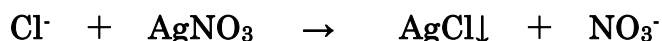


環境

水道水中の塩素イオンの定量

1. 測定概要

上水中の塩素イオン（塩化物）の定量法は上水試験方法および衛生試験法などにその定量法が規定されています。自然水中には少量の塩素イオンが含まれていますが、生活排水、工場排水および畜産排水などの混入によって増加するとされています。上水試験方法における塩素イオンの定量法としては、イオンクロマトグラフ法およびモール法（滴定法）が採用されています。イオンクロマトグラフ法の定量限界は 0.2mg/L です。モール法は一般に mg/L 以上の塩素イオンを含む試料に適用されています。本稿では、モール法による沈殿滴定を用い、上水試験方法による指示薬滴定にかわり、銀指示電極を用いた電位差滴定によって定量する方法について紹介します。検水 100mL を採取し、硝酸酸性としたのち、硝酸銀標準液によって電位差滴定を行います。



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 : 銀比較複合電極 AGR-811 (ダブルジャンクション型)

※上記以外の電極として、以下の電極も使用可能です。

- ・AGR-801 (銀比較複合電極)
- ・AG-311 (銀指示電極) と MS-231 (銀比較電極) の組み合わせ
- ・AG-311 と RE-241 (ダブルジャンクション型比較電極) の組み合わせ

注) 一般に用いられる比較電極 (RE-201) を使用すると塩化カリウム内部液が流出し測定の誤差となるため使用できません。

なお、AGR-801 および MS-231 は内部極に水銀 (硫酸第一水銀) を使用しています。廃棄するときは専門の産業廃棄物処理業者に依頼してください。

(2) 試薬

滴定液 : 0.01mol/L 硝酸銀標準液
添加液 : 硝酸 (1+5)

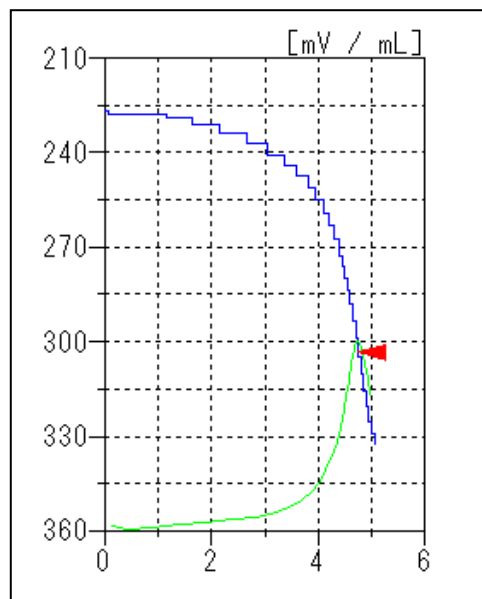
3. 測定手順

- ① 試料 100mL をホールピペットで採取し、200mL ビーカーに入れます。
- ② 硝酸 (1+5) を 1mL 加えます。
- ③ 電極を浸漬し、0.01mol/L 硝酸銀標準液で滴定を行います。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

| | | | | | |
|-------------|--------|------------|----------------------|-----------|------|
| コンディション No. | 1 | コンスタント No. | 1 | 制御モード No. | 8 |
| メソッド | 変曲点検出 | S:試料量 | 100 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. | 2 | M:滴定液濃度 | 0.01 mol/L | 滴加感度 | 0 mV |
| 表示単位 | mV | F:ファクタ | 1.010 | 待ち時間 | 5 秒 |
| スタートタイム | 5 秒 | K:係数 1 | 35.45 | 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 |
| 検出開始 mL | 0 mL | 結果単位 | PPM | 最小滴加量 | 40 |
| 検出感度 | 70 | 計算式 | $(D-B)*K*F*M*1000/S$ | | |
| 過滴加 mL | 0.3 mL | 小数点以下桁数 | 3 | | |
| 最大滴加 mL | 20 mL | 滴定液名 | 0.01M AgNO3 | | |
| | | 電極名 | | | |
| | | 自動入力先パラメータ | 無し | | |



滴定曲線例

測定結果

| 測定回数 | 試料量 (mL) | 滴定値 (mL) | 塩素イオン (ppm) |
|------|-------------|-------------|----------------|
| 1 | 100 | 4.739 | 16.968 |
| 2 | 100 | 4.741 | 16.975 |
| 3 | 100 | 4.737 | 16.961 |
| | | 平均値 | : 16.97 ppm |
| 統計計算 | | 標準偏差 | : 0.0070 ppm |
| | | 変動係数 | : 0.04 % |

5. 摘要

(1) 測定について

モール法による指示薬滴定にかわり電位差滴定を行い、水道水中の塩素イオンの測定を精度良く行なうことができました。

(2) 試料の pH について

試料に水酸化物イオンや炭酸イオンが存在する場合は、滴定液である硝酸銀と反応して水酸化銀や炭酸銀となり、塩素イオンの滴定においてわずかに正の誤差が生じる原因となります。そのため、本滴定は硝酸酸性 (pH 2 ~ 3 程度) で行なうのが一般的です。

キーワード：水道水、塩素イオン、沈殿滴定、銀電極、硝酸銀