

## アプリケーションノート

# 水酸化ナトリウム中の塩化物イオン

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	:	ASTM E291

## 1. 概要

「ASTM E291 Standard Test Method for Chemical Analysis of Caustic Soda and Caustic Potash (Sodium Hydroxide and Potassium Hydroxide)」に基づき、52%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:0.57%)中の塩化物イオンの定量を行いました。

始めに試料を純水で希釈し濃硝酸で中和しました。続いて電位差滴定法により0.1mol/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物イオン濃度を算出しました。

## 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) 試料を濃硝酸で中和した際、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	:	0.1mol/L硝酸銀水溶液
pH調整試薬	:	濃硝酸
分散剤	:	1% ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート(ツイーン20)水溶液

## 6. 分析手順

-測定-

- 1) 試料約10gを200mLビーカーに採取し、全量が約100mLになるように純水を加えます。
- 2) pH8.2になるまで濃硝酸を滴下後、さらに濃硝酸を0.4mL滴下します。
- 3) 溶液の温度が室温に下がるまで放冷します。
- 4) 1%ツイーン20水溶液を1.5mL添加します。\*
- 5) 0.1mol/L硝酸銀水溶液で滴定を行い、塩化物イオン濃度を求めます。

-空試験-

- 1) 200mLビーカーに純水100mLを加えます。
- 2) 試料測定時に使用した量と同量の濃硝酸を加えます。
- 3) 1%ツイーン20水溶液を1.5mL添加します。\*
- 4) 0.1mol/L硝酸銀水溶液で滴定を行い、空試験値を求めます。

\*この操作は規格に記載されておませんが、ツイーン20の添加により塩化銀の分散性が向上し、電極および滴定ノズルの汚染が抑制されます。

## 7. 計算式

$$\text{塩化物イオン濃度 (\%)} = (\text{EP1} - \text{BL1}) \times \text{TF} \times \text{C1} \times \text{K1} / \text{S}$$

EP1	:	滴定量 (mL)
BL1	:	空試験値 = 0.0156mL
TF	:	滴定液ファクター = 0.9939
C1	:	濃度換算係数 = 3.5453mg/mL
K1	:	単位換算係数 = 0.1
S	:	試料採取量 (g)

## 8. 測定例

-滴定パラメータ-

濃硝酸による中和

< 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 >

< 滴定パラメータ >		終点検出数	: 1
最大滴定量	: 20 (mL)	第1終点電位	: 8.20 pH
検出方法(制御用)	: Ch1, pH	ゲイン	: 1
検出方法(参照用)	: Off	データ採取条件	: 自動
pH入力電位	: 標準	制御速度モード	: 標準
滴定の種類	: チェックしない	その他の制御	: 設定する
終点検出方向	: 自動	滴定過剰量	: 0.40 (mL)
滴定前の待ち時間	: 0 (s)	終点判断時間	: 0 (s)
定量注入モード	: しない	自動間欠モード	: 標準
		スターレースピード	: 3

塩化物イオン濃度の測定

< 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 >

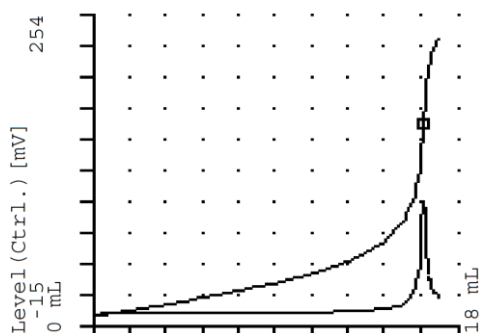
終点検出数 : 1  
 終点判断方法 : 自動  
 ゲイン : 1  
 データ採取条件 : 自動  
 制御速度モード : 標準  
 その他の制御 : 標準  
 自動間欠モード : 標準 (サンプル)  
 : ブランク (空試験)  
 スターラースピード : 3

< 滴定パラメータ >

最大滴定量 : 20 (mL) (サンプル)  
 : 1 (mL) (空試験)  
 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 : 5 (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 (調製濃度:0.57%)  
 -滴定曲線-



-測定結果-

	採取量 (g)	硝酸滴下量 (mL)	滴定量 (mL)	塩化物イオン濃度 (%)
1	9.9278	10.0110	16.1285	0.572
2	9.9656	10.0560	16.2562	0.574
3	9.9450	10.0280	16.1899	0.573
平均	-	-	-	0.573
標準偏差	-	-	-	0.001
RSD (%)	-	-	-	0.18

9. まとめ

本測定ではRSD(相対標準偏差)が0.18%と良好な繰り返し性が得られました。  
 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) ASTM E291-09 Standard Test Method for Chemical Analysis of Caustic Soda and Caustic Potash (Sodium Hydroxide and Potassium Hydroxide)