

Application Bulletin

関連分野： 金属産業

A 10

黄銅、青銅、洋白および電気めっき浴中の銅の定量分析手順

概要

銅の定量分析方法について説明します。試料を溶解し、KI/KCNS溶液を加えた後遊離したヨウ素をチオ硫酸で逆滴定します。終点検出は電位差滴定装置で行います。

機器と付属品

- ドシーノまたはドシマットを備えたティトリーノまたはタイトランド
- マグネティックスイングアウトスターラー
- 交換ユニット
- 電極ケーブル6.2104.020を備えたPt Titrode電極 6.0431.100

試薬

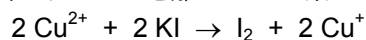
- 滴定試薬 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.2 \text{ mol/L}$:
49.64 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ を CO_2 を含まない蒸留水に溶解します。蒸留水を加えて1 Lにします。
- 銅標準液 $c(\text{Cu}^{+2}) = 0.1 \text{ mol/L}$:
24.968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ を蒸留水に溶解します。蒸留水を加え、10 mLの濃硫酸を加えます。蒸留水で1 Lにします。
- 反応溶液：
7 g のKI と 53 g KCNS を蒸留水に溶解します。蒸留水を加えて1 Lにします。
- 尿素溶液: 蒸留水中の濃度を $w(\text{尿素}) = 10\%$ にします。
- 硫酸： $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 96\%$
- 硝酸： $w(\text{HNO}_3) = 35\%$

試料調整

Cu(II)のみを含む酸性銅浴はそのまま使用できます。その他の場合は、約200 mg のCuを含む電気メッキ浴試料または合金をガラスビーカーに入れ、ドラフトにて10 mLの HNO_3 を慎重に加えます。反応が強くなったら2 mLの H_2SO_4 を加え、白い硫酸ガスが出るまで加熱します。冷却し、1 mLの尿素溶液と25 mLの蒸留水を混ぜます。

チオ硫酸溶液の力価測定

銅標準液を20.0 mL、ガラスビーカーにピペッティングし、1 mLの硫酸および25 mLの反応溶液と混合し、すぐに遊離したヨウ素をチオ硫酸で滴定します。



滴定値：C01 / EP1 = C31

EP1 = 1回目のEP までの滴下量 mL

C01 = 10 (20 mL 0.1 mol/L は10 mL 0.2 mol/L Cu^{2+} に相当)

分析

試料溶液に25 mLの反応溶液を加え、すぐに遊離したヨウ素をチオ硫酸で滴定します。

計算

1 mL $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L} = 12.709 \text{ mg Cu}$

$\% \text{Cu} = \text{EP1} * \text{C01} * \text{C02} * \text{C31} / \text{C00}$

C00 = サンプルサイズ g

C01 = 12.709

C02 = 0.1 (for %)

C31 = チオ硫酸溶液の滴定値

注意事項

- サンプルを分解後、過剰な HNO_3 が存在しないようにしてください。存在すると、KIとも反応して結果が不正確になります。
- 高価なKIの代わりに、より経済的なKI/KCNS溶液を使用できます。

参考文献

- Agterdenbos, J. / Elberse, P.A.
Rapid iodometric determination of copper in some copper-base alloys *Talanta* **13**, (1966) 523-524
- Bastius, H.
Zur jodometrischen Bestimmung des Kupfers
Fresenius, J. Anal. Chem. **250**, (1970) 169-172

Figures

```
'pa
785 DMP Titrino          02287    785.0010
user                    MEIER
date 1999-06-18         time 07:10        0
DET U                   *****
parameters
>titration parameters
  meas.pt.density        4
  min.incr.              10.0 µl
  dos.rate               max. ml/min
  signal drift           50 mV/min
  equilibr.time          26 s
  start V:               OFF
  pause                  0 s
  meas.input:            1
  temperature            25.0 °C
>stop conditions
  stop V:                abs.
  stop V                 30 ml
  stop U                 OFF mV
  stop EP                 9
  filling rate           max. ml/min
>statistics
  status:                OFF
>evaluation
  EPC                    5
  EP recognition:        greatest
  fix EP1 at U           OFF mV
  pK/HNP:                OFF
>preselections
  req.ident:             OFF
  req.smpl size:         OFF
  limit smpl size:       OFF
  activate pulse:        ON
-----
```

図1. パラメーターレポート ティトリノ

```
'fr
785 DMP Titrino      02287  785.0010
user                MEIER
date 1999-06-17     time 17:04      6
U(init)            -58 mV DET U      *****
smpl size          0.36476 g
EP1                16.854 ml          113 mV
Kupfer             54.9528 %
stop V reached
=====
```

```
'cu
785 DMP Titrino      02287  785.0010
user                MEIER
date 1999-06-17     time 17:04      6
start V            0.000 ml DET U      *****
2.0 ml/div          dU=100.0 mV/div
```

```
'BMP-File: C:\DATASCAN\ARQUYX.bmp
=====
```

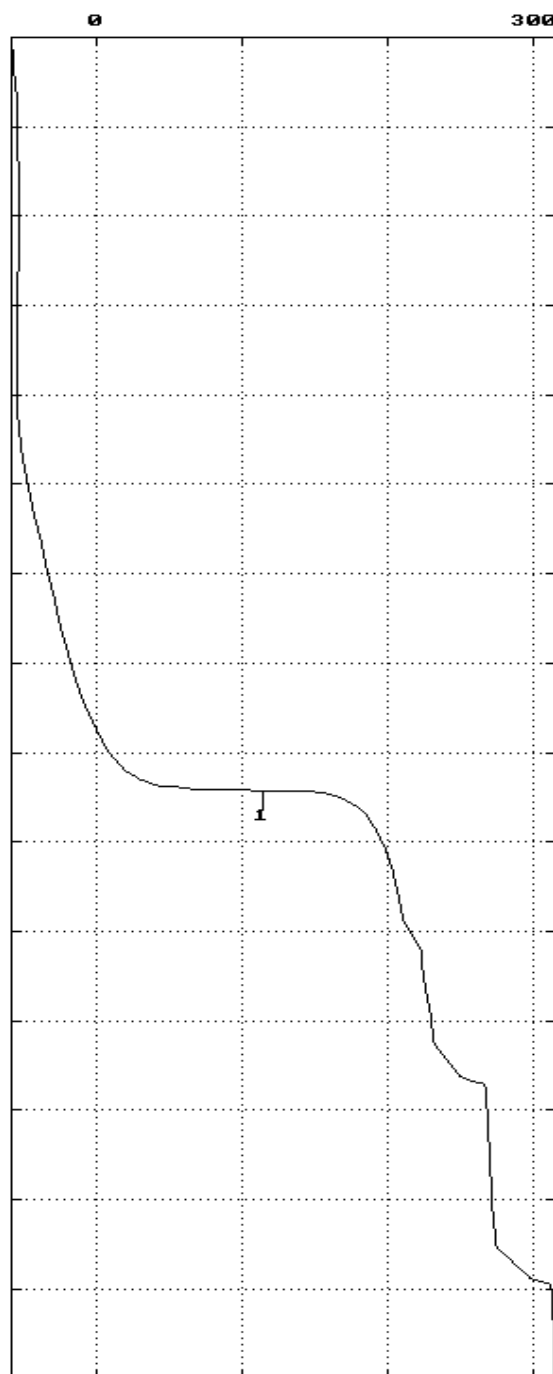


図2. 測定結果と滴定カーブ：黄銅中のCu