

アプリケーションノート

酸洗浄液中の鉄(III)イオン

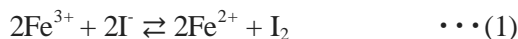
関連業種	鉄鋼
使用装置	電位差自動滴定装置
測定手法	電位差滴定法/酸化還元滴定
関連規格	

1. 概要

酸化還元滴定により酸洗浄液中の鉄(III)イオンの定量を行いました。

試料にヨウ化カリウムを添加すると鉄(III)イオンとヨウ化物イオンとの反応によりヨウ素が遊離します。遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し終点までの滴定量から鉄(III)イオンの濃度を求めることができます。

ヨウ素の遊離とチオ硫酸ナトリウムによる滴定の反応式を以下に示します。



式(1)の反応は可逆反応ですが、強酸溶液中 (0.1~0.4mol/L 塩酸相当) では過量のヨウ化物イオンの共存で定量的に右へ進行します。

2. 測定上の注意点

- 1) 鉄(III)イオンの酸化還元滴定は強酸性条件下 (0.1~0.4mol/L 塩酸相当)で行ってください。
- 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

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)

*滴定前に溶液のpH調整を行う場合はpHガラス電極も必要となります。

5. 試薬

滴定液 : 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液

添加試薬 : ヨウ化カリウム

6. 分析手順

-測定-

- 1) 試料5mLを200mLトールビーカーに採取します。
- 2) 純水100mLを添加します。*
- 3) ヨウ化カリウム2gを添加し、溶解後フタをして暗所で10分間静置します。
- 4) 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、鉄(III)イオン濃度を求めます。

*純水添加後の溶液の酸濃度が0.1~0.4mol/L 塩酸相当の範囲から外れている場合は、濃塩酸や25w/v% 水酸化ナトリウム水溶液等で調整してください。

7. 計算式

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

EP1	:	滴定量 (mL)
BL1	:	空試験値 = 0.0000mL
TF	:	滴定液のファクター = 1.0146
C1	:	濃度換算係数 = 5.585mg/mL
K1	:	単位換算係数 = 1
S	:	試料採取量 (mL)

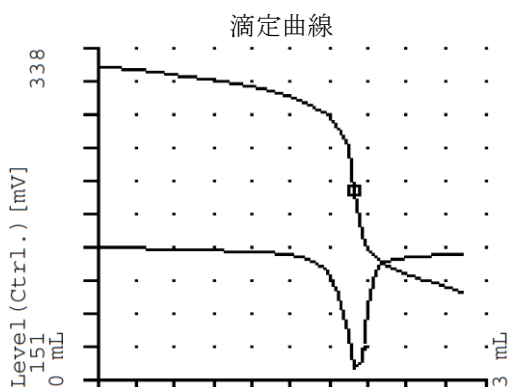
8. 測定例

-滴定パラメータ-

<u>< 滴定モード ></u>	: 自動間欠	<u>< 制御パラメータ ></u>	
<u>< 滴定様式 ></u>	: 自動終点停止	終点検出数	: 1
		終点判断方法	: 自動
<u>< 滴定パラメータ ></u>		ゲイン	: 1
最大滴定量	: 20 (mL)	データ採取条件	: 自動
検出方法(制御用)	: Ch2, mV	制御速度モード	: 標準
検出方法(参照用)	: Off	その他の制御	: 標準
pH 入力電位	: 標準	自動間欠モード	: 標準
滴定の種類	: チェックしない	スターラースピード	: 4
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(III)イオン測定値			
	試料採取量	滴定量	鉄(III)イオン
	(mL)	(mL)	(g/L)
1	5	1.9368	2.19
2	5	1.9734	2.24
3	5	1.9670	2.23
平均	-	-	2.22
標準偏差	-	-	0.03
RSD (%)	-	-	1.19

9. まとめ

本測定ではRSD(相対標準偏差)が1.5%未満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) 高木誠司著, 定量分析の実験と計算 - 第2巻 -, 改訂版, 共立出版株式会社 (1969)