

アプリケーションノート

亜リン酸ナトリウム五水和物の定量

| | | |
|------|---|---------------|
| 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

亜リン酸ナトリウムは、有機合成触媒、還元剤等に利用されています。本アプリケーションでは、めっき液中の亜リン酸ナトリウムおよび調製した亜リン酸ナトリウム水溶液の測定例を紹介します。

測定方法は酸化還元滴定を適用しました。一定過剰量のバナジン酸塩によって亜リン酸を酸化し、未反応のバナジン酸塩をモール塩で滴定しました。亜リン酸の酸化を定量的に進行させるため、触媒として銀塩の添加が必要です。

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)

4. 試薬

滴定液:0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄(II)溶液(0.1mol/L モール塩溶液)

添加試薬:0.1mol/L バナジン(V)酸アンモニウム溶液

(0.1mol/L メタバナジン酸アンモニウム溶液)

5% 硫酸銀溶液(調製方法:硫酸銀5gを濃硫酸に溶かして100mLとする。)

5. 分析手順

- 1) 試料5mLをビーカーに正確に採取します。
 - 2) 0.1mol/L メタバナジン酸アンモニウム溶液20mLを加えます。
 - 3) 5% 硫酸銀溶液4mLを加えます。
 - 4) 純水を加えて液量を約60mLとし、5分間煮沸します。
 - 5) 放冷後、0.1mol/L モール塩溶液で滴定します。
- ※別途、試料測定時と同条件で空試験を行います。

6. 計算式

$$\text{亜リン酸ナトリウム五水和物(g/L)} = (\text{BL1}-\text{EP1}) \times \text{TF} \times 10.802 / \text{S}$$

| | | |
|-----|---------------------------|----------|
| BL1 | ・・・空試験時の滴定量(mL) = 20.0825 | |
| EP1 | ・・・滴定量 (mL) | |
| TF | ・・・滴定液のファクタ | = 0.9992 |
| 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 | : 40mL | 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—

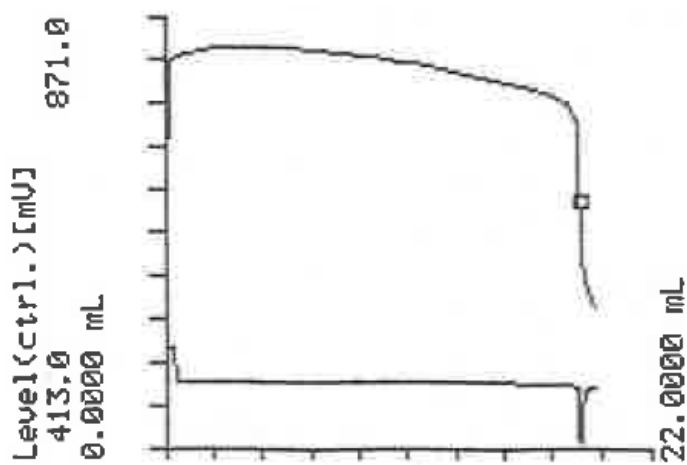


Table 1 めっき液中の亜リン酸ナトリウム五水和物の測定結果

| | 採取量(mL) | 滴定量(mL) | 測定結果(g/L) |
|--------|---------|---------|-----------|
| 1 | 5.0 | 18.6226 | 3.151 |
| 2 | 5.0 | 18.6218 | 3.153 |
| 3 | 5.0 | 18.6406 | 3.113 |
| 平均 | - | - | 3.139 |
| 標準偏差 | - | - | 0.023 |
| RSD(%) | - | - | 0.718 |

Table 2 調製した試料中の亜リン酸ナトリウム五水和物の測定結果

| 採取量(mL) | 空試験(mL) | 滴定量(mL) | 測定結果(g/L) | 調製濃度(g/L) |
|---------|---------|---------|-----------|-----------|
| 5.0 | 20.0825 | 19.621 | 0.997 | 1.046 |
| | | 17.805 | 4.916 | 4.896 |

8. まとめ

めっき液中の亜リン酸ナトリウム五水和物を測定した結果、RSD値は1%未満となり、良好な精度が得られました。また、調製した亜リン酸ナトリウム水溶液の測定結果は、調製濃度と良好な一致を示しました。弊社の電位差滴定装置により、亜リン酸ナトリウム五水和物の測定が可能です。