

ソーダ
パルプ工業

次亜塩素酸ナトリウム中の塩化ナトリウムの定量

1. 測定概要

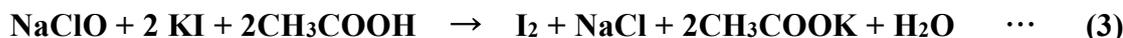
次亜塩素酸ナトリウムの製法は、水酸化ナトリウムに塩素ガスを吸収させることによってつくられます。製造された次亜塩素酸ナトリウムの中には、残アルカリ成分（水酸化ナトリウム、炭酸ナトリウム）および次亜塩素酸の分解によって生成した塩化ナトリウムが存在します。残アルカリ成分は中和滴定によって、塩化ナトリウムは沈殿滴定によって定量されます。本データシートでは、次亜塩素酸ナトリウムに含まれる塩化ナトリウムを測定した例を紹介します。

本測定は、はじめに全塩化ナトリウムを滴定します。（全塩化ナトリウムは、試料中の塩化ナトリウム、および次亜塩素酸ナトリウム由来の塩化ナトリウムとの含量と定義します。）次に、別法によって次亜塩素酸ナトリウム（有効塩素）を滴定し、前者の測定結果から後者の測定結果を減算することによって塩化ナトリウムを定量します。

全塩化ナトリウムの測定は、まず(1)式に示すように試料溶液に過酸化水素を加え、次亜塩素酸ナトリウムを分解し、塩化ナトリウムを生成します。次に硝酸標準液で pH2~3 に調整したのち、(2)式に示すように硝酸銀標準液で沈殿滴定して定量します。



有効塩素の測定は、(3)式に示すように試料にヨウ化カリウムを加えて遊離したヨウ素を、(4)式に示すようにチオ硫酸ナトリウム標準液で酸化還元滴定して定量します。



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
オプション	:	ビュレット 1 台、ビュレットヘッド 1 台	
電極	:	全塩化ナトリウム測定用	
		ガラス電極	GE-101B
		銀比較複合電極	AGR-811 (ダブルジャンクション型)
		有効塩素測定用	
		白金電極	PT-301
		比較電極	RE-201

(2) 試薬

全塩化ナトリウム測定用

滴定液 : 0.2mol/L 硝酸銀標準液
0.1mol/L 硝酸標準液

添加液 : 3%過酸化水素溶液

有効塩素測定用

滴定液 : 0.2mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液

添加液 : 10%ヨウ化カリウム溶液
2mol/L 酢酸溶液

3. 測定手順

(1) 全塩化ナトリウムの測定

- ① 試料 0.5mL をマイクロピペットで採取し、100mL ビーカーに入れます。
- ② 純水を約 50mL 加えます。
- ③ 3%過酸化水素を 5mL 加え、次亜塩素酸ナトリウムを分解します。
- ④ 電極 (GE-101B/AGR-811) を浸漬し、0.1mol/L 硝酸標準液を滴加し pH2~3 に調整します。
- ⑤ 引き続き 0.2mol/L 硝酸銀標準液で滴定を行います。

(2) 有効塩素の測定

- ① 試料 0.5mL をマイクロピペットで採取し、100mL ビーカーに入れます。
- ② 純水を約 50mL 加えます。
- ③ 10%ヨウ化カリウム溶液を 10mL 加えます。
- ④ 2mol/L 酢酸溶液を 10mL 加えます。
- ⑤ 電極 (PT-301/RE-201) を浸漬し、0.2mol/L チオ硫酸ナトリウム溶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) 全塩化ナトリウムの測定

①0.1mol/L硝酸標準液によるpH調整

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	設定点検出	S:試料量	0.5 mL	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	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	1.004	待ち時間	3 秒
スタートタイマ	5 秒	K:係数1	0.00	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数2	0.000	ビュレット速度	2
滴定方向	↓	結果単位	mL	最小滴加量	40
反応タイマ	0 秒	計算式	D		
検出開始 mL	0 mL	小数点以下桁数	3		
終点 pH	3.0 pH	滴定液名			
過滴加 mL	0 mL	電極名			
最大滴加mL	20 mL	自動入力先パラメータ	無し		

②0.2mol/L硝酸銀標準液による滴定

コンディションNo.	2	コンスタントNo.	2	制御モードNo.	8
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0.5 mL	山越タイマ	0 秒
ビュレットNo.	2	B:ブランクmL	0 mL	滴加係数	5
アンプNo.	2	M:滴定液濃度	0.2 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F:ファクタ	1.000	待ち時間	5 秒
スタートタイマ	5 秒	K:係数1	58.44	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	$(D-B)*K*F*M/(S*10)$		
検出感度	100	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0.2 mL	滴定液名			
最大滴加mL	20 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

(2) 有効塩素の測定 (塩化ナトリウム濃度の計算)

①0.2mol/Lチオ硫酸ナトリウムによる滴定(有効塩素の測定)

コンディションNo.	3	コンスタントNo.	3	制御モードNo.	5
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0.5 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	5
アンプNo.	2	M:滴定液濃度	0.2 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F:ファクタ	1.002	待ち時間	3 秒
スタートタイム	5 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	ピュレット速度	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*10)		
検出感度	200	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0.3 mL	滴定液名			
最大滴加mL	20 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

②塩化ナトリウム濃度の計算

コンディションNo.	4	コンスタントNo.	4
メソッド	計算	S:試料量	0.5 mL
		B:ブランクmL	0 mL
		M:滴定液濃度	0.2 mol/L
		F:ファクタ	0
		K:係数1	14.80 ※1
		L:係数2	0.8243 ※2
		結果単位	%
		計算式	K-CA*L
		小数点以下桁数	4
		滴定液名	
		電極名	
		自動入力先パラメータ	無し

※1 全塩化ナトリウムの濃度測定値を入力します。

※2 有効塩素を塩化ナトリウムに換算する係数(58.44(NaCl)÷70.9(Cl₂))です。

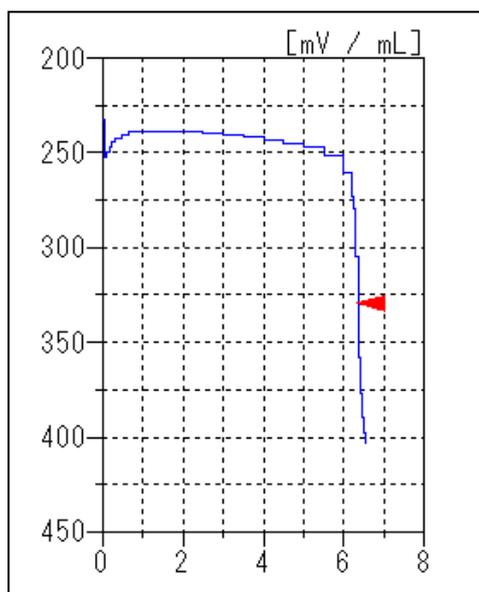
測定結果

(1) 全塩化ナトリウム測定結果

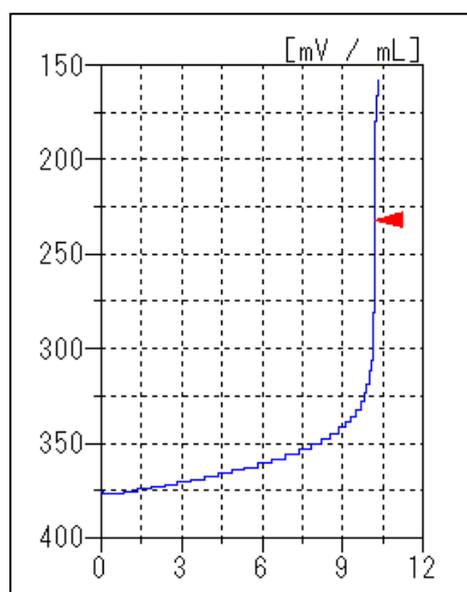
測定回数	試料量(mL)	滴定値(mL)	全塩化ナトリウム濃度(%)
1	0.5	6.329	14.795
2	0.5	6.324	14.783
3	0.5	6.339	14.818
		平均値 :	14.80 %
統計計算		標準偏差 :	0.0178 %
		変動係数 :	0.12 %

(2) 有効塩素測定結果 (塩化ナトリウム濃度の計算結果)

測定回数	試料量(mL)	滴定値(mL)	有効塩素濃度(%)	塩化ナトリウム濃度(%)
1	0.5	10.174	14.456	2.884
2	0.5	10.223	14.525	2.827
3	0.5	10.276	14.601	2.765
		平均値 :	14.52 %	2.83 %
統計計算		標準偏差 :	0.0725 %	0.0597 %
		変動係数 :	0.50 %	2.11 %



全塩化ナトリウムの測定



有効塩素の測定

滴定曲線例

5. 摘要

(1) 全塩化ナトリウムの測定について

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。

(2) 有効塩素の測定について

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、塩化ナトリウム、残アルカリ、有効塩素、沈殿滴定