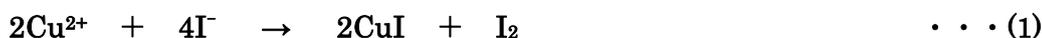


HIRANUMA APPLICATION DATA		滴定データ COMシリーズ	データNo	E11	13/9/9
めっき液 エッチング液	硫酸銅めっき液中の銅の定量				

1. 測定の概要

硫酸銅めっきは装飾や防食めっきの下地めっき、プリント基板上のめっきなどに広く使用されています。硫酸銅の濃度管理項目としては主に硫酸および銅があげられます。本稿では硫酸銅めっき液中の銅を酸化還元滴定によって定量した例をご紹介します。

酸性の試料にヨウ化カリウムを加えると、ヨウ素イオンが銅イオンによって酸化されてヨウ素が遊離します(式1)。この遊離したヨウ素をチオ硫酸ナトリウム標準液で滴定することにより(式2)銅を定量します。



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	:	0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液
添加剤	:	ヨウ化カリウム

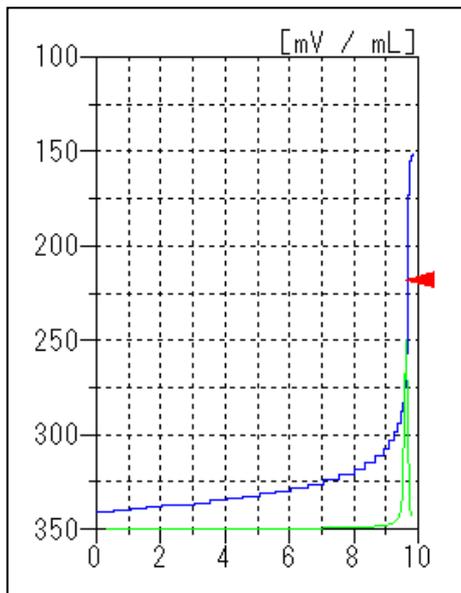
3. 測定手順

- ① 試料 1mL をホールピペットで採取し、100mL ビーカに入れます。
- ② 純水を約 50mL 加えます。
- ③ ヨウ化カリウムを約 2g 加えます。
- ④ 電極を浸漬し、0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液で滴定を行いません。

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	0.1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F:ファクタ	1.005	待ち時間	3 秒
スタートタイマ	30 秒	K:係数 1	63.546	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 mL	結果単位	g/L	最小滴加量	40
検出感度	200	計算式	$(D-B)*K*F*M/S$		
過滴加 mL	0.2 mL	小数点以下桁数	3		
最大滴加 mL	20 mL	滴定液名			
		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)	銅濃度 (g/L)
1	1	9.623	61.456
2	1	9.622	61.450
3	1	9.632	61.514
		平均値	: 61.5 g/L
統計計算		標準偏差	: 0.0353 g/L
		変動係数	: 0.06 %

5. 摘要

(1) 硫酸と銅の連続測定について

本稿では酸化還元滴定によって銅を定量しました。硫酸銅めっき液の他の分析成分として、硫酸の定量があります。硫酸は水酸化ナトリウム標準液による中和滴定で定量できます。なお、本装置にオプションのビュレット1台および分注器2台を増設することにより、硫酸の中和滴定（ビュレット①）、硫酸およびヨウ化カリウム溶液の分注（分注器①および②）、銅の酸化還元滴定（ビュレット②）の連続測定を行なうことが可能です。本測定にはガラス比較電極（GR-501B）と白金電極（PT-301）が必要です。

キーワード：硫酸銅めっき液、銅、ヨウ化カリウム、チオ硫酸ナトリウム、酸化還元滴定