

(355) 水溶液中の硫黄イオンおよびその酸素酸イオン分析への イオンクロマトグラフ法の適用

川崎製鉄 技術研究所 ○河野吉久 畑 俊彦

1. 緒言

従来、水溶液中の硫黄の良き形態分析法がなく、その確立が強く要望されていた。今回、イオンクロマトグラフの導入に伴ない。水溶液中の硫黄イオンおよびその酸素酸イオン分析法について検討を行ない、また、水溶液中における、これらイオンの経時的酸化挙動について調べたので報告する。

2. 実験方法

分析装置：使用したイオンクロマトグラフは米国 Dionex 社製の装置（M-10型）で、イオン交換部、溶離液除去部および検出部からなっている。イオン交換部は内径 3 mm φ、長さ 500 mm のガラス製カラムに陰イオン交換樹脂を、溶離液除去部は内径 6 mm φ、長さ 250 mm のカラムに陽イオン交換樹脂を充填している。検出は電気伝導方式である。また、溶離液としては Na_2CO_3 と NaHCO_3 の混合液を用いる。測定操作：試料溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、得られたピークからイオンを同定し、また、そのピーク高さから検量線を用いてイオンを定量する。

3. 実験結果

(1) 分析条件

分析は次の条件で行なった。溶離液： NaHCO_3 0.252 g と Na_2CO_3 0.254 g を水に溶解して 1 l とした。流量：117 ml/h。試料注入量：0.1 ml。

(2) 各種イオンの分離

各種イオンの混合溶液についてイオンと保持時間との関係を調べた結果を図 1 に示す。これより S^{2-} 、 SO_3^{2-} 、 SO_4^{2-} 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 、 S_x^{2-} が分離可能であることがわかった。

(3) 各イオンの経時的酸化挙動

SO_4^{2-} 以外の各イオンは溶液中で酸化され、他のイオンに移行する。図 2 に 1 例として SO_3^{2-} の経時変化を示す。

(4) 検量線の作成

各試薬で調製した各種濃度の標準溶液を用いて検量線を作成した。図 3 に 1 例として SO_4^{2-} の検量線を示す。

(5) 検出感度

実験の結果から推定される各イオンの検出感度はイオンによって可成り異なり、 $\text{SO}_4^{2-} > \text{SO}_3^{2-} > \text{S}_2\text{O}_3^{2-} > \text{S}^{2-} > \text{S}_x^{2-}$ の順になっていく。

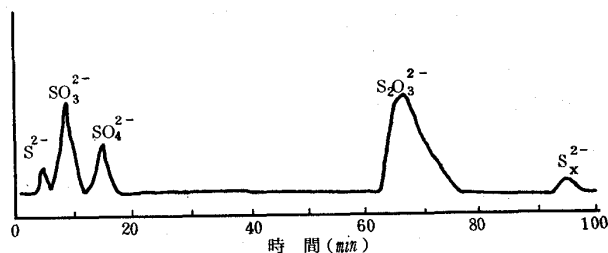
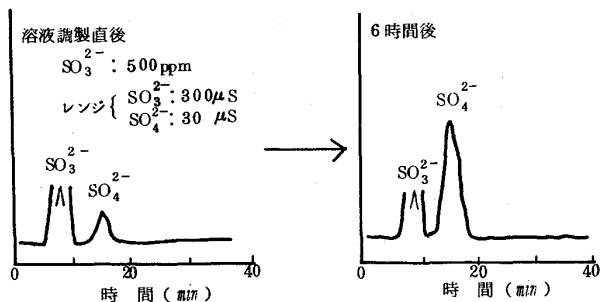
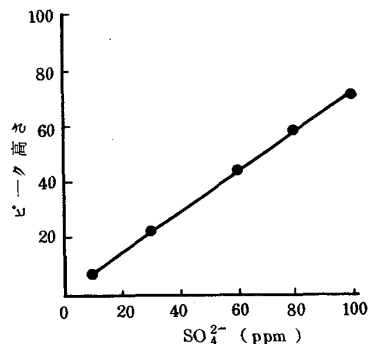


図 1 各種イオンの混合溶液によるクロマトグラム

図 2 SO_3^{2-} の経時変化を示すクロマトグラム図 3 SO_4^{2-} の検量線