

液体カセイソーダ中のカセイソーダおよび 炭酸ナトリウム各種定量法について

高 木 利 治
年 光 盛 人

Determination of Sodium Hydroxide and Sodium Carbonate in Liquid Caustic Soda

Toshiharu Takagi
Morito Toshimitsu

For the determination of sodium hydroxide and sodium carbonate in liquid caustic soda, several procedures such as JIS K-1203, JIS K-1205; that are modifications of C. Winkler method, and R. B. Warder method have been used.

The determining values obtained by each of these method differ, but the comparative difference in those values have not been investigated.

The present experiments aimed at clarifying this point.

The results of this experiments revealed that the R. B. Warder method gives a slightly lower value in analysis of NaOH, which is quite negligible, but in the determination of Na₂CO₃ both JIS K-1203 and R. B. Warder methods give 0.12 and 0.14% higher value respectively than JIS K-1205 method.

1. まえがき

化繊級液体カセイソーダ試験法には JIS K-1205 (1955)が制定されているが、カセイソーダ中のカセイソーダおよび炭酸ナトリウムの定量はこのほか、JIS K-1203 (1950),あるいは R. B. Warder 法がある。これらは各商社でまちまちに利用されている現況であり、各法によって分析値がどの位の相異があるか疑問であった。

本実験はこの点を明確にするため各法の分析値について有意差検定を行ったところ、分析値間には明らかに有意差があることが認められた。今後商取引上の参考にして戴ければ幸甚と思ひ、本紙上をかりて報告するものである。

2. 実験および結果

(1) 実験

ア法液体カセイソーダ160gを1lメスフラスコ中にうすめ、供試液とする。つぎに一元配置法による実験計画の順序にしたがって、供試液 20ml をとり、JIS K-1203, K-1205, および R. B. Warder 法の滴定をおのおの5回繰返し行い、それぞれの分析値を求めた。表1にそのデータを示す。

備考 (1) JIS K-1203, K-1205 は共に塩化バリウムを使用するいわゆる C. Winkler 法であるが、K-1203 は、フェノールフタレンでカセイソーダを、ブロムフェノールブルーで全アルカリを別々に滴定する方法であり、K-1205 はフェノールフタレンのみを使用してカセイソーダ分を滴定し、引きつづいて炭酸ナトリウムを求める方法である。R. B. Warder 法はフェノールフタレンおよびメチルオレ

表1 分析値データ

定量法	NaOH (%)			Na ₂ CO ₃ (%)		
	JIS K-1203	JIS K-1205	Warder	JIS K-1203	JIS K-1205	Warder
繰返	48.28	48.26	48.23	0.26	0.16	0.32
	48.27	48.27	48.24	0.28	0.16	0.28
	48.27	48.27	48.21	0.29	0.17	0.30
	48.27	48.28	48.22	0.28	0.13	0.30
し	48.26	48.29	48.25	0.27	0.15	0.28
\bar{X}	48.270	48.274	48.230	0.276	0.154	0.298
R	0.02	0.03	0.04	0.03	0.04	0.04

ンヂ使用による示差滴定法である。

(2) 滴定終点を定める指示薬の呈色点は、ブロムフェノールブルー(N/10-NaOH で滴定の際)は黄色～汚緑色から薄い青紫色となった点を、メチルオレンジ(N/10 HClで滴定の際)は黄橙色から橙色(やや赤味)となった点(感度はよくない)とした。

〔2〕解析

表1のデータは一見してもわかるようであるが、更に明らかにするため解析を行った。その分散分析表は表2、表3の通りで各分析法間の分析値は高度に有意であることが認められた。なお図1は、それぞれの分析値母平均の95%信頼限界を示すものである。

表2 NaOH 分析値の分散分析表

要因	変動ss.	自由度φ	不偏分散V	F ₀	F値(0.01)	判定
級間 S _A	59.2	2	29.6	20.7	6.93	**
級内 S _E	17.2	12	1.43			
計	76.4	14				

表3 Na₂CO₃ 分析値の分散分析表

要因	変動ss.	自由度φ	不偏分散V	F ₀	F値(0.01)	判定
級間 S _A	584.1	2	292	146	6.93	**
級内 S _E	25.6	12	2.1			
計	609.7	14				

注 表2、表3は分析値データの数値よりそれぞれ48.25、0.25を引き、かつ10²倍して解析した。

3. むすび

カセイソーダの分析値は各方法間に有意差があり、R. B. Warder 法が僅かに低い値(その差 $\hat{d} = 0.04\%$)を示すが大して問題とすることはないようである。

炭酸ナトリウムの分析値は、JIS K-1203 および R. B. Warder 法が JIS K-1205に比べ非常に高い値(その差 $\hat{d} = 0.12\%$ および 0.14%)を得ることになる。この点は注意を要することであろう。この差の生ずる原因は使用指示薬の変色 pH範囲が異なるためであると思われる。

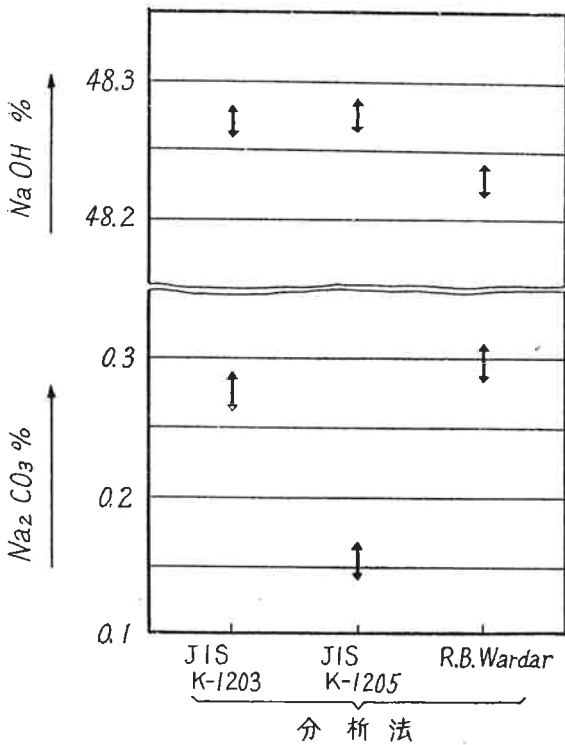


図1 分析値の95%信頼限界