

ソーダ  
パルプ工業

## 水酸化ナトリウムと炭酸ナトリウム混合液の 分別定量

### 1. 測定の概要

水酸化ナトリウムおよび炭酸ナトリウムは、アルカリ成分の化学薬品として重要な役割を持ち、広い分野で使用されています。両者はしばしば混合された状態で使用されることがあるため、両成分の濃度を測定する必要性が生じます。

本稿では、水酸化ナトリウムと炭酸ナトリウムの混合物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。

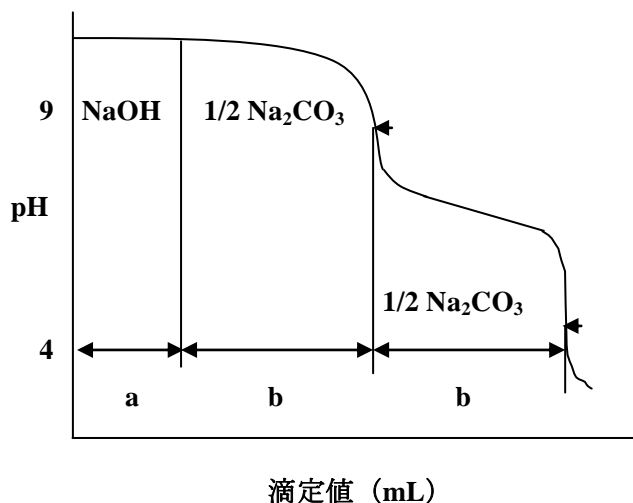
水酸化ナトリウムと炭酸ナトリウムの塩酸による滴定は次式に示す反応式にしたがって進行します。



(1) (2) 式の反応は、約 pH9 までに終点に達します。このうち炭酸ナトリウムは、(2)式によって生成された炭酸水素ナトリウム (NaHCO<sub>3</sub>) が引き続き塩酸によって滴定され、約 pH4 で終点に達します。炭酸水素ナトリウムと塩酸の反応式は(3)式のようになります。



滴定曲線と(1) (2) (3) 式の反応の関係は、下図のように説明されます。



### 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
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 : 0.1mol/L 塩酸標準液

### 3. 測定手順

- ① 試料 20mL をホールピペットを用いてビーカー 100mL に採取します。
- ② 純水約 30mL を加えます。
- ③ 電極を浸漬し、0.1mol/L 塩酸標準液で滴定を行ないます。

### 4. 測定条件例および測定結果

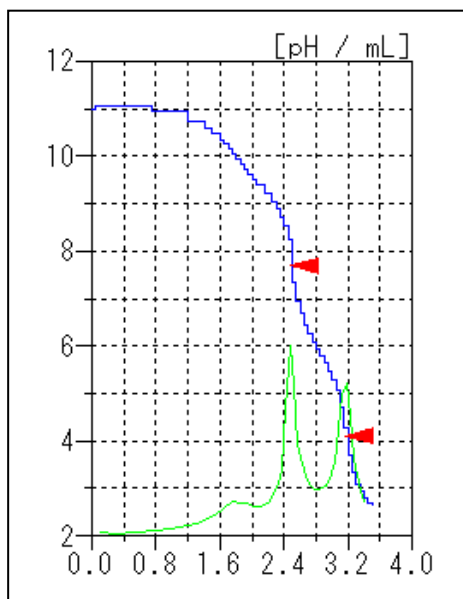
#### 滴定条件例

① 水酸化ナトリウムと炭酸ナトリウムの滴定

コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	4
メソッド	変曲点検出	S:試料量	20 mL	山越タイム	0 秒
ピュレット No.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	9
アンプ No.	1	M:滴定液濃度	0.1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.005	待ち時間	3 秒
スタートタイム	5 秒	K:係数 1	40	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数 2	0	ピュレット速度	2
反応タイム	0 秒	結果単位	g/L	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	$(VA-VB)*K*M/S$		
検出感度	1000	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0 mL	滴定液名	0.1M HCl		
最大滴加 mL	20 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

② 炭酸水素ナトリウムの滴定

コンディション No.	2	コンスタント No.	2	制御モード No.	4
メソッド	変曲点検出	S:試料量	20 mL	山越タイム	0 秒
ピュレット No.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	9
アンプ No.	1	M:滴定液濃度	0.1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.005	待ち時間	3 秒
スタートタイム	0 秒	K:係数 1	105.99	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数 2	0	ピュレット速度	2
反応タイム	0 秒	結果単位	g/L	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	$(D-B)*K*M/S$		
検出感度	1000	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0.5 mL	滴定液名	0.1M HCl		
最大滴加 mL	20 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		



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 (mL)	滴定値 (mL)	濃度 (g/L)
1	20	2.481	0.3614
2	20	2.476	0.3588
3	20	2.474	0.3586
統計計算			平均値 : 0.360 g/L 標準偏差 : 0.0016 g/L 変動係数 : 0.43 %

#### 炭酸ナトリウムの測定結果

測定回数	試料量 (mL)	滴定値 (mL)	濃度 (g/L)
1	20	0.683	0.3638
2	20	0.691	0.3680
3	20	0.690	0.3675
統計計算			平均値 : 0.366 g/L 標準偏差 : 0.0023 g/L 変動係数 : 0.63 %

## 5. 摘要

測定精度を改善するには、下記の点に注意して測定すると良い結果が得られます。

### ① 炭酸ナトリウムの滴定法について

本稿では、炭酸ナトリウムを塩酸標準液によって直接滴定しました。別法としてあらかじめ塩化バリウムを加えて炭酸バリウムとしたのち滴定する方法があります。本法の特長は、炭酸ナトリウムの濃度が小さいとき有効な方法であり、炭酸塩としての変曲点が1つとなる滴定曲線（第一変曲点が水酸化ナトリウムのみとなり、第二変曲点が炭酸ナトリウム（炭酸バリウム）のみとなる）を示します。ただし、炭酸ナトリウムの濃度が高い場合は、生成する炭酸バリウムの沈殿量が大きくなる結果、滴定速度が遅くなるので、本法は好適ではありません。

### ② 滴定環境について

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を吸収し、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は増加します。この対策として、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、分別滴定、中和滴定

※装置のオプション構成によっては、測定できない場合があります。