

# アプリケーションノート

## 多検体チェンジャーを用いるアンモニウムイオンの定量

関連業種 : 化学  
使用装置 : 多検体チェンジャー, 電位差自動滴定装置  
測定手法 : 電位差滴定法 / 中和滴定  
関連規格 :

### 1. 概要

多検体チェンジャーを電位差自動滴定装置に接続することにより、最大24検体の試料を自動測定するシステムの構築が可能です。本システムを使用し、硝酸アンモニウム(NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>)溶液中に含まれる、アンモニウムイオンの定量を行いました。アンモニウムイオンにホルムアルデヒドを加えることにより、ヘキサメチレンテトラミンが生成し、これにともないアンモニウムイオンと等量の硝酸が遊離します。この硝酸を水酸化ナトリウムで中和滴定し、アンモニウムイオンを定量します。硝酸アンモニウムは弱酸として塩基による直接滴定も可能ですが本手法によれば、硝酸が遊離するため、当量点におけるpH飛躍が明瞭になり、精度の高い測定が可能となります。この手法は他のアンモニウム塩にも適用可能です。

電位差自動滴定装置のオプションとして電動ビュレットを増設することで、添加試薬、溶媒など複数の溶液の自動注入が可能となります。ビュレットの増設は最大8台まで可能で、多検体チェンジャーを組み合わせることで、滴定操作の自動化が可能です。

### 2. 測定上の注意点

試薬の取扱い時、保護具を着用して試薬が皮膚や眼、衣服等に付着しないようにしてください。

測定は局所排気装置内で行ってください。

### 3. 分析終了後の処置

電極を保管する際は、電極内部液の流出および濃縮を抑制するため、比較電極の内部液充填口をゴム栓で密栓してください。

ガラス電極は、ガラス膜を乾燥状態で保管すると性能の低下が早まります。以下に示す要領で保管してください。

- ・短期的な保管(一か月未満)…ガラス膜、液絡部を純水に浸漬し、保管。
- ・長期的な保管(一か月以上)…pH4 標準液と 3.3mol/L 塩化カリウム水溶液を 1:1 の体積比で混合した溶液に浸漬し、保管。

## 4. 装置構成

本体	: 電位差自動滴定装置 (標準プリアンプリファイア STD)
オプション	: 多検体チェンジャー
電極	: 複合ガラス電極(外筒内部液: 3.3mol/L塩化カリウム水溶液)

## 5. 試薬

滴定液	: 0.05mol/L水酸化ナトリウム水溶液
溶媒	: 純水
添加試薬	: ホルムアルデヒド水溶液(37%)

## 6. 分析手順

### ～前処理～

- 1) 滴定液に含まれる溶存ガスを除くため、超音波洗浄器にかけた状態で30分間減圧脱気します。

### ～測定～

- 1) 試料10mLを正確に採取し、ビーカーに入れます。
- 2) 多検体チェンジャーにビーカーをセットします。
- 3) ホルムアルデヒド水溶液(37%)を10mLおよびイオン交換水30mLを加えます。
- 4) 0.05mol/L水酸化ナトリウム水溶液で滴定します。

## 7. 計算式

$$\text{アンモニウムイオン (mg/L)} = \text{EP1} * \text{TF} * \text{K1} * \text{C1} / \text{S}$$

EP1	:	試料滴定量(mL)
TF	:	滴定液のファクター = 1.000
C1	:	濃度換算係数= 0.902mg*
K1	:	単位換算係数= 1000
S	:	試料採取量(mL)

※0.05mol/L水酸化ナトリウム溶液1mLのアンモニウムイオン相当量(mg)

## 8. 測定例

### -滴定パラメータ-

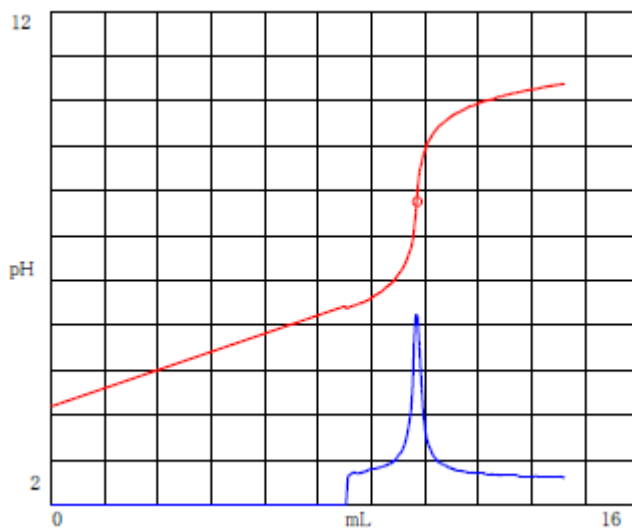
(測定パラメータおよび滴定曲線は弊社電位差滴定装置の一例です。機種によってはパラメータ項目が異なったり、別の項目が追加される場合があります。)

<滴定モード> : 自動間欠  
 <滴定様式> : 自動終点停止

<滴定パラメータ>  
 ビュレットNo. : 1  
 最大滴定量 : 14 (mL)  
 検出方法 (制御用) : Ch1, pH  
 検出方法 (参照用) : Off  
 pH入力電位 : 標準  
 滴定の種類 : チェックしない  
 終点検出方向 : 自動  
 滴定前の待ち時間 : 30 (s)  
 定量注入モード : 容量停止 (注入設定)  
 停止注入量 : 10 (mL)  
 注入速度 : 10 (s/mL)

<制御パラメータ>  
 終点検出数 : 1  
 終点判断方法 : 設定する  
 終点判断値 (電位差) : 160 (dE)  
 終点判断値 (微分差) : 700 (dE/dmL)  
 ゲイン : 3  
 データ採取条件 : 設定する  
 データ採取電位 : 4.0 (mV)  
 データ採取滴定量 : 0.5 (mL)  
 制御速度モード : 遅い  
 制御速度 : 0.5  
 その他の制御 : 標準  
 スターラースピード : 4

-滴定曲線-



## -測定結果-

	採取量 (mL)	終点滴定量 (mL)	滴定時間 (時:分:秒)	計算結果 (mg/L)
1	10.0	11.1451	0:12:15	1005.29
2	10.0	11.1438	0:12:06	1005.17
3	10.0	11.1440	0:11:23	1005.19
4	10.0	11.1431	0:11:34	1005.11
5	10.0	11.1465	0:11:42	1005.41
6	10.0	11.1476	0:11:21	1005.51
7	10.0	11.1488	0:12:22	1005.62
8	10.0	11.1507	0:11:30	1005.79
9	10.0	11.1515	0:11:56	1005.87
10	10.0	11.1501	0:11:47	1005.74
平均				1005.47
標準偏差				0.28
RSD(%)				0.03

## 9. まとめ

弊社の多検体チェンジャーと電位差自動滴定装置の組合せによる、アンモニウムイオンの定量(連続測定、n10)において、RSD値(相対標準偏差)は0.1%未満となり、良好な精度が得られました。この組合せにより、多数の検体を高精度で自動測定することが可能となります。一般試料の測定可否については検証が必要な場合があります。ご不明な点があれば弊社までお問合せください。