

(325) 高精度自動滴定装置の開発

新日本製鐵(株) 基礎研究所 ○鈴木良一, 坂井光一
同 上 光製鐵所 小坂正剛

1. 緒言

近年, 化学分析における滴定操作を自動で行うため, あるいはプロセスコントロールのための自動滴定装置が種々開発され, 市販され始めている。演者らは, この滴定を高精度で行うことを目的とした自動滴定装置を開発し, 良好な結果が得られたので報告する。

2. 装置の構成

装置は, 図1に示したように滴定液を注入するパルスモーター駆動の滴定器, 反応の終点を検出する二波長分光器, 複合ガラス電極・PHメーターからなる電位計, これらをコントロールし, 反応の終点を判定する小型パーソナル・コンピューターからなっている。

滴定器: ビューレットの内容量は 20 ml , 1パルスあたりの滴下量は 0.00167 ml で, コンピューターからの $0\sim 5\text{ V}$ 信号によって駆動する。

二波長分光器: 滴定によって生ずる気泡の影響を受けにくく, 長期安定性の優れた, フィルター回転式二波長分光器を開発して用いた。

コンピューター: ステップ数約 2000 のYHP製パーソナルコンピューター9815A型を用い, これにプロセスI/Oコントローラー, 電気回路切換用のリレーアクチュエーター, HP-IBなどを付属させた。

3. 高精度化のための主たる試み

(1) 滴定方法, 終点の判定: 二波長分光器により測定した試料溶液の吸光度, あるいは電位計からの電位を, 滴定量に対して微分し, この微分値に比例するパルス間隔により滴定を行い, 二次微分値によって滴定終点を求める。

(2) ビューレットの補正: ビューレットの内径は非常に高精度に仕上げられてはいるが, これにおいても位置によるわずかな誤差がある。そこで, $0\sim 20\text{ ml}$ の間においてあらかじめパルス数に対する滴下量を天秤で正確に求めておき, ビューレット補正曲線をコンピューターに記憶させておく。これによって, パルス数から補正された滴定量を求める。

4. 実験および結果

ニッケル(吸光度), クロム(電位差)の分析を目的として標準溶液を用いて滴定した結果, 繰返し滴定における再現性は変動係数で約 0.05% と良好であった。

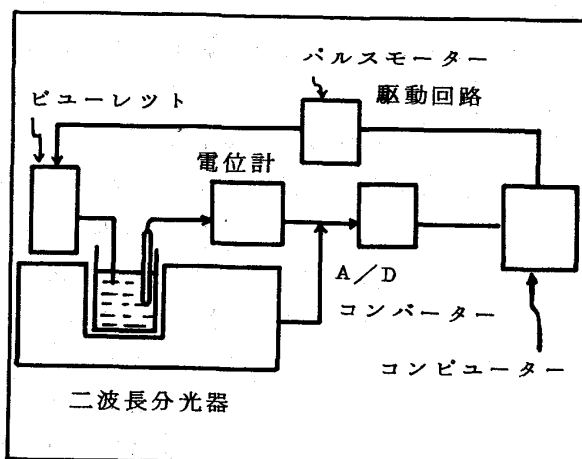


図1. 装置の構成

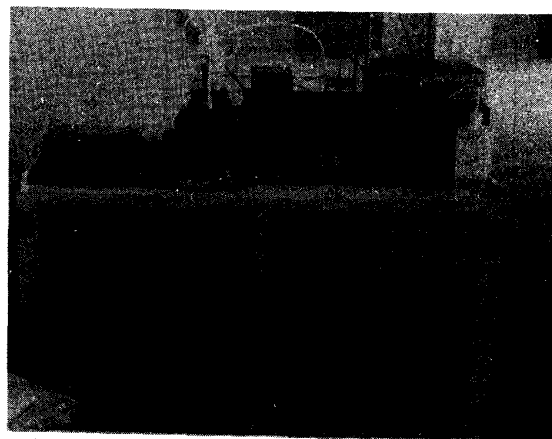


写真1. 高精度自動滴定装置外観