

アプリケーションノート

亜硫酸カリウムの定量

関連業種	:	化学
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	:	

1. 概要

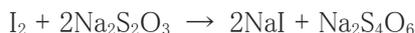
亜硫酸カリウムは写真現像薬、漂白剤、医薬・医薬中間体、酸化防止剤、防腐剤等に使用されています。本アプリケーションでは、洗浄液中に含まれる亜硫酸カリウムを測定した例を紹介します。

測定方法は逆滴定を適用しました。試料にヨウ素溶液を加え、過剰のヨウ素をチオ硫酸ナトリウムで滴定する方法です。

- ・亜硫酸カリウムとヨウ素の反応



- ・ヨウ素とチオ硫酸ナトリウムの反応



2. 分析終了後の処置

内部液の流出および濃縮を抑制するため、電極保管時は複合白金電極の内部液充填口をゴム栓で密栓してください。

3. 装置構成

- ・電位差自動滴定装置(標準プリアンプリファイアSTD)
- ・複合白金電極(内部液:3.3mol/L 塩化カリウム水溶液)
- ・ガラス電極
- ・温度補償電極

4. 試薬

滴定液:0.05mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液

添加試薬:1% フェノールフタレインエタノール溶液、硝酸(1+1)、0.05mol/L ヨウ素溶液、
20% ヨウ化カリウム溶液、酢酸

5. 分析手順

- 1) 200mL三角フラスコに試料を採取し、試料の質量を測定します。
 - 2) 純水50mLおよび1% フェノールフタレイン溶液を2滴加えます。
 - 3) 紅色が消えるまで硝酸(1+1)を加えます。
 - 4) 0.05mol/L ヨウ素溶液を正確に10mL加えます。
 - 5) 20% ヨウ化カリウム溶液10mLおよび酢酸5mLを加えます。
 - 6) 静かに攪拌した後、密栓し、暗所で5分間放置します。
 - 7) 純水を用い、三角フラスコの内容物をすべて200mLビーカーに洗い入れます。
 - 8) 0.05mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定します。
- ※別途、試料測定時と同条件で空試験を行います。

6. 計算式

$$\text{亜硫酸カリウム(wt\%)} = (\text{BL1} - \text{EP1}) / 1000 \times 0.05 \times \text{TF} \times 158.26 / 2 / \text{S} \times 100$$

EP1	・・・滴定量 (mL)	
BL1	・・・空試験時の滴定量(mL)	=19.1923
TF	・・・滴定液のファクタ	=0.9785
S	・・・試料採取量(g)	

7. 測定例

—滴定装置の設定—

〈滴定モード〉	: 自動間欠	〈制御パラメータ〉	
〈滴定様式〉	: 自動終点停止	終点検出数	: 1
〈滴定パラメータ〉		終点判断方法	: 自動
最大滴定量	: 30mL	ゲイン	: 1
検出方法	: ch1, mV	データ採取条件	: 自動
滴定前の待ち時間	: 0s	制御速度モード	: 標準
定量注入モード	: しない	その他の制御	: 標準
		スターラスピード	: 4
		自動間欠モード	: 標準

(上記の設定は一例です。機種によっては設定項目が異なる場合があります。)

—滴定曲線の一例—

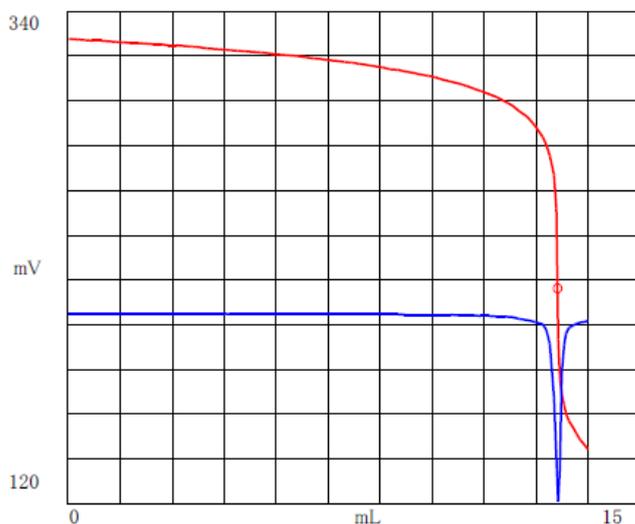


Table 1 測定結果

	採取量(g)	滴定量(mL)	亜硫酸カリウム(%)
1	5.1132	12.8557	0.480
2	5.1151	12.9818	0.470
3	5.1234	12.9621	0.471
4	5.1225	12.9461	0.472
5	5.1137	12.9481	0.473
平均	-	-	0.473
標準偏差	-	-	0.004
RSD(%)	-	-	0.822

8. まとめ

RSD値(相対標準偏差)は1%未満となり、良好な精度が得られました。弊社の電位差滴定装置により、亜硫酸カリウムの測定が可能です。