

アプリケーションノート

酸洗浄液中の鉄(II)イオンおよび鉄(III)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	:	光度滴定法/キレート滴定
関連規格	:	

1. 概要

キレート滴定により酸洗浄液中の鉄(II)イオンおよび鉄(III)イオンの定量を行いました。コンバインドメソッド*を使用することで1つの試料で鉄(II)イオンおよび鉄(III)イオンの定量を行うことができます。

初めに試料をサリチル酸を指示薬として0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム(EDTA) 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(III)イオンの濃度を求めました。次に滴定後の溶液にペルオキソ二硫酸カリウムを添加し溶液中の鉄(II)イオンを鉄(III)イオンに酸化した後、再度0.1 mol/L EDTA 溶液で滴定しました。終点までの滴定量から鉄(II)イオンと鉄(III)イオンの全濃度を算出し、全濃度から鉄(III)イオンの濃度を差し引くことで鉄(II)イオンの濃度を算出しました。

*コンバインドメソッドについて

コンバインドメソッドは1つの試料に対して複数の測定を行う場合に使用します。最大で5つのメソッドを連結させることが可能です。

2. 測定上の注意点

- 1) 測定前に滴定溶液のpHが2~3となるよう調整してください。
- 2) 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

光度センサーをエタノール、純水の順に洗浄してください。

4. 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)
電極 : 光度センサー (干渉フィルター:530 nm)

5. 試薬

滴定液 : 0.1 mol/L EDTA溶液
指示薬 : 2% サリチル酸エタノール溶液
添加試薬 : ペルオキソ二硫酸カリウム

6. 分析手順

-測定-

- メソッド1 ↑
- メソッド2 ↓
- 1) 10倍希釈した試料5 mLを200 mLトルビーカーに採取します。
 - 2) 純水100 mLおよび2% サリチル酸エタノール溶液1 mLを添加します。
 - 3) 0.1 mol/L EDTA溶液で滴定し鉄(III)濃度を求めます。
 - 4) メソッド2の滴定開始前の待ち時間中に、ビーカーにペルオキシ二硫酸カリウムを1 g 添加し、スターラーにより溶解させます。溶解後、[滴定開始]ボタンを押して待ち時間をスキップし滴定を開始します。
 - 5) 0.1 mol/L EDTA溶液で滴定し鉄(II)イオンと鉄(III)イオンの全濃度を算出します。
 - 6) 全濃度から鉄(III)イオンの濃度を差し引き鉄(II)イオンの濃度を算出します。

7. 計算式

コンバインドメソッド1:鉄(III)イオンの定量

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

EP1	:	滴定量 (mL)
BL1	:	空試験値 = 0 mL
TF	:	滴定液のファクター = 0.9993
C1	:	濃度換算係数 = 5.585 mg/mL
K1	:	単位換算係数 = 1
R	:	希釈係数 = 0.1 (10倍希釈)
S	:	希釈試料採取量 (mL)

コンバインドメソッド2:鉄(II)イオンの定量

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

EP1	:	滴定量 (mL)
BL1	:	空試験値 = 0 mL
TF	:	滴定液のファクター = 0.9993
C1	:	濃度換算係数 = 5.585 mg/mL
K1	:	単位換算係数 = 1
R	:	希釈係数 = 0.1 (10倍希釈)
S	:	希釈試料採取量 (mL)

$$\text{鉄(II)イオン (g/L)} = \text{CO1} - \text{FCO1}$$

CO1	:	全鉄イオン (g/L)
FCO1	:	鉄(III)イオン (g/L)

8. 測定例

-滴定パラメーター

コンバインドメソッド

<u><滴定モード></u>	: 自動間欠
<u><滴定様式></u>	: 自動終点停止

<制御パラメータ>

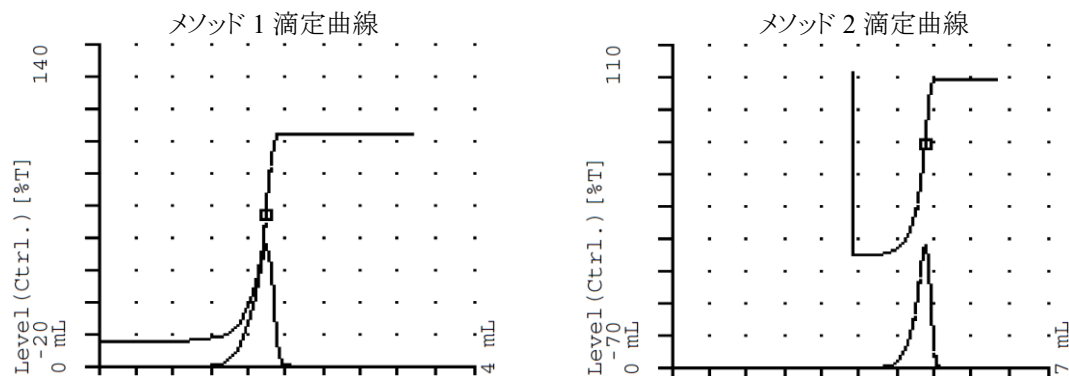
終点検出数	: 1
終点判断方法	: 自動
ゲイン	: 1
データ採取条件	: 自動
制御速度モード	: 標準
その他の制御	: 標準
自動間欠モード	: 標準
スターラースピード	: 4

<滴定パラメータ>

最大滴定量	: 20 (mL)
検出方法(制御用)	: Ch3, %T
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) (コンバインドメソッド 1)
	: 600 (s) (コンバインドメソッド 2)
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-



鉄イオン測定値

	10 倍希釈試料 採取量	メソッド 1 滴定量	鉄(III)イオン	メソッド 2 滴定量	全鉄イオン	鉄(II)イオン
	(mL)	(mL)	(g/L)	(mL)	(g/L)	(g/L)
1	5	1.7639	19.69	4.6807	52.25	32.56
2	5	1.7823	19.89	4.6907	52.36	32.46
3	5	1.7650	19.70	4.6810	52.25	32.55
平均	-	-	19.76	-	52.29	32.52
標準偏差	-	-	0.11	-	0.06	0.06
RSD (%)	-	-	0.57	-	0.12	0.17

9. まとめ

本測定ではRSD(相対標準偏差)が1%未満と良好な繰り返し性が得られ、コンバインドメソッドを使用した鉄(III)イオンと全鉄イオンの連続滴定を行うことができました。鉄(II)イオンの量がメソッド1の滴定過剰量に相当する量よりも少ない場合は、コンバインドメソッドによる連続滴定ができません。その場合は鉄(III)イオンと全鉄イオンの滴定を個別に行ってください。

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