

環境

水道水中の総硬度

1. 測定概要

水の硬度は水中のカルシウムイオンおよびマグネシウムイオンの量を、これに対応する炭酸カルシウム (CaCO₃) の mg/L に換算して表したものです。

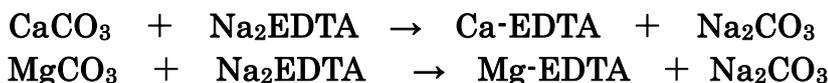
硬度には、

- (1) 総硬度 カルシウムとマグネシウムの総量
- (2) カルシウム硬度 カルシウム
- (3) マグネシウム硬度 総硬度 - カルシウム硬度
- (4) 非炭酸塩硬度 (永久硬度)
- (5) 炭酸塩硬度 (一時硬度)

の 5 種類があります。適用規格としては、上水試験方法、衛生試験法および JIS K0101 などに規定されています。

本稿では、上水試験方法に準じて水道水の総硬度を EDTA 標準液による光度滴定法によって測定した例について紹介します。

試料 100mL を採取し、0.01mol/L 塩化マグネシウム溶液 1mL、アンモニア緩衝液 2mL および EBT 指示薬 0.2mL を加え、0.01mol/L EDTA 標準液で滴定します (赤色 → 青色)。試料の代わりに純水 100mL を採取し、試料の測定と同一操作によってブランクの測定を行います。



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 (光度滴定用測定ユニット Mタイプ)
使用フィルタ 650nm

(2) 試薬

滴定液 : 0.01mol/L EDTA 標準液

添加液 : 0.01mol/L 塩化マグネシウム溶液

緩衝液 : pH10 アンモニア緩衝液

塩化アンモニウム 6.75 g を純水約 30mL に溶解後、アンモニア水 57mL を加え、更に純水を加えて 100mL に調製したもの。

指示薬 : EBT 指示薬

エリオクロムブラック T 0.5 g および塩酸ヒドロキシルアミン 4.5 g をエタノール (95v/v%) 100mL で溶解して調製したもの。

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 0.01mol/L 塩化マグネシウム溶液をホールピペットで 1mL 加えます。
- ③ アンモニア緩衝液を 2mL 加えます。
- ④ EBT 指示薬を 0.2mL 加えます。
- ⑤ 光度プローブを浸漬し、0.01mol/L EDTA 標準液で滴定を行ないます。
- ⑥ 純水 100mL を使用し、同様の手順によってブランクの測定を行ないます。

4. 測定条件例および測定結果

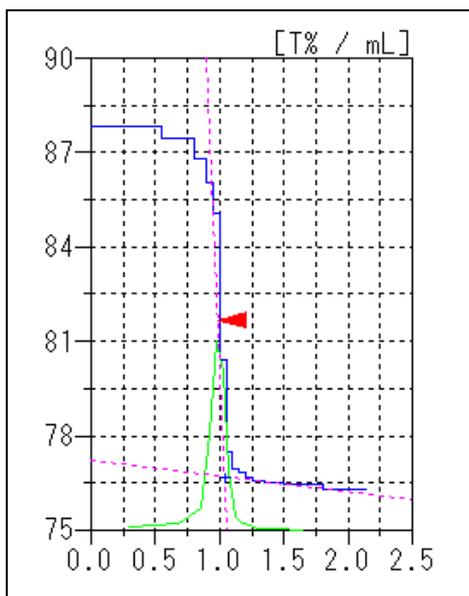
滴定条件例

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.	8
メソッド	B交点検出	S:試料量	0 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	T%	F:ファクタ	1.001	待ち時間	5 秒
スタートタイム	10 秒	K:係数 1	0	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	mL	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	D		
検出感度	500	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	1 mL	滴定液名	0.01M EDTA		
最大滴加 mL	20 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

試料の測定

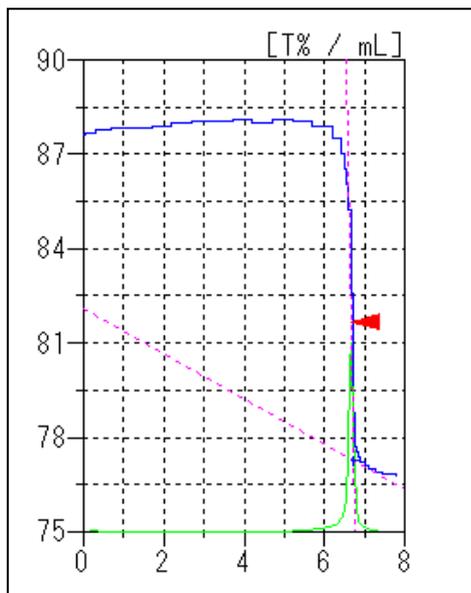
コンディション No.	2	コンスタント No.	2	制御モード No.	8
メソッド	B交点検出	S:試料量	100 mL	山越タイム	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	1.040 mL	滴加係数	5
アンプ No.	2	M:滴定液濃度	0.01 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	T%	F:ファクタ	1.001	待ち時間	5 秒
スタートタイム	10 秒	K:係数 1	100	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイム	0 秒	結果単位	PPM	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	$(D-B)*K*F*M*1000/S$		
検出感度	500	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	1 mL	滴定液名	0.01M EDTA		
最大滴加 mL	20 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		



測定結果

ブランクの測定

測定回数	試料量 (mL)	滴定値 (mL)
1		1.041
2	—	1.041
3		1.038
統計計算		平均値 : 1.040 mL
		標準偏差 : 0.0017 mL
		変動係数 : 0.17 %



試料の測定

測定回数	試料量 (mL)	滴定値 (mL)	総硬度 (ppm)
1	100	6.718	56.837
2	100	6.745	57.107
3	100	6.719	56.847
統計計算		平均値 : 56.9 ppm	
		標準偏差 : 0.153 ppm	
		変動係数 : 0.27 %	

滴定曲線例

5. 摘要

(1) 測定について

光度プローブを使用し EBT を指示薬とした光度滴定を行い、水道水中の総硬度の測定を精度良く行なうことができました。

(2) 終点の検出法について

本滴定は指示薬の変色が完結した点を終点とするため、終点検出は B 交点検出に設定します。また総硬度の濃度が高く滴定値が多い場合は、連続滴加 mL の機能を使用して終点より数 mL 手前まで滴定液を一度に滴加することにより、測定時間の短縮を図ることができます。

キーワード：水道水、総硬度、光度滴定、EDTA 標準液