

研究速報

定曲線を求めた結果を第1図に示す。波長はいずれも580 mμ を使用した。

I : Fe<sup>+++</sup> を pH 1~1.5 で 0.05M EDTA で滴定した結果を示す。

II : Fe<sup>+++</sup> 1 : Al<sup>+++</sup> 50 の重量比の混合液中の Fe<sup>+++</sup> を pH 2.2 (緩衝液としてモノクロル酢酸を使用) において 0.01M EDTA で滴定した結果を示す。

III : 0.02M EDTA を 0.02M CuSO<sub>4</sub> で pH 6.2 (緩衝液として酢酸ナトリウムを使用) において滴定した結果を示す。

IV : Al<sup>+++</sup> と反応した過剰の EDTA を 0.02M CuSO<sub>4</sub> で pH 6.2~8.2 (緩衝液として NH<sub>4</sub>OH + 酢酸ナトリウムを使用) において滴定した結果を示す。

V : Fe<sup>+++</sup>, Al<sup>+++</sup> と反応した過剰の EDTA を 0.02M CuSO<sub>4</sub> で pH 6.2~8.2 (緩衝液として NH<sub>4</sub>OH + 酢酸ナトリウムを使用) において滴定した結果を示す。

以上の結果から Fe<sup>+++</sup> 単独の場合は、終点は明瞭に求められるが、Fe<sup>+++</sup>, Al<sup>+++</sup> 混合液の場合は、終点がやや不明瞭であり、かつ視覚滴定に比し長時間を要する欠点があった。

4) 考察

第1表は濃度既知の Fe<sup>+++</sup>, Al<sup>+++</sup> 混合液を本法によって定量した結果を示すものである (3~4 回行った平均値を示す)。

第2表 合成溶液中の Fe<sup>+++</sup>, Al<sup>+++</sup> の定量

No	添加量		実測値	
	Fe <sup>+++</sup> mg	Al <sup>+++</sup> mg	Fe <sup>+++</sup> mg	Al <sup>+++</sup> mg
1	1.118	5.52	1.12	5.53
2	2.24	5.52	2.22	5.51
3	5.59	5.52	5.60	5.54
4	2.24	11.04	2.24	11.08
5	22.4	5.52	22.4	5.51

第2表は多量の MgCl<sub>2</sub>, CaCl<sub>2</sub> (Mg<sup>++</sup> として 100 mg, Ca<sup>++</sup> として 50 mg) と共存する混合液から Fe<sup>+++</sup>, Al<sup>+++</sup> を常法によって分離したものについて定量を行った結果を示すものであるが、いずれも満足すべき結果を得ることができた。

Fe<sup>+++</sup> はキレート滴定では pH 3 位で滴定するのが最適であるが、Al<sup>+++</sup> が多量に存在する場合は影響を受け易いから、pH 1.5~2.2 位で滴定を行う方がよい。また Fe<sup>+++</sup> 単独の場合は pH 1 でも十分滴定可能である。

Al<sup>+++</sup> と EDTA とのキレート生成は常温では反応が遅く加熱することによって、反応を迅速に進めることができるが、この際の指示薬の変色はたとえ滴定の当量点近くで pH を 5 以上に上げて滴定しても紫~黄色に変わる終点が不明瞭であり、さら Fe<sup>+++</sup> にも共存すれば、これの判別は困難である。そのために Cu<sup>++</sup> 溶液で逆滴定を行うのであるが、Al·EDTA より Cu·EDTA の方がキレート生成が高いため、Al<sup>+++</sup> が遊離するおそれがあるが上記 pH では Al<sup>+++</sup> は遊離することはない。

Mg<sup>++</sup>, Ca<sup>++</sup> は pH 5 位では EDTA とはほとんどキレート生成を行わないが、Al<sup>+++</sup> を定量する際に溶液を加熱するため Mg<sup>++</sup>, Ca<sup>++</sup> の一部が EDTA と反応するために、多量の Mg<sup>++</sup>, Ca<sup>++</sup> の存在する時は Fe<sup>+++</sup>, Al<sup>+++</sup> を NH<sub>4</sub>OH で分離しなければならないのである。

5) むすび

従来 Al<sup>+++</sup> の定量法としては良好な方法がなかったが、本法によって Fe<sup>+++</sup> と Al<sup>+++</sup> の同時定量が可能であることが確められ、硫酸礬土等の工業薬品、あるいはセメント等珪酸塩の酸化鉄、アルミナの迅速定量法に应用できることが期待されるのである。(1957.6.4)

文献

- 1) M. Theis; Z. anal. Chem. : 144, 106~8 (1955)
- 2) ibid. 276~8 ( " )
- 3) A. Musil and M. Theis; ibid, 351~3 ( " )

次号予告 (8月号)

解説

摩耗試験における接触電気抵抗測定...松永 正久 伊藤 正義  
 視測ロケット用気圧計としてのピラニ・ゲージ...富永 五郎  
 一サブ・ミニアチュエ管回路の改造とトランジスタ化した回路...岡田 繁

海外事情

欧州雑見 (その4) .....高橋 武雄

研究速報

脂肪酸ビニルエステルとアクリロニトリルとの共重合に関する研究...浅原 照三 (第1報) 三橋 啓了  
 ロケット搭載電子機器のB電源用トランジスタ D.C. コンバータ...高木 昇 石橋 泰雄

正誤表 (6月号)

頁	段	行	種別	正	誤
10	左	25	式(5)の分母	$1 + \frac{J}{J+J_d}$	$1 + \frac{J_d}{J+J_d}$
"	右		第12図	$\frac{1+T'p}{(J+J_d)(1+\alpha'T'p)}$	$\frac{1+T'p}{(J+J_d)(1+\alpha'Tp)}$
"	右	16	本文	$p^2$	$P^2$

予告: 本誌11月号は、ロケット(カップⅢ型)特集号です