

非鉄金属

電解着色液中の硫酸ニッケル

電位差自動滴定装置

Automatic Potentiometric Titrator

キレート滴定

規格

1.概要

電解着色液中の硫酸ニッケル濃度の定量は、試料に純水と28% アンモニア水を加えた後、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溶液の滴定量から硫酸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 (フィルタ波長 630nm)

6.試薬

滴定液 : 0.1mol/L EDTA溶液 (f=1.003)
添加試薬 : 純水, 28% アンモニア水
指示薬 : MX指示薬

7.分析手順

—測定—

- 1) 試料10.0mLを200mLビーカーに採取し、純水100mLを加えます。
- 2) 28% アンモニア水10.0mLを加えます。
- 3) MX指示薬0.02gを加えます。
- 4) 0.1mol/L EDTA溶液を用いて滴定を行い、硫酸ニッケル濃度を求めます。

8.計算式

硫酸ニッケル濃度(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(1.003)
C1 : 濃度換算係数(26.2718mg/mL)
(0.1mol/L EDTA溶液1mL ≡ 26.2718mg NiSO₄·6H₂O)
K1 : 単位換算係数(1)
SIZE : 試料採取量(mL)

9.測定例

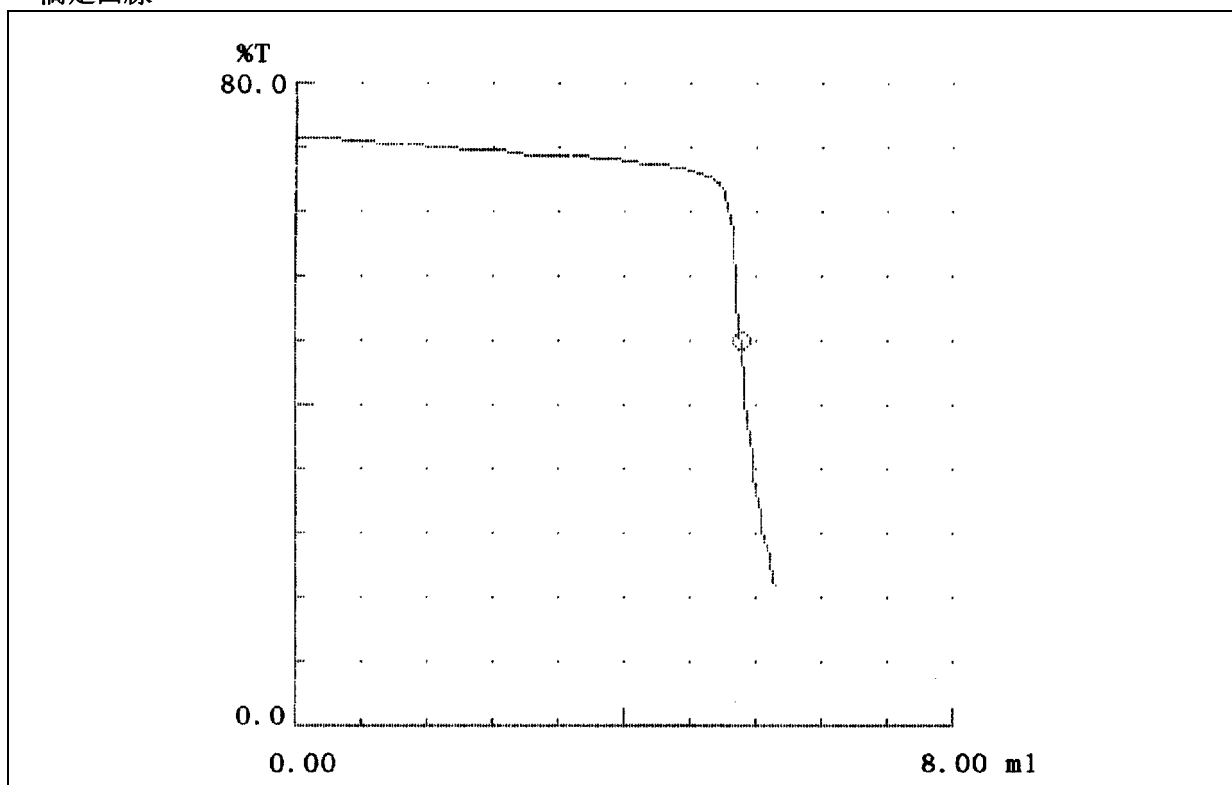
-測定環境-

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	: 自動間欠滴定	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	: 4.0mV
自動再終点検出	: しない	安定判断制限時間	: 1s
終点判断値 (電位差)	: 50.0	データ採取する滴定量	: 0.1mL
終点判断値 (微分差)	: 100.0	変曲点間の分離電位の設定	: しない
滴定過剰量	: 0.0mL	変曲点間の分離電位	: 0.0%T
ゲイン	: 1	終点電位の設定	: しない
		終点電位	: 0.0%T

-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)	硫酸ニッケル濃度 (g/L)	硫酸ニッケル濃度の統計処理結果	
1	10.0	143.44	平均値	142.50 g/L
2		142.22	標準偏差	0.83 g/L
3		141.85	相対標準偏差	0.58 %

*上記結果は同一サンプルを3回測定した結果です。

10.まとめ

電解液 (Electrolyte Solution) とはイオン性物質を水などの極性溶媒に溶解させて作った電気伝導性を有する溶液をさします。電解質溶液ともいい、英語ではIonic solutionということもあることから、イオン溶液とも呼ばれることもあります。狭義には、電池や電気メッキ槽にいれる電解質水溶液をさします。

硫酸ニッケル (nickel sulfate) は組成式 NiSO_4 で表わされるニッケルイオンと硫酸イオンのイオン化合物です。6水和物は緑色の針状の固体です。

今回の試料においても、測定結果より相対標準偏差が0.6%と良好な繰返し再現性が得られています。

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。