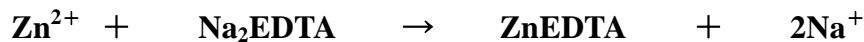


HIRANUMA APPLICATION DATA		滴定データ COMシリーズ	データNo	G1	12/04/26
金 属		亜鉛イオンの定量			

1. 測定の概要

亜鉛イオン (Zn²⁺) は、キレート滴定によって容易に定量できます。亜鉛の EDTA による滴定ができる pH 領域 (pH4.5~10) は広くかつ EDTA に対する安定度定数も大きく、鋭敏に変色する指示薬も多く存在します。本稿では、試料溶液を約 pH5.3 に調整し XO 指示薬 (赤紫→黄色) を用いて EDTA 滴定液によって光度滴定した例を紹介します。



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
緩衝液 : pH5~5.3 酢酸-酢酸ナトリウム緩衝液 5mL
指示薬 : XO 指示薬 (0.05%水溶液) 1mL

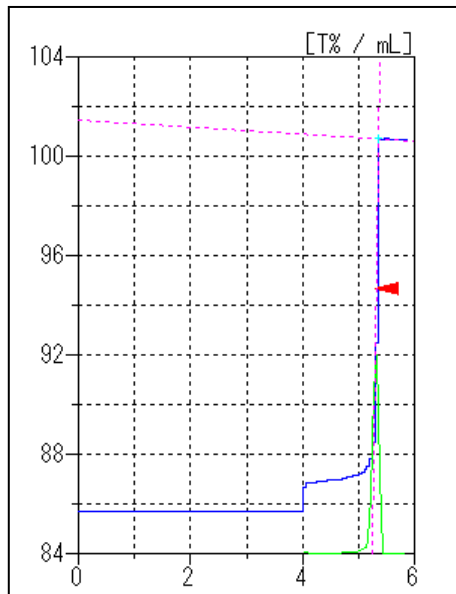
3. 測定手順

- ① 試料 5mL をホールピペットで採取し、100mL ビーカーに入れます。
- ② 純水を約 60mL 加えます。
- ③ 酢酸-酢酸ナトリウム緩衝液を 5mL 加えます。
- ④ XO 指示薬を 1mL 加えます。
- ⑤ 光度プローブを浸漬し 0.1mol/L EDTA 標準液で滴定を行いません。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	20
メソッド	B 交点検出	S:試料量	5 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	0
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	1.005	待ち時間	3 秒
スタートタイム	5 秒	K:係数 1	65.39	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	4 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		0.05 mL
検出感度	500	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	1 mL	自動入力先パラメータ	無し		
最大滴加 mL	20 mL				



滴定曲線例

測定結果

試料量 (mL)	滴定値 (mL)	亜鉛イオン濃度 (%)
5.0	5.348	7.030
	5.349	7.029
	5.348	7.030
平均値 :		7.03 %
標準偏差 :		0.0006 %
変動係数 :		0.008 %

5. 摘要

(1) 滴定条件について

本滴定は終点における指示薬の変色が急激に起こるため、滴加係数の制御は行わずに最小滴加量ごと（本条件では 0.05mL）の滴加を行なうと好結果が得られます。なお、終点より 0.5~1mL 程度手前まで連続滴加 mL の機能を使用することによって測定時間を短縮することができます。また、本滴定は指示薬の変色が完結した点を終点とするため、終点検出は B 交点検出に設定します。

(2) その他の滴定方法について

亜鉛イオンのキレート滴定には、各種の指示薬および pH 領域での滴定方法があります。

① 指示薬

本項で用いた XO 指示薬（酸性でも使用可能）の他にアルカリ性側でよく使用される指示薬として BT 指示薬があります（赤→青）。使用できる pH 領域としては pH7~10 となります。ただし、銅イオン Cu^{2+} 、コバルトイオン Co^{2+} 、ニッケルイオン Ni^{2+} が存在する時は、指示薬の変色が妨害されますので注意が必要です。

② 妨害イオン

本項による測定では、アルカリ金属が存在していても妨害しません。ニッケルイオン Ni^{2+} 、鉄イオン Fe^{3+} 、アルミニウムイオン Al^{3+} は指示薬の変色を妨害します。少量のアルミニウムイオン Al^{3+} は反応が遅いので妨害しません。銅イオン Cu^{2+} は妨害しますがチオ尿素またはチオ硫酸ナトリウムを加えることによってマスキングできます。

キーワード：亜鉛イオン、光度滴定、キレート滴定