

ソーダ
パルプ工業

次亜塩素酸ナトリウム中の有効塩素の定量

1. 測定の概要

次亜塩素酸ナトリウムは、強い酸化力および殺菌力があるため、漂白および上水の殺菌に使用されます。次亜塩素酸ナトリウムは、アルカリ領域では比較的安定ですが、酸性領域では不安定で次亜塩素酸 (HClO) となります。酸性領域では水を酸化し塩素 (Cl₂) を発生します。

次亜塩素酸ナトリウムは、徐々に分解し塩化ナトリウムを生成するので、定期的に有効塩素濃度を測定しなければなりません。本項では、試料の次亜塩素酸ナトリウムにヨウ化カリウムを加え、(1)式により遊離したヨウ素をチオ硫酸ナトリウムで酸化還元滴定((2)式)して有効塩素を定量した測定例を紹介します。



2. 装置構成および試薬

(1) 装置構成

本体	: 自動滴定装置	COM シリーズ
電極	: 白金電極	PT-301
	: 比較電極	RE-201

※上記以外の電極として、以下の電極も使用可能です。

- ・ PR-701B (白金比較複合電極)
- ・ PT-301 (白金電極) と GR-501B (ガラス比較電極) の組み合わせ

注) PT-301 と GR-501B の組み合わせにより、次亜塩素酸ナトリウム中のアルカリ成分の測定に対応可能となります。

(2) 試薬

滴定液	: 0.3mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液
添加液	: 20%ヨウ化カリウム溶液 10mL
緩衝液	: 50%酢酸溶液 10mL

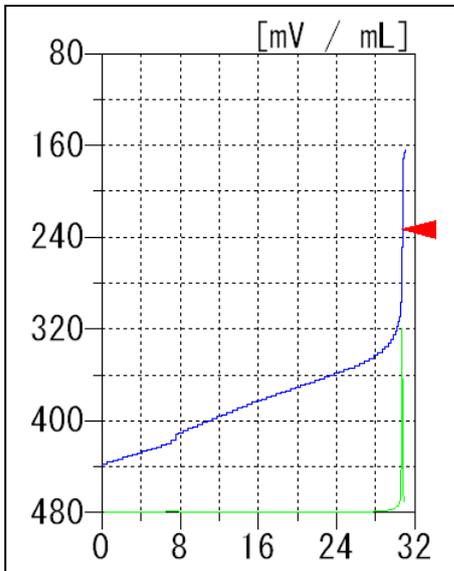
3. 測定手順

- ① 試料 2mL を採取し、採取した試料の質量を精秤します。
- ② 20%ヨウ化カリウム溶液を 10mL 加えます。
- ③ 純水を約 30mL 加えます。
- ④ 50%酢酸溶液を 10mL 加えます。
- ⑤ 電極を浸漬し 0.3mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液で滴定を行いません。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	5
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0 g	山越タイム	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	5
アンプ No.	2	M:滴定液濃度	0.3 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F:ファクタ	1.013	待ち時間	3 秒
スタートタイム	15 秒	K:係数 1	35.45	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイム	0 秒	結果単位	%	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	$(D-B)*K*F*M/(S \times 10)$		0.05 mL
検出感度	200	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	1 mL	自動入力先パラメータ	無し		
最大滴加 mL	20 mL				



滴定曲線例

測定結果

測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)	純度 (%)
1	2.6123	30.710	12.6650
2	2.5984	30.528	12.6572
3	2.5988	30.572	12.6735
平均値			12.67 %
標準偏差			0.01 %
変動係数			0.06 %

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よい結果が得られます。

- ① 有効塩素成分は、不安定であるから迅速に秤量することが肝要です。
- ② ヨウ化カリウムを加えて生成したヨウ素は、揮散しやすいため直ちに滴定することが大切です。
ヨウ素の揮散は、加えたヨウ化カリウム濃度に依存するため、ヨウ化カリウムは十分に加える必要があります。

キーワード：次亜塩素酸ナトリウム、有効塩素、酸化還元滴定