

アプリケーションノート

多検体チェンジャーを用いる鉄(Ⅲ)イオンの定量

関連業種 : 化学
使用装置 : 多検体チェンジャー, 電位差自動滴定装置
測定手法 : 光度滴定法/キレート滴定
関連規格 :

1. 概要

多検体チェンジャーを電位差自動滴定装置に接続することにより、最大24検体の試料を自動測定するシステムの構築が可能です。本システムを使用し、硝酸鉄(Ⅲ) ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$) 水溶液中の鉄(Ⅲ)イオンを定量した事例を紹介します。本試験では試料にEDTA溶液を添加し、残余のEDTAを硝酸ビスマス溶液で逆滴定しました。

多検体チェンジャーを用いることにより、複数の検体を自動で測定することができます。また、電動ビュレットを増設することで緩衝液や指示薬溶液等の添加も自動化が可能です。

2. 装置構成

本体 : 電位差自動滴定装置 (光度滴定用プリアンプリファイア PTA)
オプション : 多検体チェンジャー
電極 : 光度センサー(干渉フィルター波長: 530nm)
複合ガラス電極(外筒内部液: 3.3mol/L塩化カリウム水溶液)

3. 試薬

滴定液 : 0.01mol/L硝酸ビスマス溶液
溶媒 : 純水
添加試薬 : 0.013mol/L EDTA(エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム)溶液
アンモニア水(1+10)
指示薬 : 1%キシレノールオレンジ水溶液

4. 分析手順

- 1) ホールピペットを用い、試料10mLをビーカーに入れます。
- 2) イオン交換水 10mL を加えます。
- 3) ホールピペットを用い、0.013mol/L EDTA 溶液 20mL を添加します。
- 4) 緩やかに攪拌しながらアンモニア水(1+10)を加え、pH2.0~2.2に調節します。
- 5) 純水を加えて全量を約70mLとし、5分間緩やかに攪拌します。
- 6) 1%キシレノールオレンジ水溶液0.3mLを加え、試料が入ったビーカーを多検体チェンジャーにセットします。
- 7) 0.01mol/L硝酸ビスマス溶液で滴定します。
- 8) 別途、空試験を実施し、試料測定時の滴定量を補正します。

5. 計算式

鉄(Ⅲ)イオン(mg/L) = (BL1-EP1) × TF × C1 × K1 / S

BL1 : 空試験時の滴定量 = 26.0154 (mL)

EP1 : 試料滴定量 (mL)

TF : 滴定液のファクター = 1.000

C1 : 濃度換算係数 = 0.55845*

K1 : 単位換算係数 = 1000

S : 試料採取量 (mL)

*0.013mol/L EDTA水溶液1mLの鉄(Ⅲ)相当量 (mg)

6. 測定例

-滴定パラメータ-

(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。機種によりパラメータ項目が異なる。または、別の項目が追加される場合があります。)

〈滴定モード〉 : 自動間欠

〈滴定様式〉 : 自動終点停止

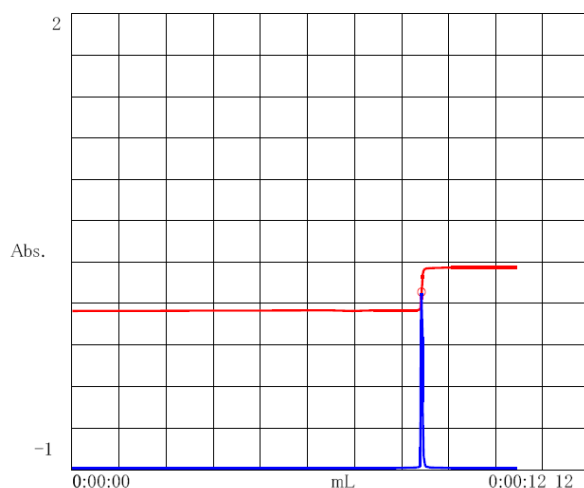
〈滴定パラメータ〉

ビュレット	: 1
最大滴定量	: 15 (mL)
検出方法(制御用)	: Ch3.Abs
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	: 30 (s)
定量注入モード	: 容量停止
停止注入量	: 6.0 (mL)
注入速度	: 10.0 (s/mL)

〈制御パラメータ〉

終点検出	: 1
終点判断方法	: 設定する
終点判断値(電位差)	: 80.0 (dE)
終点判断値(微分差)	: 1810 (dE/dmL)
ゲイン	: 2
データ採取条件	: 自動
制御速度モード	: 設定する
制御速度	: 0.5
その他の制御	: 標準
スターラースピード	: 4

-滴定曲線-



-測定結果-

	採取量 (mL)	終点滴定量 (mL)	滴定時間 (時:分:秒)	Fe(III) (mg/L)
1	10.0	8.1298	0:12:49	998.82
2	10.0	8.1392	0:13:32	998.30
3	10.0	8.0729	0:13:49	1002.00
4	10.0	8.1303	0:12:32	998.79
5	10.0	8.0943	0:12:58	1000.80
6	10.0	8.0865	0:12:23	1001.24
7	10.0	8.0952	0:13:24	1000.75
8	10.0	8.0903	0:13:32	1001.03
9	10.0	8.1074	0:13:15	1000.07
10	10.0	8.1168	0:14:15	999.55
平均				1000.14
標準偏差				1.23
RSD(%)				0.12

7. まとめ

電位差自動滴定装置および多検体チェンジャーを用い、鉄(Ⅲ)イオンの定量を10回連続で実施しました。繰り返し性はRSD値で0.1%未満となり、良好な精度が得られました。多検体チェンジャーを用いることにより、多数の検体を高精度で自動滴定することが可能となり分析業務の効率化、省力化に貢献します。