

ファクタ

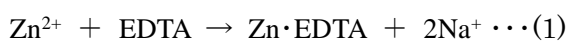
EDTA標準液のファクタ標定

1. 測定の概要

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム(以下、EDTA)はキレート剤であり、多くの金属イオンとキレート化合物を生成する性質から、キレート滴定法として金属イオンの定量のための滴定液に用いられます。その応用範囲は多岐にわたり、指示薬と pH を適切に組み合わせることで、多様な金属イオンの測定が可能となります。

市販試薬の容量分析用グレードの標準液にはファクタが付属されておりますが、必要に応じて定期的にファクタの確認をすることが望ましく、また実験室内で標準液を調製した場合はファクタ標定は必須となります。また、滴定装置の動作確認をしたい場合にも、安定性や均質性の担保された標準試料の測定による繰り返し精度の確認が有効です。EDTA 標準液のファクタ標定には、容量分析用標準物質の亜鉛を用いることが JIS K8001 や日本薬局方に定められています。

本データシートでは容量分析用標準物質から調製した 0.01 mol/L 亜鉛標準液を標準物質として用いました。亜鉛 1 mol と EDTA 1 mol は反応式(1)により定量的に反応します。



本法では試料溶液の色変化で終点を判断するための指示薬を添加しています。指示薬は EDTA と未反応の金属イオンと結合する性質があり、結合しているかどうかで色が変わります。本アプリケーションで用いた指示薬、エリオクロムブラック T(以下、EBT)は、終点前後で溶液の色が赤から青に変化します。この変化を光度プローブを用いて検出することで、亜鉛の EDTA による滴定終点を決定します。

参考文献：日本産業規格 JIS K8001 試薬試験方法通則
日本薬局方 第18改正

2. 装置構成および試薬

(1) 装置構成

本体 : 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)
電極 : 光度プローブ 使用フィルタ (650 nm)
ガラス-比較複合電極 GR-501B

(2) 試薬

滴定液 : 0.01 mol/L EDTA
標準試料 : 0.01 mol/L 亜鉛標準液 (f = 1.028)
0.6720 g の金属亜鉛(純度 100.00 %)を(1+1)塩酸 20 mL に溶解し、純水で 1 L に定容して調製しました。

亜鉛標準液のファクタ (f)

$$= [\text{亜鉛秤取量(g)} / \text{亜鉛原子量(g/mol)}] \times [\text{純度(\%)} / 100] / [\text{調製容量(L)} \times \text{調製濃度(mol/L)}]$$
$$= [0.6720 / 65.38] \times [100.00 / 100] / [1 \times 0.01] = 1.028$$

pH 調整剤① : 100 g/L 水酸化ナトリウム溶液

pH 調整剤② : pH10 アンモニア緩衝液

塩化アンモニウムを純水 30 mL に溶解し、アンモニア水(特級)57 mL を加えたのち、純水を加えて 100 mL としました。

指示薬 : EBT 指示薬

EBT 0.5 g および塩化ヒドロキシルアミン 4.5 g を 100 mL エタノールに溶解して調製しました。

3. 測定手順

- ① ホールピペットを用いて 0.01 mol/L 亜鉛標準液 25 mL を 200 mL トールビーカーに採取します。
- ② 純水 75 mL と攪拌子を加えます。
- ③ ガラス-比較複合電極を浸漬して pH を確認しながら、100 g/L 水酸化ナトリウム溶液を加えて pH9.5~10 程度に調整します。
- ④ pH10 アンモニア緩衝液 2 mL をマイクロピペットを用いて加えます。
- ⑤ EBT 指示薬 3 滴を加えます。
- ⑥ 光度プローブを浸漬し、0.01 mol/LEDTA で測定を開始します。滴定曲線に現れる変曲点を検出し、終点は B 交点検出により決定します。

4. 測定条件例および測定結果

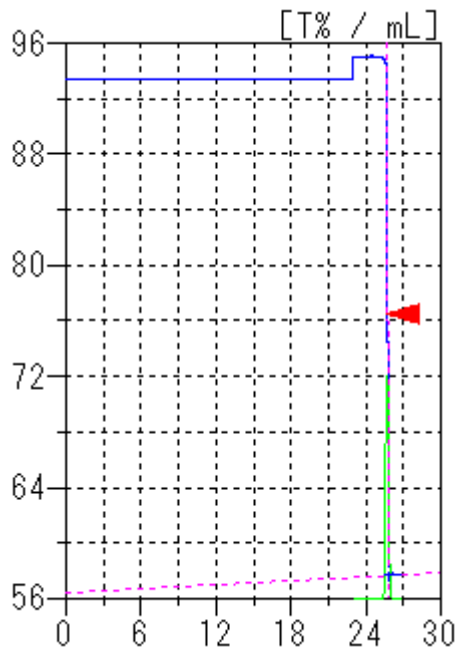
滴定条件例

| | | | | | |
|-------------|--------|------------|------------|-----------|------|
| コンディション No. | 1 | コンスタント No. | 1 | 制御モード No. | 21 |
| メソッド | B 交点検出 | S:試料量 | 25 mL | 山越タイマ | 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 | 0.01 mol/L | 滴加感度 | 0 mV |
| 表示単位 | T% | F:ファクタ | 1.028 | 待ち時間 | 5 秒 |
| スタートタイマ | 5 秒 | K:係数 1 | 0 | 待ち感度 | 5 mV |
| 連続滴加 mL | 23 mL | L:係数 2 | 0 | ビュレット速度 | 2 |
| 反応タイマ | 10 秒 | 結果単位 | Fact1 | 最小滴加量 | 80 |
| 検出開始 mL | 0 mL | 計算式 | S/(D-B)*F | | |
| 検出感度 | 200 | 小数点以下桁数 | 4 | | |
| 過滴加 mL | 1.0 mL | | | | |
| 最大滴加 mL | 40 mL | | | | |

測定結果

ファクタの標定

| 測定数 | 試料量 (mL) | 滴定値 (mL) | ファクタ | 統計結果 |
|-----|----------|----------|--------|-------------|
| 1 | 25 | 25.803 | 0.9960 | 平均 0.997 |
| 2 | 25 | 25.767 | 0.9974 | 標準偏差 0.001 |
| 3 | 25 | 25.789 | 0.9966 | 変動係数 0.07 % |



ファクタの標定

滴定曲線例

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、滴加係数の設定による滴加量の動的制御は行なわず、最小滴加量に設定した一定量ごと（本条件では 0.1 mL）の滴加を行なうと、繰り返し精度の良い結果が得られます。なお、終点より 0.5~1 mL 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) 光度プローブのフィルタ選択について

光度プローブには干渉フィルタとして 530 nm と 650 nm の 2 種類が付属します。本アプリケーションデータでは、アルカリ pH 領域において EBT 指示薬を用いており、終点において呈色が(赤→青)に変化することから、フィルタには 650 nm を選択しました。亜鉛のキレート滴定では、他の pH 領域と指示薬の組み合わせによる滴定方法もあります。アプリケーションデータ No. G1 に示すように、酸性領域において指示薬キシレノールオレンジを用いた場合、終点における色の変化は(赤紫→黄色)となり、フィルタには 530 nm を用いています。

一般的には、溶液の色が(橙色～赤～赤紫)では 530 nm のフィルタ使用時に透過率が下がり、(緑～青)では 650 nm で透過率が下がります。複数の色が混ざっている場合はこの通りにはなりません、その場合は透過率変化を大きく検出できる方の波長のフィルタを選択します。

キーワード：ファクタ標定、キレート滴定、エチレンジアミン四酢酸、EDTA、亜鉛、エリオクロムブラック T、EBT