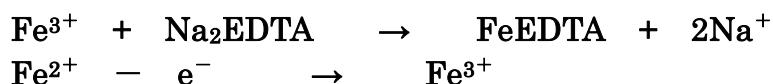


HIRANUMA APPLICATION DATA		滴定データ COMシリーズ	データNo	G6	13/11/9
金 属	鉄鋼板洗浄液中の鉄（Ⅱ）イオンおよび鉄（Ⅲ）イオンの定量				

1. 測定概要

鉄（Ⅱ）イオン（ Fe^{2+} ）と鉄（Ⅲ）イオン（ Fe^{3+} ）を含む酸性溶液の各成分の定量方法としては、各種の測定法が開発されています。本稿では、鉄（Ⅲ）イオンと鉄（Ⅱ）イオンを逐次測定した例について紹介します。測定法は、まず鉄（Ⅲ）イオンをサリチル酸（紫色→黄色）を指示薬として酸性領域で EDTA によるキレート滴定によって定量します。引き続き、鉄（Ⅱ）イオンをペルオキシ二硫酸アンモニウムを用いてすべての鉄（Ⅱ）イオンを鉄（Ⅲ）イオンに酸化したのち、前記同様に EDTA によるキレート滴定によって定量します。



2. 装置構成および試薬

(1) 装置構成

本体 : 平沼自動滴定装置 COM シリーズ（光度滴定用測定ユニット Mタイプ）
使用フィルタ 530nm

(2) 試薬

滴定液 : 0.1mol/L EDTA 標準液
酸化液 : ペルオキシ二硫酸アンモニウム（過硫酸アンモニウム）
指示薬 : 2%サリチル酸エタノール溶液

3. 測定手順

- ① 試料をホールピペットで 1mL 採取し、100mL トールビーカーに入れます。
- ② 純水を 60mL 加えます。
- ③ 2%サリチル酸エタノール溶液を 0.2mL 加えます。
- ④ 光度プローブを浸漬し、EDTA 標準液で滴定を行ないます。
- ⑤ 鉄（Ⅲ）イオンの終点検出後、待ち時間（120 秒）中にペルオキシ二硫酸アンモニウムを 1g 加え、鉄（Ⅱ）イオンを鉄（Ⅲ）イオンに酸化します。
- ⑥ 引き続き EDTA 標準液で滴定を行ないます。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

① 鉄(Ⅲ)イオンの滴定

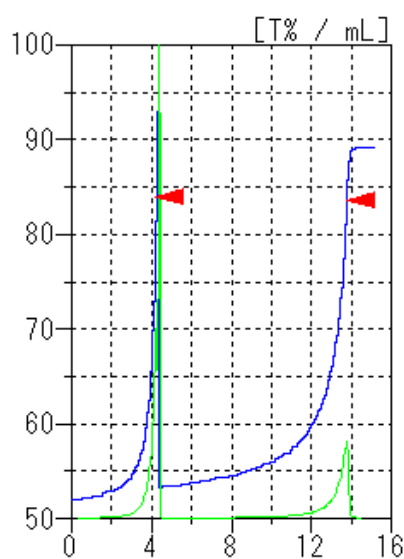
コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	5
メソッド	変曲点検出	S:試料量	1 mL	山越タイム	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	5
アンプ No.	2	M:滴定液濃度	0.1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	T%	F:ファクタ	1.008	待ち時間	3 秒
スタートタイム	5 秒	K:係数 1	55.85	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイム	0 秒	結果単位	g/L	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	$(D-B)*K*F*M/S$		
検出感度	500	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0 mL	滴定液名			
最大滴加 mL	20 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

② 鉄(Ⅱ)イオンの滴定

コンディション No.	2	コンスタント No.	2	制御モード No.	5
メソッド	変曲点検出	S:試料量	1 mL	山越タイム	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	5
アンプ No.	2	M:滴定液濃度	0.1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	T%	F:ファクタ	1.008	待ち時間	3 秒
スタートタイム	120 秒	K:係数 1	55.85	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイム	0 秒	結果単位	g/L	最小滴加量	40
検出開始 mL	0.3 mL	計算式	$(D-B)*K*F*M/S$		
検出感度	500	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	1 mL	滴定液名			
最大滴加 mL	20 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

測定結果

測定回数	試料量(mL)	鉄(Ⅲ)イオン		鉄(Ⅱ)イオン	
		滴定値(mL)	濃度(g/L)	滴定値(mL)	濃度(g/L)
1	1	4.178	23.521	9.406	52.953
2	1	4.162	23.431	9.454	53.223
3	1	4.220	23.757	9.537	53.690
統計計算		平均値	: 23.6 g/L		53.3 g/L
		標準偏差	: 0.168 g/L		0.373 g/L
		変動係数	: 0.71 %		0.70 %



滴定曲線例

5. 摘要

測定精度を改善するには、下記の点に注意して測定するとよい結果が得られます。

① 鉄(Ⅱ)イオンおよび鉄(Ⅲ)イオンの逐次滴定について

本法は、鉄(Ⅱ)イオンのEDTAキレート安定定数が酸性領域では小さいことから、共存する鉄(Ⅲ)イオンとEDTAが選択的に反応することを応用した測定法です。測定できるpH領域としては、pH2~3となります。

② 鉄(Ⅱ)イオンの酸化剤について

本稿では、ペルオキソ二硫酸アンモニウムを鉄(Ⅱ)イオンの酸化剤として用いましたが、これに代わる酸化剤として過酸化水素が使用できます。いずれの試薬を使用しても滴定中に過剰に存在するので、気泡を発生しやすく光度滴定の妨害になるので注意が必要です。

キーワード：鉄(Ⅱ)イオン、鉄(Ⅲ)イオン、キレート滴定、EDTA、光度滴定