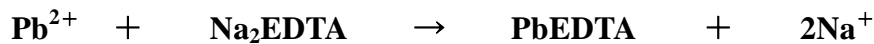


HIRANUMA APPLICATION DATA	滴定データ COMシリーズ	データNo	G9	12/09/28
金属	鉛イオンの定量			

1. 測定の概要

鉛イオン(Pb²⁺)の定量法としては、一般にキレート滴定が広く活用されています。鉛イオンを直接滴定できる pH 領域は pH3.5~10 (安定度定数=17.88) となっています。しかしアルカリ性領域では Pb(OH)₂ の沈殿を生成するため、アルカリ性で滴定するにはあらかじめエタノールアミン、酒石酸およびクエン酸などの補助錯化剤を加えて水酸化物の沈殿を生成しないように弱いキレート化合物を生成しておく必要があります。

酸性領域で滴定する場合は、pH4~5 付近で滴定します。本項では、ヘキサミン水溶液を加えて pH5 に調整し XO 指示薬 (赤紫→黄色) を用いて鉛イオンを定量した例について紹介します。



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 : 0.01mol/L EDTA 標準液
緩衝液 : 20%ヘキサミン溶液 5~10mL
指示薬 : XO 指示薬 (0.1%水溶液) 0.2mL

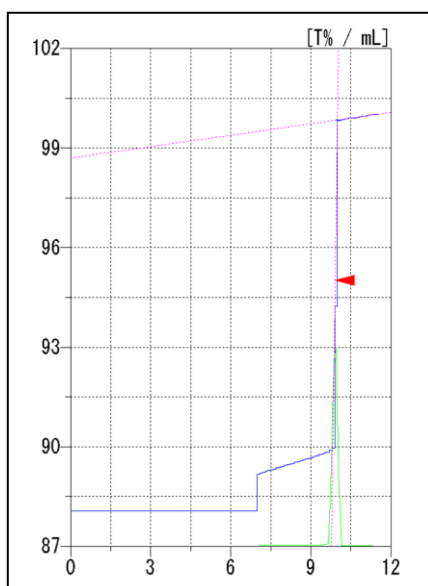
3. 測定手順

- ① 試料 1mL 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 20%ヘキサミン溶液を加えて pH5 とします。
- ④ XO 指示薬を 0.2mL 加えます。
- ⑤ 光度プローブを浸漬し 0.01mol/L 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

コンディションNo.	1	コンスタントNo.	1	制御モードNo.	24
メソッド	B交点検出	S:試料量	1.0000 mL	山越タイム	0 秒
ビュレットNo.	2	B:ブランクmL	0.0000 mL	滴加係数	0
アンプNo.	2	M:滴定液濃度	0.0100 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	T%	F:ファクタ	1.0010	待ち時間	5 秒
スタートタイム	15 秒	K:係数1	207.200	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	7 mL	L:係数2	0.000	ビュレット速度	2
反応タイム	15 秒	結果単位	g/L	最小滴加量	80
検出開始 mL	0.1 mL	計算式	(D-B)*K*M/S		0.10 mL
検出感度	300	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	1.5 mL	自動入力先パラメータ	無し		
最大滴加mL	12 mL				



滴定曲線例

測定結果

測定回数	試料量 (mL)	滴定値 (mL)	鉛イオン濃度 (g/L)
1	1	9.998	20.737
2	1	9.997	20.735
3	1	9.931	20.598
		平均値	20.69 g/L
		標準偏差	0.080 g/L
		変動係数	0.385 %

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の滴加を行なうと好結果が得られます。なお、終点より手前まで連続滴加 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) 妨害イオン

本項による pH 領域での測定では、アルカリ土類金属および Mg が共存しても妨害しません。ただし、ニッケルイオン Ni²⁺、鉄イオン Fe³⁺、亜鉛イオン Zn²⁺、カドミウムイオン Cd²⁺、およびコバルトイオン Co²⁺は同時に滴定されますので注意してください。

キーワード：鉛イオン、光度滴定、キレート滴定

※装置のオプション構成によっては、測定できない場合があります。