

Application Bulletin

関連:

金属、電気めっき

A 10

ニッケルめっき浴中の遊離ホウ酸および テトラフルオロホウ酸の滴定法

概要

このアプリケーションは、ニッケルめっき浴中の遊離ホウ酸および遊離テトラフルオロホウ酸の同時電位差滴定法について述べる。マンニトールを添加した後、形成されたマンニトール錯体を水酸化ナトリウム溶液で滴定する。定量はめっき浴試料中で直接行うため、ニッケルなどの金属イオンは測定に影響を及ぼさない。

装置とアクセサリー

- 702 SET/MET Titrino、716 DMS Titrino、736 GP Titrino、751 GPD Titrino、785 DMP Titrino、または796 Titroprocessor (700 Dosinoまたは685 Dosimat付き)
- 2.728.0040 マグネティックスターラー
- 6.3014.223 交換ユニット
- 6.0222.100 複合LL pHガラス電極 (6.2104.020 電極ケーブル付き) 702 SET/MET Titrino, 716 DMS Titrino, 736 GP Titrino, 751 GPD Titrino or 785 DMP Titrino or 796 Titroprocessor with 700 Dosino or 685 Dosimat
- 2.728.0040 マグネチックスターラー
- 6.3014.223 Exchange Unit
- 6.0222.100 combined LL pH glass electrode with 6.2104.020 electrode cable

試薬

- 滴定液：水酸化ナトリウム溶液、 $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ (またはより希釀したもの)
- D-マンニトール溶液、w(マンニトール) = 蒸留水で10%

分析

規定量のサンプルをプラスチックビーカーにピペットで取り、蒸留水 30 mL と w(マンニトール) = 10% 10 mL を加え、 $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ で滴定します。

計算

2つの当量点が得られ、最初の当量点は HBF₄ 含有量に対応し、2番目の当量点と最初の当量点の差は H₃BO₃ 含有量に対応します。

1mL c(NaOH) = 0.1 mol/L は 8.781 mg の HBF₄ または 6.183 mg の H₃BO₃ に相当する。

$$\text{HBF}_4(\text{g/L}) = \text{EP1} * \text{C01} / \text{C00}$$

$$\text{H}_3\text{BO}_3 (\text{g/L}) = (\text{EP2} - \text{EP1}) * \text{C02} / \text{C00}$$

EP1 = 最初のEPに達するまでの滴定量 (mL)

EP2 = 2番目のEPに達するまでの滴定量 (mL)

C00 = サンプル量 (mL)

C01 = 8.781

C02 = 6.183

滴定例

```
'pa
736 GP Titrino      04268  736.0011
date 99-12-17       time 14:56      9
DET pH              AB 195
parameters
>titration parameters
meas.pt.density      4
min.incr.            10.0 µl
titr.rate             max. mL/min
signal drift          20 mV/min
equilibr.time         38 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                4 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         OFF
pK/HNP:               OFF
>preselections
req.ident:            OFF
req.smpl size:        value
activate pulse:       OFF
=====
```

```
'fm
736 GP Titrino      04268  736.0011
date 99-12-17       time 14:56      9
DET pH              AB 195
>calculations
HBF4=EP1*C01/C00;2;g/l
H3BO3=(EP2-EP1)*C02/C00;2;g/l
C00=                 0.250
C01=                 8.781
C02=                 6.183
=====
```

図1: 遊離ホウ酸およびテトラフルオロホウ酸の測定のためのパラメータ設定と計算式。

```
'fr
736 GP Titrino          04268   736.0011
date 99-12-17      time 14:56       9
pHc(init)      3.10      DET pH     AB 195
smp1 size      0.250 ml
EP1           0.834 ml        4.19
EP2           2.786 ml        8.34
HBF4          29.29 g/l
H3BO3         48.28 g/l
stop V reached
=====
=====
```

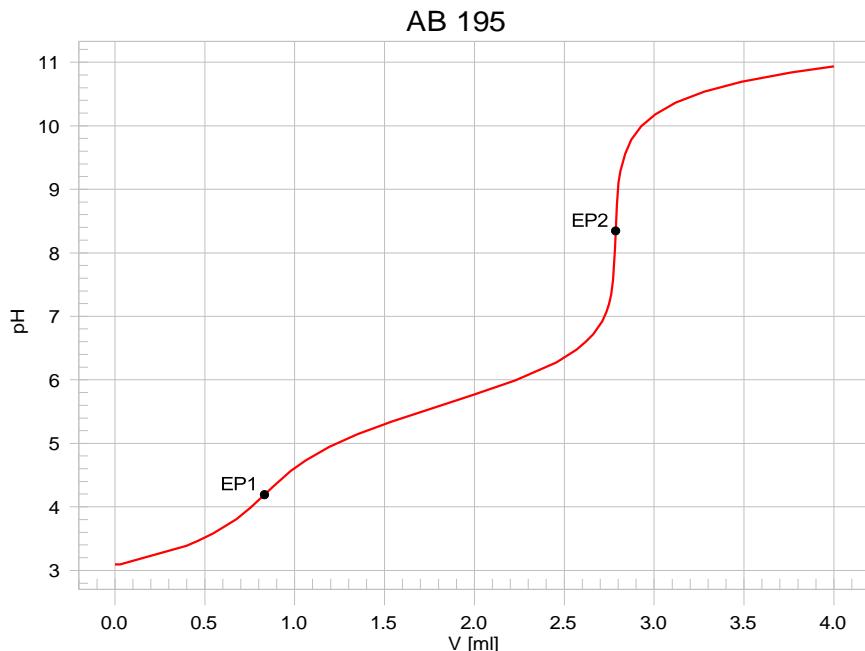


図2：ニッケルめっき浴中の遊離ホウ酸およびテトラフルオロホウ酸の測定の結果プロックと滴定曲線。

文献

- E. Scholz
フッ化ホウ素浴およびその他のフッ化ホウ素溶液の分析
Galvanotechnik 66 (1975) 811–819.
- D. Strohm
ガルバニックニッケル浴を例にした複雑な滴定の自動化
GIT 32 (1988) 369–373.