

## — 基礎講座 —

## 前処理液の化学分析について

### — 初級者対象講座 —

野口 駿雄 ※2)

#### 1. 前処理液の分析

ここではアルカリ脱脂液、アルカリエッチング液、デスマット液の分析方法について述べます。

##### 1.1 アルカリ脱脂液の分析方法

アルカリ脱脂液は、水酸化ナトリウム単独溶液やリン酸三ナトリウムなど他の弱塩基との混合溶液が使用されています。そのために混合溶液の場合は、全アルカリを簡易的に水酸化ナトリウムとして定量する方法が行われています。

##### 1.1.1 全アルカリの定量

###### 1) 分析用試料溶液

アルカリ脱脂溶液の約 50ml をビーカに汲み取り、室温まで冷ます。

###### 2) 分析用試薬

1mol/L - HCl 標準溶液（塩酸標準溶液）

メチルオレンジ指示薬

###### 3) 分析用器具

以下に示す分析用器具の数は、余分に示してあるものもあります。

ホールピペット	10 ml 2 本
コニカルビーカ	300 ml 3 個
メスシリンダ	100 ml 1 本
ビーカ	100 ml 3 個
ビュレット	25 ml 又は 50 ml 1 本
ピペッター	2 個
ピペット台	1 台
ビュレット台	1 台
ロート	2 個
洗びん（純水用）	1 本

###### 4) 分析手順

① 冷却した脱脂液 10ml を、ホールピペットで 300ml コニカルビーカに採る。

↓

② 純水約 100ml をメスシリンダで測り、コニカルビーカに入れて良く混ぜる。

↓

③ メチルオレンジ指示薬を 3 ～ 4 滴加えて良く振り混ぜる。

↓

④ 良く振り混ぜながら、1mol/L HCL 標準溶液で滴定する。

↓

---

※2) 本会会長・元近畿大学

－ 基礎講座 －

- ⑤ 橙黄色から赤色に変色したときが終点。  
↓  
⑥ この時の塩酸標準溶液の滴定量を Vml とする。  
↓  
⑦ 全アルカリの濃度計算は、次の式を用いて行う。

$$\text{全アルカリ濃度 (g/L)} = V \times f \times 4.0$$

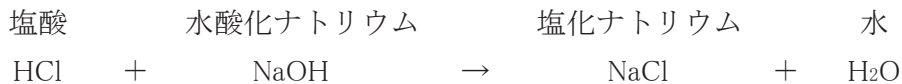
V : 1mol/L-HCl 標準溶液の滴定量

f : 1mol/L-HCl 標準溶液のファクター

4.0 : 係数 (下記参考1を参照)

【参考1】

塩酸と水酸化ナトリウムとの反応は、次式で表されます。この場合は 1mol 塩酸と 1mol 水酸化ナトリウムが過不足なく反応して中和されます。



水酸化ナトリウム (NaOH) の分子量 : 40.00

1mol - HCl 1L は 40.00g の NaOH と反応する。

① 水酸化ナトリウムの採取量 : 10ml

② 全アルカリを求める計算式は、

$$\text{全アルカリ濃度 (g/L)} = V \times f \times 4.0$$

で表されるが、滴定量 (V) およびファクター (f) は変数であるため、定数である 4.0 について説明をする。

$$1\text{mol/L HCl } 1\text{ml} \rightleftharpoons 40.00\text{mg NaOH}$$

の関係から、アルカリ脱脂液を 10ml 採取しているために、1L 中の量に換算するには、100 倍し、g 単位に換算すると、

$$40.00\text{mg} \times 100 = 4000.00\text{mg} \rightleftharpoons 4.0\text{g}$$

になる。よって、上記全アルカリの濃度を求める式の係数が求まる。

1.2 アルカリエッチング液の分析方法

エッチング溶液としては、硫酸—クロム酸混合溶液を用いる酸性溶液や水酸化ナトリウム溶液を用いるアルカリ性溶液があります。ここでは、一般に多く用いられている水酸化ナトリウムエッチング溶液の分析法について述べます。

1.2.1 全水酸化ナトリウムの定量

1) 分析用試料溶液

アルカリエッチング溶液の約 50ml をビーカーに汲み取り、室温まで冷却する。

－ 基礎講座 －

2) 分析用試薬

- 1mol/L - HCl 標準溶液 (塩酸標準溶液)
- 20% グルコン酸ナトリウム溶液
- フェノールフタレイン指示薬

3) 分析用器具

以下に示す分析用器具の数は、余分に示してあるものもあります。

ホールピペット	5 ml 2 本
コニカルビーカ	300 ml 3 個
メスシリンダ	100 ml 1 本
ビーカ	100 ml 3 個
ビュレット	25 ml 又は 50 ml 1 本
ピペッター	2 個
ピペット台	1 台
ビュレット台	1 台
ロート	2 個
洗びん (純水用)	1 本

4) 分析手順

- ① 冷却したエッチング溶液 5ml を、ホールピペットで 300ml コニカルビーカに採る。  
↓
- ② 純水約 50ml をメスシリンダで測り、コニカルビーカに入れて良く振り混ぜる。  
↓
- ③ 20% グルコン酸ナトリウム溶液約 20ml をメスシリンダで測り、コニカルビーカに加えて良く振り混ぜる。  
↓
- ④ フェノールフタレイン指示薬を 2 ～ 3 滴加えて良く振り混ぜる。  
↓
- ⑤ 良く振り混ぜながら、1mol/L-HCl 標準溶液で滴定する。  
↓
- ⑥ 赤色から無色になったときが終点。  
↓
- ⑦ この時の塩酸標準溶液の滴定量を Vml とする。  
↓
- ⑧ 全水酸化ナトリウムの濃度計算は、次の式を用いて行う。

$$\text{全水酸化ナトリウム濃度 (g/L)} = \frac{V \times f \times 8.0}{100}$$

V : 1mol/L-HCl 標準溶液の滴定量

f : 1mol/L-HCl 標準溶液のファクター

8.0 : 係数 (下記参考 2 を参照)

－ 基礎講座 －

【参考2】

塩酸と水酸化ナトリウムとの反応式について、既に、参考1で述べたのでここでは省略する。水酸化ナトリウムの分子量と 1mol 塩酸との関係は、以下の計算で必要なため重複するが次に示す。

水酸化ナトリウム (NaOH) の分子量 : 40.00

1mol - HCl 1L は 40.00g の NaOH と反応する。

① 水酸化ナトリウムエッチング溶液の採取量 : 5ml

② 全水酸化ナトリウムを求める計算式は、既に述べた通り、

$$\text{全アルカリ濃度 (g/L)} = V \times f \times 8.0$$

の計算式で表される。滴定量 (V) およびファクター (f) は変数であるため、定数である 8.0 について説明をする。

$$1\text{mol/L HCl } 1\text{ml} \rightleftharpoons 40.00\text{mg NaOH}$$

の関係から、水酸化ナトリウムエッチング溶液を 5ml 採取していることから、1L 中の量に換算するには、200 倍し、g 単位に換算すると、

$$40.00\text{mg} \times 200 = 8000.00\text{mg} \rightleftharpoons 8.0\text{g}$$

になる。よって、上記全水酸化ナトリウムの濃度を求める式の係数が求まる。

1.2.2 遊離水酸化ナトリウムの定量

1) 分析用試料溶液

アルカリエッチング溶液の約 50ml をビーカーに汲み取り、室温まで冷却する。

2) 分析用試薬

1mol/L - HCl 標準溶液 (塩酸標準溶液)

20% グルコン酸ナトリウム溶液

20% フッ化カリウム溶液

フェノールフタレイン指示薬

3) 分析用器具

以下に示す分析用器具の数は、余分に示してあるものもあります。

ホールピペット	5 ml 2 本
コニカルビーカー	300 ml 3 個
メスシリンダ	100 ml 1 本
メスシリンダ	50 ml 1 本 (フッ化カリウム用・ポリエチレン製)
ビーカー	100 ml 3 個
ビュレット	25 ml 又は 50 ml 1 本
ピペッター	2 個
ピペット台	1 台
ビュレット台	1 台
ロート	2 個
洗びん (純水用)	1 本

－ 基礎講座 －

4) 分析手順

以下①～⑥までの滴定手順は、前記全水酸化ナトリウムの滴定手順と同じ。

- ① 冷却したエッチング溶液 5ml を、ホールピペットで 300ml コニカルビーカに採る。  
↓
- ② 純水約 50ml をメスシリンダで測り、コニカルビーカに入れて良く振り混ぜる。  
↓
- ③ 20% グルコン酸ナトリウム溶液約 20ml をメスシリンダで測り、コニカルビーカに入れて良く振り混ぜる。  
↓
- ④ フェノールフタレイン指示薬を 2 ～ 3 滴加えて良く振り混ぜる。  
↓
- ⑤ 良く振り混ぜながら、1mol/L-HCl 標準溶液で滴定する。  
↓
- ⑥ 赤色が無色になったとき滴定を止め、滴定量を読みとる。  
↓
- ⑦ この時の塩酸標準溶液の滴定量を Yml とする。  
↓
- ⑧ 次に、20% フッ化カリウム溶液約 50ml を加え、良く振り混ぜる。  
↓
- ⑨ コニカルビーカ中の被滴定溶液は再び赤く着色する。  
↓
- ⑩ 再び良く振り混ぜながら、1mol/L-HCl 標準溶液で滴定する。  
↓
- ⑪ 赤色が無色になったとき滴定を止め、滴定量を読み取る。  
↓
- ⑫ この時の塩酸標準溶液の滴定量を Xml とする。  
↓
- ⑬ 遊離水酸化ナトリウムの濃度計算は、次の式を用いて行う。

$$\text{遊離水酸化ナトリウム濃度 (g/L)} = 8.0 \times [X - (Y/3)] \times f$$

Y : 1mol/L-HCl 標準溶液の⑦での滴定量

X : 1mol/L-HCl 標準溶液の⑫での滴定量

f : 1mol/L-HCl 標準溶液のファクター

参考文献

軽金属製品協会・アルマイト技術委員会編；p179 ～ p181, (2013) アルミニウム表面処理の理論と実務 第五版, 一般社団法人軽金属製品協会試験研究センター発行