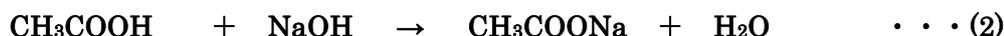


1. 測定の概要

硝酸(強酸)と酢酸(有機酸)の混合溶液は、強酸としての作用の他、強い酸化力および溶解力を持ち、金属、ガラス製品および半導体の表面処理液として使用されています。

本稿では、硝酸と酢酸の混合溶液を、水酸化ナトリウム滴定液による中和滴定によって逐次滴定して分別定量した例を紹介します。



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 : 1mol/L 水酸化ナトリウム標準液

3. 測定手順

- ① ホールピペットで試料 1mL をビーカー 100mL に採取します。
- ② 純水 40mL を加えます。
- ③ 電極を浸漬して滴定を開始し、1mol/L 水酸化ナトリウム標準液で滴定します。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

① 硝酸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.	4
メソッド	変曲点検出	S:試料量	1.0000 mL	山越タイム	0 秒
ピュレットNo.	1	B:ブランクmL	0.0000 mL	滴加係数	9
アンプNo.	1	M:滴定液濃度	1.0000 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.0050	待ち時間	3 秒
スタートタイム	10 秒	K:係数1	63.010	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数2	0.000	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*F*M/S		0.05 mL
検出感度	150	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0 mL	自動入力先パラメータ	無し		
最大滴加mL	20 mL				

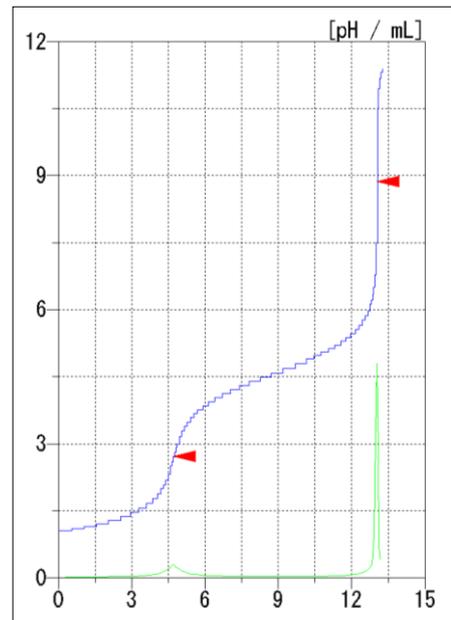
② 酢酸の測定コンディション

コンディションNo.	2	コンスタントNo.	2	制御モードNo.	4
メソッド	変曲点検出	S:試料量	1.0000 mL	山越タイム	0 秒
ピュレットNo.	1	B:ブランクmL	0.0000 mL	滴加係数	9
アンプNo.	1	M:滴定液濃度	1.0000 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.0050	待ち時間	3 秒
スタートタイム	0 秒	K:係数1	60.050	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数2	0.000	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*F*M/S		0.05 mL
検出感度	1000	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.2 mL	自動入力先パラメータ	無し		
最大滴加mL	20 mL				

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 (mL)	第1終点 滴定値 (mL)	硝酸 (g/L)	第2終点 滴定値 (mL)	酢酸 (g/L)
1	1	4.708	289.134	8.314	501.752
2	1	4.709	298.198	8.311	501.571
3	1	4.710	298.261	8.318	501.993
統計計算結果		平均値	295.2 g/L	平均値	501.8 g/L
		標準偏差	5.25 g/L	標準偏差	0.21 g/L
		変動係数	1.78 %	変動係数	0.04 %

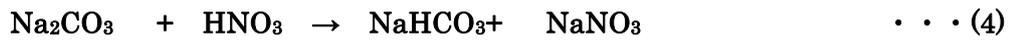
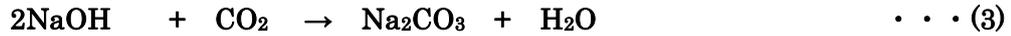


滴定曲線例

5. 摘要

(1) 滴定液の管理について

本測定 of 滴定液には、高濃度の水酸化ナトリウム標準液を用います。水酸化ナトリウムは、空気中の炭酸ガスを吸収しやすいため(3式)、定期的に試薬瓶の炭酸ガス吸収剤(ソーダライム)を交換することが大切です。炭酸ガスを吸収した滴定液には炭酸ナトリウムを含むため、滴定曲線の約pH4付近と約pH9に変曲点を示す滴定曲線となります(4、5式)。



キーワード：硝酸、酢酸、中和滴定、分別定量、逐次滴定