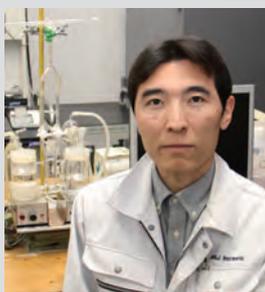


酸化還元反応を利用した定量分析の基準に用いる高純度標準物質 信頼性のある分析結果を得るために



鈴木 俊宏

すずき としひろ

toshihiro.suzuki@aist.go.jp

計測標準研究部門
無機分析科
無機標準研究室
主任研究員
(つくばセンター)

容量分析、重量分析、電量測定などの分析技術の高度化を中心に研究を行い、高純度標準物質や元素標準液の開発に携わってきました。今後も、関連する分析技術の研究を進め、ニーズある標準物質の開発を行っていく予定です。

関連情報:

● 共同研究者

朝海 敏昭 (産総研)

酸化還元滴定とその信頼性

酸化還元反応は、基本的な化学反応の一つです。この反応を利用した酸化還元滴定は古くから行われている分析法で、高校の化学実験などでもよく行われるため、覚えのある方も多いかも知れません。この分析法は高価な機器を必要とせず、測定精度に優れており、日本工業規格 (JIS) や日本薬局方などでさまざまな化学物質の試験法に採用されています。そのため、企業や大学・研究機関の品質管理や研究開発、医療機関の検査などで、今なお頻繁に活用される分析法です。

酸化還元滴定では、測定対象成分との間で酸化還元反応を起こす物質が既知量含まれる滴定液を用いて滴定を行い、測定対象成分の濃度や純度を決定します。そのため、正しい分析結果を得るには、基準となる滴定液の濃度が正確に決まっていなければなりません。滴定液は一般的に高純度試薬を溶解して調製 (もしくは、調製した溶液を用いて標定) しますが、そこで用いる高純度試薬は、十分に高純度であると同時に、その純度が適切に評価されている必要があります。

高純度標準物質の開発

私たちの研究室では、容量分析などで基準に用いる高純度標準物質を開発してきました。その中で、酸化還元滴定の基準に用いるものには、

二クロム酸カリウム、三酸化二ひ素、よう素酸カリウム、しゅう酸ナトリウムがあり、いずれもNMIJ認証標準物質として頒布されています。これらの利用により、確固たる基準に基づいた酸化還元滴定を行うことができます。

これら標準物質の開発では、その純度を決定するために電量滴定法を用いています。電量滴定法では、測定対象成分と反応する化学種を電極反応によって発生させ、滴定を行います。このとき、電極反応で発生する化学種の量は、ファラデーの法則に基づいて電極間に印加した電流値と印加時間の積 (電気量) によって決まります。実際には、電極反応の効率などさまざまな問題があり、それらを解決する必要がありますが、理論的には、不確かさの小さい電気標準や周波数標準を基準に化学物質の量が決定できるため、精密で国際単位系 (SI) にトレーサブルな定量が可能です。

こうした研究の成果として、酸化還元滴定用の高純度標準物質の認証値 (純度) は概ね 0.02 % 程度の十分に小さな拡張不確かさ (包含係数 $k=2$) で決定されました。また、その値は国際度量衡局 (BIPM) の基幹比較データベース (KCDB) に、産総研計量標準総合センターの校正・測定能力 (CMC) として登録されており、国際的にも認められています。今後も関連する分析技術の高度化に努め、標準物質の開発を行っていく予定です。



酸化還元滴定の基準に用いられる NMIJ 認証標準物質

(認証値の詳細は次の URL を参照 <https://www.nmij.jp/service/C/crm/>)