

無機酸・混酸

フッ化水素酸とフッ化アンモニウムの分別定量

1. 測定の概要

フッ化水素酸とフッ化アンモニウムの混合溶液は、金属、ガラス製品の表面処理液として使用されています。本稿では、フッ化水素酸とフッ化アンモニウムの混合溶液を、滴定液に水酸化ナトリウムを用いた中和滴定により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フッ化水素酸とフッ化アンモニウムを滴定すると、滴定曲線には二つの変曲点が現れます。1 段目の変曲点はフッ化水素酸(反応式(1))、2 段目の変曲点はフッ化アンモニウムとして現れます(反応式(2))。



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
電極	:	ガラス電極(フッ化水素酸用) 比較電極	GE-102B, IE-1 へ接続 RE-201, RE-1 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 100 mL ビーカーに純水約 40 mL を加え、天秤に載せて風袋とします。
- ② マイクロピペットを用いて試料 1 mL をビーカーに加え、正確に秤量します。
- 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 フッ化水素酸の滴定

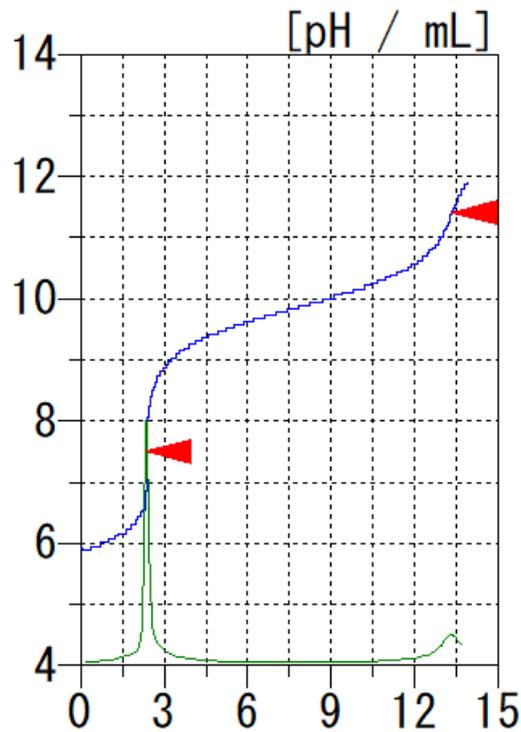
コンディションNo.	26	コンスタントNo.	26	制御モードNo.	5
メソッド	変曲点検出	S:試料量	1.107 g	山越タイマ	0 秒
ビュレットNo.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	5
アンプNo.	1	M:滴定液濃度	1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.005	待ち時間	3 秒
スタートタイマ	10 秒	K:係数1	20.01	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数2	0	ビュレット速度	2
反応タイマ	0 秒	結果単位	%	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	(D-B)*K*F*M/(S*10)		
検出感度	1000	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 フッ化アンモニウムの滴定

コンディションNo.	27	コンスタントNo.	27	制御モードNo.	5
メソッド	変曲点検出	S:試料量	1.107 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	3 秒
スタートタイマ	0 秒	K:係数1	37.04	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	200	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.5 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)	フッ化水素酸		フッ化アンモニウム	
			滴定値 (mL)	濃度 (%)	滴定値 (mL)	濃度 (%)
フッ化水素酸 フッ化アンモニウム 混合溶液	1	1.1130	2.342	4.232	10.990	36.757
	2	1.1070	2.335	4.242	10.991	36.960
	3	1.1090	2.349	4.260	10.985	36.873
		平均値		4.24 %		36.86 %
		標準偏差		0.01 %		0.10 %
		変動係数		0.3 %		0.3 %



滴定曲線例

5. 摘要

(1) 試料の採取量について

本報では標準のガラス電極 GE-101B よりもフッ化水素酸へ耐性を高めた、フッ化水素酸用ガラス電極 GE-102B を使用しておりますが、使用に伴いガラス電極は徐々に劣化します。電極の性能を長く維持するには、測定時の試料溶液中のフッ化水素酸濃度を低く抑えることが効果的です。具体的には試料の採取量を少なくし、それに合わせて低濃度の滴定液を使用します。ガラス電極の性能確認は、pH 校正を実施したときの成否や、結果に示される起電力より判断することができます。

キーワード：フッ化水素酸とフッ化アンモニウムの分別定量、中和滴定