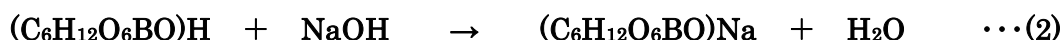


無機酸・混酸

めっき液中のホウ酸の定量

1. 測定の概要

めっき液中のホウ酸を、中和滴定によって定量します。ホウ酸は、弱酸のため直接中和滴定によって滴定することはできません。本稿では、試料溶液に D(-)-マンニトール（マンニット）を加え、ホウ酸に当量の有機酸を生成させ、水酸化ナトリウム標準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	:	ガラス電極	GE-101B
		比較電極	RE-201

※ガラス電極および比較電極の代わりに、ガラス比較複合電極も使用可能です。
ガラス比較複合電極としては以下のようなものがあります。

- ・ GR-501B(固定スリーブ型)
- ・ GR-511B(可動スリーブ型)

(2) 試薬

滴定液	:	0.1mol/L 水酸化ナトリウム標準液
添加液	:	20%マンニット溶液 10mL

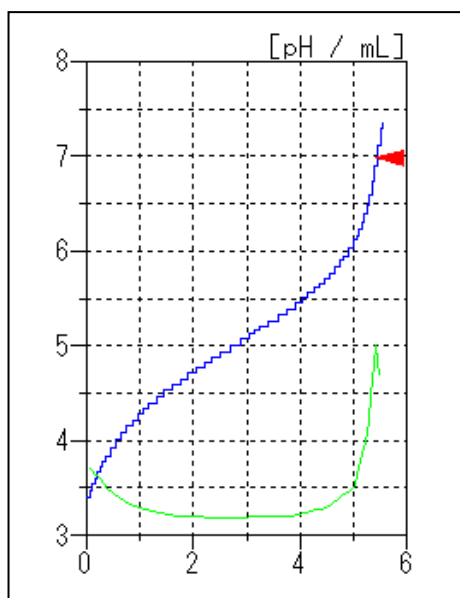
3. 測定手順

- ① 試料 1mL をホールピペットで採取し、100mL ビーカーに入れます。
- ② 純水を約 50mL 加えます。
- ③ 20%マンニット溶液を 10mL 加えます。
- ④ 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. 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	山越タイム	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.	1	M:滴定液濃度	0.1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.001	待ち時間	3 秒
スタートタイム	5 秒	K:係数 1	61.83	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
反応タイム	0 秒	結果単位	g/L	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	$(D-B)*K*F*M/S$		
検出感度	500	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0 mL	滴定液名	0.1M NaOH		
最大滴加 mL	20 mL	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)	ホウ酸濃度 (g/L)
1	1	5.419	33.539
2	1	5.463	33.812
3	1	5.420	33.545
		平均値	: 33.6 g/L
統計計算		標準偏差	: 0.155 g/L
		変動係数	: 0.46 %

5. 摘要

測定の妨害成分について

① 試料に酸を含んでいる場合

試料に酸を含んでいる場合は、あらかじめ終点 pH まで滴定してから、マンニット溶液を加えて再び滴定します。

② 金属塩を含んでいる場合

水酸化ナトリウムと反応し沈殿を生成する金属塩（鉄など）が含まれる場合は、本法が適用できない場合があります。

キーワード：ホウ酸、D(-)-マンニトール（マンニット）、中和滴定