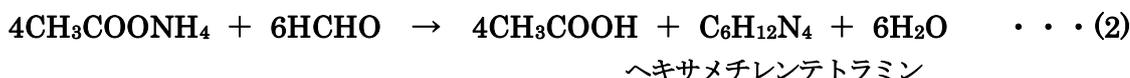


有機酸類

酢酸と酢酸アンモニウムの分別定量

1. 測定の概要

酢酸と酢酸アンモニウムの混合溶液は、半導体製造工程における洗浄液として使用されます。弱酸と弱酸の塩の分別定量法には、いくつかの定量方法があります。本稿では、最も代表的な方法であるホルムアルデヒド添加法を紹介します。本法は、はじめに酢酸を水酸化ナトリウムによって中和滴定します（式1）。続いてホルムアルデヒドを加えると、酢酸アンモニウムと等量の酢酸とヘキサメチレンテトラミンが生成されます（式2）。生成した酢酸を引き続き水酸化ナトリウムで中和滴定し酢酸アンモニウムを定量します。



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
オプション	:	ビュレット	1台
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	:	0.1mol/L 水酸化ナトリウム標準液
添加剤	:	ホルムアルデヒド (35%)

3. 測定手順

- ① 試料 1mL をホールピペットで採取し、100mL ビーカーに入れます。
- ② 純水を約 50mL 加えます。
- ③ 電極を浸漬し、滴定を開始します。0.1mol/L 水酸化ナトリウム標準液による酢酸の滴定、オプションのビュレットによるホルムアルデヒドの分注、0.1mol/L 水酸化ナトリウム標準液による酢酸アンモニウムの滴定が順次行なわれます。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

① 酢酸の滴定

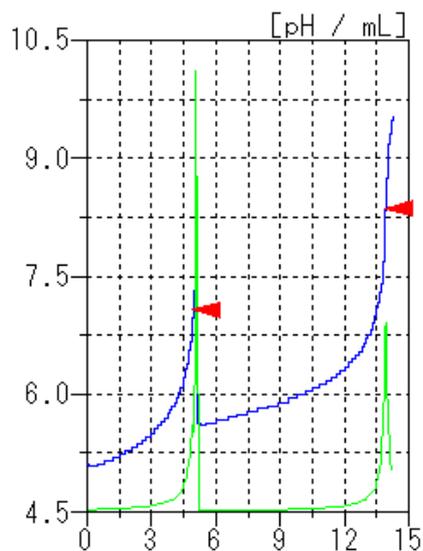
コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	5
メソッド	変曲点検出	S:試料量	1 mL	山越タイム	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	5
アンプ No.	1	M:滴定液濃度	0.1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.006	待ち時間	3 秒
スタートタイム	5 秒	K:係数 1	60.05	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイム	0 秒	結果単位	%	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	$(D-B)*K*F*M/(S*10)$		
検出感度	300	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0 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 ホルムアルデヒドの分注

コンディション No.	2
メソッド	分注
ビュレット No.	2
スタートタイム	0 秒
分注量	5 mL

③ 酢酸アンモニウムの滴定

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	1 mL	山越タイム	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	0.1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.006	待ち時間	3 秒
スタートタイム	15 秒	K:係数 1	77.08	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
反応タイム	0 秒	結果単位	%	最小滴加量	40
検出開始 mL	0.3 mL	計算式	$(D-B)*K*F*M/(S*10)$		
検出感度	500	小数点以下桁数	3		
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		



滴定曲線例

酢酸の測定結果

測定回数	試料量 (mL)	滴定値 (mL)	酢酸 濃度(%)
1	1	4.928	2.977
2	1	4.920	2.972
3	1	4.916	2.970
統計計算		平均値 :	2.973 %
		標準偏差 :	0.0036 %
		変動係数 :	0.121 %

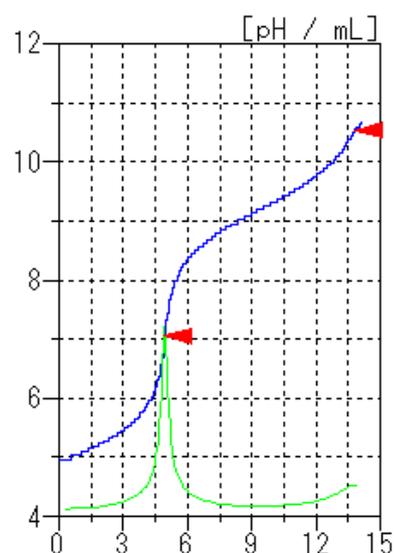
酢酸アンモニウムの測定結果

測定回数	試料量 (mL)	滴定値 (mL)	酢酸アンモニウム 濃度(%)
1	1	8.976	6.960
2	1	8.965	6.952
3	1	8.957	6.945
統計計算		平均値 :	6.952 %
		標準偏差 :	0.0075 %
		変動係数 :	0.108 %

5. 摘要

その他の逐次滴定法

本法以外の分別定量法として、ホルムアルデヒド無添加法があります。本方法は、試料を水酸化ナトリウム滴定液によって滴定するものであり、はじめに酢酸の滴定終点を示す変曲点が得られ、続いて酢酸アンモニウムの滴定終点を示す変曲点が得られます。この方法の特長は、ホルムアルデヒドの添加が不要である点です。一方、酢酸アンモニウムの濃度によって第2段目の酢酸アンモニウムの滴定終点が不明瞭となる場合があります。滴定曲線の一例を右図に示します。



キーワード：酢酸、酢酸アンモニウム、水酸化ナトリウム、ホルムアルデヒド、中和滴定