

硫酸の純度測定

1. 測定の概要

硫酸は、化学工業薬品の中で最も基本的な薬品であり、その使用分野は広く、かつ生産量も多いです。硫酸は、その性質上大気中の水分を吸収し、次第にその純度が低下します。硫酸の純度測定法は、「JIS K 8951 : 2006 硫酸(試薬)」に水酸化ナトリウム標準液を用いてブロムチモールブルー指示薬の黄色から青みの緑となる変色点を終点となるまで滴定することが記載されていますが、本項では、試料を正確に秤量採取し、水酸化ナトリウム標準液による電位差滴定によって測定した例を紹介します。

硫酸は二塩基酸であるため、理論的には二つの変曲点を持つ滴定曲線となります。しかし、水溶液中では水の水平化効果により、硫酸本来の酸の強さを発揮できなくなるため、硫酸の一段目の解離と二段目の解離との差が判別できなくなります。そのため、本測定における反応式は(1)式のように表わせます。



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 試料約 1g をビーカー 100mL に採取し、質量を正確に秤量します。
- ② 氷水中で 100mL ビーカーを冷やしながらか、静かに純水 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。また、空試験を同様に行ってブランクを求めます。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

ブランクの測定

コンディションNo.	1	コンスタントNo.	1	制御モードNo.	14
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0.0000 mL	山越タイム	0 秒
ビュレットNo.	1	B:ブランクmL	0.0000 mL	滴加係数	0
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	20 秒	K:係数1	0.000	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数2	0.000	ビュレット速度	2
反応タイム	0 秒	結果単位	mL	最小滴加量	8
検出開始 mL	0 mL	計算式	D		0.01 mL
検出感度	1000	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0.1 mL	自動入力先パラメータ	無し		
最大滴加mL	1 mL				

試料の測定

コンディションNo.	2	コンスタントNo.	2	制御モードNo.	1
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0.0000 g	山越タイム	0 秒
ビュレットNo.	1	B:ブランクmL	0.0150 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	1 秒
スタートタイム	20 秒	K:係数1	49.040	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数2	0.000	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*M/(S*10)		0.05 mL
検出感度	1000	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0.2 mL	自動入力先パラメータ	無し		
最大滴加mL	40 mL				

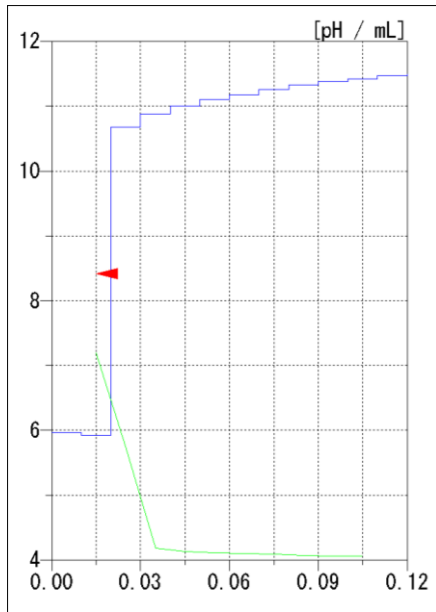
測定結果

ブランクの測定

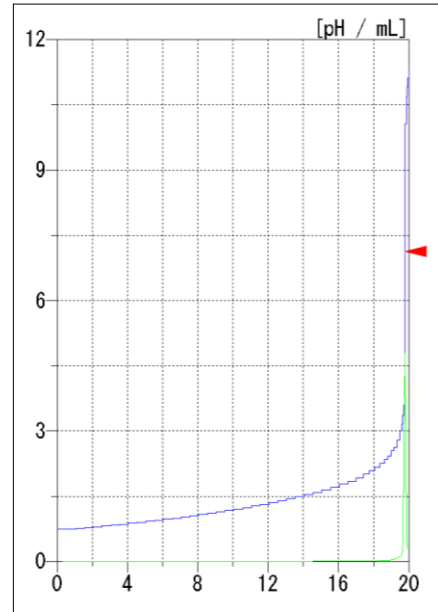
測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)
1	—	0.015
2	—	0.015
平均値 (ブランク)		0.015 mL

試料の測定

測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)	純度 (%)
1	0.9868	19.325	96.443
2	1.0198	19.975	96.463
3	1.0098	19.775	96.442
平均値			96.45 %
標準偏差			0.01 %
変動係数			0.01 %



ブランクの測定



試料の測定

滴定曲線例

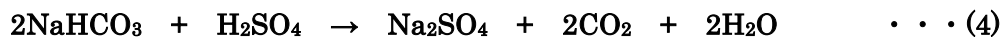
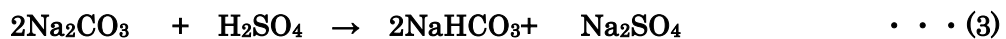
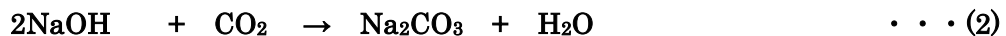
5. 摘要

(1) 試料の採取について

本測定の試料採取方法は、試料を 100mL ビーカーに直接採取して精秤するため、試料の秤量精度が測定精度に大きく影響しますので、試料採取に注意を要します。

(2) 滴定液の管理について

本測定の滴定液には、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(2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(3、4式)。



キーワード：硫酸、中和滴定、純度、JIS K 8951