

33. 残留塩素 残留塩素とは、塩素剤が水に溶けて生成する次亜塩素酸及びこれがアンモニアと結合して生じるクロロアミンをいい、前者を遊離残留塩素、後者を結合残留塩素、両者を合わせて**残留塩素**という。

33.3 **よう素滴定法** 残留塩素とよう化カリウムとが反応して遊離するよう素をチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、残留塩素を定量する。よう素を遊離させる酸化性物質が共存すると、残留塩素として定量される。

定量範囲：Cl 0.1 mg 以上

a) **試薬** 試薬は、次による。

- 1) 水 33.1 a) 1) による。
- 2) よう化カリウム (33.2 a) 2) による。 市販品を用いるとよい。
- 3) 酢酸 (1+1) JIS K 8355 に規定する酢酸を用いて調製する。
- 4) でんぷん溶液 (10 g/L) (19. a) 5) による。
- 5) 10 mmol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 (19. a) 9) による。 通常の 500mL ビーカーでもよい。

b) 操作 操作は、次による。

- 1) 試料<sup>2)</sup>の適量 (Cl として 0.1~7 mg を含む。) を共栓三角フラスコ 500 mL にとり、水を加えて約 300 mL とし、よう化カリウム 1 g 及び酢酸 (1+1) 5 mL を加える。
- 2) 栓をして振り混ぜ、暗所に約 5 分間放置する。
- 3) 遊離したよう素を、10 mmol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、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 (10 g/L) 1 mL を加え、生じたよう素でんぷんの青い色が消えるまで滴定する。
- 4) 空試験として水 100 mL をとり、1)~3) の操作を行う。
- 5) 次の式によって試料中の残留塩素の濃度 (Cl mg/L) を算出する。

$$A = (a - b) \times f \times \frac{1000}{V} \times 0.3545$$

ここに、  
A : 残留塩素の濃度 (Cl mg/L)  
a : 滴定に要した 10 mmol/L チオ硫酸ナトリウム溶液量 (mL)  
b : 空試験に要した 10 mmol/L チオ硫酸ナトリウム溶液量 (mL)  
f : 10 mmol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター  
V : 試料量 (mL)  
0.3545 : 10 mmol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL に相当する残留塩素の質量 (mg)

f (力価) の測定は煩雑であるので、簡易分析では 1.000 とする。

不要である。

**備考 8.** 試料の着色又は濁りが著しく試験が困難な場合には、次の方法で残留塩素を分離し測定してもよい。

- 1) 試料の適量 (Cl として 2 mg 以上を含む。) を図 33.1 の蒸留フラスコ 200 mL にとり、硫酸 (1+15) を加えて pH を 0.9~1.0 に調節し、水で約 80 mL とし、蒸留装置に接続する。
- 2) 10 mmol/L チオ硫酸ナトリウム溶液を、ガス洗浄瓶 (H) には 20 mL、ガス洗浄瓶 (I) には 5 mL を加え、それぞれ水を加えて 50 mL とし、更に酢酸緩衝液 (pH3.5) [JIS K 8371 に規定する酢酸ナトリウム三水和物 240 g を水約 300 mL に溶かし、酢酸 460 mL を加えた後、水で 1 L とする。] 4 mL とよう化カリウム 0.1 g とを加えて振り混ぜる。

- 3) 蒸留フラスコを 40 °C の恒温槽中 (J) に入れ、緩やかに約 40 分間通気する。ガス洗浄瓶中の溶液を三角フラスコ 300 mL に移し、水でガス洗浄瓶の内部を洗い洗液を前の溶液に合わせる。これに、よう素溶液 (JIS K 8913 に規定するよう化カリウム 12 g を少量の水に溶かし、JIS K 8920 に規定するよう素 4 g を加えて溶かし、水を加えて 1 L とする。) 10 mL を加える。
- 4) 過剰のよう素を 10 mmol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、溶液の黄色が薄くなったら指示薬としてでんぷん溶液 (10 g/L) 1 mL を加え、生じたよう素でんぷんの青い色が消えるまで滴定する。
- 5) 空試験として 10 mmol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 25 mL を三角フラスコ 300 mL にとり、酢酸塩緩衝液 (pH3.5) 8 mL、よう化カリウム 0.2 g 及び水約 120 mL を加えて振り混ぜ、これによう素溶液 10 mL を加え、試料と同様に 10 mmol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。試料中の残留塩素の濃度 (Cl mg/L) は、b) 5) の式によって算出する。