

非鉄金属

メッキ液中のニッケル

電位差自動滴定装置

Automatic Potentiometric Titrator

キレート滴定

規格

1.概要

メッキ液中のニッケルの定量は、試料に純水と緩衝液を加えた後、0.1mol/L EDTA溶液にて滴定し、指示薬の変色により得られた滴定曲線上の変曲点を終点とします。

EDTA溶液の滴定量からニッケル濃度を算出します。

2.参考文献

- | | | |
|--------------------------|----------|----------|
| 1) 「めっき教本」 | 電気鍍金研究会編 | 日刊工業新聞社 |
| 2) 「キレート滴定法」 | 上野景平 | 南江堂 |
| 3) 「定量分析の実験と計算」(2 容量分析法) | 高木誠司 | 共立出版株式会社 |

3.測定上の注意点

- 1) 薬品の取扱いには十分注意し、換気できる場所かドラフト内で行ってください。
- 2) キレート滴定は、pHにより試料と滴定液の反応性が変化しますので、pHを最適に調整して滴定を行ってください。

4.分析終了後の処置

光度センサは、エタノール、純水の順に洗浄を行ってください。

5.装置構成

本体 : 電位差自動滴定装置 (オプション 光度滴定用プリアンプリファイア PTA-)
電極 : オプション 光度センサ

6.試薬

滴定液 : 0.1mol/L EDTA溶液 (f=1.00)
添加試薬 : 純水, 緩衝液(塩化アンモニウム, アンモニア水)
指示薬 : MX指示薬

7.分析手順

—準備—

1) 塩化アンモニウム140g, アンモニア水95mLと純水1800mLを混合して、緩衝液を調製します。

—測定—

- 1) 試料1.0mLを100mLビーカーに採取します。
- 2) 純水50mLを加えます。
- 3) 緩衝液24mLを加えます。
- 4) MX指示薬を加えます。
- 5) 0.1mol/L EDTA溶液を用いて滴定を行い、ニッケル濃度を求めます。

8.計算式

ニッケル濃度(g/L) = (EP1 - BL1) × FA1 × C1 × K1 / SIZE

EP1 : 滴定量(mL)
BL1 : ブランク値(0.00mL)
FA1 : 滴定液のファクタ(1.00)
C1 : 濃度換算係数(5.87mg/mL)
K1 : 単位換算係数(1)
SIZE : 試料採取量(mL)

9.測定例

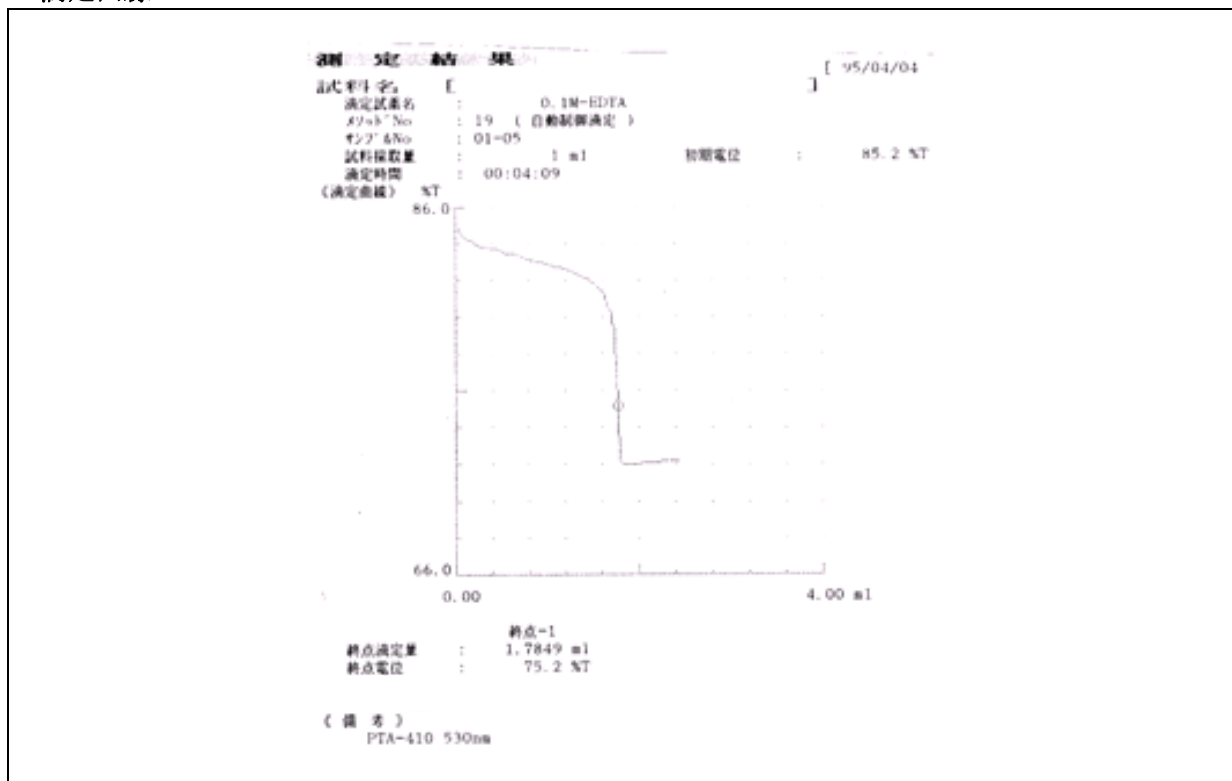
-測定環境-

室温 : 25 °C	湿度 : 50 %	天気 : 晴れ
------------	-----------	---------

-測定パラメータ-

[滴定パラメータ]			
滴定モード	: 自動制御滴定	滴定プリアンプの単位	: %T
滴定様式	: 自動終点停止	滴定ビュレットの最大滴定量	: 20.0mL
滴定ビュレット	: 01	自動スターラ制御	: しない
滴定試薬名	: EDTA	滴定前の待ち時間	: 0s
滴定検出器番号	: 3	滴定方向	: Auto
[制御パラメータ]			
終点検出数	: 1	データ採取する電位	: 2.0mV
自動再終点検出	: しない	データ採取する滴定量	: 0.1mL
終点判断値 (電位差)	: 30.0	変曲点間の分離電位の設定	: しない
終点判断値 (微分差)	: 100.0	変曲点間の分離電位	: 0.0%T
滴定過剰量	: 0.0mL	終点電位の設定	: しない
ゲイン	: 1	終点電位	: 0.0%T
制御速度	: 0.5		

-滴定曲線-



(上記測定パラメータと滴定曲線は AT-410 の場合です)

—測定結果—

n	採取量 (mL)	ニッケル濃度 (g/L)
1	1.0	10.477

* 上記結果はサンプルを 1 回測定した結果です。

10.まとめ

メッキ(鍍金、とぎん とも、英語:plating)とは、金属などの材料の表面に、金属の薄膜を被覆した表面処理、あるいはその方法を指します。この作業のときに用いるのがメッキ液です。

ニッケル (Nickel) は、原子番号は28, 元素記号はNiです。耐食性が高いためめっきに用いられ、ステンレス鋼や硬貨などの原料としても使用されています。

今回の試料においても、滴定曲線は指示薬の変色を明瞭に検出しています。

電位差自動滴定装置を使用することによって、より安定した測定が可能になります。