

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

- Titrimo または Titrimo 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

- $c(\text{Na}_2\text{EDTA}) = 0.1 \text{ mol/L}$
- 緩衝液 $\text{pH} = 10$;
54 g NH_4Cl と 350 mL $w(\text{NH}_3) = 25\%$ を蒸留水に溶かし、1 L まで満たします。
- $\text{Cu}(\text{NH}_4)_2\text{EDTA}$ 、 $c = 0.1 \text{ mol/L}$ (Merck 番号 105217)

分析

ガラスビ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。

$\text{Cu}(\text{NH}_4)_2\text{EDTA}$ と $\text{pH} = 10$ の緩衝液をそれぞれ 5 mL 加え、撹拌しながら 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 $c(\text{Na}_2\text{EDTA}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 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、 $c(\text{I}_2) = 0.05 \text{ mol/L}$ (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)
- $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 30\%$

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） $c(I_2) = 0.05 \text{ mol/L}$ （Ptティトロード）で滴定する。

計算

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

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

$$C00 = \text{サンプル量 (2.0 mL)}$$

$$C01 = 5.9345$$

- 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

3、遊離フッ化ホウ酸の定量

試薬

- 水酸化ナトリウム溶液、 $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$

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、 $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 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

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

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

$$C00 = \text{サンプル量 (10.0mL)}$$

$$C01 = 87.81$$

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
=====
```

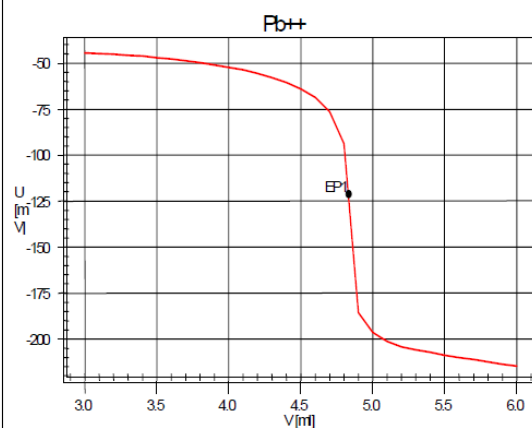


図1：鉛測定のためのパラメータ レポート

図2：鉛の滴定曲線

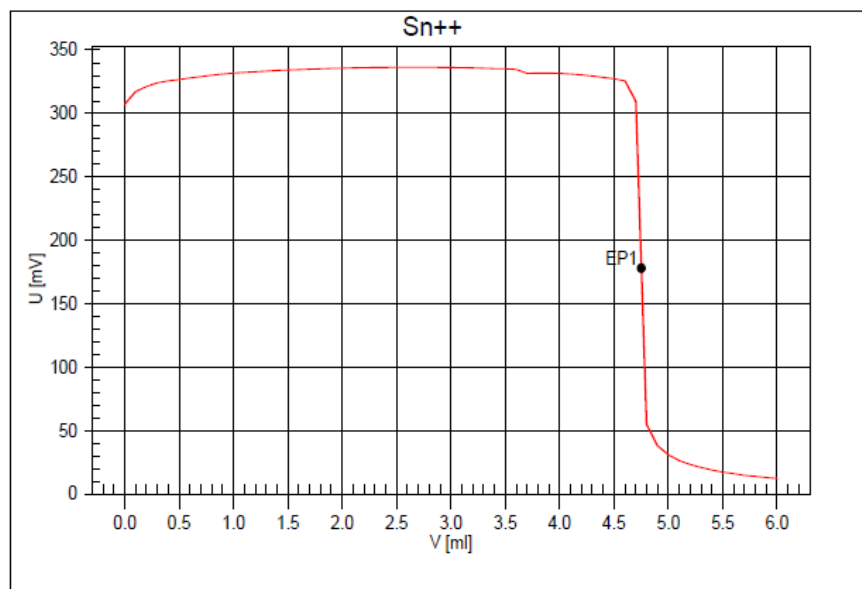


図3：Sn(II)の滴定曲線

```
'pa
736 GP Titrimo      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
=====
```

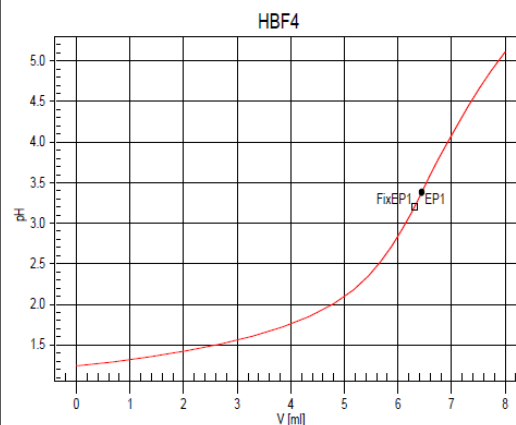


図4：遊離フッ化ホウ酸測定のパラメータレポート

図5：遊離フッ化ホウ酸の滴定曲線