

1. 測定の概要

塩酸とフッ化水素酸の混合溶液は、強酸としての作用および溶解力を持ち、金属、ガラス製品および半導体表面処理液として使用されています。本稿では、塩酸とフッ化水素酸の混合溶液中の各成分を電導度滴定で測定した例を紹介します。電位差滴定により同測定を実施した事例はアプリケーションデータ No. J10 を参照ください。

電導度滴定により試料溶液の電導度を検出しながら、水酸化ナトリウム標準液を滴定液に用いた中和滴定を行うことによって、塩酸、フッ化水素酸の順に逐次滴定します(反応式(1), (2))。



その結果、電導度検出では滴定曲線は二つの屈曲点を持つV字型を示します。第一屈曲点から塩酸が定量され、第二屈曲点からフッ化水素酸が定量されます。

中和滴定で一般的に指示電極に用いられる pH 測定用ガラス電極では、塩酸とフッ化水素酸の終点が重なってしまい、正確な測定値が得られませんが、電導度検出ではこれらを中和滴定で分別することが可能となります。

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 (E-アンプ)
電極	:	双白金電極	TPT-351, 白金黒めっき処理, IE-2 と RE-2 へ接続

(2) 試薬

滴定液 : 1 mol/L 水酸化ナトリウム標準液, 容量分析用滴定液

3. 測定手順

- ① 樹脂製 50 mL ビーカーに純水約 10 mL を加え、天秤に載せて風袋とします。
- ② 樹脂製スポイトを用いて試料約 1 mL をビーカーに加え、正確に秤量します。
- ③ 純水約 20 mL をビーカーに加えます。
- ④ 電極を浸漬し、1 mol/L 水酸化ナトリウム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 電導度測定用アンプ設定

アンプ No.2, 測定レンジ 20000 μ S

② 塩酸の滴定

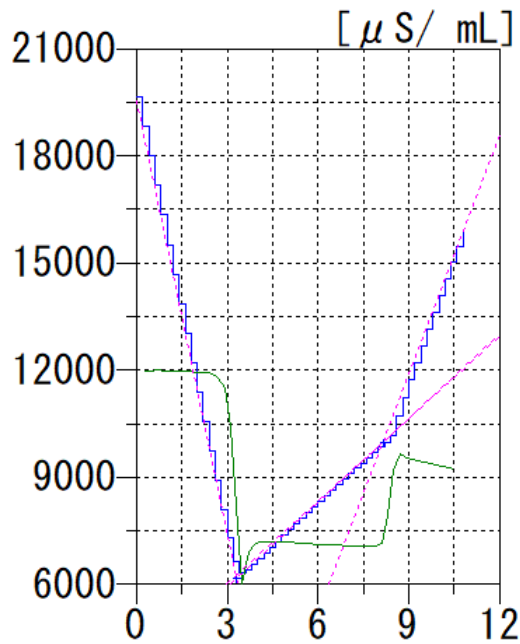
コンディションNo.	1	コンスタントNo.	1	制御モードNo.	21
メソッド	V交点1	S:試料量	1.0818 g	山越タイマ	0 秒
ビュレットNo.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	0
アンプNo.	2	M:滴定液濃度	1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	μ S	F:ファクタ	1.003	待ち時間	3 秒
スタートタイマ	10 秒	K:係数1	36.45	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数2	0	ビュレット速度	2
反応タイマ	0 秒	結果単位	%	最小滴加量	160
検出開始 mL	0 mL	計算式	$(D-B)*K*F*M/(S*10)$		
検出感度	-	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				

③ フッ化水素酸の滴定

コンディションNo.	2	コンスタントNo.	2	制御モードNo.	21
メソッド	V交点2	S:試料量	1.0818 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	0
アンプNo.	2	M:滴定液濃度	1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	μ S	F:ファクタ	1.003	待ち時間	3 秒
スタートタイマ	0 秒	K:係数1	20	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	160
検出開始 mL	0.1 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	1 mL	自動入力先パラメータ	無し		
最大滴加 mL	20 mL				

測定結果

サンプル	測定回数	試料量 (g)	塩酸		フッ化水素酸	
			滴定値 (mL)	濃度 (%)	滴定値 (mL)	濃度 (%)
塩酸 フッ化水素酸 混合溶液	1	1.0818	3.393	11.4666	4.863	9.0175
	2	1.0795	3.257	11.0305	4.994	9.2802
	3	1.0807	3.268	11.0554	4.970	9.2253
		平均値		11.18 %		9.17 %
		標準偏差		0.24 %		0.14 %
		変動係数		2.2 %		1.5 %



滴定曲線例

5. 摘要

(1) 塩酸とフッ化水素酸の分別滴定について

試料中に金属イオンを含む場合、これらの水酸化物塩の生成により滴定液が消費されることがあります。

(2) 電導度検出について

滴定装置における電導度検出では、滴定反応に伴う電導度の推移傾向の転換点を終点として検出しております。そのため、電導度の相対値を検出する仕様となっており、電導度の校正機能は含まれておりませんのでご注意ください。

双白金電極 TPT-351 を用いて電導度を検出するためには、電極表面積を増やすために白金黒メッキをする必要があります。メッキ処理後の電極は均一なピロード状となっております。使用に伴い劣化が見られた場合、付属する白金黒用電解液を使用してメッキ処理を実施してください。

キーワード：塩酸とフッ化水素酸の分別定量、中和滴定、電導度滴定