

肥料・農薬

ほう酸ダンゴ中のほう酸

電位差自動滴定装置

Automatic Potentiometric Titrator

酸塩基滴定

規格

JIS
ISOK 8863
6353-3

1.概要

ほう酸ダンゴ中のほう酸の定量は、「JIS K 8863-2007 ほう酸(試薬)」に基づき行います。

試料にD-マンニトールと水を加えて抽出させた後、水酸化ナトリウム溶液にて当量点まで滴定します。ほう酸はほとんど酸解離しないため直接滴定は困難ですがマンニトールのような多価アルコールを加えると錯体を形成して水素イオンを遊離し、中和滴定が可能となります。当量点は、滴定曲線上の変曲点です。水酸化ナトリウム溶液の滴定量からほう酸ダンゴ中のほう酸量を算出します。

2.参考文献

- 1) JIS K 8863-2007 ほう酸(試薬)
- 2) ISO 6353-3:1987 Reagents for chemical analysis -- Part 3: Specifications -- Second series

3.測定上の注意点

- 1) 試料性状により均一状態でない可能性がありますので、試料は採取する前によく混ぜて均一にしてください。

4.分析終了後の処置

電極は純水で洗浄した後、次の分析に備えてください。

5.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-)
電極 : オプション pHガラス電極
 オプション セラミック形比較電極
 標準付 温度補償電極

6.試薬

滴定液 : 1mol/L 水酸化ナトリウム溶液
溶媒 : 純水
試薬 : D-マンニトール

7.分析手順

—測定—

- 1) 試料2gと、D-マンニトール3gを200mLビーカーに採取し、純水100mLを加えます。
- 2) 超音波洗浄機を用いて30分間抽出を行います。
- 3) 1mol/L 水酸化ナトリウム溶液を用いて滴定を行い、ほう酸の濃度を求めます。

8.計算式

ほう酸濃度(%) = (EP1 - BL1) × TF × C1 × K1 / SIZE

EP1 : 滴定量(mL)
BL1 : ブランク値(0.0mL)
TF : 滴定液のファクタ(1.001)
C1 : 濃度換算係数(61.83mg/mL)
 (1mol/L NaOH 1mLに相当する ほう酸の量(mg))
K1 : 単位換算係数(0.1)
SIZE : 試料採取量(g)

9.測定例

—測定環境—

室温 : 21 °C	湿度 : 34 %	天気 : 晴れ
------------	-----------	---------

-滴定パラメータ-

Model : AT-510	
Method No. : 10	
Titr.mode : Auto Titr	
Titr.form : EP Stop	
<Titration>	
Form : EP Stop	<Calculation>
APB No. : 1	Calc.Type : Sample
Unit No. : 1	Conc.1 : Set
Detector No. : 1	$CO1=(EP1-BL1)*TF*C1*$
Unit : mV	K1/SIZE
Max.Volume : 20.0mL	Unit : %
Wait Time : 0s	EP No. : 1
Direction : Auto	Temp.Comp. : Off
<Control>	
End Point No. : 1	<Constant>
End sense : Auto	C1(mg/mL) : 61.83
End Point Area : Off	K1 : 0.1
Separation : Off	[Titr. constant]
Over Titr.Vol. : 0mL	Factor : 1.001
Gain : 1	[Blank list]
Data samp.Pot. : 4.0mV	Blank1 : 0.0
Data samp.Vol. : 0.5mL	
Control Speed : Medium	

-滴定曲線-

*** R e s u l t ***	
Sample No. : 01-01	
Date : 1999/11/30 09:27	
Method No. : 10	
<Auto Titration>	
Method Name:	
Auto Titration	
Titr.Reagent Name:	
NaOH	

<Constant>	
C1(mg/mL) : 61.83	
K1 : 0.1	
<Titr.Constant>	
Factor : 1.001	
Conc. : 1	
Titr.Time : 00:04:18	
Size : 2.0148g	
Conc-1 : 14.932%	
End Point-1	
Volume : 4.8610mL	
Potential : 9.15pH	
3.00 [pH] 11.00	
0.000	
8.000	
[mL]	

(上記測定パラメータと滴定曲線は AT-510 の場合です)

《Titration:滴定パラメータ》

Form:滴定様式 / APB No.:滴定電動ビュレットの装置番号 / Unit No.:滴定に使用する APB Unit File の番号
 Detector No.:滴定に使用する検出器番号 / Max Volume.:最大滴定量 / Wait Time:滴定前の遅延時間
 Direction.:滴定方向

《Control:制御パラメータ》

End Point No.:終点検出数 / End sense:終点判断方法 / End Point Area:終点の検出範囲機能
 Separation:分離電位機能 / Over Titr.Vol.:滴定過剰量 / Gain:検出信号の感度
 Data samp.Pot.:検出信号をサンプリングする電位変化量 / Data samp.Vol.:検出信号をサンプリングする滴定量
 Control Speed:制御速度モード

《Calculation:計算結果パラメータ》

Calc.Type:計算式の分類 / Conc.1:計算式 1 の設定(計算式の入力) / Unit:結果の単位
 EP No.:計算を実行する終点番号 / Temp.Comp.:滴定液の温度補償機能 / C1(mg/mL):濃度換算係数
 K1:単位換算係数 / Factor:滴定液ファクタ値 / Blank1:ブランク値

—測定結果—

n	採取量 (g)	滴定量 (mL)	ほう酸濃度 (%)
1	<u>2.0148</u>	<u>4.8610</u>	<u>14.932</u>
2	2.0060	4.9123	15.156
3	2.0145	4.8974	15.046

ほう酸濃度の統計計算結果	
平均値	15.045 %
標準偏差	0.112 %
相対標準偏差	0.745 %

* 上記結果は同一サンプルを3回測定した結果です。

* 赤のアンダラインのデータは 3/4 ページの測定結果のデータであることを示しています。

10.まとめ

ほう酸(英名: Boric acid, 分子式: H_3BO_3 , 分子量: 61.83)は、水溶液を目の洗浄などの消毒液や防腐剤、ほう酸ダンゴとして用います。

ほう酸ダンゴはゴキブリ駆除剤として民間に伝承されており、ゴキブリ等の雑食小動物の好物に、毒餌(ベイト)としてほう酸を混ぜて団子状に成形したものです。現在では市販品も多く、ほう酸の含有量も5~70%と幅があります。今回は、そのほう酸ダンゴ中のほう酸の濃度を測定しました。

本測定では相対標準偏差0.7%と良好な繰返し性が得られました。

電位差自動滴定装置を使用することによって安定した測定が可能になります。