

# 分光滴定法による金属標準液の開発

## 多波長測定による滴定の精密化



鈴木 俊宏

すずき としひろ

toshihiro.suzuki@aist.go.jp

計測標準研究部門  
無機分析科 無機標準研究室  
研究員  
(つくばセンター)

入所以来、元素標準液の開発に携わり、SIへのトレーサビリティを念頭に置きながら滴定法、重量分析法および電量滴定法などの研究を行ってきました。今後も信頼できる標準物質の開発に尽力して行きたいと考えています。

### 関連情報：

#### ● 参考 URL

計量標準総合センター  
<http://www.nmij.jp/>

「元素標準液の開発とトレーサビリティ」については、「化学・環境・先端材料の標準」(<http://www.nmij.jp/kenkyu/standardsfield/chemical.html>)で解説されています。

製品評価技術基盤機構 / JCSS (計量法校正事業者登録制度)

<http://www.iajapan.nite.go.jp/jcss/>

#### ● 用語解説

※キレート滴定

金属イオンと、キレート剤とよばれる化合物が、水溶性の安定な錯体を形成する反応を利用して、金属イオンの量を測定すること。

### はじめに

元素標準液（金属標準液や非金属イオン標準液などの単一の元素あるいはイオンの濃度を与えた溶液）は最も基本的な標準物質の1つであり、分析機器の校正などに用いられ、測定される分析値の信頼性を確保することに役立てられています。それらはJCSS（計量法認定事業者登録制度）のもとで国家標準へのトレーサビリティが確保され、供給されています。その出発点となる一次標準液の開発では、SI（国際単位系）にトレーサブルな分析方法による値付けが求められます。滴定法は有力な方法の1つですが、そのような目的で行う滴定は精密に行う必要があります。特に正確な当量点を検出することが重要で、滴定終点の決定は不確かさの大きな要因となり得ます。

### 分光滴定法による精密定量

金属標準液の値付けのためのキレート滴定<sup>\*</sup>は、精製した指示薬などを用いて、それらの添加も厳密に管理された条件下で行い、得られた滴定曲線を反応の理論式に基づいて解析して、正確な当量点を決定します。そのため、まず滴定系内で起こっている反応を正しく理解して反応の理論式を組み立てることが重要になりますが、単一波長により測定した滴定データ（滴定曲線）を用いた解析では、その波長での滴定曲線に寄与の小さい化学種を見落とし、誤った解析を行ってしまう危険性もあります。

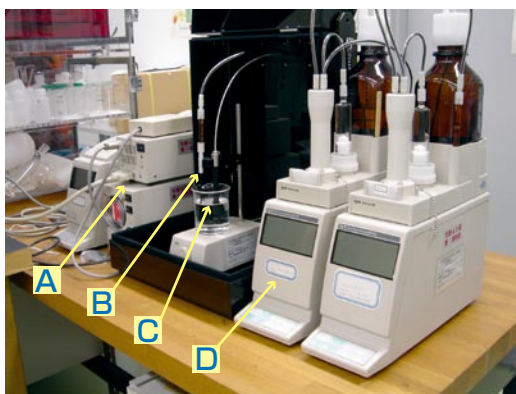


写真 分光滴定装置

A：分光計、B：滴定ノズル、  
C：光度センサ、D：電動ビュレット

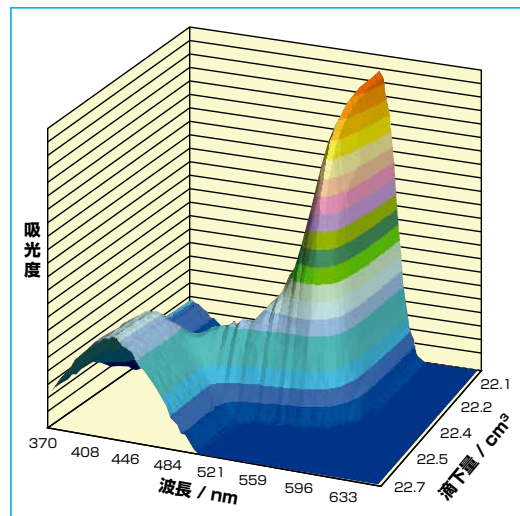


図 亜鉛-EDTA 滴定で得られた3次元滴定データの例

私たちが開発した分光滴定法では、広い波長範囲に渡って滴定中の吸光度変化を測定し、得られた3次元滴定データ（図）を解析して当量点を決定します。そのため、滴定中に起こる反応において、例えば、吸収特性の異なる複数の化学種が反応に関わっていたとしても、広い波長範囲を解析することで、反応に関わる化学種の数やその安定度定数などを決定するのに有利になります。結果として、この方法を使うと、実際とは異なる反応の理論式を当てはめるような間違いが起りにくくなり、より信頼性の高い定量が可能になりました。

これまでに、この方法をイットリウム、スカンジウム、水銀の各標準液の開発に適用し、それぞれの標準液の原料物質の純度評価を行いました。さらに、すでに開発されているいくつかの金属標準液どうしをこの方法で比較し、互いの濃度に整合性があることをこれまでよりも精密に確認することができました。

### 最後に

金属標準液の開発に用いられるSIトレーサブルな分析方法の中でも、滴定法は適用範囲が広く比較的簡便にできる方法なので、今後も、この方法が標準液開発の有力な手段の1つになるものと期待しています。