

(284)

フローインジェクション分析法クロメトリー検出器
による、溶液中のFe(II)、Fe(III)の定量分析

住友特殊金属(株)

○菊井 文秋

早川 徹治

1. 緒言

溶液中のFe(II)、Fe(III)の定量分析は、酸洗液などの濃度管理においても重要である。これらの分析法としては、電量滴定法や比色法などがあるが、サンプル溶液をそのままの状態で行なうことができる方法が必要となつた。そこで、オンライン分析法として盛んになつてきたフローインジェクション分析法を用い、クロメトリー検出器を使つて、分別定量を行なうことを試みた。

2. 実験方法

フローインジェクション分析法による装置の構成をFig.1に示す。原理は、 $\text{Fe(III)} + e \rightleftharpoons \text{Fe(II)}$ $E_0 = 0.77 \text{ V}$ で示される反応の、電解還元時に流れる電流量を測定することによりFe(III)を定量するものである。測定方法は、まず、試料溶液〔Fe(II)とFe(III)の混合溶液〕から二つのサンプリングを行なう。一つは、そのまま測定を行ない、Fe(III)を定量する。もう一つは、溶液を過酸化水素水で完全に酸化させ、全FeをFe(III)にした後測定を行ない全Feを求める。次に、後者から前者を差し引くことによつて、Fe(II)を計算で求めるものである。クロメトリーの対極および作用極は、カーボンクロスを用いた。キャリヤ液は水、対極電解液はフェリ・フェロシアン化カリウム溶液を用いた。

酸洗液における共存元素としては、Ni(II)、Cr(III)、Co(II)およびH(I)を取り上げ、これら共存下でのFe(II)およびFe(III)の定量条件を検討した。

3. 実験結果

3. 1. 最適電解電位 Fe(III)のFe(II)への標準還元電位は、0.77 Vであり、Ni(II): -0.23V、Cr(III): -0.41V、Co(II): -0.28V、H(I): 0Vから大きく離れている。したがつて、電解電位を下げることによりFe(III)の還元効率を上げ、しかもこれら共存元素の還元がおこらない電位を求めたところ、0.26 Vが最適であつた。

3. 2. 検量線の直線性 溶液中のFe(III)の検量線をFig. 2に示す。相関係数 (r^2) は0.9998、正確度 (δ_d) は0.001%であり、直線性のよい検量線が得られた。

3. 3. 繰り返し測定精度 連続5回測定において、変動係数は1%以内であつた。

3. 4. 連続安定性 連続4時間の測定 ($n = 5$ 、1時間毎)における変動係数は3%であつた。

3. 5. 共存元素による妨害 設定電位 (0.26V) においては、Ni(II)、Cr(III)、Co(II)、H(I)の電解還元はほとんどおこらないため、Fe量以上の多量のこれら元素が存在しても、妨害は無かつた。

4. 結言

本法により、溶液中のFe(II)およびFe(III)の分別定量を、多量のNi(II)、Cr(III)、Co(II)、H(I)の共存下においても、実用精度で迅速に行なうことが出来た。今後、オンライン分析に適用出来るよう、装置の構成を検討して行く予定である。

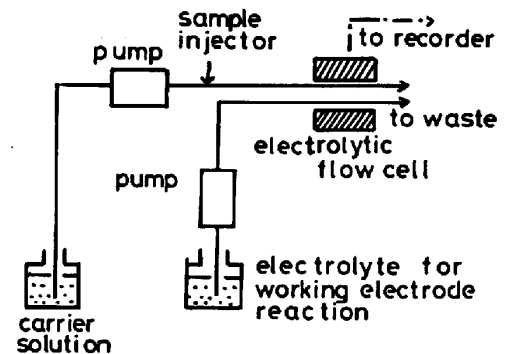


Fig. 1 Block diagram of FIA system

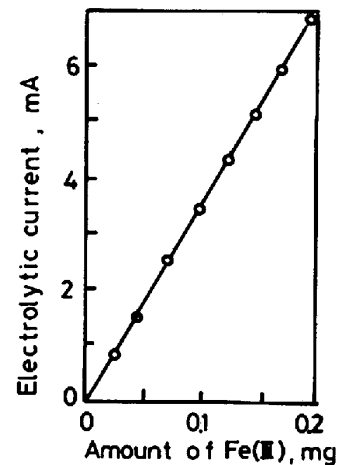


Fig. 2 Working curve of Fe(III)