

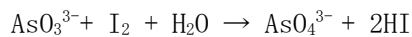
アプリケーションノート

多検体チェンジャーを用いるヒ素(Ⅲ)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 / 酸化還元滴定
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、自動測定システムの構築が可能です。本アプリケーションでは、シーケンス制御によって亜ヒ酸ナトリウム水溶液中のヒ素(Ⅲ)を定量した事例を紹介します。ヒ素(Ⅲ)は水溶液中で亜ヒ酸イオン AsO_3^{3-} として存在します。本試験では亜ヒ酸イオンをヨウ素で直接滴定する方法を適用しました。滴定反応を以下に示します。



酸性ではヨウ化水素酸 HI は強力な還元剤であるため、上記の反応は可逆的です。従って、反応生成物である AsO_4^{3-} が HI によって AsO_3^{3-} に還元されます。滴定では反応を完全に右向きに進めなければならないため、そのためには HI を中和する必要があります。本試験では HI を中和するために炭酸水素ナトリウムを添加しました。なお、測定結果はヒ素(Ⅲ)の濃度(mg/L)として求めました。

多検体チェンジャーを用いることにより、複数の検体を自動で測定することができます。また、電動ビュレットを増設することで緩衝液や指示薬溶液等の添加も自動化が可能です。

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。

測定操作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

電極の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電極を保管してください。

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 : 複合白金電極(外筒内部液: 3.3mol/L塩化カリウム水溶液)

5. 試薬

滴定液 : 0.0068mol/Lヨウ素溶液
溶媒 : 純水
添加試薬 : 50g/L炭酸水素ナトリウム水溶液

6. 分析手順

- 1) ホールピペットを用い、試料 10mL をビーカーに採取します。
- 2) 50g/L 炭酸水素ナトリウム溶液を約 60mL 加えます。
- 3) 純水 30mL を加え、0.0068mol/L ヨウ素溶液で滴定します。

7. 計算式

$$\text{ヒ素(III) (mg/L)} = (\text{EP1} - \text{BL1}) \times \text{TF} \times \text{C1} \times \text{K1} / \text{S}$$

EP1 : 試料滴定量 (mL)
 BL1 : 空試験時の滴定量 (mL) = 0
 TF : 滴定液のファクター = 0.9289
 C1 : 濃度換算係数 = 0.5095※
 K1 : 単位換算係数 = 1000
 S : 試料採取量 (mL)

※0.0068mol/Lヨウ素溶液1mLのヒ素(III)相当量(mg)

8. 測定例

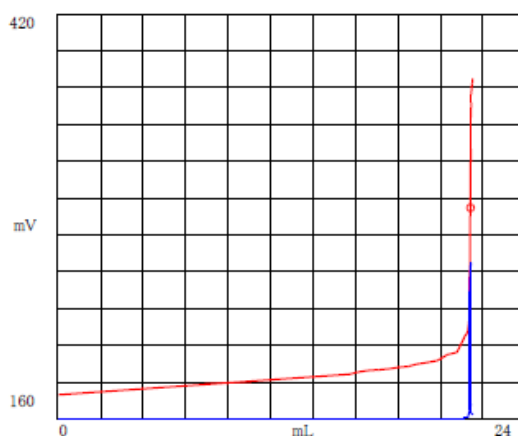
-滴定パラメータ-

(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。機種によりパラメータ項目が異なる、または項目が追加される場合があります。)

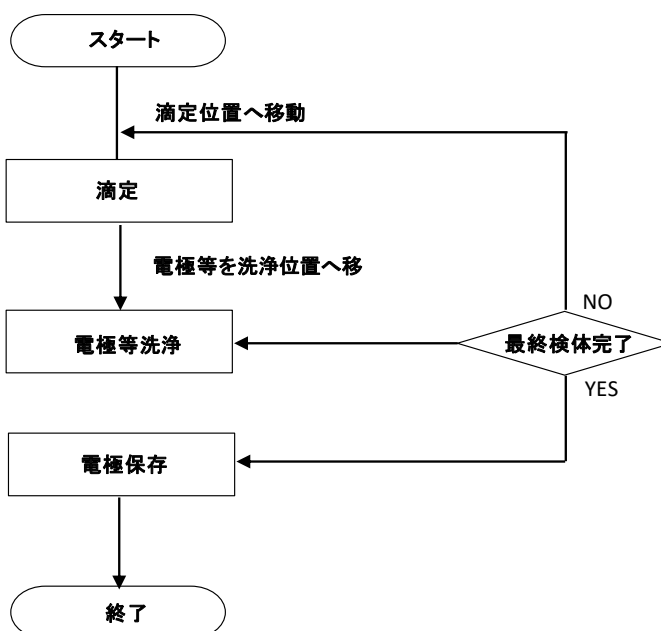
<滴定モード> : 自動間欠
 <滴定様式> : 自動終点停止

<滴定パラメータ>		<制御パラメータ>	
ビュレット No.	: 1	終点検出数	: 1
最大滴定量	: 40 (mL)	終点判断方法	: 自動
検出方法(制御用)	: Ch1, mV	ゲイン	: 1
pH 入力電位	: 標準	データ採取条件	: 標準
滴定の種類	: チェックしない	制御速度モード	: 設定する
終点検出方向	: 自動	制御速度	: 0.5
滴定前の待ち時間	: 30 (s)	その他の制御	: 標準
定量注入モード	: 容量停止(注入設定)	スターラースピード	: 4
停止注入量	: 15 (mL)		
注入速度	: 10.0 (s/mL)		

-滴定曲線-



-シーケンス-



-測定結果-

シーケンス	採取量 (mL)	終点滴定量 (mL)	滴定時間 (時:分:秒)	ヒ素(III) (mg/L)
1	10.0	21.1977	0:10:19	1003.23
2	10.0	21.2038	0:11:54	1003.52
3	10.0	21.2142	0:11:04	1004.01
4	10.0	21.2199	0:10:49	1004.28
5	10.0	21.2034	0:10:21	1003.50
6	10.0	21.2114	0:11:56	1003.88
7	10.0	21.2232	0:10:51	1004.44
8	10.0	21.2149	0:10:36	1004.05
9	10.0	21.2214	0:09:52	1004.35
10	10.0	21.2283	0:09:48	1004.68
平均				1004.00
標準偏差				0.46
RSD(%)				0.05

9. まとめ

電位差自動滴定装置および多検体チェンジャーを用い、ヒ素(Ⅲ)の定量を10回連続で実施しました。繰り返し測定のRSD値は0.1%未満となり、良好な精度が得られました。本試験ではヒ素(Ⅲ)濃度表示値1000mg/L(±6mg/L)の標準溶液を測定に供しました。測定値の平均は1004mg/Lとなり、標準溶液の表示値と一致する結果が得られました。

多検体チェンジャーを用いることにより、多数の検体を高精度で自動滴定することが可能となり分析業務の効率化、省力化に貢献します。