

アプリケーションノート

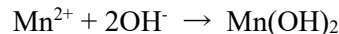
水中の溶存酸素

関連業種	:	化学
使用装置	:	電位差自動滴定装置
測定手法	:	電位差滴定/酸化還元滴定
関連規格	:	JIS K 0102

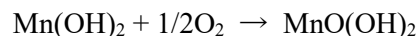
1. 概要

溶存酸素の定量方法として、よう素滴定法による測定方法が JIS K 0102「工場排水試験方法」に規定されています。同規格では手動滴定のみが規定されていますが、電位差自動滴定装置を用いても同様の測定が可能です。以下に、よう素滴定法の概要を以下に示します。

試料に硫酸マンガン溶液と水酸化ナトリウム溶液を加えると、水酸化マンガン(II)の白色沈殿が生じます。



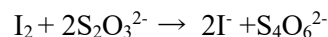
この水酸化マンガン(II)は水中の溶存酸素によって酸化され、褐色沈殿を生じます。



よう化物イオン存在下で褐色沈殿を酸で溶解すると、溶存酸素に対応した量のよう素が遊離します。



遊離したよう素をチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定することで溶存酸素量を求めます。



2. 分析終了後の処置

電極を保管する際、内部液の流出および濃度変化を抑制するため、電極の内部液補充口をゴム栓で密栓してください。

3. 装置構成

電位差自動滴定装置(標準プリアンプリファイアSTD)
複合白金電極(内部液:3.3mol/L 塩化カリウム水溶液)

4. 試薬

- 0.025mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液
- 硫酸マンガン溶液:硫酸マンガン(II)五水和物240gを純水で溶解し、純水を加えて500mLとした溶液
- アルカリ性よう化カリウム-アジ化ナトリウム溶液:水酸化ナトリウム350g、よう化カリウム75g、アジ化ナトリウム10gを純水に溶解し、純水を加えて500mLとした溶液
- 硫酸
- 10g/L でんぷん溶液(手分析に使用)

5. 分析手順

- 1) 試料を溶存酸素測定瓶に採取します。
- 2) 試料水中にピペット先端を挿入し、硫酸マンガン溶液 1mL およびアルカリ性よう化カリウム-アジ化ナトリウム溶液 1mL をそれぞれ手早く加え、空気が混入しないように密栓します。
- 3) 約 1 分間転倒を繰り返し、生成した沈殿を瓶全体に拡散させます。
- 4) 瓶を静置して沈殿を沈降させ、再度 3) の操作を行った後、静置します。
- 5) 沈殿が沈降して上澄みが全体の 1/2 程度となったら開栓し、硫酸 1mL を加えた後、密栓します。
- 6) 数回転倒させることで沈殿を溶解します。
- 7) 瓶内の溶液をすべてビーカーに移し入れます。
- 8) 瓶の壁面を純水で濯ぎ、洗液をビーカーに移し入れます。この操作を 5～6 回行います。
- 9) 0.025mol/L チオ硫酸ナトリウムで滴定し、滴定曲線の変曲点を終点とします。

(手分析においては、溶液の黄色が薄くなってから指示薬としてでんぷん溶液 1mL を添加し、青色が消えるまで滴定します。)

6. 計算式

$$\text{溶存酸素(mg/L)} = \text{EP1} \times \text{TF} \times \text{C1} / \text{S}$$

EP1	: 第一終点までに要した滴定量(mL)
TF	: 滴定液のファクター(0.9910)
C1	: 濃度換算係数(200)
S	: 試料採取量(mL)

7. 測定例

— 滴定装置の設定 —

〈滴定モード〉	: 自動間欠	〈制御パラメータ〉	
〈滴定様式〉	: 自動終点停止	終点検出数	: 1
〈滴定パラメータ〉		終点判断方法	: 自動
最大滴定量	: 20.0mL	ゲイン	: 1
検出方法	: ch1, mV	データ採取条件	: 自動
滴定前の待ち時間	: 0s	制御速度モード	: 標準
定量注入モード	: しない	その他の制御	: 標準
		スターラスピード	: 4

(上記の設定は一例です。機種によっては設定項目が異なる場合があります。)

—滴定曲線の一例—

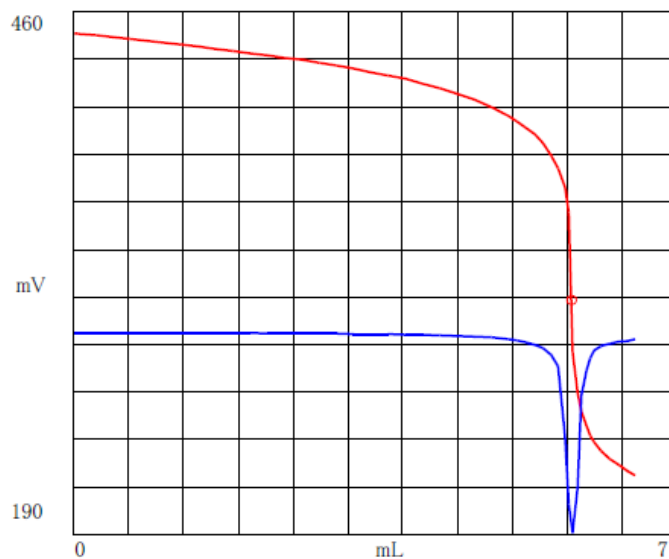


Table 1 電位差滴定法による測定結果

	採取量 (mL)	終点滴定量 (mL)	溶存酸素 (mg/L)
1	139.95	5.7817	8.19
2	139.95	5.7655	8.16
3	139.95	5.7814	8.19
平均			8.18
標準偏差			0.02
RSD(%)			0.24

Table 2 手分析による測定結果

	採取量 (mL)	終点滴定量 (mL)	溶存酸素 (mg/L)
1	133.73	5.50	8.15
2	133.73	5.50	8.15
3	133.73	5.49	8.14
平均			8.15
標準偏差			0.01
RSD(%)			0.12

8. まとめ

電位差自動滴定装置を使用して同等の測定値が得られました。電位差滴定法によれば指示薬の添加が不要となり、測定者による終点判断の個人差をなくすることができます。