

酸性鉛および鉛、スズめっき浴の電位差分析

関連

金属、電気めっき産業

A 10

概要

このアプリケーションでは、鉛、スズ(II)、遊離フルオロホウ

酸の電位差測定法について説明します。

装置とアクセサリー

- Titrino または Titrando と Dosino または Dosimat
- マグネティックスターラー
- 交換ユニット (NaOH 用、6.1608.040 PE 試薬ボトル付き)
- 6.0502.140 イオン選択性電極、Cu
- 6.0726.107 Ag/AgCl参照電極(KCl)、[内部液 : c(KCl) = 3 mol/L]
- 6.0255.100 Profitrode (長さ 12.5 cm)、ダブルジャンクションシステムを備えた複合pH 電極
- 6.0431.100 Pt Titrode
- 6.2104.020 および 6.2106.020 Electrode cable、Strand

1、鉛の測定

試薬

- c(Na₂EDTA) = 0.1 mol/L
- 緩衝液 pH = 10;
- 54 g NH₄Cl と 350 mL w(NH₃) = 25% を蒸留水に溶かし、1 L まで満たします。
- Cu(NH₄)₂EDTA、c = 0.1 mol/L (Merck 番号 105217)

分析

ガラスピーカーにめっき浴サンプルの一部 (約 100 mg の Pb を含む) をピペットで取り、蒸留水で約 50 mL まで満たします。

Cu(NH₄)₂EDTA と pH = 10 の緩衝液をそれぞれ 5 mL 加え、攪拌しながら 30 秒間反応させます。その後、滴定装置の MET モードで、Cu ISE に対して c(Na₂EDTA) = 0.1 mol/L で滴定します。予想される滴定液消費量の 50% の開始量で作業します。パラメータ「一時停止」は 30 秒に設定されています。

計算

$$1 \text{ mL} c(\text{Na}_2\text{EDTA}) = 0.1 \text{ mol/L} = 20.72 \text{ mg Pb}$$

$$C00 = \text{サンプル量(mL)}$$

$$C01 = 20.72$$

$$\text{Pb(g/L)} = EP1 * C01 / C00$$

2、スズ(II)の定量

試薬

- ヨウ素溶液、c(I₂) = 0.05 mol/L (0.1 N)
ヨウ化カリウム 25g を蒸留水 40mL に溶解する。ヨウ素 12.7g を加え、振盪しながら溶解させる。最終的に蒸留水で 1L とする。
力価測定 (例 : As(III)に対する滴定)
- w(H₂SO₄) = 30%

分析

ビーカーに蒸留水約50mLとH₂SO₄ 20mLを混合し、窒素置換する。浴試料 2.0mLを加えた後、直ちに（窒素雰囲気下）c(I₂)=0.05 mol/L (Ptティトロード)で滴定する。

- P. W. Wild 最新の電気めっき技術分析 Eugen G. Leuze Verlag, ザウルガウ、1972 年 •
- T.W.ジェリネック 電気技術の分析プロセス オイゲン・G・ロイゼ・フェルラーク、ザウルガウ、1999年 ISBN 3-87-480-135-7

計算

$$1 \text{ mL } c(I_2) = 0.05 \text{ mol/L} = 5.9345 \text{ mg Sn(II)}$$

$$\text{Sn(II)}(\text{g/L}) = EP1 * C01 / C00$$

$$C00 = \text{サンプル量 (2.0 mL)}$$

$$C01 = 5.9345$$

3、遊離フッ化ホウ酸の定量

試薬

- 水酸化ナトリウム溶液、c(NaOH)=1 mol/L

分析

ビーカーに入れた溶液10.0 mLを蒸留水約50 mLで希釈し、c(NaOH)=1 mol/Lで（あまり速く滴定しないように）滴定する。pH 3.2における平坦な電位上昇を評価に用いる（複合pHガラス電極）。

計算

$$1 \text{ mL } c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L} = 87.81 \text{ mg HBF}_4$$

$$\text{遊離フッ化ホウ酸(g/L)} = EP1 * C01 / C00$$

$$C00 = \text{サンプル量 (10.0mL)}$$

$$C01 = 87.81$$

文献

- メトローム アプリケーション ブリテン No. 101 Cu-ISE による錯滴定 メトローム株式会社、ヘリザウ
- メトローム アプリケーション ノート T-21 スズめっき浴中の Sn(II) と硫酸 メトローム株式会社、ヘリザウ
- メトローム アプリケーション ノート T-24 アルカリめっき浴中の カドミウム、銅、鉛、または亜鉛の金属含有量 メトローム株式会社、ヘリザウ

パラメーター

```
'pa
736 GP Titrimo          04268    736.0011
date 15-01-09           time 08:30      7
MET U                  Pb++
parameters
>titration parameters
  V step             0.10 ml
  titr.rate          max. ml/min
  signal drift       50 mV/min
  equilibr.time     26 s
  start V:          abs.
  start V            3 ml
  dos.rate           max. ml/min
  pause              30 s
  dos.element:      internal D0
  meas.input:        1
  temperature        25.0 °C
>stop conditions
  stop V:           abs.
  stop V             6 ml
  stop U             OFF mV
  stop EP             9
  filling rate       max. ml/min
>statistics
  status:           OFF
>evaluation
  EPC                5 mV
  EP recognition:   greatest
  fix EP1 at U      OFF mV
  pK/HNP:           OFF
>preselections
  req.ident:        OFF
  req.smpl size:   OFF
  activate pulse:  ON
  =====
```

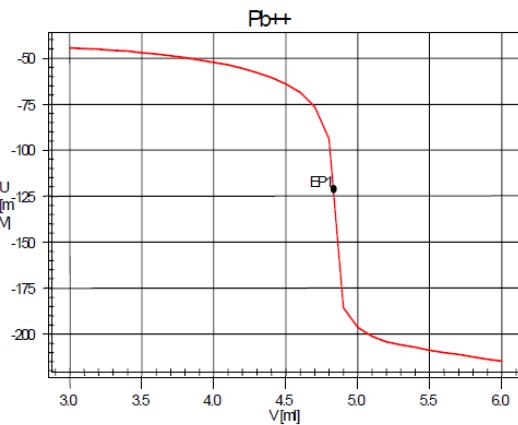


図1：鉛測定のためのパラメータ レポート

図2：鉛の滴定曲線

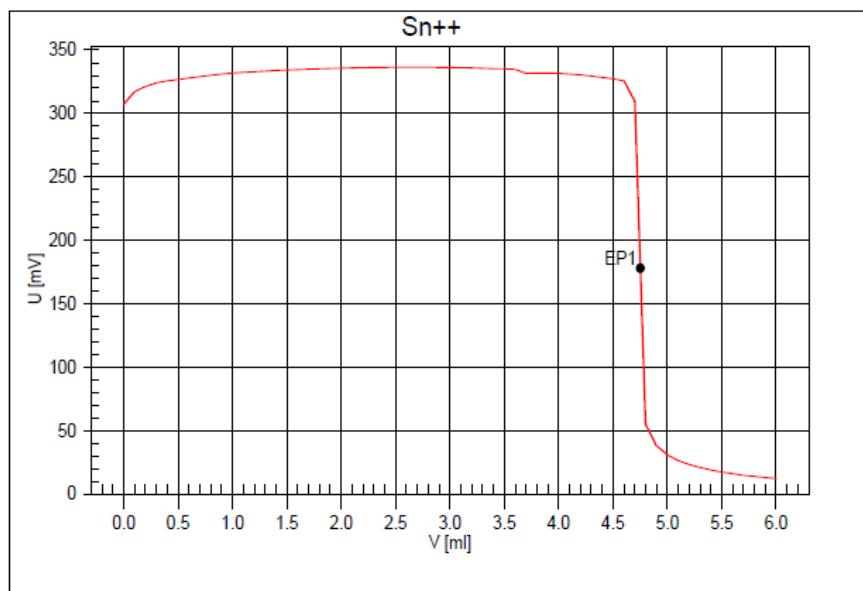


図3：Sn(II)の滴定曲線

```
'pa
736 GP Titrino      04268    736.0011
date 15-01-18      time 09:53      10
DET pH           HBF4
parameters
>titration parameters
meas.pt.density      4
min.incr.          10.0 µl
titr.rate          max. ml/min
signal drift        50 mV/min
equilibr.time       20 s
start V:            OFF
pause               0 s
dos.element:       internal D0
meas.input:         1
temperature         25.0 °C
>stop conditions
stop V:             abs.
stop V              8 ml
stop pH             OFF
stop EP              9
filling rate        max. ml/min
>statistics
status:             OFF
>evaluation
EPC                 5
EP recognition:     all
fix EP1 at pH       3.2
fix EP2 at pH       OFF
pK/HNP:             OFF
>preselections
req.ident:          OFF
req.smpl size:      OFF
activate pulse:     OFF
=====
=====
```

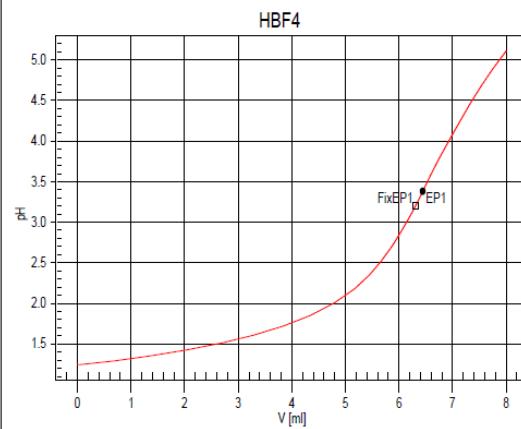


図4：遊離フッ化ホウ酸測定のパラメータレポート

図5：遊離フッ化ホウ酸の滴定曲線