

アプリケーションノート

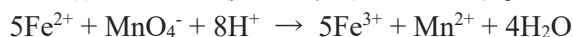
酸洗浄液中の鉄(II)イオン

関連業種	:	鉄鋼
使用装置	:	電位差自動滴定装置
測定手法	:	電位差滴定法/酸化還元滴定
関連規格	:	

1. 概要

酸化還元滴定により酸洗浄液中の鉄(II)イオンの定量を行いました。

試料に Zimmermann-Reinhardt 試薬を添加した後、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定しました。滴定曲線上の変曲点を終点とし、終点までの滴定量から鉄(II)イオンの濃度を求めました。鉄(II)イオンと過マンガン酸イオンとの反応を以下に示します。



試料中に塩酸が含まれる場合、過マンガン酸カリウムの一部が塩化物イオンを塩素に酸化する反応に消費されるため測定結果に誤差を生じます。この誤差を防止するためにマンガン(II)イオンを含有する Zimmermann-Reinhardt 試薬を添加しました。

2. 測定上の注意点

試薬の取り扱いには十分に換気できる場所かドラフト内で行ってください。

3. 分析終了後の処置

電極を純水で洗浄した後、電極の液絡部が乾燥しないように純水に浸けて保管してください。

4. 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 : 複合白金電極 (内部液:3.3mol/L塩化カリウム水溶液)

5. 試薬

滴定液 : 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液
添加試薬 : Zimmermann-Reinhardt試薬

6. 分析手順

- Zimmermann-Reinhardt試薬の調製-

- 1) ビーカーに硫酸マンガン五水和物90gを採取します。
 - 2) 純水200mLを添加し溶解させます。
 - 3) リン酸175mLおよび硫酸(1+1) 350mLを添加します。*
 - 4) 総量が1Lとなるまで純水を添加します。
- *添加時に溶解熱により発熱しますので冷却しながら少量ずつ添加してください。
また、添加により硫酸マンガンが析出しますが純水を添加することで再溶解します。

-測定-

- 1) 10倍希釈した試料5mLを200mLトールビーカーに採取します。
- 2) 純水70mLおよびZimmermann-Reinhardt試薬を30mLを添加します。
- 3) 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、鉄(II)イオン濃度を求めます。

7. 計算式

$$\text{鉄(II)イオン (g/L)} = (\text{EP1} - \text{BL1}) \times \text{TF} \times \text{C1} \times \text{K1} / (\text{R} \times \text{S})$$

EP1	:	滴定量(mL)
BL1	:	空試験値 = 0.0000mL
TF	:	滴定液のファクター = 1.0195
C1	:	濃度換算係数 = 5.585mg/mL
K1	:	単位換算係数 = 1
R	:	希釈係数 = 0.1
S	:	希釈試料採取量(mL)

8. 測定例

-滴定パラメータ-

<滴定モード>	: 自動間欠
<滴定様式>	: 自動終点停止

<制御パラメータ>

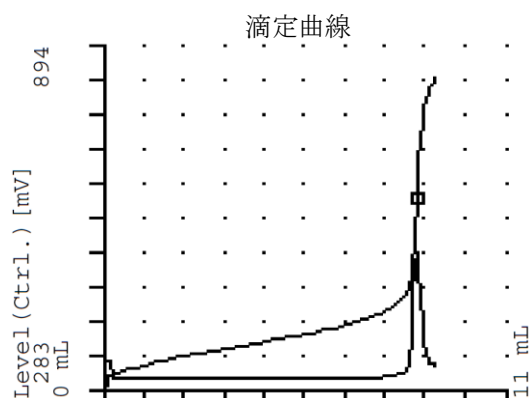
終点検出数	: 1
終点判断方法	: 自動
ゲイン	: 1
データ採取条件	: 自動
制御速度モード	: 標準
その他の制御	: 標準
自動間欠モード	: 標準
スターラースピード	: 4

<滴定パラメータ>

最大滴定量	: 20 (mL)
検出方法(制御用)	: Ch2, mV
検出方法(参照用)	: Off
pH 入力電位	: 標準
滴定の種類	: チェックしない
終点検出方向	: 自動
滴定前の待ち時間	: 0 (s)
定量注入モード	: しない

(測定パラメータおよび滴定曲線は弊社電位差滴定装置の一例です。機種によってはパラメータ項目が異なったり、別の項目が追加されていたりする場合があります。)

-測定結果-



鉄(II)イオン測定値			
	10 倍希釈試料 採取量	滴定量	鉄(II)イオン
	(mL)	(mL)	(g/L)
1	5	8.4951	96.74
2	5	8.4745	96.51
3	5	8.4658	96.41
平均	-	-	96.55
標準偏差	-	-	0.17
RSD (%)	-	-	0.18

9. まとめ

本測定ではRSD(相対標準偏差)が0.18%と良好な繰り返し性が得られました。

一般試料の測定可否については検証が必要な場合がありますので、その際は弊社までご相談ください。

10. 参考文献

- 1) JIS K8137-2018 塩化鉄(II)四水和物 (試薬)