

<5> O-トリジンを用いる水中の
塩素酸塩の定量法の改良

札幌衛生試験所(所長 水上 幸弘)

公害検査課 小塚 信一郎

松井 彪 田坂 克明

An improved procedure for reproducible determination of trace amounts of chlorate ion with O-tolidine method is established. It is found that the reaction temperature of chlorate ion with O-tolidine in the presence of hydrochloric acid is an important factor for reproducible results.

In this new procedure, 20ml of sample solution and 5ml of 0.05% O-tolidine solution are transferred to a 100ml erlenmeyer's flask. After cooling the flask in an ice bath for ten minutes, 25ml of concentrated hydrochloric acid is added to the flask via a buret. Then the colour intensity is measured within ten minutes at 450m μ . The range of determination is 0.005mg - 0.04mg

I 緒 言

水中の塩素酸塩(1)の定量にO-トリジン法を用いた例は、北海道と宮城県の高衛生研究所の報告書(2)(3)にみられる。験者は、この2つの研究所の方法を追試したが、検量線が原点を通らず又再現性が非常に悪いため、その要因を種々検討し、原点を通る検量線がひけ、再現性の良い操作法を見出したのでここに報告する。

II 実験方法

1 試 薬

塩素酸イオン標準原液 (0.1 mg ClO₃⁻/ml)

試薬特級の塩素酸カルウム0.1468gを水にとかして1ℓとする。

塩素酸イオン標準液 (0.01 mg ClO₃⁻/ml)
上記原液10 ml をとり、水で100 ml とする。

0.05% O-トリジン溶液

試薬特級O-トリジン2塩酸塩0.1gを水150 ml にとかし、ついで濃塩酸50ml を加え、全量を200 ml とする。

濃塩酸

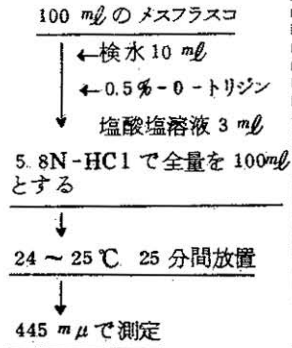
市販の濃塩酸をそのまま用いた。

なお水はすべて蒸留水を用い、吸光度の測定には日立101型分光光度計を用いた。

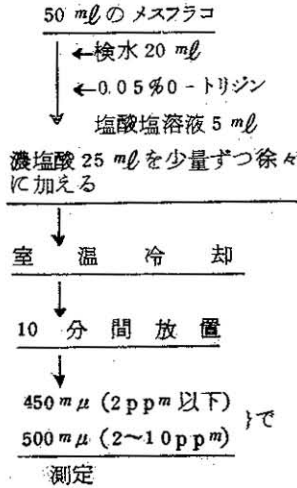
2. 定量方法

両衛生研究所の方法と改良法を示す。

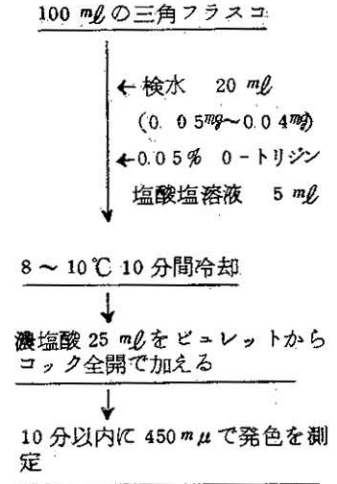
〔北海道衛生研究所の方法〕



〔宮城県衛生研究所の方法〕



〔改良法〕



III 実験結果

1. 濃塩酸滴下速度の吸光度に与える影響

濃塩酸をビュレットを用い、種々の滴下速度で加えた場合の吸光度の変化をしらべた。(但し検水と O-トリジン溶液の混合液は冷却せず。)

図 1 濃塩酸滴下速度と吸光度との関係

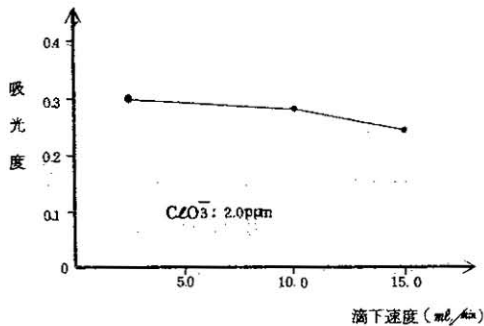


図 1 に示すように、滴下速度の遅い方が、吸光度が高くなる。

そこで滴下速度 5 ml/min の場合と、15 ml/min (コックを全開した場合の滴下速度) とした場合の検量線を作成した。

図 2 濃塩酸滴下速度と検量線との関係

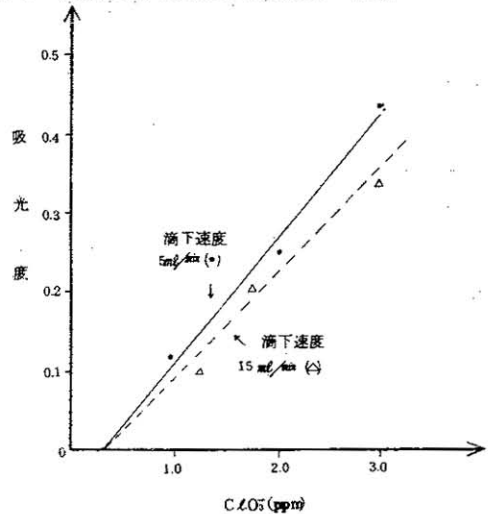


図2より滴下速度にかかわらず、検量線は原点を通らない直線となる。

2 反応液の温度の影響

濃塩酸滴下の際の発熱をおさえるために、検水と0-トリジン溶液の混合液を氷上で10分間冷却した場合(この時混合溶液の温度は8~10℃となる)の検量線を作成した。濃塩酸はビュレットからコック全開で加えた。

図3 改良法による塩素酸イオンの検量線

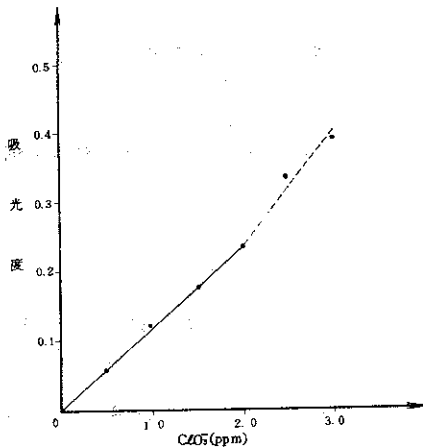
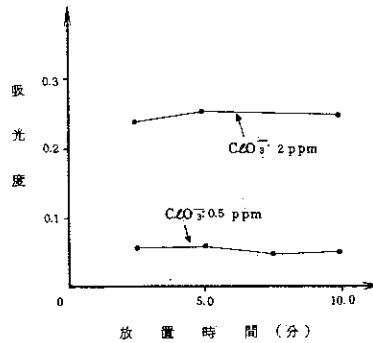


図3に示すように原点を通る直線がひけた。滴下速度にかかわらず図の検量線がひける。再現性は良好であった。しかし原点を通る直線がひけるのは約2 ppmまでで、それ以上の濃度では傾きが高くなる。(この原因については検討を保留した。)

3 放置時間の吸光度に与える影響

濃塩酸滴下後の発色の安定性を検討した。図4に示すように、10分以内ではほとんど吸光度の変化が認められないので、本実験では濃塩酸滴下後10分以内に測定することにした。

図4 放置時間と吸光度との関係



IV ま と め

0-トリジン法による塩素酸塩の定量において、濃塩酸を添加する前に検水と0-トリジン溶液の混合液を8~10℃に冷却しておけば、原点を通る再現性の良い検量線をひけることが判明した。

今後、この改良法をにごりのある河川水中又は土壌中の塩素酸塩の定量に用いるための前処理法を検討するつもりである。

文 献

- (1) David F Boltz ;
Colorimetric Determination
of Nonmetals. 172(1958)
- (2) 齊藤守民ほか ; 北海道衛生研究所報
20, 123
- (3) 宮城県衛生研究所公害部 ; 除草剤空中散布
による河川水の塩素酸塩の調査結果について
(1970)