

アプリケーションノート

48%水酸化ナトリウム中の塩化ナトリウム

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

48%水酸化ナトリウム水溶液に塩化ナトリウムを添加することで調製したメークアップ試料（調製濃度: 10, 50, 100ppm）中の塩化ナトリウムの定量を行いました。

試料に濃度既知の塩化ナトリウム水溶液を一定量添加後、純水で希釈し pH4 以下になるまで 8mol/L 硝酸を滴下しました。続いて電位差滴定法により 0.005mol/L 硝酸銀水溶液で滴定しました。滴定曲線上に得られた変曲点を終点とし、硝酸銀水溶液の終点までの滴定量から塩化ナトリウム濃度を算出しました。

工業用水酸化ナトリウムの塩化物含有量の測定について規定した JIS K1200-3-1, 2 においては、今回のような低濃度試料の測定にはチオシアン酸水銀(II)吸光光度法またはイオンクロマトグラフ法が指定されていますが、前者は厳しい取扱い管理が求められる水銀化合物が必要であり、後者は煩雑な前処理操作が必要となります。本アプリケーションノートに記載した方法により、水銀化合物の使用や煩雑な前処理操作なしに低濃度試料の測定が可能となります。

2. 測定上の注意点

- 1) 試料は強塩基性であり目に入ると失明の恐れがあるため、扱う際は防護メガネ等を着用してください。
- 2) 試料を 8mol/L 硝酸で中和した際、中和熱により試料溶液の温度が上昇します。その状態で沈殿滴定を行うと測定結果に誤差が生じる恐れがあるため、沈殿滴定は溶液の温度が室温まで下がった後で行ってください。

3. 分析終了後の処置

- 1) 試料は強塩基性のためガラス製である電極を侵します。測定終了毎に純水中で十分に攪拌し試料を除くようにしてください。
- 2) 銀電極表面に塩化銀沈殿が付着した場合はポリッシングペーパーで磨いてきれいにしてください。

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-)
電極	:	複合銀電極(内部液: 1mol/L 硝酸カリウム溶液) pHガラス電極 温度補償電極

5. 試薬

滴定液	:	0.005mol/L 硝酸銀水溶液
pH調整試薬	:	8mol/L 硝酸
添加試薬	:	0.005mol/L 塩化ナトリウム水溶液

6. 分析手順

-空試験-

- 1) 0.005mol/L 塩化ナトリウム水溶液 5mLを200mLビーカーに採り、全量が約100mLになるように純水を加えます。
- 2) 0.005mol/L 硝酸銀水溶液で滴定を行い空試験値を求めます。

-測定-

- 1) 試料10gを200mLビーカーに採取します。
- 2) 0.005mol/L 塩化ナトリウム水溶液 5mLを200mLビーカーに採り、全量が約100mLになるように純水を加えます。
- 3) pH4以下になるまで8mol/L硝酸を滴下します。
- 4) 溶液の温度が室温に下がるまで放冷します。
- 5) 0.005mol/L 硝酸銀水溶液で滴定を行い塩化ナトリウム濃度を求めます。

7. 計算式

$$\text{塩化ナトリウム濃度 (ppm)} = (\text{EP1} - \text{BL1}) \times \text{TF} \times \text{C1} \times \text{K1} / \text{S}$$

EP1	:	滴定量(mL)
BL1	:	空試験値 = 5.0550mL (サンプル①) 5.0223mL (サンプル②、③)
TF	:	滴定液ファクター = 0.9892 (サンプル①) 0.9956 (サンプル②、③)
C1	:	濃度換算係数 = 0.2922mg/mL
K1	:	単位換算係数 = 1000
S	:	試料採取量(g)

8. 測定例

-滴定パラメータ-

8mol/L硝酸による中和

<滴定モード>	: 自動間欠
<滴定様式>	: 終点電位設定

<制御パラメータ>

終点検出数	: 1
第1終点電位	: 4.00 pH
ゲイン	: 1
データ採取条件	: 自動
制御速度モード	: 標準
その他の制御	: 標準
自動間欠モード	: 標準
スターラースピード	: 3

<滴定パラメータ>

最大滴定量	: 20 (mL)
検出方法(制御用)	: Ch1, pH
検出方法(参照用)	: Off
pH 入力電位	: 標準
滴定の種類	: チェックしない
終点検出方向	: 自動
滴定前の待ち時間	: 0 (s)
定量注入モード	: しない

塩化ナトリウム濃度の測定

<滴定モード> : 自動間欠
 <滴定様式> : 自動終点停止

<制御パラメータ>

終点検出数 : 1
 終点判断方法 : 設定する
 電位差 : 50.0 dE
 微分値差 : 50.0 dE/dmL
 ゲイン : 5
 データ採取条件 : 設定する
 データ採取電位 : 20.0 mV
 データ採取滴定量 : 0.500 mL
 制御速度モード : 標準
 その他の制御 : 標準
 自動間欠モード : 標準
 スターラースピード : 3

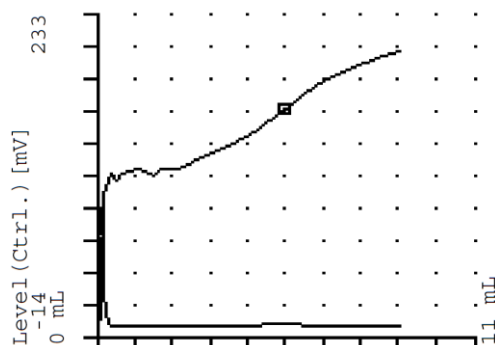
<滴定パラメータ>

最大滴定量 : 20 (mL)
 検出方法(制御用) : Ch2, mV
 検出方法(参照用) : Off
 pH 入力電位 : 標準
 滴定の種類 : チェックしない
 終点検出方向 : 自動
 滴定前の待ち時間 : 10 (s)
 定量注入モード : しない

(測定パラメータおよび滴定曲線は弊社電位差滴定装置の一例です。機種によってはパラメータ項目が異なったり、別の項目が追加されていたりする場合があります。)

サンプル① (調製濃度:10ppm)

-滴定曲線-

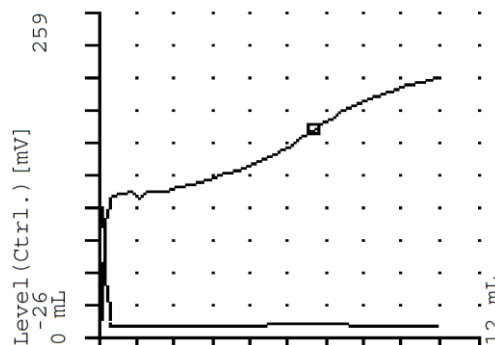


-測定結果-

	採取量	硝酸滴下量	滴定量	塩化ナトリウム濃度
	(g)	(mL)	(mL)	(ppm)
1	9.9953	14.7151	5.3613	8.86
2	9.9506	14.6955	5.3857	9.61
3	10.0402	14.7893	5.3535	8.59
平均	-	-	-	9.02
標準偏差	-	-	-	0.53
RSD (%)	-	-	-	5.86

サンプル② (調製濃度:50ppm)

-滴定曲線-

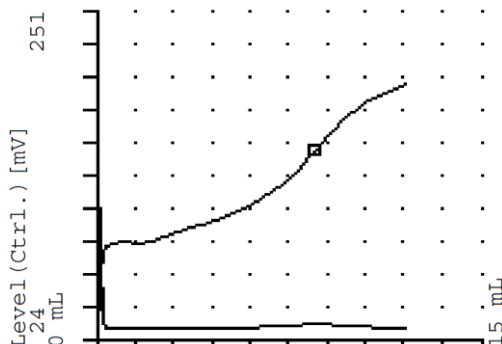


-測定結果-

	採取量	硝酸滴下量	滴定量	塩化ナトリウム濃度
	(g)	(mL)	(mL)	(ppm)
1	9.9777	14.9662	6.7312	49.82
2	10.0272	15.0131	6.6894	48.37
3	10.0153	15.0074	6.6841	48.27
平均	-	-	-	48.82
標準偏差	-	-	-	0.87
RSD (%)	-	-	-	1.78

サンプル③ (調製濃度:100ppm)

-滴定曲線-



-測定結果-

	採取量	硝酸滴下量	滴定量	塩化ナトリウム濃度
	(g)	(mL)	(mL)	(ppm)
1	9.9539	14.8170	8.4310	99.62
2	9.9718	14.8428	8.4738	100.69
3	10.0168	14.9152	8.4860	100.59
平均	-	-	-	100.30
標準偏差	-	-	-	0.59
RSD (%)	-	-	-	0.59

9. まとめ

試料の塩化ナトリウム濃度は100ppm以下と低濃度でしたが、濃度既知の塩化ナトリウム水溶液を一定量添加することで安定した測定が可能となりました。

一般試料の測定可否については検証が必要な場合がありますので、その際は弊社までご相談ください。

10. 参考文献

- 1) JIS K1200-3-1 : 2000 工業用水酸化ナトリウム-第3部 : 塩化物含有量の求め方-第1節 : チオシアン酸水銀(II)吸光光度分析方法
- 2) JIS K1200-3-2 : 2000 工業用水酸化ナトリウム-第3部 : 塩化物含有量の求め方-第2節 : ホルハルト改良法, イオンクロマトグラフ分析方法