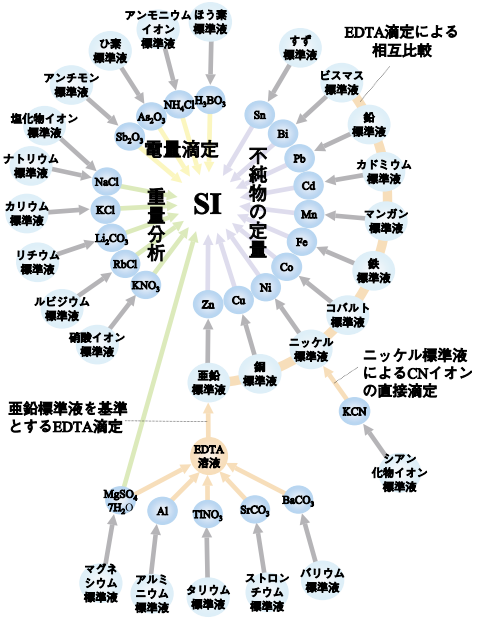
シアン化物イオンの正確な定量法を開発

シアン化物イオン標準液の開発・供給に道を拓く

分析機器の発展により多くの化学物質を高感度に分析することが可能となっているが、機器分析の多くはある化学物質を量ろうとした場合、その物質の量の標準（標準物質）を必要とする。そして、その標準の不確かさはそのまま分析結果にまで反映されるので、正確な分析結果を得るためには信頼できる標準を利用することが重要である。無機分析の分野では校正用の濃度標準として各種の元素標準液等が供給されているが、その開発においては原料である高純度金属等の純度を国際単位系（SI）につながるかたちで正確に決定する必要がある（図１）。当然、この場合の分析には測定対象と同種の標準液等を必要とする方法は用いることができない。可能性がある方法は、化合物の質量の測定から物質量を決定できる重量分析法、電極反応における電流と時間の測定から物質量を決定できる電量分析法、異なる化学種間で物質量の比較ができる滴定法などである。これらの分析法は適切に行えば高精度な結果が得られるが、系統的誤差も含めて、その不確かさを適切に見積もることが重要である。

シアン化物イオンは諸外国においても標準物質として供給されている例が少なく、その開発が望まれていた。当研究部門無機標準研究室ではムレキシドを指示薬として、シアン化物イオンをニッケルで直接滴定する場合の滴定曲線を理論式に基づいて解析し、ニッケルとシアン化物イオンが1：4のモル比となる当量点を決定する方法を開発した。これを利用することにより、滴定法を用いてニッケルを基準にシアン化物イオンを正確に定量することが可能となった。また、この方法では不安定なシアン化物イオンが損失しにくい高pHの条件で測定できる利点もある。

滴定法は学生実験等でも馴染みのある分析法であり、電動ビュレットを用いた光度滴定では比較的容易に高精度な結果が得られる。しかし、一般に滴定の終点として用いられる滴定曲線の変曲点は必ずしも当量点とは限らない。シアン化物イオンの滴定系においても変曲点は指示薬濃度に依存してその位置が変化してしまうので（図２）、終点を特定することができず、例えどんなに精度良く測定が繰り返されたとしても、その結果は大きな不確かさを持つことになる。正確な当量点を算出する本法ではシアン化物イオンの濃度を0.1%程度の拡張不確かさ（k＝2）で定量することができた。また、標準液の保存安定性についても、本法を用いることで絶対的な基準に基づいて検討することができた。こうした研究によりシアン化物イオン標準液が開発され、計量法トレーサビリティ制度の下で供給される予定である。



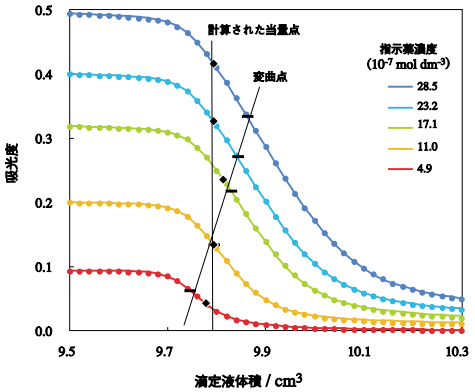


図１（左）　純度測定方法と標準液のトレーサビリティ

図２（上）　シアン化物イオンの滴定曲線

すずき　としひろ
鈴木俊宏
toshihiro.suzuki@aist.go.jp
計測標準研究部門