

鉍石**灰中の酸化カルシウム**

電位差自動滴定装置

Automatic Potentiometric Titrator

キレート滴定

規格

1.概要

灰中の酸化カルシウム測定は、試料に硝酸を加えて溶かし純水を加えたものを調製試料とし、この調製試料に水酸化カリウム溶液を加えた後、0.01mol/L EDTA溶液で滴定し指示薬の変色により得られた滴定曲線上の変曲点を終点とします。

EDTA溶液の滴定量から酸化カルシウムを算出します。

2.参考文献

- | | | |
|--------------------------|------|----------|
| 1) 「キレート滴定法」 | 上野景平 | 南江堂 |
| 2) 「定量分析の実験と計算」(2 容量分析法) | 高木誠司 | 共立出版株式会社 |

3.測定上の注意点

- 1) 薬品の取扱いには十分注意し、換気できる場所かドラフト内で行ってください。
- 2) キレート滴定は、pHにより試料と滴定液の反応性が変化しますので、pHを最適に調整して滴定を行ってください。

4.分析終了後の処置

光度センサは、純水にてよく洗浄を行ってください。

5.装置構成

本体 : 電位差自動滴定装置 (オプション 光度滴定用プリアンプリファイア PTA-)
電極 : オプション 光度センサ
干渉フィルタ (530nm)

6.試薬

滴定液 : 0.01mol/L EDTA 溶液
添加試薬 : 純水, 硝酸, 8mol/L 水酸化カリウム溶液
指示薬 : NN 指示薬 (100 倍質量の硫酸カリウムと混和)

7.分析手順

—準備—

- 1) 試料 2g を 100mL ビーカに採取します。
- 2) 硝酸を加えて試料を溶かし、ろ過をします。
- 3) 純水を加えて全量を 1000mL とし、調製試料として用います。

—測定—

- 1) 調製試料 5.0mL を 100mL ビーカに正確に採取し、純水を加えます。
- 2) NN 指示薬 0.1g、8mol/L 水酸化カリウム溶液 4mL を加えます。
- 3) 0.01mol/L EDTA 溶液を用いて滴定を行い、酸化カルシウム濃度を求めます。

8.計算式

酸化カルシウム濃度 (%) = (EP1 - BL1) × FA1 × C1 × K1 / SIZE

EP1 : 滴定量 (mL)
BL1 : ブランク値 (0.00mL)
FA1 : 滴定液のファクタ (1.00)
C1 : 濃度換算係数 (0.5608mg/mL)
(0.01mol/L EDTA溶液1mL ≡ 0.5608mg CaO)
K1 : 単位換算係数 (0.1)
SIZE : 試料採取量 (g)
(準備にて採取した採取量の 1/200 を入力)

9.測定例

—測定環境—

室温 : 22 °C	湿度 : 57 %	天気 : 曇り
------------	-----------	---------

-滴定パラメータ-

Model : AT-400	
Method No. : 14	
Titr.mode : Auto	
Intermit	
Titr.form : EP Stop	
[TITR. PARA]	[CALCU. PARA]
Form : EP Stop	Sample Measurement
Buret No. : 1	Conc1 CalcuNo. 2
Preamp : PTA	Conc1 Dim. [%]
Detector No. : 3	Conc1 EP Position 1
Dimension : %T	Data [f(EP2-Blank)]
Max.Vol : 40.0mL	T.Type [Normal]
W.Time : 0s	Data [f(T.Vol)]
Direction : Auto	Local Blank
	Blank 0.0mL
	Common T.Factor
	K1 0.1
	C1 0.5608mg/mL
	Temp.Comp. [Off]
[CTRL. PARA]	
End Point No. : 1	
S(dE) : 50	
S(E/mL) : 100	
O.Titr : 0mL	
Gain : 1	
S.Pot : 4.0mV	
Stab. : 0.5mV/s	
Delay Time : 1s	
L.Time : 30s	
M.Unit : 0.5mL	
Separation : Off	
A.Simulation : Off	

-滴定曲線-

Method 14
[A. Intermit]
No. 00 - 00
Date 97/06/09 10:35
I.Lev 52.7%T
F.Vol 18.3750ml
F.Lev 72.4%T
Time 00:10:21
Size .010016g
Conc-1 92.070%
EP-1 16.4439ml
65.9%T

(上記測定パラメータと滴定曲線は AT-400 の場合です)

《TITR. PARA:滴定パラメータ》

Form:滴定様式 / Buret No.:滴定に用いるビュレット No. / Detector No.:検出器 No.
Dimension:検出電位の単位 / Max.Vol:最大滴定量 / W.Time:滴定前の待機時間
Direction:滴定方向

《CTRL. PARA:制御パラメータ》

End Point No.:終点検出数 / S(dE):終点判断値(電位差) / S(E/mL):終点判断値(微分差)
O.Titr:滴定過剰量 / Gain:ゲイン / S.Pot:データ採取する電位 / Stab.:安定判断電位
Delay Time:安定判断チェック前の遅延時間 / L.Time:安定判断制限時間
M.Unit:データ採取する滴定量 / Separation:分離電位の設定 / A.Simulation:自動再終点判断

《CALCU. PARA:計算結果パラメータ》

Conc1 CalcuNo.:濃度 1 の計算式 No. / Conc1 Dim.:濃度 1 の単位 / Conc1 EP Position:濃度 1 の終点位置
Data:滴定量計算方法の選択 / T.Type:正滴定, 逆滴定の選択 / Blank:ブランク値
Common T.Factor:ファクタの選択 / K1:係数 / C1(mg/mL):第 1 終点濃度の濃度換算値
Temp.Comp.:滴定液の温度補正

—測定結果—

n	採取量 (g)	滴定量 (mL)	酸化カルシウム濃度(%)
1	0.010016	9.0033	50.410
2	0.010016	9.0003	50.393
3	0.010016	9.0094	50.444

酸化カルシウム濃度の統計計算結果	
平均値	50.416 %
標準偏差	0.026 %
相対標準偏差	0.052 %

* 上記結果は同一サンプルを3回測定した結果です。

* 赤のアンダラインのデータは 3/4 ページの測定結果のデータであることを示しています。

10.まとめ

灰(はい)は、草や木、動物などを燃やしたあとに残る物質のことです。灰の主成分元素はカリウムやカルシウムであり、微量のアルミニウム・鉄・亜鉛なども含まれます。これらは酸化物や炭酸塩として存在しており、通常は水に溶かすと強いアルカリ性を示します。

今回の試料においても、測定結果より相対標準偏差が0.05%と良好な繰返し再現性が得られています。

電位差自動滴定装置を使用することによって、より安定した測定が可能になります。