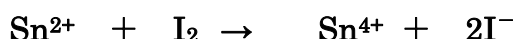


めっき液
エッチング液はんだめっき液中のスズ (Sn²⁺) の定量

1. 測定の概要

はんだめっき液中のスズ (Sn²⁺) をヨウ素による酸化還元滴定によって定量します。はんだめっき液には二価のスズ、四価のスズ、および酸などが含まれています。ヨウ素は、二価のスズに対して酸化剤として作用します。二価のスズは、大気中の酸素によって容易に酸化されて四価のスズとなるので炭酸ガスまたは窒素ガス雰囲気中で滴定すると良い結果が得られます。



本稿では、炭酸水素ナトリウムの分解によって発生する炭酸ガス雰囲気中に試料を加えヨウ素滴定液によって滴定した例について紹介します。

2. 装置構成および試薬

(1) 装置構成

本体	:	平沼自動滴定装置	COMシリーズ
電極	:	白金電極	PT-301
	:	比較電極	RE-201

※上記以外の電極として、以下の電極も使用可能です。

- ・PR-701B (白金比較複合電極)
- ・PT-301 (白金電極) と GR-501B (ガラス比較電極) の組み合わせ

(2) 試薬

滴定液	:	0.05mol/L ヨウ素標準液
添加液	:	硫酸 (1+2)
	:	純水 100mL に硫酸 50mL を攪拌しながら少量ずつ加えて調製したもの。
	:	5%炭酸水素ナトリウム溶液
	:	炭酸水素ナトリウム 25 g を純水に溶解して 500mL に調製したもの。

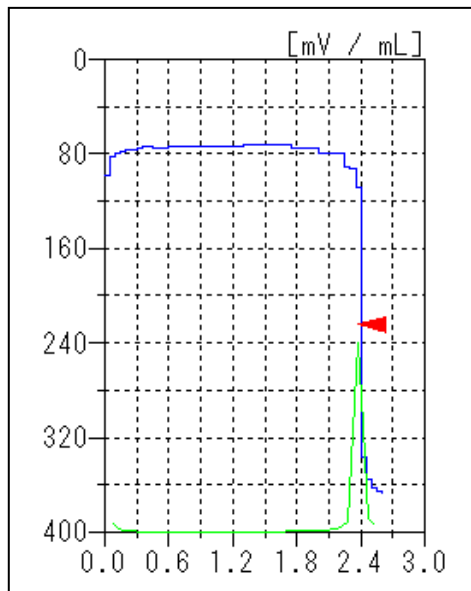
3. 測定手順

- ① 100mL ビーカに純水を 30mL 入れます。
- ② 硫酸 (1+2) を 5mL 加えます。
- ③ 5%炭酸水素ナトリウム溶液を 20mL 加えます。(激しく発泡するため、注意しながら加えます。)
- ④ 試料 1mL をホールピペットで採取し、ビーカに加えます。
- ⑤ 電極を浸漬し、0.05mol/L ヨウ素標準液で滴定を行ないます。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	5
メソッド	変曲点検出	S:試料量	1 mL	山越タイマ	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	5
アンプ No.	2	M:滴定液濃度	0.05 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F:ファクタ	1.007	待ち時間	3 秒
スタートタイマ	5 秒	K:係数 1	118.7	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
検出開始 mL	0.1 mL	結果単位	g/L	最小滴加量	40
検出感度	300	計算式	$(D-B)*K*F*M/S$		
過滴加 mL	0.3 mL	小数点以下桁数	3		
最大滴加 mL	20 mL	滴定液名	0.05M I		
		電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		



滴定曲線例

測定結果

測定回数	試料量 (mL)	滴定値 (mL)	スズ(II)イオン 濃度(g/L)
1	1	2.376	14.200
2	1	2.405	14.374
3	1	2.376	14.200
		平均値	: 14.3 g/L
統計計算		標準偏差	: 0.1005 g/L
		変動係数	: 0.70 %

5. 摘要

測定精度を改善するには、下記の点に注意して測定するとよい結果が得られます。

① 二価のスズの空気酸化による影響

二価のスズは、容易に空気酸化を受けてその濃度が減少するため、除酸素した雰囲気での測定が必要となります。本稿では、炭酸水素ナトリウムの分解によって発生した二酸化炭素で二価スズの酸化を防止して測定しました。

② 妨害成分の影響

はんだめっき液中には、四価スズ、二価鉛および酸類が含まれています。これらの成分は、測定への妨害とはなりません。しかし、チオ硫酸ナトリウム、亜硫酸ナトリウムなどの還元剤はヨウ素と反応し、正の誤差を与えます。

キーワード：はんだめっき液、スズ(II)、ヨウ素、酸化還元滴定

※装置のオプション構成によっては、測定できない場合があります。