

## アプリケーションノート

# 工業用水酸化ナトリウム中の水酸化ナトリウムおよび炭酸ナトリウムの定量

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 / 中和滴定  
関連規格 : JIS K1200-2

## 1. 概要

JIS K1200-2では工業用薬品として用いる水酸化ナトリウムの全アルカリ、水酸化ナトリウムおよび炭酸ナトリウムの定量方法が規定されています。この規格の附属書2(規定)では、電位差滴定法により一度の滴定で水酸化ナトリウムと炭酸ナトリウムを分別定量する方法が規定されています。本アプリケーションでは水酸化ナトリウム水溶液を試料とし、附属書2(規定)に基づいた測定例を紹介します。

この滴定では滴定曲線に二か所の変曲点が観測されます。一か所目は水酸化ナトリウムおよび炭酸ナトリウム一段目の中和、二か所目は炭酸ナトリウム二段目の中和(炭酸水素ナトリウムの中和)に対応します。二か所の変曲点の滴定量から水酸化ナトリウムおよび炭酸ナトリウム濃度を求めます。

## 2. 測定上の注意点

試薬を取扱う際は、保護具を着用して試薬の皮膚や眼、衣服等への付着を防止してください。

## 3. 分析終了後の処置

電極の内部液の流出および濃縮を抑制するため、比較電極の内部液充填口をゴム栓で密栓してください。

ガラス電極は、乾燥状態で保管すると性能の低下が早まります。以下の要領で保管して下さい。

- ・短期的な保管(一か月未満)…純水に浸漬させて保管
- ・長期的な保管(一か月以上)…pH4 標準液と 3.3mol/L 塩化カリウム水溶液を 1:1 の体積比で混合した溶液に浸漬させて保管

## 4. 装置構成

本体 : 電位差自動滴定装置 (標準プリアンプリファイア STD)  
オプション : 増設ビュレット  
電極 : 複合ガラス電極(外筒内部液 : 3.3mol/L塩化カリウム水溶液)  
温度補償電極

## 5. 試薬

滴定液 : 1mol/L 塩酸水溶液  
           : 0.02mol/L 塩酸水溶液  
 溶媒      : 二酸化炭素を含まない純水

## 6. 分析手順

- 1) 試料溶液 3.2g をビーカーに採取し、質量を測定します。
- 2) 二酸化炭素を含まない純水 200mL を加えます。
- 3) 被検液の上方から流量 200mL/min で窒素ガスを吹き付けながら 1mol/L 塩酸水溶液で pH10.5 まで滴定します。
- 4) 引き続き窒素ガスを吹き付けながら 0.02mol/L 塩酸水溶液によって滴定曲線の 2 か所目の変曲点を検出するまで滴定します。

2 種類の標準溶液による滴定はコンバインメソッドを使用し、自動で行いました。コンバインメソッドの詳細については「8. 測定例」で説明しています。

## 7. 計算式

水酸化ナトリウムの含有量(%) =  $(FA \times FI + C1 \times TF \times EP1 - C1 \times TF \times (EP2 - EP1)) \times 0.04 / S \times 100$

FA : 1mol/L塩酸水溶液のファクター= 1.0860  
 FI : 1mol/L塩酸水溶液の滴定量(mL)  
 C1 : 濃度換算係数= 0.02  
 TF : 0.02mol/L塩酸水溶液のファクター= 1.1894  
 EP1 : 第1変曲点の滴定量 (mL)  
 EP2 : 第2変曲点の滴定量 (mL)  
 S : 試料採取量(g)

炭酸ナトリウムの含有量(%) =  $C1 \times TF \times (EP2 - EP1) \times 0.106 / S \times 100$

C1 : 濃度換算係数= 0.02  
 TF : 0.02mol/L塩酸水溶液のファクター= 1.1894  
 EP1 : 第1変曲点の滴定量 (mL)  
 EP2 : 第2変曲点の滴定量 (mL)  
 S : 試料採取量(g)

## 8. 測定例

### -滴定パラメータ-

この測定ではコンバインドメソッドを使用しました。これは弊社の装置が有する機能で複数のメソッドを連結し、異なる条件の滴定を自動で連続して実施する場合に使用します。本試験では1mol/L塩酸水溶液による滴定、0.02mol/L塩酸水溶液による滴定についてそれぞれパラメータの異なるメソッドを作成し、これらを連結して測定しました。

(測定パラメータおよび滴定曲線は弊社電位差滴定装置による測定の一例です。機種によりパラメータ項目が異なる、または項目が追加される場合があります。)

### -コンバインドメソッド 1-

#### 1mol/L塩酸水溶液による滴定

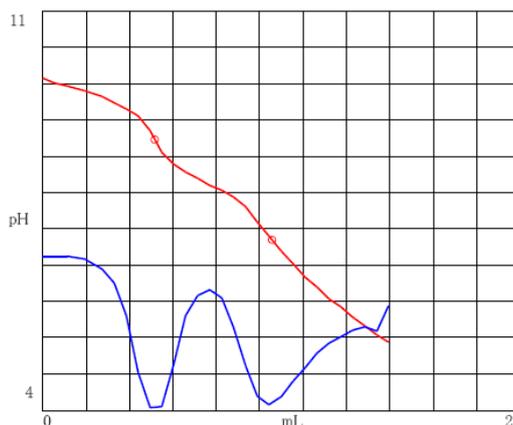
＜滴定モード＞	: 自動制御	＜制御パラメータ＞	
＜滴定様式＞	: 終点電位停止	終点検出数	: 1
＜滴定パラメータ＞		第1終点電位	: 10.50 (pH)
ビュレット No.	: 2	ゲイン	: 1
最大滴定量	: 40 (mL)	データ採取条件	: 自動
検出方法(制御用)	: Ch1, pH	制御速度モード	: 標準
pH入力電位	: 標準	その他の制御	: 標準
終点検出方向	: 負方向	スターラースピード	: 4
滴定前の待ち時間	: 0 (s)		
定量注入モード	: 容量停止		
停止注入量	: 35 (mL)		
注入速度	: 4 (s/mL)		

### -コンバインドメソッド 2-

#### 0.02mol/L塩酸水溶液による滴定

＜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	: 2
＜滴定パラメータ＞		終点判断方法	: 設定する
ビュレット No.	: 1	終点判断値(電位差)	: 40.0 (dE)
最大滴定量	: 40 (mL)	終点判断値(微分差)	: 70.0 (dE/dmL)
検出方法(制御用)	: Ch1, pH	自動再終点判断	: する
pH入力電位	: 標準	ゲイン	: 1
終点検出方向	: 負方向	データ採取条件	: 自動
滴定前の待ち時間	: 0 (s)	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
		スターラースピード	: 4

-滴定曲線-



-測定結果-

	採取量 (g)	1mol/L HCl 滴定量(mL)	0.02mol/L HCl 第1終点(mL)	0.02mol/L HCl 第2終点(mL)	NaOH濃度 (%)	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 濃度 (%)	測定時間 (時:分:秒)
1	3.2167	37.5138	1.1850	1.8708	50.697	0.054	0:07:32
2	3.2077	37.4310	0.4704	0.9619	50.722	0.039	0:07:58
3	3.2224	37.6147	0.7869	1.3195	50.762	0.042	0:07:34
平均					50.727	0.045	
標準偏差					0.033	0.008	
RSD(%)					0.06	17.64	

## 9. まとめ

良好な繰り返し性が得られ、弊社の電位差滴定装置により JIS K1200-2 附属書2(規定) に適合する測定が可能です。

## 10. 参考文献

- ・日本産業規格 JIS K1200-2  
「工業水酸化ナトリウム-第2部:全アルカリ,水酸化ナトリウム及び炭酸ナトリウム含有量の求め方」