

니켈鍍金液中的 硼酸 迅速定量法*

廉 熙 澤**

Rapid Analysis of Boric Acid in Nickel Plating Solutions

Hee Taek YUM

Only mannitol or glycerine is generally used for the determination of boric acid in a nickel plating solution in order to make its acidic property so strong that it can be titrated with NaOH. However, these solutions give very ambiguous color change of indicator due to the precipitation of nickel salts. Therefore, only experienced chemists or well trained workmen can accurately confirm the actual end point of the titration. For eliminating such interference of nickel salts and easily confirming the end point by any persons, the author attempted to find out a solution which produces no precipitates during the titration in these experiments, and also he tried to furnish the reason for ambiguousness in titration.

The following results were obtained after many experiments.

(1) In any titrations which produce nickel salts such as $Ni(OH)_2$, the salt is formed until very approximate to the end point, which shows some error by the consumption of titrant(NaOH). Then, the pink color of phenolphthalein is absorbed by $Ni(OH)_2$ and the pH jumping at the end point is also diminished to as little as less than 15% of the total phenolphthalein pH range.

(2) Known methods by complex salts of citrate, which do not produce precipitates of $Ni(OH)_2$, are also not very satisfactory, because, the pH jumping at the end point is only about 35% and the color change of phenolphthalein is from blue-green to purple-blue.

(3) New method by complex salts of oxalate were attempted in these experiments. They also did not produce precipitates of $Ni(OH)_2$ and were very satisfactory in color change at the end point, because the pH jumping at the end point was about 65% and the color change

was from blue-green to purple-red. In these methods, analytical cost was minimized by the use of less amounts of cheaper chemicals than the conventional citrate complex methods. The mixture of chemicals used was composed of 37g/l of sodium oxalate($Na_2C_2O_4 \cdot 5H_2O$), 2g/l of phenolphthalein, and 400 ml/l of glycerin. The accuracy of analysis was within the error of 0.5%.

(4) The procedure of analysis was as follows. One ml of nickel plating solution was taken out and to it were added 20 ml of water and 20 ml of the above mixture for the indicator. The solution was titrated with 0.1 N NaOH. The quantity of boric acid was calculated by the following equation.

$$\text{Boric acid (g/l)} = 6.184 \times F \times \text{ml}$$

1. 緒 言

現在까지 알려진 니켈鍍金液중의 硼酸의 分析方法은, 現場의 사람들 특히 化學分析에 대해서 지식의 적은 金作業者는, 滴定終點의 분간이 힘들고, 때때로 分析結果에 많은 誤差를 가져오게 된다. 이러한 사람들로부터 操作이 쉽고 結果가 正確한 分析方法이 要望되고 있었다.

筆者는 전에 誤差가 적은 靑化銅鍍金液중의 銅의 迅速定量法¹⁾에 대해서 檢討해 보았고, 똑같이 니켈鍍金液중의 硼酸의 分析에 대해서 研究를 해 보았다.

筆者가 이제까지 니켈鍍金液중의 硼酸의 分析에 대해서 調査한 바에 의하면, 거기 모든 分析方法은 NaOH 溶液으로 滴定했을때, 鍍金液중의 Ni^{++} 와 NaOH가 반응해서 $Ni(OH)_2$ 의 沈澱을 만들게 하는 것을 방지하기 위하여 $K_3Fe(CN)_6$ 를 넣어서 미리 니켈을 沈澱시키든가, 또는 中和點 가까지 B.C.P. 등의 指示藥을 사용해서 NaOH 溶液으로 滴定하여 $Ni(OH)_2$ 를 만들어준

** 서울大學校 工科大學教授 · 韓國金屬表面技術協會 會長, 工學博士
Dept. of Metallurgical Eng., College of Eng.,

Seoul National University, Seoul, Korea.

* 日本 "金屬表面技術"誌 1969年 4月號에서 翻譯 轉載

후에, 페놀·푸타린을 指示藥으로해서 滴定한 NaOH의 값을 가지고 硼酸의 量を 求하고 있다.⁽¹⁾⁽⁴⁾⁽⁵⁾⁽⁸⁾⁽⁷⁾⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾ 그러나 B.C.P. 指示藥을 사용하여 NaOH 溶液으로 滴定해서 Ni(OH)₂의 沈澱을 만들어준 후에도, 分析液중에 Ni(OH)₂가 생기기 때문에 페놀·푸타린의 變色點이 分辨하기 힘들고 대단히 큰 誤差가 생기게 될때가 많다.

筆者는 終點의 明確性은 終點에서의 pH의 變化의 大小에 의한 것에 착안하여, 각각의 滴定중의 pH의 變化와 Ni(OH)₂의 沈澱이 없는 分析에서의 pH의 變化에 대해서 검토하여, 終點이 明確하고 誤差가 적고 操作이 간단한 從來의 文獻에 없는 새로운 分析方法에 대해서 實驗을 하였기 때문에 報告한다.

2. 實驗方法

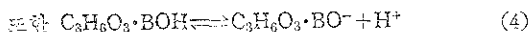
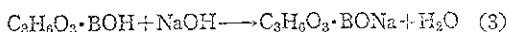
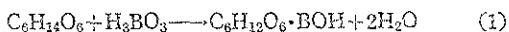
2-1 사용한 試藥 및 器具

- (1) 黃酸니켈(NiSO₄·7H₂O) 및 鹽化니켈(NiCl₂·6H₂O) — E. Merck A.R., Germany, 分析用
- (2) 硼酸 — 기사다化學株式會社(日本) 및 Retort Pharmaceutical Co.(美國), 分析用
- (3) 水酸化나트륨 — 和光純藥工業株式會社 및 米山藥品株式會社, 分析用
- (4) 拘椽酸나트륨(Na₃C₆H₅O₇·2H₂O), 蓴酸나트륨(Na₂C₂O₄·5H₂O) 및 酒石酸나트륨(Na₂C₄O₆·2H₂O) — E. Merck A.G., Germany, 分析用
- (5) 글리세린 — Shell Chemical Co., U.S.P., Certified Laboratories Inc.
- (6) 페놀·푸타린 — Conary, U.S.A.
- (7) 메칠 알콜 — 和光純藥工業株式會社, 分析用
- (8) pH 메아터 — Beckmann의 Model G 및 Zeromatic, U.S.A.

2-2 滴定中終點不明確性의 原因의 檢討

終點의 不明確性의 原因으로서 생각할 수 있는 것은 다음의 두 가지가 있다.

- (1) 淡綠色인 Ni(OH)₂ 등의 沈澱의 共存때문에, 색의 變化를 分辨하기 힘들다.
- (2) 硼酸는 弱酸이기 때문에, 強알칼리로서 滴定할때는 당넛플⁽³⁾⁽¹²⁾⁽¹³⁾나 글리세린 등의 多價알콜을 넣으므로서 電離度를 크게해서 滴定하고 있으나, Ni(OH)₂의 沈澱이 共存할때는, 다음의(4)式的 電離가 NaOH의 滴定과 더불어 右側으로 進行하여 (OH)⁻를 消費하는 傾向이 있든가, 또는 다른 原因에 의하여 pH의 變化가 終點에 있어서도 느리기 때문이라고 생각된다.



(2)의 pH의 變化가 느린 原因이 (4)式的 電離에 의해서 생긴 H⁺와 (OH)⁻의 中和에 의한 것이라고 하면, 終點의 不明確性은 Ni(OH)₂ 등의 沈澱을 수반하지 않는 後述의 니켈 鍍金液中에서 分析을 하더라도 좋은 結果는 얻을수가 없을 것이다.

또한 Ni(OH)₂의 沈澱이 原因이라고 하면, 이 沈澱이 OH⁻을 吸着해서 pH의 증대를 방해한다는 것도 생각할 수 있다. 또한 현재 사용하고 있는 니켈 鍍金液은, 거이 冑트용이기 때문에 암모니아鹽의 障害⁽¹⁵⁾은 생각할 필요가 없다.

2-3 니켈—有機酸 鍍金에 의한 水酸化니켈의 沈澱防止의 滴定

有機酸 鍍金으로서, 옥싸레이트 鍍金, 옥씨酸 鍍金, 아디노酸 鍍金, 키레이트 鍍金 등을 생각할 수 있으나, 이 중에서 分析에 많이 사용하는 것은 옥싸레이트, 옥씨酸, 키레이트이다. 키레이트의 니켈 鍍金은 終點이 比較的 分辨하기 힘든 濃藍色을 나타내며, 또한 키레이트 鍍金 方法은 Ni²⁺을 음피해 주어서 안지몬電極으로 電位를 測定해서 滴定에 의해 pH 7로 된 후에, 단넛플을 넣어서 適定하는 複雜한 方法⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾과, 또한 高價의 E.D.T.A.를 多量사용하지 않으면 안되는 點 등으로, 이를 除外하고 다음의 3가지의 方法으로해서 比較檢討했다.

- (1) 拘椽酸나트륨에 의한 方法⁽¹¹⁾……이것은 옥씨酸 鍍金의 하나이며, 既知의 方法으로써 한번 檢討해 보았다
- (2) 酒石酸나트륨에 의한 方法……(1)과 同一하게 옥씨酸 鍍金으로 새로운 方法으로서 檢討해 보았다.
- (3) 蓴酸나트륨에 의한 方法……옥싸레이트 鍍金이며, 새로운 方法으로서 檢討했다.

3. 實驗結果 및 考察

3-1 니켈이온이 없는 硼酸液의 滴定

이것은 니켈이온이 없을때, 終點에서 pH의 變化에 따라서 색이 어떻게 變化하는가를 조사하기 위해서 행했다. 方法으로는 鍍金液과 同一한 濃度로 하기위해서 硼酸 45g/l의 液으로부터 正確히 2ml를 취하고, 純水 20ml을 加하고, 글리세린 約 10ml을 加하고, 페놀푸타린을 指示藥으로해서 0.1N NaOH 溶液으로 滴定했다.

그 結果는 그림 1과 같이 페놀푸타린의 색의 變化區域에서 急激한 pH의 飛躍이 있어서 終點에 있어서의 색의 變化는 明確하다.

이것에 의해서 上記 (4)式에 의한 電離의 繼續은 생각할 수 없다. 그림 중의 斜線은 페놀푸타린의 색의 變化領域이다.

3-2 標準니켈 鍍金液에 글리세린을 添加해서 滴定

黃酸니켈(NiSO₄·7H₂O) 360g/l, 鹽化니켈(NiCl₂·6H₂O), 蓴酸(H₃BO₃) 44g/l의 니켈 鍍金液으로부터 正確히

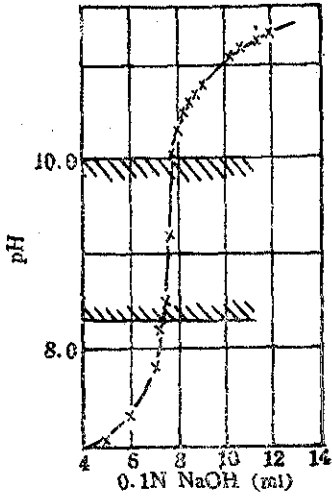


그림 1 草酸+글리세린混合溶液에 對한 0.1N NaOH 滴定

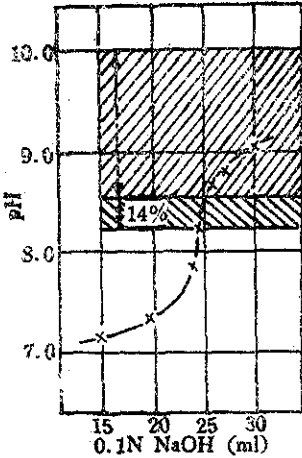


그림 2 니켈鎳金液+글리세린 水溶液에 對한 滴定 pH 曲線과 終點에서의 變色(%)

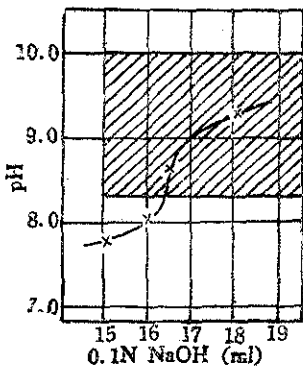


그림 3 니켈鎳金液+酒石酸나트륨混合指示藥에 對한 滴定 PH 曲線

1ml를 取하고, 0.1N NaOH 溶液으로 滴定했다.

그의 結果는 그림 2와 같이 終點에 있어 pH의 變化는 緩慢하며, 페놀프타레인의 色의 變化도 不明確하다. 이때 $Ni(OH)_2$ 의 沈澱은 滴定중에서 생긴다. 그림에서의 %는, 終點의 飛躍直線의 全페놀프타레인의 알칼리性色(핑크色)의 範圍(pH 8.2~10.0)에 對한 %이며, 色의 變化가 肉眼으로 볼수 있는것은, 10%¹⁶⁾를 넘어서 버트서 알수가 있다고하며, 또한 筆着 등의 比色計에 의한 實驗에 있어서도, 또한 分光度計에 의한 吸光度比²⁰⁾에 의해서도 같은것을 確認했다. 또한 이때 指示藥의 色의 濃度는 pH 값의 變化에 比例해서 直線的으로 變化하는 것을 보고 있기 때문에, 그림 2와 같은 페놀프타레인의 變色濃度를 pH 값 8.2~10.0 範圍에서의 直線의 飛躍(%)를 가지고 表現해도 좋을 것이다. 이 그림에서 알수 있는 바와같이 直線部가 14%에 不過한 緩慢한 飛躍이므로, 色의 變化의 不明確性은 當然히 생각할 수 있다. 이 分析方法에서는, $Ni(OH)_2$ 로 인한, 滴定液의 消耗이 많기 때문에, 正確한 값을 얻기 힘들고 사람에 따라서 대단한 誤差를 가지게 된다. $Ni(OH)_2$ 에 의한 分析誤差를 적게 하기 위해서 普通는 黃血鹽으로 Ni^{2+} 을 $Ni_2[Fe(CN)_6]$ 로 해서 沈澱시키고 있으나, 이 溶液에서의 pH 曲線도 그림 2와 같은 것이었다.

이들의 實驗에 의해서, 指示藥의 變色의 不明確性은 分明히 $Ni(OH)_2$ 또는 $Ni_2[Fe(CN)_6]$ 의 沈澱의 存在에 의한 것이며, 이들의 沈澱은 페놀프타레인의 色을 吸收할뿐 아니라 pH 값의 變化도 緩慢하게 한다.

3-3 니켈有機鎳鹽에 의한 分析方法

니켈-有機鎳鹽은 安定하며, NaOH 溶液에 의한, 滴定중에서 $Ni(OH)_2$ 의 沈澱이 생기지 않는 利點이 있으므로, 筆者는 滴定終點이 明確한 有機鎳鹽溶液을 얻기 위해서 實驗을 하였다.

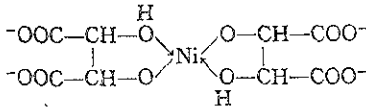
(1) 拘攪酸鎳鹽에 의한 方法¹⁷⁾

이것은 弱酸으로서 安定한 鎳鹽¹⁷⁾을 얻을수 있다고 알려져 있으며, 鎳鹽으로서, $[Ni(C_6H_5O_7)_2]^{4-}$ 가 主體라고 생각이되며, 이 鎳鹽에 의해서 니켈이온은, 다스킹이 되어서 分析중에서 $Ni(OH)_2$ 의 生成을 防止하고 있다. 이 方法에 의한 終點에서의 pH의 飛躍은 36%이며, 分析誤差는 (+)0.5%였다. 終點는 比較的 明確하나, pH의 飛躍이 작고, 終點에서 靑綠色에서 靑紫色으로 變化하므로 過히 좋다고는 할수 없다.

(2) 酒石酸鎳鹽에 의한 方法

實驗 3-2의 글리세린 10ml 대신에 酒石酸나트륨 45g/l, 글리세린 480 ml/l, 페놀프타레인 2g/l(100ml)의 알칼리에 溶解해서 添加)의 混合指示藥은 20ml 添加해서 分析해야 할 液중의 니켈이온을 酒石酸鎳鹽으로 해서 마스킹하여 0.1N NaOH 溶液으로 滴定했다.

이때의 酒石酸醋鹽²³⁾은



로 생각이 되며, 니켈 1mol에 대해서 酒石酸鹽 2mol이 결합되는 계산이 된다.

이 방법으로 행한 실험 결과는, 그림 3과 같이 pH의 변화가 終點에 있어서도 緩慢하며, 直線部가 없고, Ni(OH)₂의 沈澱이 많이 생겨서, 分析結果는 (+)143%이라는 큰 誤差가 생겼다. 이 결과는 錯鹽生成이 不充分하기 때문이라고 생각이 되며, 酒石酸나트륨을 각각 60 g/l, 80 g/l를 添加한 混合指示藥을 사용해서 分析을 하였으나, 終點附近에서 Ni(OH)₂의 沈澱이 생기더 더욱이 색이 곧 되돌아오므로, 終點이 不明確하며, 이 方法에 의한 分析은 適當하지 않은 것을 볼수 있었다.

(3) 礬酸錯鹽에 의한 方法

前述한 바와같이 옥사레이트錯鹽에서는, 充分히 滿足할만한 結果가 얻어지지 않으므로, 옥사레이트錯鹽에 대해서 實驗을 했다.

實驗方法은 酒石酸나트륨과 같으나, 酒石酸나트륨 대신에 礬酸나트륨 30 g/l를 넣은 混合指示藥을 사용해서 行하였다. 礬酸나트륨과 니켈은 주로 [Ni(C₂O₄)₂]⁴⁻의 錯鹽을 만들어서 니켈이온을 마스킹하는 것으로 생각이 된다.

終點附近에서는 靑綠色→靑色→靑紫色→赤紫色로 變化하며, 0.1N NaOH 용액 한방울(약 0.04ml)을 넣음으로써 靑色으로부터 靑紫色으로, 다시 한방울로서 靑紫色에서 赤紫色으로 변하며, 本實驗에서는 靑色으로부터 靑紫色으로 變化하는 點을 終點으로 하였지만, 實際 鍍金液分析에서는 靑紫色에서 赤紫色으로 變하는 點을 終點으로 하여도 1%이하의 誤差範圍에 있으므로 支障은 없다.

實驗結果는, 그림 4와 같이 終點에서의 變色(%)은 65%이며, 앞에 말한 方法보다 大端히 明確하며, Ni(OH)₂의 沈澱은 전혀 볼수가 없었다. 또한 終點에서의 變色도 拘攣나트륨의 경우에는, 靑綠色에서부터 靑紫色이므로 같은 靑色系라서 分間하기 쉽지 않으며, 礬酸나트륨일 때는, 靑紫色에서 赤紫色으로 되므로, 分

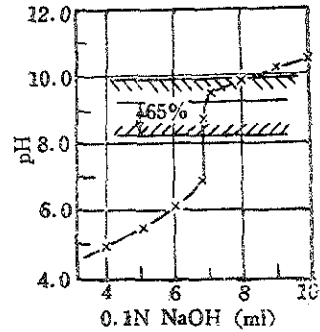


그림 4 니켈鍍金液+礬酸나트륨 混合指示藥에對한 滴定 pH曲線과 變色(%)

明한 差가 있다. 또한 分析誤差도 (+)0.2%이며, 가장 正確하다.

이와같이 礬酸錯鹽에 의한 方法이 니켈鍍金液중의 礬酸의 定量法으로서 가장 좋다는 것을 알 수 있었기 때문에, 니켈鍍金液에 대한 混合指示藥중의 礬酸나트륨과 글리세린의 最適量을 定하기 위해서 다음과 같은 實驗을 하였다.

① 鍍金液중의 니켈濃도와 混合指示藥중의 글리세린의 濃度

표 1과같이 濃度を 바꾼 니켈鍍金液과 표 2의 組成의 混合指示藥을 作成해서, 각각을 組合混合하여 0.1N NaOH로서 滴定한후, 混合指示藥중의 礬酸나트륨 18g/l의 一定量에 대한 分析誤差(%)를 求한 結果, 그림 5와 같이, 니켈이온濃度 55.5g/l까지의 鍍金液(1A)에서는

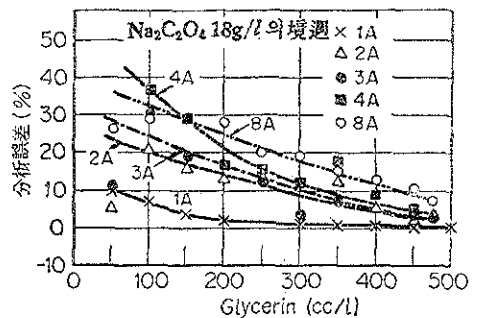


그림 5 各니켈濃도와 글리세린의 量에 對한 分析誤差(%)

표 1 니켈鍍金液의 組成

成 分	記 號	1A	2A	3A	4A	5A	6A	7A	8A
黃酸니켈 (NiSO ₄ ·7H ₂ O)	g/l	199.97	239.79	260.08	280.50	300.41	360.36	400.47	300.00
鹽化니켈 (NiCl ₂ ·6H ₂ O)	g/l	40.01	40.07	45.08	45.14	50.12	60.12	60.10	45.00
硼酸 (H ₃ BO ₃)	g/l	40.01	39.94	40.34	40.21	40.20	40.14	40.08	39.97
니켈 (Ni ²⁺)	g/l	55.48	63.38	69.12	73.61	79.38	95.24	104.04	78.01

표 2 混合指示藥의 組成

成分	記號	1B	2B	3B	4B	5B	6B	7B	8B	9B	10B	11B	12B	13B	14B
蓚酸나트륨($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)	g/l	18	18	18	18	18	18	18	18	18	18	10	15	20	24
페놀프타레인	g/l	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
그리세린(比重 1.25)	ml/l	50	100	150	200	250	300	350	400	450	480	400	400	400	400

成分	記號	15B	16B	17B	18B	19B	20B	21B	22B	23B	24B	25B	26B	27B
蓚酸나트륨	g/l	32	37	42	47	10	15	20	24	28	32	37	42	47
페놀프타레인	g/l	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
그리세린	ml/l	400	400	400	400	480	480	480	480	480	480	480	480	480

그리세린을 400ml/l를 넣으면 分析誤差는 $\pm 0.5\%$ 이내 이나, 니켈이온이 이것보다 많은 鍍金液(2A~8A)에 대해서는, 그리세린을 400ml/l 이상 넣어도 3%이상의 誤差가 생긴다.

② 그리세린一定量에 대한 니켈이온濃도와 蓚酸나트륨의 濃度

①의 경우에는, 混合指示藥중의 蓚酸나트륨 18g/l의 一定量에 대해서 그리세린의 量을 變化시켰을때의 誤差를 求한 것이며, 니켈이온濃도가 55.5g/l 이상이되면 蓚酸나트륨 18g/l로서는 不充分한 錯鹽을 만들며, 滴定중 에 $\text{Ni}(\text{OH})_2$ 의 沈澱이 생겨서, 分析誤差가 크게 된다. 따라서 그리세린 400ml/l와 480ml/l의 一定量에 대해서 니켈이온濃도와 蓚酸나트륨의 量을 變化시킨 경우의 分析誤差(%)를 求했다. 그 結果는 그림 6과 그림 7과 같은 曲線을 얻었다. 그림 6에서 나타난 바와같이, 그리세린 400ml/l에서는, 蓚酸나트륨 37g/l을 가지고 있는 混合指示藥을 사용함으로써, 濃厚한 鍍金液[蓚酸니켈 400g/l, 鹽化니켈 60g/l(7A)]에 대해서도, 分析誤差는 $\pm 0.5\%$ 였다. 그리세린 480ml/l의 경우에서는, 그림 7과 같이 若干低濃度の 니켈鍍金液[蓚酸니켈 280g/l이하, 鹽化니켈 45g/l이하(4A~1A)]의 경우에서는, 蓚酸나트륨이 32g/l 있어도 分析誤差는 0.5%이하 이다.

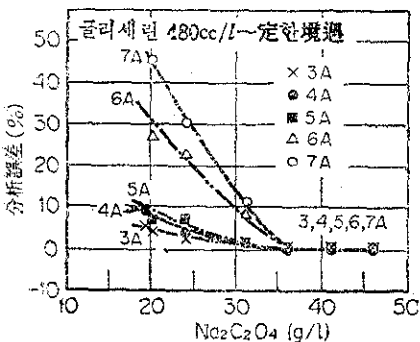


그림 6 그리세린 400 ml/l에 對한 니켈이온濃도와 蓚酸나트륨의 濃度變化에 의한 分析誤差(%)

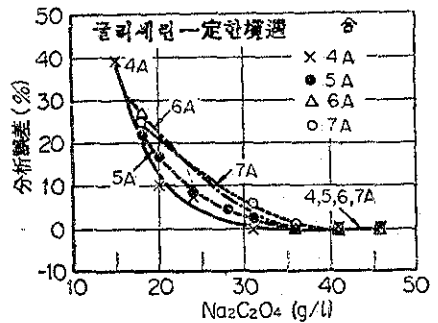


그림 7 그리세린 400 ml/l에 對한 니켈이온濃도와 蓚酸나트륨의 濃度變化에 의한 分析誤差(%)

끝으로 混合指示藥의 調製에 대해서 말하면, 常溫에서의 물에 대한 無水蓚酸나트륨의 溶解度는 37g/l이지만 그리세린 400 ml/l(500 g/l) 또는 480ml/l(600g/l)의 水溶液에 結晶水 5個의 蓚酸나트륨을 각각 37, 42, 47g/l 넣고서 加熱溶解한후에 常溫에 放置해도, 37g/l(無水로서 22.2g/l)를 넣은것은 全部 용해하고, 42g/l 47g/l를 넣은것은 少量의 蓚酸나트륨의 析出이 생겼다. 이것으로 생각할때, 蓚酸나트륨도 그리세린水溶液에 용해한다는 것이 確認되었으나, 또한 용해의 順序에 따라서는 蓚酸나트륨의 析出을 거이 없도록 할 수가 있다. 即 蓚酸나트륨을 熱湯에 溶解하고, 100ml의 알칼리 용해한 페놀프타레인을 넣은후, 그리세린을 添加한다. 이 순서를 달리하면 蓚酸나트륨 32g/l에서도 混合指示藥중에서 蓚酸나트륨이 析出한다.

그림 6, 그림 7에 나타난바와 같이 蓚酸나트륨 47g/l까지의 混合指示藥을 사용했으나, 分析結果로서 溶解度로부터 보더라도, 37g/l 이상 넣을 必要가 없다는 것을 알수 있다.

4. 結 論

이상의 實驗結果를 綜合하면 다음과 같다.

(1) $\text{Ni}(\text{OH})_2$ 의 沈澱을 隨伴하는 分析法은, 終點附

近까지 Ni(OH)₂가 생기므로, 滴定液인 NaOH의 量을 消費해서 誤差를 크게 할 뿐 아니라, 終點에서의 페놀프타레인指示藥의 色을 吸收해서, pH의 飛躍이 全페놀프타레인領域의 15%이하인므로, 終點에서 페놀프타레인의 變色이 不明確하므로 分析誤差가 생기기 쉽다.

(2) 既知의 方法인 拘緘酸나트륨으로 니켈이온을 靑酸錯鹽으로서 沈澱을 시키지 않는 分析法은 終點의 pH飛躍이 35%程度로서 終點의 페놀프타레인의 變色이 靑綠色으로부터 靑紫色이 되기 때문에 明確하지 않다.

(3) 筆者의 方法인 蓆酸나트륨의 오기사라트錯鹽에 의한 Ni(OH)₂가 있는 分析法은 페놀프타레인의 變色이 終點에 있어서 靑綠色으로부터 赤紫色으로 되고 pH의 飛躍이 65%로 되기 때문에 지금까지의 어느 境遇보다도 明確하고 正確하며, 拘緘酸나트륨보다도 試藥도 값싸며, 글리세린과 蓆酸나트륨의 添加量도 적어도 된다. 卽 니켈液濃度의 大小를 不問하고 混合指示藥으로서 蓆酸나트륨 37g, 페놀프타레인 2g(메칠알콜 100ml에 溶解해서 添加), 글리세린(比重 1.24 以上) 400ml를 가지고 1l로 만든것을 使用하면 分析 誤差는 0.5%以下이며 正確히 分析된다. 이 境遇 于先 蓆酸나트륨을 熱湯에다 溶解하고 페놀프타레인, 글리세린의 順序로 溶解하는 것이 重要하다.

(4) 分析法은 다음과 같다.

니켈銀金液 1ml를 正確히 取하여 물 約 20ml를 加하고 上記 混合指示藥 約 20ml를 添加하여 0.1N NaOH 溶液으로 滴定한다.

이 境遇 0.1N NaOH 1ml는 硼酸 0.006184g에 相當하므로 硼酸의 量(g/l)은 다음과 같이 하여 求한다.

$$\text{硼酸}(g/l) = 6.184 \times F \times 0.1 \text{NaOH 溶液}(ml)$$

끝으로 本研究에 여러가지로 指導해 주신 서울大學校 工科大學 申允卿博士 그리고 本實驗에 協力해준 同大學의 李禧贊氏에 甚深한 感謝를 드린다.

文 獻

1) 康熙澤 : 金屬表面技術(韓國), 1.5(1967)
 2) D.Gardner Foulke & F.D. Crane, Electroplaters

Process Control Handbook, p. 203 (1963)
 3) 加瀬敬年, ムッキ技術者必携 p. 213(1968)
 4) 村上他 3名, 電氣鍍金の實際, p. 384(1961)
 5) Hanson-Van Winkle-Muning Co., Simple Methods for Analyzing Plating Solutions and Analytical Methods for Impurities, p. 5 (1964)
 6) Graham A.K., Elect. plating Engineering Handbook, p. 237 (1955)
 7) 金屬表面技術協會編, 金屬表面技術便覽(新版) p. 454(1963)
 8) 日本勞働省職業訓練局, ムッキ作業の測定と検査, p. 74 (1963)
 9) Metals and Plastics Publications, Metal Finishing Guidebook Directory, p. 337 (1966)
 10) 鍍金技術便覽編集委員會編, 鍍金技術便覽, p. 125 (1956)
 11) K.E Langbord, Analysis of Electroplating and Related Solutions, p. 92 (1951)
 12) 分析化學研究會編, 分析化學の理論と計算, p. 1799 (1964)
 13) Kolthoff and Sandell, Textbook of Quantitative Inorganic Analysis, p. 534 (1953)
 14) 千谷利三, 無機化學, 上卷, p.314 (1953)
 15) M.R. Verma and K.C. Agrawal, Metal Finishing, May, p. 64 (1956)
 16) 分析化學研究編, 分析化學の理論と計算, p. 155 (1964)
 17) 同上 p.136
 18) R. Pribil, L. Wunsch, Chem. Listy, 46, 337(1952)
 19) Collection, 18, 306 (1953)
 20) 田村文造, 分析化學, 3月號, p. 193 (1967)
 21) G. シャルロー著, 曾根與三, 他 1名, 定性分析化學(II) p. 287 (1958)
 22) 分析化學研究編, 分析化學の理論と應用, p. 136 (1964)