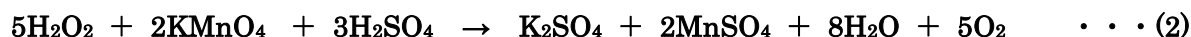
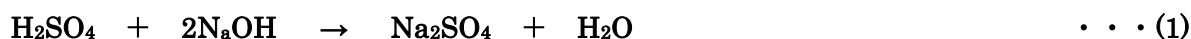


HIRANUMA APPLICATION DATA	滴定データ COMシリーズ	データNo	E9	'18/11/28
めっき液 エッチング液	エッチング液中の過酸化水素と硫酸の定量			

1. 測定の概要

硫酸-過酸化水素エッチング液は、銅の表面洗浄用(ソフトエッチング)やハーフエッチング用として使用され、硫酸および過酸化水素を主成分とするものです。含有する過酸化水素が自然に分解しやすい性質から、一定のエッチング速度を維持するためには、硫酸と過酸化水素の濃度を測定して、適切に硫酸と過酸化水素を濃度管理することが重要です。

本稿では、まず、水酸化ナトリウム標準液による中和滴定で硫酸を定量します(式 1)。引き続き、硫酸溶液を加えて酸性とし、過マンガン酸カリウム標準液による酸化還元滴定で過酸化水素を定量する(式 2)例についてご紹介します。



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
オプション	: ビュレット、ビュレットヘッドおよび簡易分注器	各1台
電極	: ガラス比較複合電極	GR-501B IE-1 へ接続
	: 白金電極	PT-301 IE-3 へ接続

(2) 試薬

滴定液	: 0.1mol/L 水酸化ナトリウム標準液(硫酸測定用)
	: 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム標準液(過酸化水素測定用)
添加液	: 硫酸(1+9) 10mL(pH 調整用)

3. 測定手順

- ① 試料 1mL をホールピペットで採取し、200mL ビーカーに入れます。
- ② 純水を約 100mL 加えます。
- ③ 電極を浸漬し、0.1mol/L 水酸化ナトリウム標準液で滴定を行ないます。
- ④ ③の滴定終了後、硫酸(1+9)10mL を自動分注します(オプションの簡易分注器)。
- ⑤ 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム標準液で滴定を行ないます(オプションのビュレット)。

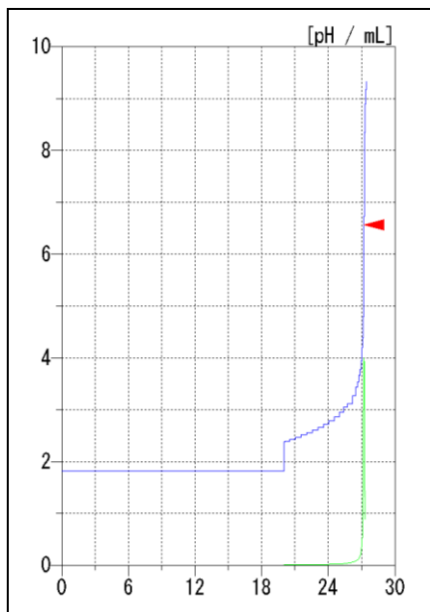
4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

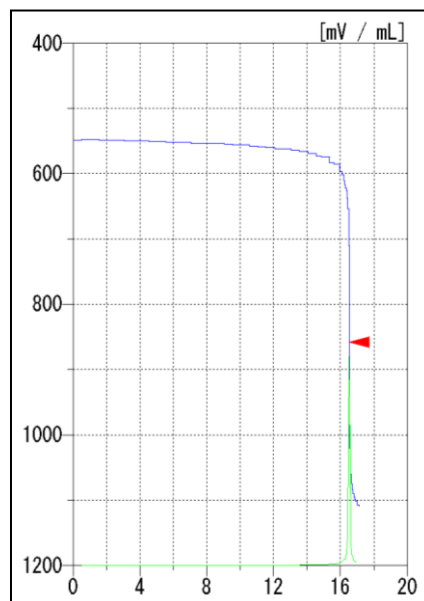
①硫酸の滴定			
コンディションNo.	1	コンスタントNo.	1
メソッド	変曲点検出	制御モードNo.	20
ビュレットNo.	1	S:試料量	1.0000 mL
アンプNo.	1	B:ブランクmL	0.0000 mL
表示単位	pH	M:滴定液濃度	0.1000 mol/L
スタートタイマ	10 秒	F:ファクタ	1.0040
連続滴加 mL	20 mL	K:係数1	49.040
反応タイマ	15 秒	L:係数2	0.000
検出開始 mL	0.5 mL	結果単位	g/L
検出感度	1000	計算式	(D-B)*K*F*M/S
過滴加 mL	0.2 mL	小数点以下桁数	4
最大滴加mL	40 mL	自動入力先パラメータ	無し
			0.05 mL
②硫酸(1+9)の分注			
コンディションNo.	2		
メソッド	分注		
ビュレットNo.	2		
スタートタイマ	0 秒		
分注量	10 mL		
③過酸化水素の滴定			
コンディションNo.	3	コンスタントNo.	3
メソッド	変曲点検出	制御モードNo.	5
ビュレットNo.	3	S:試料量	1.0000 g
アンプNo.	3	B:ブランクmL	0.0000 mL
表示単位	mV	M:滴定液濃度	0.0200 mol/L
スタートタイマ	10 秒	F:ファクタ	1.0050
連続滴加 mL	0.5 mL	K:係数1	85.040
反応タイマ	60 秒	L:係数2	0.000
検出開始 mL	0.5 mL	結果単位	g/L
検出感度	1000	計算式	(D-B)*K*F*M/S
過滴加 mL	0.5 mL	小数点以下桁数	4
最大滴加mL	20 mL	自動入力先パラメータ	無し
			0.05 mL

測定結果

測定回数	試料量 (mL)	滴定値 (mL)	硫酸 (g/L)	滴定値 (mL)	過酸化水素 (g/L)
1	1.0000	27.155	133.701	16.479	28.1676
2	1.0000	27.182	133.834	16.492	28.1898
3	1.0000	27.197	133.908	16.523	28.2428
		平均値	133.81 g/L	平均値	28.20 g/L
統計計算結果		標準偏差	0.10 g/L	標準偏差	0.04 g/L
		変動係数	0.08 %	変動係数	0.14 %



硫酸の測定



過酸化水素の測定

滴定曲線例

5. 摘要

本稿では、試料に銅イオン(Cu^{2+})が共存するため、過酸化水素の滴定には過マンガン酸カリウム標準液を用いました。試料に銅イオン(Cu^{2+})や鉄イオン(Fe^{3+})などのヨウ素イオンを酸化する物質が含まれていない場合には、チオ硫酸ナトリウム標準液を滴定液とするヨードメトリーによって過酸化水素を定量することも可能です。

キーワード：エッチング液、硫酸、中和滴定、過酸化水素、酸化還元滴定、過マンガン酸カリウム