

容量分析法は...

「定量」分析法である

「滴定」による化学反応の「当量点」から
試料溶液中の「試料濃度(含量)」を求める方法

「ビュレット1本」でできる

日本薬局方収載医薬品

性状, (物性値), 確認試験, 純度試験,
定量法, 貯法...

1

容量分析法(教科書p.37)



容量分析用標準液(濃度既知)を 試料液(濃度未知)へ
少量ずつ加えて反応させる(= 滴定)

→ 当量点

→ 標準液の体積から試料液中の成分量を計算する

* 化学反応の条件(教科書p.38)

2

当量点: 反応が完結する理論上の点

終点: 実験的に判定した当量点

終点判定法

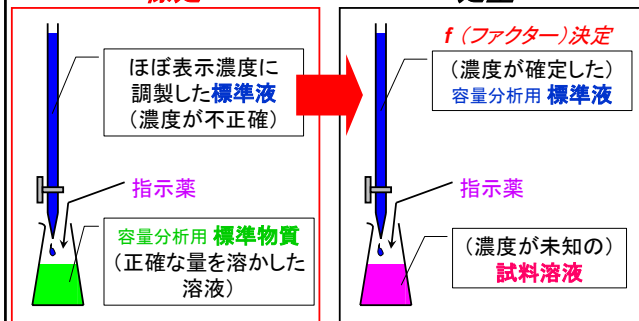
- 1) 目視指示薬: 当量点前後での色調変化
- 2) 機器計測(電位差滴定など)

* 当量点と終点の不一致の度合い → 指示薬誤差

3

標定

定量



4

標定とは..(教科書p.39)

(ほぼ表示濃度になるように)調製した標準液を

- 高純度物質と反応させる
- 濃度を正確に決定する → 容量分析用標準液

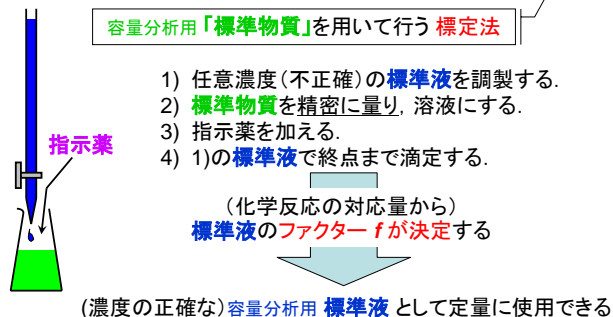
ファクター(f)とは..

$$f = \frac{\text{(標定で求めた)標準液の真の濃度}}{\text{調製した標準液の表示濃度}}$$

日本薬局方: $0.970 \leq f \leq 1.030$ の範囲で調製

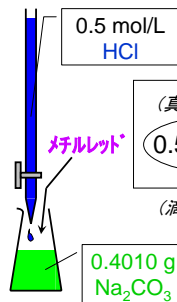
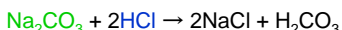
5

標定による標準液のファクター算出 1) 直接法



6

(調製した)標準液: 0.5 mol/L 塩酸 (HCl)
標準試薬: 炭酸ナトリウム (Na₂CO₃)



(真のモル濃度)

$$0.5(\text{mol/L}) \times f \times \frac{15}{1000} (\text{L}) : \frac{0.4010(\text{g})}{105.989(\text{g/mol})}$$

(滴定に要した HCl のモル数) (Na₂CO₃ のモル数)

$$= 2 : 1$$

$$f = * * *$$

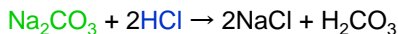
0.5 mol/L HCl (f = * * *)

この容量分析用標準液の真の HCl 濃度は
 $0.5 \times f = * * * \text{ mol/L}$

(化学反応の)対応量(mg)について

例: 日本薬局方 容量分析用標準液 0.5 mol/L 塩酸

$$0.5 \text{ mol/L 塩酸 } 1 \text{ mL} = (?) \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$



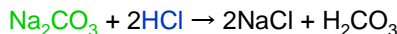
1 mol/L HCl 1000 mL に対応する Na₂CO₃ の量
= $1/2 \times 105.989$ (g)

0.5 mol/L HCl 1 mL には
= $1/2 \times 1/1000 \times (1/2 \times 105.989)$ (g)
= $1/2 \times (1/2 \times 105.989)$ (mg)
= 26.487 mg

標準液に対する(標準物質の)対応量(mg)が決まれば・・

例: 日本薬局方 容量分析用標準液 0.5 mol/L 塩酸

$$0.5 \text{ mol/L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 26.487 \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$



調製した標準液のファクターは

$$f = \frac{1000 \times \text{標準物質の秤量値(g)}}{\text{対応量(mg)} \times \text{標準液の滴定量(mL)}}$$

・・ただし、プロ向けの計算式でお薦めしません

標定による標準液のファクター算出 2) 間接法

(すでに直接法でファクターを決めてある)
容量分析用「標準液」を用いて行う 標定法



(標定したい)標準液

容量分析用標準液

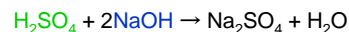
直接法による標定:



任意濃度の標準液

容量分析用標準物質

(調製した標準液): 0.1 mol/L NaOH
容量分析用標準液: 0.05 mol/L H₂SO₄(f = 1.009)



0.1 mol/L NaOH

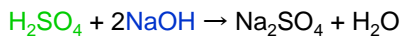
0.05 mol/L H₂SO₄ (f = 1.009)

直接法による標定:



0.05 mol/L H₂SO₄

Na₂CO₃



滴定に要した NaOH のモル数 : H_2SO_4 のモル数 = 2 : 1

0.1 mol/L NaOH ($f = * * *$)

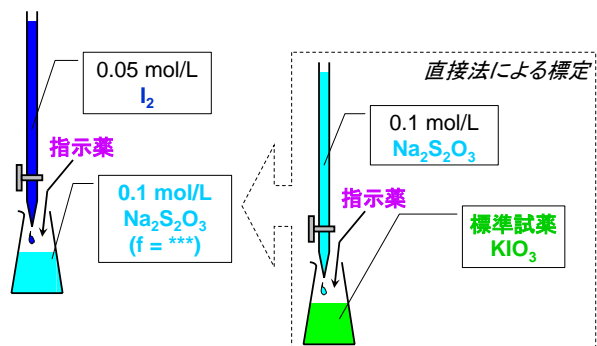
この容量分析用標準液の真の NaOH 濃度は
 $0.1 \times f = * * *$ mol/L

13

局方収載医薬品(アスコルビン酸)を定量する場合...

容量分析用標準液: 0.05 mol/L ヨウ素(I_2)液

容量分析用標準液: 0.1 mol/L 亜硫酸ナトリウム($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)液



14