

水道水中の塩化物イオン分析(上水試験法)

関連規格: 上水試験方法(2011 年版) III-2, 3. 塩化物イオン

測定概要

自然水は常に地質に由来する多少の塩化物イオンを含んでいます。また、工場や家庭排水にも含まれるため、水質汚濁の指標の一つとなっています。水道水において多量の塩化物イオンは塩味をつけたり配管の腐食を促進すると言われており、日本の水道水は味覚の観点から水質基準値 200 mg/L 以下が設定されています。水道水の水質基準に関わる検査方法は厚労省告示 261 号に記述されており、上水試験方法はこの告示等に準拠しています。

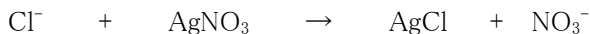
測定方法はイオンクロマトグラフ法、硝酸銀滴定法(モール法)が記載されています。モール法は指示薬としてクロム酸カリウム溶液を入れ終点を色で判別します。本シートではモール法の代わりに電位差滴定法で測定し、相対標準偏差 1 %未満の測定結果が得られました。

塩化物イオンは塩素イオンと表示される場合もあります。

測定原理

硝酸銀溶液中の銀イオンは塩化物イオンと反応し、塩化銀の沈殿を生じる。

滴定は銀検出電極-参照電極間の電位差を記録しながら行う。当量点付近では急激な電位差の変化を生じるので、その点を終点として検出する。採取した水道水の容量と、終点までに滴下した硝酸銀溶液の滴下量より塩化物イオン濃度を算出する。



装置構成

自動滴定装置 GT-310

電極 銀検出電極 105

参照電極 105(ダブルジャンクション型) (外部液: 1M 硝酸カリウム溶液、内部液: 1M 塩化カリウム溶液)

使用試薬

[滴定試薬] ■0.01 mol/L 硝酸銀溶液 (容量分析用)

[調製試薬] ■0.01 mol/L 塩化ナトリウム溶液・・・525 °Cで 45 分間乾燥し、硫酸デシケーター中で放冷した塩化ナトリウム(認証標準物質)0.5844 g を 1 L メスフラスコに採り、精製水で溶かして全量を 1 L とした。

測定結果

試料名	試料採取量 (mL)	滴定量 (mL)	塩化物イオン濃度 (Cl mg/L)	平均値	相対標準偏差 (%)
水道水	100	2.0818	7.427	7.430	0.1
		2.0820	7.428		
		2.0843	7.436		

実験手順

〔 空試験 〕

1. 純水 100 mL をホールピペットで 200 mL ビーカー^{*1}に加えた。
2. 0.01 mol/L 塩化ナトリウム溶液 5 mL をホールピペットで加えた。
3. 0.01 mol/L 硝酸銀溶液で滴定した。

〔 本滴定 〕

1. 試料 100 mL^{*2}をホールピペットで 200 mL ビーカー^{*1}へ加えた。
2. 0.01 mol/L 硝酸銀溶液で滴定した。

*1:規格では色の変化を見やすくするため 300 mL 白磁皿を使用しているが、
電極を液に浸漬させるため 200 mL ビーカーを使用した。

*2:塩化物イオンが数 mg/L 以下の場合には、試料 100 mL に 0.01 mol/L 塩化
ナトリウム溶液 5 mL を正確に加える。

計算式

$$\text{塩化物イオン (Cl mg/L)} = (A1 - (B - 5 / f)) \times f \times 1000 / W \times X1$$

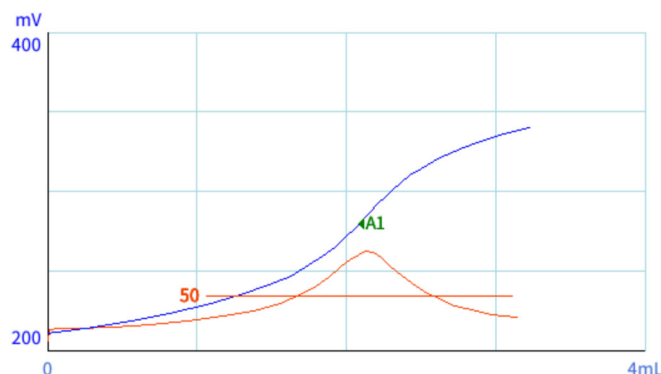
- A1: 本滴定に要した 0.01 mol/L 硝酸銀溶液の体積 (mL)
B: 空試験に要した 0.01 mol/L 硝酸銀溶液の体積 (=4.96945mL)
5: 空試験における塩化ナトリウム溶液の添加量 (mL)
f: 0.01 mol/L 硝酸銀溶液のファクター(=1.007)^{*1}
1000: mL あたり→L あたりの単位換算係数
W: 本滴定の試料量(=100 mL)
X1: 0.01 mol/L 硝酸銀溶液 1 mL に相当する塩化物イオンの量(=0.355mg/mL)

*1: 上水試験法を参考に標定を行った(アプリケーションシート:硝酸銀溶液の標定(上水試験方法))参照

*2: 塩化物イオンが数 mg/L 以下の場合には、下記式を使用する。

$$((A1 - (B - 5 / f)) \times f - 5) \times 1000 / W \times X1$$

測定データ



サンプル名	水道水		
滴定量	: 2.0181 mL	280.0	mV
測定開始	: 0.000 mL	211.4	mV
測定終了	: 3.220 mL	340.3	mV
測定時間	: 2分00秒		

滴定条件

■ 下記に記載のないパラメーターは初期設定の数値を使用しています。

空試験		本滴定
測定方法	: 一般滴定	: 一般滴定
検出器	: mV	: mV
滴下制御方法	: 設定 [普通 ^{*1}]	: 設定 [普通 ^{*1}]
最大滴下量	: 250 μ L	: 250 μ L
最小滴下量	: 20 μ L	: 20 μ L
安定判断速度	: 設定 [速い ^{*1}]	: 設定 [速い ^{*1}]
安定判断基準電位差	: 2 mV	: 2 mV
安定判断時間	: 3 s	: 3 s
終点1	: 変曲点	: 変曲点
終点1 基準電位	: 250 mV	: 250 mV
終点1 電位幅	: 1000 mV	: 1000 mV
終点1 微分判定値	: 50 mV/mL	: 50 mV/mL
終点1 終点判定数	: 8	: 8
最大滴定量	: 10 mL	: 20 mL
過剰滴定量	: 0.5 mL	: 0.5 mL ^{*2}

*1:設定以外のパラメーターも使用できます。

*2:初期値を使用しています。

その他

- 測定に使用する薬品のラベル表示や安全データシートを必ず確認し、充分注意して取扱ってください。
- 試薬の取扱い時には保護めがねや手袋などの保護具を着用ください。
- 定期的に参照電極の内・外部液の交換を行ってください。
- 測定前に銀検出電極の研磨を行ってください。表面に黒ずみなどがあると応答性が悪くなります。
- 水道水は予め常温にしてください。