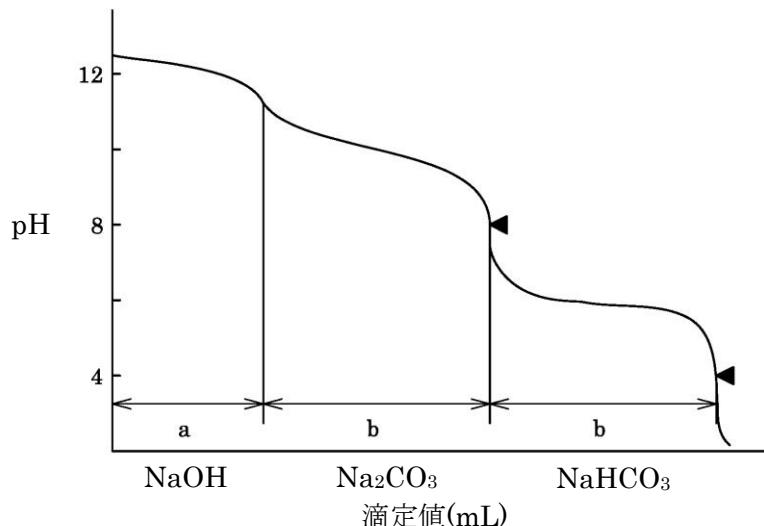
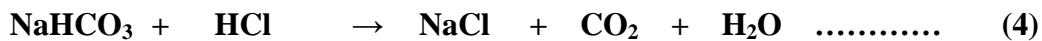
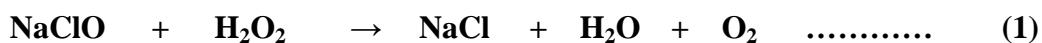


HIRANUMA APPLICATION DATA		滴定データ COMシリーズ	データNo	H5	12/05/14
ソーダ パルプ工業	次亜塩素酸ナトリウム中の残アルカリの定量				

## 1. 測定の概要

次亜塩素酸ナトリウムの製法は、水酸化ナトリウムに塩素ガスを吸収させることによってつくられます。製造された次亜塩素酸ナトリウムの中には、水酸化ナトリウムおよび次亜塩素酸の分解によって生成した塩化ナトリウムが存在します。本項では、次亜塩素酸ナトリウムに含まれる残アルカリ成分（主として水酸化ナトリウムと炭酸ナトリウム）を電位差滴定法を用いて測定した例を紹介します。

測定方法は、まず次亜塩素酸ナトリウムに過酸化水素を加えて、(1)により次亜塩素酸ナトリウムを分解させます。次に(2)から(4)式に従って塩酸標準液による中和滴定を行います。(2)および(3)式の反応は、約 pH8 で終点に達します。炭酸ナトリウムの場合は(3)式により生成した炭酸水素ナトリウムが、(4)式にしたがって引き続き塩酸によって滴定され、約 pH4 で終点に達します。(2)から(4)式の反応と滴定曲線の関係は下の模式図で説明されます。水酸化ナトリウムは、第 1 終点の滴定値( $a+b$  mL)から第 2 終点の滴定値( $b$  mL)を減じた滴定値から求められ、炭酸ナトリウム濃度を第 2 終点の滴定値から求めることで、水酸化ナトリウムと炭酸ナトリウムの分別測定が可能となります。なお、pH11.5 付近に存在する小さな変曲点は、(1)式にしたがった水酸化ナトリウムの終点と予想されますが、明瞭な変曲点でないことから滴定終点とはしません。



## 水酸化ナトリウムと炭酸ナトリウムの塩酸による中和滴定における滴定曲線模式図

## 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

※上記以外の電極として、以下の電極も使用可能です。

・GR-501B（ガラス比較複合電極）

・GR-511B（ガラス比較複合電極）・・・可動スリーブ型

注) PT-301 と組み合わせにより、次亜塩素酸ナトリウム中の有効塩素の測定に対応可能となります。

### (2) 試薬

滴定液 : 0.2mol/L 塩酸標準液

添加液 : 30%過酸化水素水 1mL

## 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 純水を約 30mL 加えます。
- ③ 30%過酸化水素水を 1mL 加え次亜塩素酸ナトリウムを分解します。このときに、激しい反応が起こりますので注意してください。
- ⑤ 電極を浸漬し 0.2mol/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 水酸化ナトリウムおよび炭酸ナトリウムの測定コンディション

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	山越タイマ	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.	1	M:滴定液濃度	0.2 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.004	待ち時間	3 秒
スタートタイマ	60 秒	K:係数 1	40.0	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
反応タイマ	0 秒	結果単位	%	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式			0.05 mL
検出感度	700	(VA-VB)*K*F*M/(S × 10)			
過滴加 mL	0 mL	小数点以下桁数	4		
最大滴加 mL	20 mL	自動入力先パラメータ	無し		

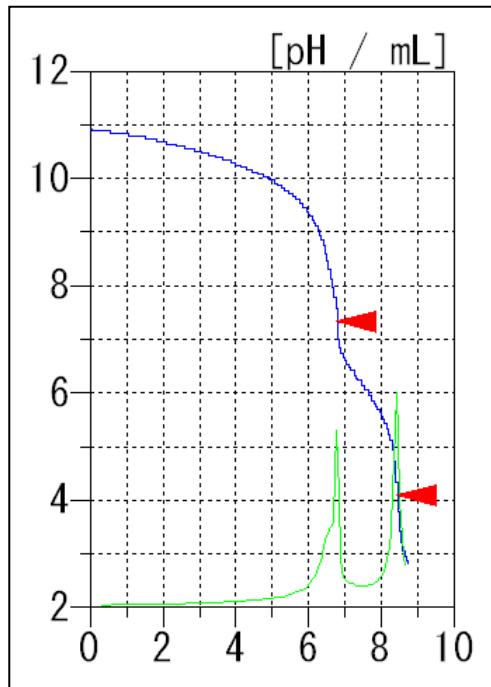
② 炭酸水素ナトリウムの測定コンディション

コンディション No.	2	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	山越タイマ	0 秒
ピュレット No.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	5
アンプ No.	1	M:滴定液濃度	0.2 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.004	待ち時間	3 秒
スタートタイマ	0 秒	K:係数 1	105.99	待ち感度	3 mV
連続滴加 pH	9.0 pH	L:係数 2	0	ピュレット速度	2
反応タイマ	0 秒	結果単位	%	最小滴加量	40
検出開始 pH	6.0 pH	計算式			0.05 mL
検出感度	500	(D-B)*K*F*M/(S × 10)			
過滴加 mL	0.3 mL	小数点以下桁数	4		
最大滴加 mL	20 mL	自動入力先パラメータ	無し		

注) ①および②のコンディションを連結して滴定してください。

測定結果

測定回数	試料量 (g)	第1終点滴定値 (mL)	水酸化ナトリウム (%)	第2終点滴定値 (mL)	炭酸ナトリウム (%)
1	2.5456	6.770	1.6149	1.652	1.3812
2	2.5288	6.723	1.6005	1.684	1.4173
3	2.5144	6.673	1.5835	1.716	1.4525
平均値		1.600 %	平均値		1.417 %
標準偏差		0.016 %	標準偏差		0.036 %
変動係数		0.98 %	変動係数		2.52 %



滴定曲線例

## 5. 摘要

次亜塩素酸ナトリウムが残留すると測定誤差を生じますので、試料に含まれる次亜塩素酸ナトリウムを十分に分解するため、次亜塩素酸ナトリウムに対して過剰の過酸化水素を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、残アルカリ、水酸化ナトリウム、炭酸ナトリウム、中和滴定