

ノート

沈殿滴定法によるソーダ灰中の微量塩素の定量

武藤 五 生, 片岡 憲 治*

Determination of Trace Chlorine in Soda Ash by Precipitation Titration Method

Itsuo MUTO and Kenzi KATAOKA*

*Central Customs Laboratory, Ministry of Finance
531, Iwase, Matsudo-shi, Chiba-Ken, 271 Japan

Determination of the chlorine in anhydrous sodium carbonate is regulated by JIS K 1201 (Soda ash), JIS K 7715 (Anhydrous sodium carbonate -photographic grade-) and JIS K 8625 (Anhydrous sodium carbonate).

The chlorine contents of imported sodium carbonate and soda ash were, in most cases, not more than 0.05% on the dry bases.

N/100 AgNO_3 was used instead of N/20 AgNO_3 for accurate determination of 0.05% or less chlorine contents.

This method was applied to imported soda ash.

—Received September 24, 1986—

1 緒 言

ソーダ灰の名称で輸入される無水炭酸ナトリウムは、関税率表第 28.42 号に分類され「ふっ化ナトリウムとして計算したふっ素分が乾燥状態において全重量の 0.2% 以上のもの」と「精製した無水炭酸ナトリウムで乾燥状態において塩素の含有量が全重量の 0.05% 以下のもの」とでは、関税率表上の取扱いが異なっている。

ソーダ灰の分析法は、JIS K 1201 に規定されているが、塩化ナトリウムとして 0.5% (塩素として 0.3%) 以下の分析法であるが、塩化ナトリウムとして 0.1% 以下の定量結果には誤差が生じ易い。

著者らは、JIS K 1201 法の N / 20 AgNO_3 を N/100

AgNO_3 に代えることによって、正確かつ迅速に定量する方法及び定量結果の考察を行った。

2 実 験

2. 1 乾燥温度と塩素含有量の関係

JIS K 1201 法によると、定温乾燥器で 290°C 3 時間乾燥し無水状態にすることになっている。輸入試料の水分含有量は 0.1% 以下、塩素含有量も 0.05% 以下と非常に少ない。290°C で 3 時間乾燥と 105°C で 2 時間乾燥による水分含有量とを比較し、その結果を Table 1 に示す。

290°C 3 時間及び 105°C 2 時間乾燥のいずれにおいても、水分含有量に全く影響を与えないことが認められた。

*大蔵省関税中央分析所 〒271 千葉県松戸市岩瀬 531

Table 1 Comparison of the moisture (%) by JIS K 1201 and JIS K 1201 modified method

Sample A	
290 °C 3h heated moisture (%)	105 °C 2h heated moisture (%)
0.006	0.006
0.005	0.005
0.005	0.005
0.006	0.005
0.005	0.005
0.005	0.005

Sample B	
290 °C 3h heated moisture (%)	105 °C 2h heated moisture (%)
0.008	0.008
0.007	0.008
0.008	0.008
0.008	0.008
0.008	0.008
0.008	0.008

2.2 JIS K 1201 変法

乾燥試料 2~5g を正確に量り採り、炭酸ガスの発生にともなう気泡が外部に突出するのを防ぐため、300ml の三角フラスコに移し入れ水約 30ml を加えて溶解する。指示薬のフェノールフタレイン 2 滴を加え、よく振りまぜながら硝酸 (1+2) を少量ずつ加え中和する。この場合、試料 1g に対し硝酸 (1+2) は約 4.5ml 必要とする。炭酸ガスを完全に除去したのちに 2ml 加える。

溶液をかきまぜながら N/100 硝酸銀溶液 10ml をホールピペットを用いて加え、塩化銀を沈殿させる。溶液を激しくかきまぜて沈殿を凝結させる。No. 6 のろ紙を用いてろ過し、沈殿を硝酸 (1 + 100) で十分に洗浄する。ろ液及び洗液を合わせ、指示薬として硫酸第二鉄アンモニウム (硫酸第二鉄アンモニウム 10g に水 80ml と硝酸 (1 + 2) 10ml を加えて溶解する。) 約 2ml を加え、よく振りまぜながら N/100 チオシアン酸アンモニウム溶液で滴定し、最後の一滴で溶液が淡かっ色を呈した時を終点とする。

次式により塩素含有量を求める。

$$\text{塩素 (\%)} = \frac{[(10 \times F_1) - (B \times F_2)] \times 0.0003545}{A} \times 100$$

ただし A：試料採取量 (g)

B: N/100 チオシアン酸アンモニウム溶液

滴定量(ml)

F₁ : N/100 硝酸銀溶液の力価

F₂: N/100 チオシアン酸アンモニウム溶液の
力価

0.0518%の塩素を含有する炭酸ナトリウムの標準溶液及び輸入試料 A, B 2 点についての定量結果を Table 2, 3 に示す。また、塩素含有量を 0.05%とした場合の試料採取量と N/100 チオシアン酸アンモニウムの定量量との関係を Table 4 に示す。

10ml (0.05 目盛) のビュレットを用いて滴定した場合、塩素含有量が 0.01% の範囲内で定量を終らせるには、試料採取量が 3g 以上必要である。

Table 2 Analytical results of chlorine (%) in standard sample by JIS K 1201 modified method

Sample 1 g	Sample 5 g
0.0518 (%)	0.0523 (%)
0.0556	0.0527
0.0488	0.0519
0.0510	0.0532
0.0490	0.0510
0.0512	0.0521

Theoretical Value C1 : 0.0518 %

Table 3 Analytical results of chlorine (%) in imported soda ash A & B by JIS K 1201 modified method

Sample A		Sample B	
1 g	5 g	1 g	5 g
0.018 (%)	0.016 (%)	0.056 (%)	0.056 (%)
0.020	0.015	0.055	0.054
0.021	0.016	0.055	0.054
0.020	0.016	0.056	0.055
0.018	0.019	0.056	0.055
0.019	0.016	0.056	0.055

3 要 約

無水炭酸ナトリウムに含有される塩素の定量法は、JIS K 1201（ソーダ灰）、JIS K 7715（写真用無水炭酸ナトリウム）、JIS K 8625（無水炭酸ナトリウム）によって規定されている。しかし、輸入される無水炭酸ナトリウム及びソーダ灰の塩素含有量は、乾燥状態において 0.05%程度またはこれ以下のものが主体で

Table 4 Relationship between chlorine (%) and 0.01N ammonium thiocyanide (ml) by sample amount required (g)

1 g		3 g		5 g	
mg	ml	mg	ml	mg	ml
0.0550	8.45	0.0555	5.30	0.0553	2.20
0.0532 0.0514	8.50 8.55	0.0530	5.55	0.0514	2.75
		0.0520	5.60	0.0510	2.80
		0.0514	5.65	0.0507	2.85
		0.0508	5.70	0.0503	2.90
0.04998	8.59	0.04998	5.75	0.04998	2.95
0.0496 0.0479 0.0461	8.60 8.65 8.70	0.0496	5.80	0.0496	3.00
		0.0490	5.85	0.0493	3.05
		0.0484	5.90	0.0489	3.10
		0.0479	5.95	0.0486	3.15
0.0443	8.75	0.0443	6.25	0.0447	3.70
± 0.01	± 0.15	± 0.01	± 0.45	± 0.01	± 0.75

ある。この様に含有量の少ない塩素を上記いずれの JIS 法を用いても正確に定量することは困難である。

輸入ソーダ灰に含有される 0.05%程度の塩素の定

量するには、JIS K 1201 法では誤差が生じ易い。しかし、JIS K 1201 の硝酸溶液濃度を変えることにより良好な結果が得られた。