

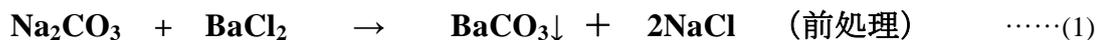
ソーダ  
パルプ工業

## 水酸化ナトリウムの純度測定

### 1. 測定の概要

水酸化ナトリウムは化学工業薬品の中で最も基本的な薬品であり、生産量も多く、さまざまな分野で使用されています。水酸化ナトリウムはその性質上、大気中の炭酸ガスおよび水分を吸収し、次第にその純度が低下します。水酸化ナトリウムの純度は、JIS K 8576（試薬）にその測定法が規定されています（指示薬滴定）。水酸化ナトリウムの代表的な不純物としては、炭酸ナトリウムが挙げられます。

本稿では、水酸化ナトリウムの純度測定および炭酸ナトリウムの定量を、電位差滴定法による逐次分別滴定によって測定した例を紹介します。はじめに高濃度の塩酸標準液によって大部分の水酸化ナトリウムを滴定し、引き続き低濃度の塩酸標準液で滴定することによって、定量精度を高めました。また、本測定は滴定前に塩化バリウムを加え、炭酸ナトリウムを沈降性炭酸バリウムとしたのち（(1)式）、低濃度の塩酸滴定液で滴定しています。本法は塩化バリウムを加えずに滴定した場合と比較すると、炭酸塩の滴定値が2倍となるため、特に炭酸塩の濃度が小さい場合に有効です。



水酸化ナトリウムと塩酸の反応は(2)式で示され、炭酸バリウムと塩酸の反応は(3)式で示されます。(2)式の反応は、約 pH9 までに終点に達し、(3)式の反応は約 pH4 で終点に達します。

### 2. 装置構成および試薬

#### (1) 装置構成

本体	:	平沼自動滴定装置	COM シリーズ
オプション	:	ビュレット	1台
電極	:	ガラス電極	GE-101B
		比較電極	RE-201

※ガラス電極および比較電極の代わりに、ガラス比較複合電極も使用可能です。

ガラス比較複合電極としては以下のようなものがあります。

- ・GR-501B(固定スリーブ型)
- ・GR-511B(可動スリーブ型)

#### (2) 試薬

滴定液	:	1mol/L 塩酸標準液
	:	0.1mol/L 塩酸標準液
添加液	:	10%塩化バリウム溶液

塩化バリウム二水和物 11.7g を純水に溶解して 100mL に調製したもの。

### 3. 測定手順

- ① 200mL ビーカーに試料を約 1.5 g 採取し、質量を精秤します。
- ② 二酸化炭素を含まない純水を 50mL 加え、試料を溶解します。
- ③ 10%塩化バリウム溶液を 10mL 加え、ビーカー内に窒素ガスを流量 300mL/min で通気します。
- ④ 窒素ガスを通気したまま、電極を浸漬し、滴定を開始します。1mol/L 塩酸標準液が一定量（本測定では 35mL）分注されたのち、引き続き 0.1mol/L 塩酸標準液で滴定が行なわれます。

### 4. 測定条件例および測定結果

#### 滴定条件例

#### ① 1mol/L 塩酸標準液の分注

コンディション No.	1
メソッド	分注
ビュレット No.	1
スタートタイマ	5 秒
分注量	35 mL

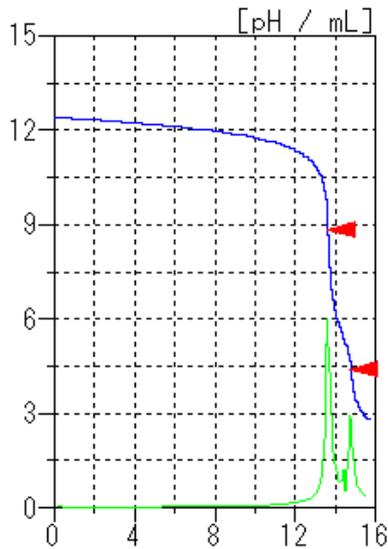
#### ② 水酸化ナトリウムの滴定

コンディション No.	2	メソッド	変曲点検出	ビュレット No.	2	アンプ No.	1	表示単位	pH	スタートタイマ	5 秒	連続滴加 mL	0 mL	反応タイマ	0 秒	検出開始 mL	0 mL	検出感度	1000	過滴加 mL	0 mL	最大滴加 mL	40 mL		
コンスタント No.	2	S:試料量	1.5002 g	B:ブランク mL*	35 mL	M:滴定液濃度	0.10 mol/L	F:ファクタ	1.004	K:係数 1	40.00	L:係数 2*	1.001	結果単位	%	計算式	$(D * F * M + B * L) * K / (S * 10)$	小数点以下桁数	3	滴定液名		電極名		自動入力先パラメータ	無し
制御モード No.	5	山越タイマ	0 秒	滴加係数	5	滴加感度	0 mV	待ち時間	3 秒	待ち感度	3 mV	ビュレット速度	2	最小滴加量	40										

※ B（ブランク）に 1mol/L 塩酸標準液の分注量、L（係数 2）に 1mol/L 塩酸標準液のファクタを入力します。

#### ③ 炭酸ナトリウム（炭酸バリウム）の滴定

コンディション No.	3	メソッド	変曲点検出	ビュレット No.	2	アンプ No.	1	表示単位	pH	スタートタイマ	0 秒	連続滴加 mL	0 mL	反応タイマ	0 秒	検出開始 mL	0 mL	検出感度	500	過滴加 mL	0.2 mL	最大滴加 mL	2 mL		
コンスタント No.	3	S:試料量	1.5002 g	B:ブランク mL	0 mL	M:滴定液濃度	0.10 mol/L	F:ファクタ	1.004	K:係数 1	53.00	L:係数 2	0	結果単位	%	計算式	$(D - B) * K * F * M / (S * 10)$	小数点以下桁数	3	滴定液名		電極名		自動入力先パラメータ	無し
制御モード No.	8	山越タイマ	0 秒	滴加係数	5	滴加感度	0 mV	待ち時間	5 秒	待ち感度	3 mV	ビュレット速度	2	最小滴加量	40										



滴定曲線例

## 測定結果

### 水酸化ナトリウムの測定結果

測定回数	試料量(g)	滴定値(mL)	濃度(%)
1	1.5396	22.998	97.023
2	1.5002	13.590	97.052
3	1.5110	15.970	96.991
統計計算			平均値 : 97.02 %
			標準偏差 : 0.031 %
			変動係数 : 0.03 %

### 炭酸ナトリウムの測定結果

測定回数	試料量(g)	滴定値(mL)	濃度(%)
1	1.5396	1.236	0.429
2	1.5002	1.152	0.409
3	1.5110	1.085	0.382
統計計算			平均値 : 0.407 %
			標準偏差 : 0.024 %
			変動係数 : 5.80 %

## 5. 摘要

### 大気環境について

大気中には約 0.03%の二酸化炭素を含んでいるため、水酸化ナトリウムの滴定中に二酸化炭素が吸収されると、水酸化ナトリウムの滴定値が減少する一方、炭酸ナトリウムの滴定値が増加します。この対策として、本法で採用した窒素ガスを被滴定液にパージしながら滴定する方法が有効です。窒素ガスに代わって、ソーダライム入り吸収管を通した空気を用いても良い効果が得られます。

キーワード：水酸化ナトリウム、炭酸ナトリウム、中和滴定、炭酸バリウム、JIS K 8576