

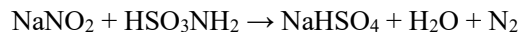
アプリケーションノート

0.5mol/L 亜硝酸ナトリウムの標定

関連業種	:	化学
使用装置	:	電位差自動滴定装置
測定手法	:	定電圧分極滴定/酸化還元滴定
関連規格	:	-

1. 概要

亜硝酸ナトリウムは、ジアゾ化滴定によって芳香族第一級アミンを測定する際の滴定液として用いられます。本アプリケーションでは、アミド硫酸を標準物質とし、0.5mol/L 亜硝酸ナトリウムを標定した例を紹介しします。亜硝酸ナトリウム(NaNO_2)がアミド硫酸(HSO_3NH_2)を酸化することにより、反応は以下のように進行します。



測定方法は定電圧分極滴定を適用しました。この方法は、双白金電極間に一定の電圧を印加し、それによって流れる電流を測定しながら滴定を行います。滴定の終点以前では、上記の反応によって亜硝酸イオンがアミド硫酸によって消費されます。そのため、終点に到達するまで電流は一定値を示します。当量点に達した後、わずかに亜硝酸イオンが過剰になると、双白金電極の陽極において亜硝酸イオンが酸化されます。これによって急激な電流値の上昇が観測されます。亜硝酸イオンが過剰になるほど陽極酸化による電流値の上昇が続くため、滴定曲線に変曲点は現れません。この滴定では、滴定曲線の立上りの屈曲部を終点とします。弊社の滴定装置は、滴定曲線の直線部に引いた 2 接線の交点を終点として検出する機能があります。本稿では、この機能を利用し、滴定曲線の屈曲部を終点として検出しました。

2. 測定上の注意点

亜硝酸の揮発を抑制するため、液温を 15°C 以下にして測定を行ってください。

3. 分析終了後の処置

双白金電極の白金部分をペーパーウェスで拭き取り、清浄な状態にしてください。

4. 装置構成

電位差自動滴定装置(分極滴定用プリアンプリファイアPOT)
双白金電極
温度補償電極

5. 試薬

滴定液:0.5mol/L 亜硝酸ナトリウム溶液
添加試薬:濃塩酸、臭化カリウム
その他:純水、純水を凍らせた氷片

6. 分析手順

[校正]

- 1) 滴定する試料溶液を準備します。
- 2) 校正設定画面で定電圧値を500mVに設定します。
- 3) 双白金電極を試料溶液に浸漬し、校正を実行します。

[標準物質の乾燥]

容量分析用標準物質のアミド硫酸を認証書に定められた方法で乾燥させます。
本稿では、50℃で2時間乾燥しました。

[測定]

- 1) 乾燥後のアミド硫酸0.3gをビーカーに採取し、質量を測定します。
- 2) 純水50mL、濃塩酸5mL、臭化カリウム5g、純水を凍らせた氷片30gを加えます。
- 3) 液温を15℃以下に保ちながら0.5mol/L 亜硝酸ナトリウムで滴定します。

7. 計算式

$$0.5\text{mol/L 亜硝酸ナトリウムのファクタ} = S / (0.048548 \times EP1) \times R / 100$$

S	・・・アミド硫酸の採取量(g)
EP1	・・・第一終点までに要した滴定量(mL)
R	・・・アミド硫酸の純度(%)

8. 測定例

— 滴定装置の設定 —

〈滴定モード〉	: 間欠・連続等速	〈制御パラメータ〉	
〈滴定様式〉	: 自動交点検出	終点検出数	: 1
〈滴定パラメータ〉		終点判断方法	: 設定する
最大滴定量	: 20.0mL	角度差	: 40Deg.
検出方法	: ch3, μA	ゲイン	: 1
滴定前の待ち時間	: 0s	データ採取条件	: 設定する
定量注入モード	: しない	データ採取電位	: 999mV
		データ採取滴定量	: 0.1mL
		制御速度モード	: 設定する
		間欠時間	: 15s
		一回の注入量	: 0.1mL
		注入速度	: 1s/mL
		スターラスピード	: 2

(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 —

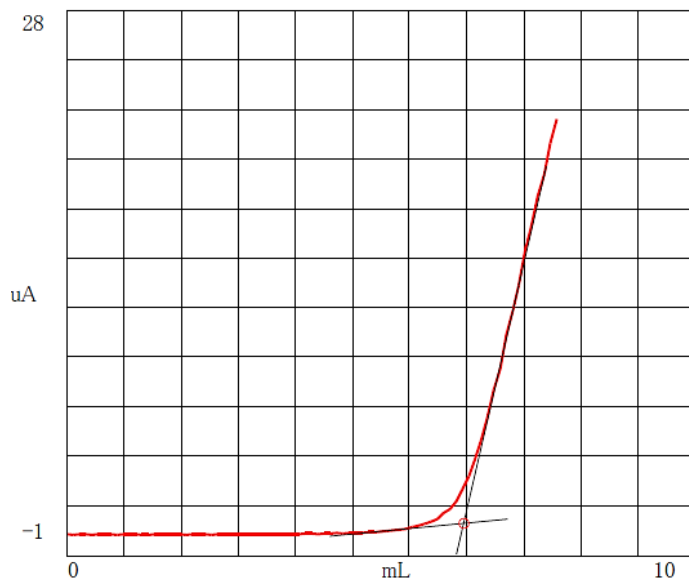


Table1 0.5mol/L 亜硝酸ナトリウムの標定の結果

	採取量(g)	滴定量(mL)	ファクタ
1	0.3481	7.1394	1.0043
2	0.3073	6.3183	1.0018
3	0.2913	5.9631	1.0062
平均	-	-	1.0041
標準偏差	-	-	0.0022
RSD(%)	-	-	0.2201

9. まとめ

繰り返し性はRSD値で1%未満となり、良好な精度が得られました。弊社の滴定装置により、亜硝酸ナトリウムの標定が可能です。