

アプリケーションノート

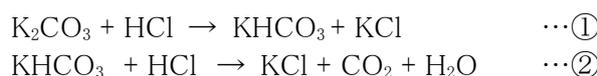
銀めっき液中の炭酸カリウムの定量

関連業種	:	金属
使用装置	:	電位差自動滴定装置
測定手法	:	電位差滴定法/中和滴定
関連規格	:	

1. 概要

銀めっき液には添加物として炭酸カリウムが含まれます。炭酸カリウムの主な役割は導電率を高めることです。炭酸カリウムは、空気中の二酸化炭素の吸収によって徐々に濃度が増加します。濃度が適切である場合は、導電率向上に寄与しますが、過剰になると電流効率の低下、粘度の上昇といった問題を生じます。そのため、炭酸カリウムの濃度が基準値を超えないように管理する必要があります。本アプリケーションでは、銀めっき液中の炭酸カリウムの濃度を測定した例を紹介します。

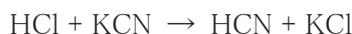
銀めっき液中には炭酸カリウム以外の塩基として、水酸化カリウム、シアン化カリウムが含まれます。塩酸で滴定すると、炭酸カリウムは以下のように二段階で中和されます。



滴定曲線には二か所の変曲点が現れ、一か所は炭酸カリウムの一段目(反応式①)、シアン化カリウム、水酸化カリウムの中和当量点に対応します。二か所目の変曲点は、炭酸カリウムの二段目(反応式②)の中和当量点に対応します。そのため、第二当量点までの滴定量と第一当量点までの滴定量の差から、炭酸カリウムの濃度を求めることができます。

2. 測定上の注意点

塩酸で滴定すると、以下のようにシアン化カリウムが中和され、シアン化水素が発生します。



シアン化水素は毒性が強いため、滴定は局所排気装置内で行ってください。

3. 分析終了後の処置

内部液の流出および濃縮を抑制するため、電極保管時は内部液充填口をゴム栓で密栓してください。

ガラス電極は、乾燥状態で保管すると性能の低下が早まります。以下の保管方法を推奨します。

- ・短期的な保管(一か月未満)…純水に浸漬させて保管。
- ・長期的な保管(一か月以上)…pH4 標準液と 3.3mol/L 塩化カリウム水溶液を 1:1 の体積比で混合した溶液に浸漬させて保管。

4. 装置構成

- ・電位差自動滴定装置(標準プリアンプリファイアSTD)
- ・複合ガラス電極(内部液:3.3mol/L 塩化カリウム水溶液)
- ・温度補償電極

5. 試薬

滴定液:0.5mol/L 塩酸水溶液

6. 分析手順

- 1) 純水で試料を正確に10倍に希釈します。
- 2) 希釈後の溶液5mLをビーカに正確に採取します。
- 3) 純水100mLを加えます。
- 4) 0.5mol/L 塩酸水溶液で滴定し、第一当量点および第二当量点に対応する変曲点を終点とします。

7. 計算式

$$\text{炭酸カリウム(g/L)} = (\text{EP2} - \text{EP1}) \times \text{TF} \times \text{C1} \times \text{K1} / (\text{S} \times \text{R})$$

EP1	= 第一終点滴定量 (mL)
EP2	= 第二終点滴定量(mL)
TF	= 滴定液のファクタ 1.0033)
C1	= 濃度換算係数(69.1)
K1	= 単位換算係数(1)
S	= 希釈後の試料の採取量(mL)
R	= 希釈係数(0.1)

8. 測定例

—滴定装置の設定—

〈滴定モード〉	: 自動間欠	〈制御パラメータ〉	
〈滴定様式〉	: 自動終点停止	終点検出数	: 2
〈滴定パラメータ〉		終点判断方法	: 自動
最大滴定量	: 30mL	ゲイン	: 1
検出方法	: ch1, pH	データ採取条件	: 自動
滴定前の待ち時間	: 0s	制御速度モード	: 標準
定量注入モード	: しない	その他の制御	: 標準
		スターラスピード	: 4

(上記の設定は一例です。機種によっては設定項目が異なる場合があります。)

—滴定曲線の一例—

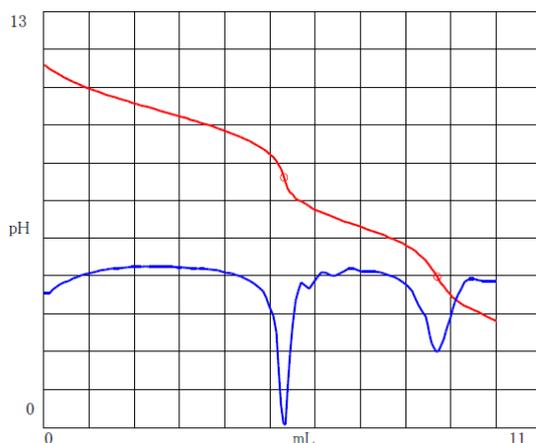


Table 1 銀めっき液中の炭酸カリウムの測定結果

	採取量(mL)※	第一終点の 滴定量(mL)	第二終点の 滴定量(mL)	炭酸カリウム(g/L)
1	5	5.3128	8.7090	470.90
2	5	5.3136	8.7239	472.86
3	5	5.3141	8.7216	472.47
平均	-	-	-	472.08
標準偏差	-	-	-	1.04
RSD(%)	-	-	-	0.22

※希釈後の試料の採取量を記載しました。

9. まとめ

RSD値(相対標準偏差)は1%未満となり、良好な精度が得られました。弊社の電位差滴定装置により、銀めっき液中の炭酸カリウムの測定が可能です。