

無機酸・混酸

硝酸とリン酸の分別定量

1. 測定概要

各種酸の混合溶液は、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、硝酸とリン酸の混合溶液中の各成分を中和によって測定した例を紹介します。

pH 測定用ガラス電極を用いた中和滴定により硝酸とリン酸を滴定すると、滴定曲線には二つの変曲点が現れます。1 段目の変曲点は硝酸とリン酸の含量として現れます(反応式(1), (2))。2 段目の変曲点は反応式(2)の生成物であるリン酸二水素ナトリウムの中和によって現れます(反応式(3))。よって、第二変曲点からリン酸濃度を求め、第一変曲点の酸の含量からリン酸濃度を差し引くことで硝酸濃度を求め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
		ガラス電極	GE-101B, IE-1 へ接続
		比較電極	RE-201, 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 マイクロピペットを用いて試料約 1 mL をビーカーに加え、正確に秤量します。
- ② 純水約 50 mL と攪拌子をビーカーに加えます
- ③ 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。二つ目の変曲点が現れるまで滴定を行います。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

① 中和滴定（第一変曲点, 酸の含量）

コンディションNo.	6	コンスタンNo.	6	制御モードNo.	4
メソッド	変曲点検出	S:試料量	1.4652 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	9
アンプNo.	1	M:滴定液濃度	1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.005	待ち時間	3 秒
スタートタイマ	0 秒	K:係数1	63	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	mL	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式			
検出感度	500				
過滴加 mL	0 mL	小数点以下桁数	3		
最大滴加mL	40 mL	自動入力先パラメータ	無し		

② 中和滴定（第二変曲点, リン酸濃度）

コンディションNo.	7	コンスタンNo.	7	制御モードNo.	8
メソッド	変曲点検出	S:試料量	1.4652 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	1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.005	待ち時間	5 秒
スタートタイマ ※1	0 秒	K:係数1	98	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			
検出感度	500	(VB-B)*K*F*M/(S*10)			
過滴加 mL	0.3 mL	小数点以下桁数	3		
最大滴加mL	20 mL	自動入力先パラメータ	無し		

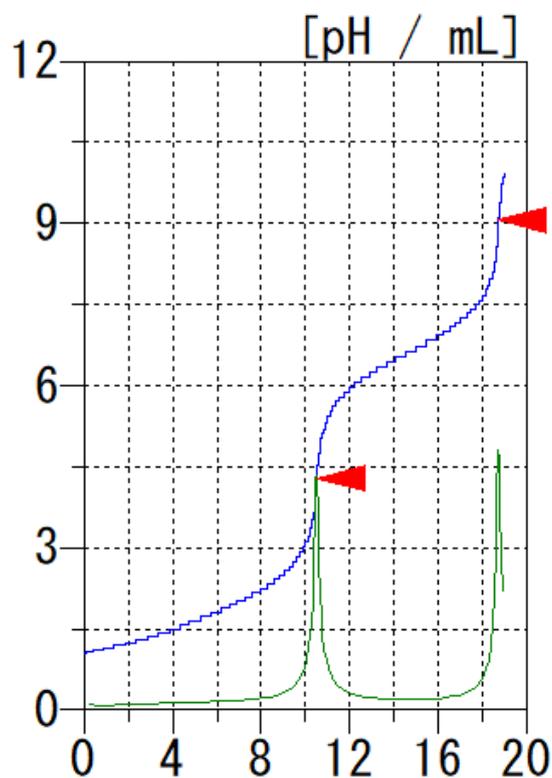
③ 硝酸の濃度計算

コンディションNo.	8	コンスタンNo.	8		
メソッド	計算	S:試料量	1.4652 g		
		B:ブランクmL	0 mL		
		M:滴定液濃度	1 mol/L		
		F:ファクタ	1.005		
		K:係数1	63.01		
		L:係数2	0		
		結果単位	%		
		計算式			
		(VA-VB)*K*F*M/(S*10) ※			
		小数点以下桁数	3		
		自動入力先パラメータ	無し		

※ 滴定装置が 2009 年以前製造の型式(COM-1600 等)の場合、計算式の係数(VA, VB)の代わりに (x, y)を設定してください。計算機能は同等となります。

測定結果

サンプル	測定回数	試料量 (g)	総酸	リン酸		硝酸
			滴定値 (mL)	滴定値 (mL)	濃度 (%)	濃度 (%)
硝酸 リン酸 混合溶液	1	1.4508	10.501	8.243	55.959	9.9018
	2	1.4511	10.554	8.294	56.294	9.7836
	3	1.4609	10.562	8.298	55.943	9.7890
				平均値	56.07 %	9.82 %
				標準偏差	0.20 %	0.07 %
				変動係数	0.4 %	0.7 %



滴定曲線例

5. 摘要

(1) 金属イオンが共存する場合の影響について

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。

キーワード：硝酸とリン酸の分別定量、電位差滴定、中和滴定