

(408) フローインジェクション・吸光度法による  $Fe^{3+}$  の定量

住友金属工業(株)中央技術研究所  
九州電子金属(株)

猪熊康夫, 蔵保浩文  
落合 崇

1. 緒言

溶液の中和滴定及び  $Fe^{3+}$  の定量など、イオンの状態分析は湿式化学分析法によらざるを得ないが、手分析の自動化は操作が複雑なため装置も大がかりとなる。そこで、操作がより簡単で迅速性に優れたフローインジェクション(FIA)とマイクロコンピュータを組合せた分析法について検討した。先に報告したように、著者らは0.005~5Nの広範囲にわたる弱アルカリと強アルカリの同時定量法を開発したのに引き続き、 $Fe^{3+}$  の定量法を検討した。

2. 実験方法

実験に使用した装置のブロック図をFig. 1に示した。FIA本体は電気化学計器製FICS-10型を、定流量性が必要なキャリア溶液の送液ポンプは平沼産業製UCB-7型オートビュレットを用いた。インジェクターとポンプの制御及び検出器からの信号処理はWave社製Talos II型  $\mu$ -CPUを用いた。

3. 結果と考察

(1) 発色試薬の選択  $Fe^{3+}$  は硫酸溶液中において300nm付近で極大ピークを示し、感度は比較的高く、400~300nmにおける吸収曲線の立上りもシャープなため、その間の任意の波長で測定することにより、広い濃度範囲の測定が可能であったが、紫外領域は妨害成分が多く、しかも共存成分によるピークシフトの問題もあるため対象試料に制限のあることがわかった。次に、 $Fe^{3+}$  の定量に一般に用いられているチオシアン酸アンモニウムとスルホサリチル酸を用いて検討を行った。吸収曲線の一例をFig. 2に示した。前者は470nmに、後者は500nm付近に極大ピークのあることがわかる。検量線の直線性は前者の方が良好であったが、逆に共存成分の影響は後の方が少なかったため、これを採用した。

(2) FIAによる測定 キャリヤーとしてスルホサリチル酸1%を含む0.1N硫酸3ml/min、試料流量2ml/min、恒温槽40℃、反応コイル0.5mmφ×3m、吸収セル10mm、測定波長510nmの条件で測定した結果の一例をFig. 3に示した。測定ピッチは約1分と迅速にもかかわらず、ベースラインは元に復帰していることがわかる。つまり、本法はベースラインで零点を校正液で感度を補正することにより、長期安定運転が可能となる。Fig. 3の条件では、 $Fe^{3+}$  0~500ppmの定量が可能であり、300ppmにおける7時間運転での再現精度は変動係数にして約1%と非常に良好であった。

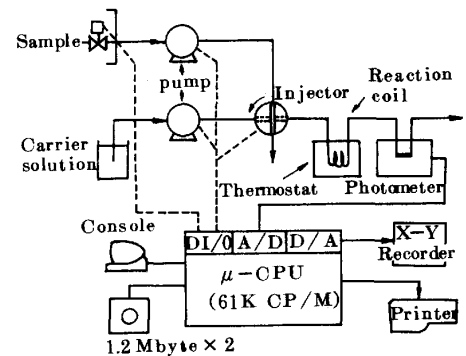


Fig.1 Block diagram of FIA

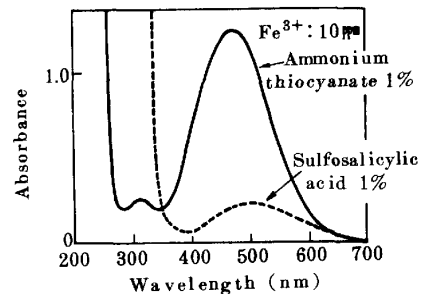


Fig.2 Absorption curve of  $Fe^{3+}$  chelates

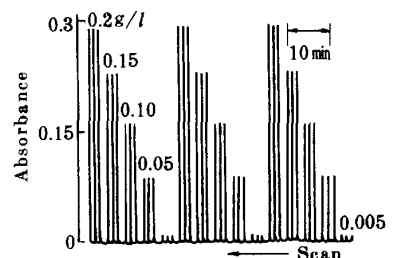


Fig.3 Measuring result of  $Fe^{3+}$  (Sulfosalicylic acid)

1) 猪熊康夫, 落合 崇; 日本分析化学会第32年会講演要旨集, p.893 (1983)