

非鉄金属

電解液中の遊離硫酸

電位差自動滴定装置

Automatic Potentiometric Titrator

酸塩基滴定

規格

1.概要

電解液中の遊離硫酸濃度の定量は、試料に純水と10w/v% フッ化カリウム溶液を加えた後、電位差滴定法により1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で当量点まで滴定します。当量点は、滴定曲線上の最大変曲点です。

水酸化ナトリウム溶液の滴定量から、遊離硫酸濃度を算出します。

電解液中にアルミニウムイオンや鉄(III)イオン等が存在すると水酸化物を生成し過剰滴定となります。フッ化物を添加することでこれらのイオンをマスクし過剰滴定を防ぎます。

2.参考文献

- 1) 「定量分析の実験と計算2 容量分析法」 高木誠司著 共立出版発行

3.測定上の注意点

- 1) 薬品の取扱いには十分注意してください。

4.分析終了後の処置

電極は純水で洗浄した後、電極の先端が乾燥しないように純水につけて保管してください。

5.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 : ガラス電極
 セラミック形比較電極

6.試薬

滴定液 : 1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 (f=1.002)
添加試薬 : 純水, 10w/v% フッ化カリウム溶液

7.分析手順

—測定—

- 1) 試料5.0mLを200mLビーカーに採取し、純水100mLを加えます。
- 2) 10w/v% フッ化カリウム溶液を30mL加えます。
- 3) 1mol/L 水酸化ナトリウム溶液を用いて滴定を行い、遊離硫酸濃度を求めます。

8.計算式

遊離硫酸濃度(g/L) = (EP1 - BL1) × FA1 × C1 × K1 / SIZE

EP1 : 滴定量(mL)
BL1 : ブランク値(0.00mL)
FA1 : 滴定液のファクタ(1.002)
C1 : 濃度換算係数(49mg/mL)
(1mol/L NaOH溶液1mL ≡ 49mg H₂SO₄)
K1 : 単位換算係数(1)
SIZE : 試料採取量(mL)

9.測定例

-測定環境-

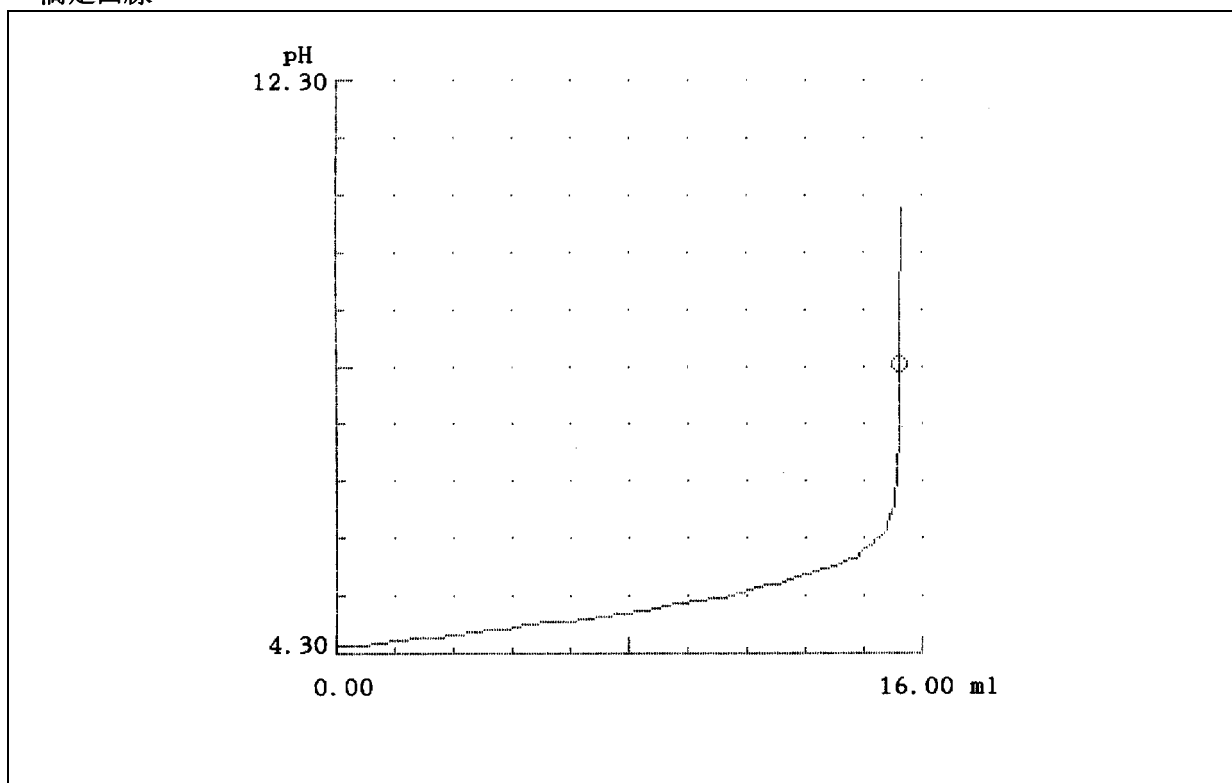
室温： 25 °C	湿度： 50 %	天気： 晴れ
-----------	----------	--------

-測定パラメータ-

[滴定パラメータ]			
滴定モード	: 自動制御滴定	滴定プリアンプの単位	: pH
滴定様式	: 自動終点停止	滴定ビュレットの最大滴定量	: 20.0mL
滴定ビュレット	: 01	自動スターラ制御	: しない
滴定試薬名	: NaOH	滴定前の待ち時間	: 0s
滴定検出器番号	: 1	滴定方向	: Auto

[制御パラメータ]			
終点検出数	: 1	制御速度	: 2.0
自動再終点検出	: しない	データ採取する電位	: 4.0mV
終点判断値 (電位差)	: 50.0	データ採取する滴定量	: 0.5mL
終点判断値 (微分差)	: 100.0	変曲点間の分離電位の設定	: しない
滴定過剰量	: 0.0mL	変曲点間の分離電位	: 0.0pH
ゲイン	: 1	終点電位の設定	: しない
		終点電位	: 0.0pH

-滴定曲線-



(上記測定パラメータと滴定曲線は AT-410 の場合です)

—測定結果—

n	採取量 (mL)	遊離硫酸濃度 (g/L)	遊離硫酸濃度の統計処理結果	
			平均値	151.31 g/L
1	5.0	151.48	標準偏差	0.15 g/L
2	5.0	151.24	相対標準偏差	0.10 %
3	5.0	151.21		

* 上記結果は同一サンプルを3回測定した結果です。

10.まとめ

電解液（でんかいえき、Electrolyte Solution）とはイオン性物質を水などの極性溶媒に溶解させて作った電気伝導性を有する溶液をさします。電解質溶液ともいい、英語ではIonic solutionということもあることから、イオン溶液とも呼ばれることもあります。狭義には、電池や電気メッキ槽にいれる電解質水溶液をさします。

今回の試料においても、測定結果より相対標準偏差が0.1%と良好な繰返し再現性が得られています。

電位差自動滴定装置を使用することによって、より安定した測定が可能になります。