

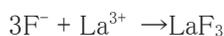
アプリケーションノート

硝酸ランタンを滴定液とするフッ化物イオンの定量

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/沈殿滴定
関連規格	:	

1. 概要

一般的に、フッ化物イオンはイオンクロマト法、吸光光度法、イオン電極法等によって定量されます。これらの方法は複数のフッ化物イオン標準液を用いて検量線を作成する必要があります。それに対して滴定は化学量論に基づく分析方法であるため、検量線を必要とせず、簡便かつ迅速な測定が可能です。フッ化物イオンは以下のようにランタンイオンと定量的に反応し、フッ化ランタンの沈殿を生じます。



本アプリケーションノートでは硝酸ランタンを滴定液とし、フッ化ナトリウムの純度を測定した例を紹介します。

2. 装置構成

本体: 電位差自動滴定装置

電極: フッ化物イオン選択性電極

ダブルジャンクション型比較電極(外筒内部液: 1mol/L 硝酸カリウム)

3. 試薬

滴定液: 0.033mol/L 硝酸ランタン水溶液

添加試薬: 2-プロパノール、純水

pH5.5緩衝液 (2-モルホリノエタンスルホン酸97.6gを900mLの純水に溶解し、水酸化ナトリウムでpH5.5に調節した後、純水で全量を1Lとします。)

4. 分析手順

- 1) 試料を樹脂製のビーカに採取し、精秤します。
- 2) pH5.5緩衝液5mLを加えます。
- 3) 純水50mLおよび2-プロパノール50mLを加えます。
- 4) 0.033mol/L 硝酸ランタン水溶液で滴定します。

5. 計算式

$$\text{フッ化ナトリウムの純度(\%)} = (\text{EP1}-\text{BL1}) \times \text{TF} \times 4.157 \times 0.1 / (\text{S}/\text{R} \times \text{K1})$$

EP1	・・・第一終点滴定量 (mL)
BL1	・・・空試験の滴定量(0mL)
TF	・・・滴定液のファクタ(0.9935)
S	・・・試料採取量(g)
R	・・・希釈係数
K1	・・・調製した試料溶液の採取量(mL)

本試験では、フッ化ナトリウム 1.0535g を純水に溶解し全量を正しく 250mL とした溶液を 10mL 採取して測定しました。この場合、S=1.0535g、R=250、K1=10 となります。

6. 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
		ゲイン	: 5
		データ採取条件	: 設定する
最大滴定量	: 20mL	データ採取電位	: 20mV
検出方法	: ch1, mV	データ採取滴定量	: 0.5mL
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

(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—

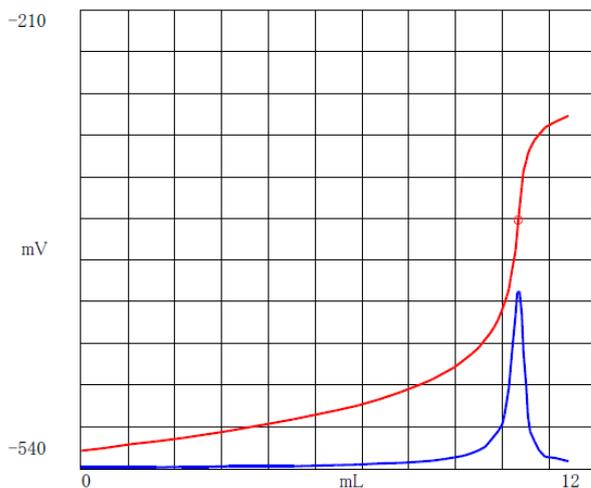


Table 1 測定結果

	採取量(g)	滴定量(mL)	フッ化ナトリウム(%)
1	1.0535	10.1988	99.95
2	1.0535	10.1999	99.97
3	1.0535	10.1901	99.87
平均	-	10.1963	99.93
標準偏差	-	0.0054	0.05
RSD(%)	-	0.0527	0.05

7. まとめ

繰り返し性はRSD値で0.1%未満となり、良好な精度が得られました。滴定反応によって生じるフッ化ランタンの溶解度を低下させるため、2-プロパノールを添加する必要があります。また、この滴定ではpH5.5にて滴定を行う必要がありますが、酢酸-酢酸ナトリウム緩衝液を適用した場合、測定値に正の誤差を生じます。そのため、本アプリケーションで提案しました緩衝液を使用してください。本試験では調製したフッ化ナトリウム水溶液を試料とし、良好な結果が得られましたが、実試料のフッ化物イオンの測定可否については検証が必要です。本法では簡便かつ迅速にフッ化物イオンを定量できる利点があります。ご不明な点がありましたら、弊社までご連絡ください。