量 (mL)
BL1	:	空試験時の滴定量 (mL)
C1	:	度換算係数 = 6.70mg/mL
K1	:	位換算係数 = 0.1

8. 測定例

－滴定パラメータ－

<滴定モード> :自動間欠
 <滴定様式> ;自動終点停止

<定量注入>
 停止注入量 : 28mL
 間欠時間 : 0s
 注入速度 : 1s/mL
 注入前の待ち時間 : 0s

<滴定パラメータ>		<制御パラメータ>	
ビュレット No.	: 1	終点検出数	: 1
検出方法(制御用)	: Ch1, mV	終点判断方法	: 自動
pH 入力電位	: 標準	ゲイン	: 1
終点検出方向	: 自動	データ採取条件	: 自動
滴定前の待ち時間	: 300s	制御速度モード	: 標準
定量注入モード	: 容量停止	その他の制御	: 標準
最大滴定量	: 60.0 (mL)	自動間欠モード	: 標準[詳細]

上記の測定パラメータは一例です。機種によりパラメータ項目が異なる場合があります。

－滴定曲線の一例－

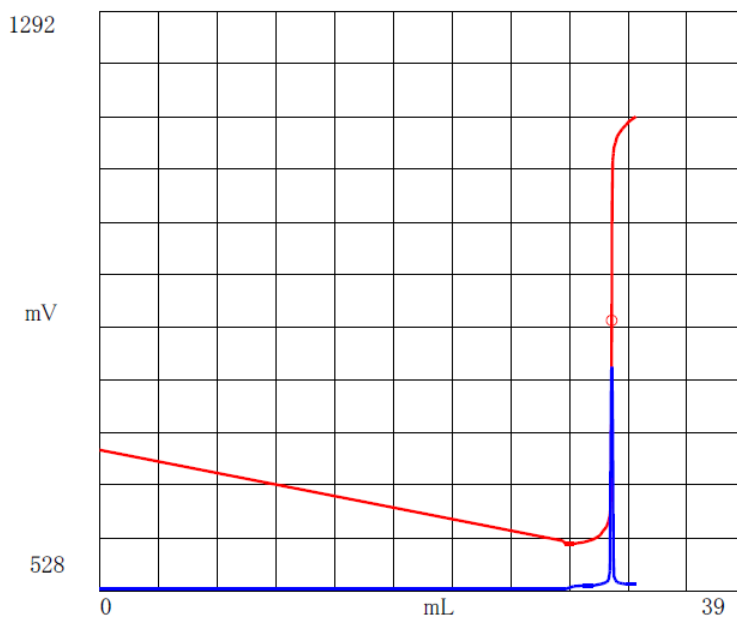


Table 1 過マンガン酸カリウムのファクター測定結果

	採取量 (g)	終点滴定量 (mL)	滴定時間 (時:分:秒)	ファクター
1	0.2017	30.299	0:12:40	0.9886
2	0.2020	30.391	0:13:15	0.9871
3	0.2034	30.617	0:13:07	0.9866
平均値				0.9874
標準偏差				0.0011
RSD(%)				0.11

9. まとめ

過マンガン酸カリウム (potassium permanganate)は、化学式 KMnO_4 の無機化合物で、カリウム(K^+)と過マンガン酸イオン(MnO_4^-)より構成されます。組成式量は、158.04で、水、アセトンやメタノールに可溶です。分析化学では KMnO_4 水溶液の標準溶液はその色が紫色の為、酸化還元滴定の滴定剤として用いられています。今回の試料においては、測定結果より相対標準偏差が0.5%以下と良好な繰返し性がえられています。電位差自動滴定装置を使用する事によって、安定で個人差のない測定が可能になります。

10. 参考文献

- 1) JIS K 8001-2017 試薬試験方法通則