

アプリケーションノート

銀めっき液中の遊離シアン化カリウムの定量

関連業種	:	金属
使用装置	:	電位差自動滴定装置
測定手法	:	電位差滴定法/沈殿滴定
関連規格	:	

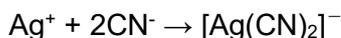
1. 概要

【注意】

高速度シアン化銀めっき浴中には人体に有害な物質を多く含んでいます。局所排気ができる場所で、保護具を着用して測定を行ってください。

高速度めっきにおいて、遊離シアンの濃度管理は、めっきの品質やめっき速度に対して重要な因子の一つです。そのため、遊離シアン濃度を測定し、目的の濃度になるようにめっき液を調製する必要があります。

本アプリケーションでは、シアン化銀めっき浴中の遊離シアン化カリウムの測定例を紹介します。滴定液は、硝酸銀水溶液を用いました。この滴定では、銀イオンとシアン化物イオンが以下のように反応し、ジシアノ銀酸イオンが生成します。



本法においては、銀イオンの濃度比に応じて電位が変化します。この滴定曲線に現れる変曲点を終点として検出します。

2. 測定上の注意点

- ・複合銀電極の検出部は、ポリッシングペーパー等で研磨してください。
- ・複合銀電極の内部液は2週間に1回程度を目安に交換してください。

3. 装置構成

- ・電位差自動滴定装置(標準プリアンプリファイアSTD)
- ・複合銀電極(比較電極内部液 1mol/L硝酸カリウム水溶液)

4. 試薬

- ・滴定液 0.1mol/L 硝酸銀水溶液 (Note 1)
- ・添加試薬 ヨウ化カリウム0.5g (Note 2)

5. 分析手順

- 1) ホールピペットを用い、試料 2mL をビーカに採取し、純水 100mL を加えます。
- 2) ヨウ化カリウム0.5gを添加し、攪拌して完全に溶解させます。
- 3) 0.1mol/L 硝酸銀水溶液で滴定し、滴定曲線の変曲点を終点とします。

6. 計算式

$$\text{遊離シアン化カリウム(g/L)} = (\text{EP1} - \text{BL1}) \times \text{TF} \times \text{C1} \times \text{K1} / \text{S}$$

EP1	= 試料測定時の滴定量 (mL)
BL1	= 空試験時の滴定量(0mL)
TF	= 滴定液のファクター(1.0016)
C1	= 濃度換算係数(13.024)
K1	= 単位換算係数(1)
S	= 試料採取量(mL)

7. 測定例

— 滴定装置の設定 —

沈殿滴定など反応が遅いものについては、滴定モードとして自動間欠制御を用います。また、下記のパラメータについては、お客様の測定条件に合わせて設定してください。

※)最大滴定量 お客様の滴定量に合わせて設定します。

〈滴定モード〉	自動間欠	〈制御パラメータ〉	
〈滴定様式〉	自動終点停止	終点検出数	1
〈滴定パラメータ〉		終点判断方法	自動
最大滴定量 ^{※)}	30mL	ゲイン	5
検出方法	chl, mV	データ採取条件	設定する
滴定前の待ち時間	0s	データ採取電位	20mV
定量注入モード	しない	データ採取滴定量	0.5mL
		制御速度モード	標準
		その他の制御	標準
		スターラースピード	4

(上記の設定は一例です。機種によっては設定項目が異なる場合があります。)

—滴定曲線の一例—

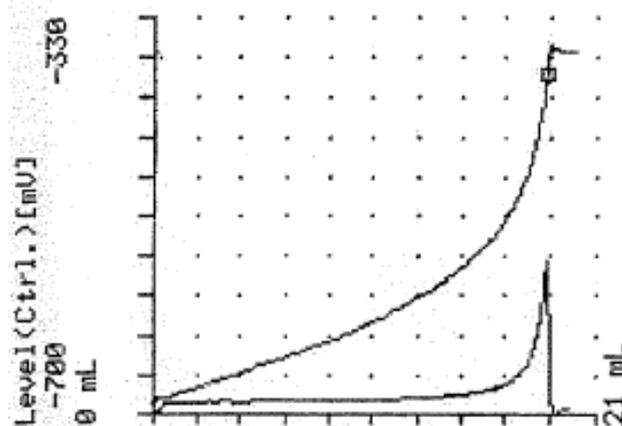


Table1 銀めっき液中の遊離シアン化カリウムの測定結果

	採取量 (mL)	滴定量 (mL)	遊離シアン化カリウム (g/L)
1	2	18.5643	121.08
2	2	18.5138	120.75
3	2	18.5386	120.92
平均	-	-	120.92
標準偏差	-	-	0.16
RSD(%)	-	-	0.14

8. 補足

Note 1) JIS K 8001 試薬試験方法通則 に従い、滴定液の標定を行うことを推奨します。

Note 2) ヨウ化カリウムは手動滴定の場合の指示薬です。電位差滴定では、ヨウ化カリウムの添加により終点付近における電位変化が明瞭になることが経験的にわかっています。そのため、電位差滴定においてもヨウ化カリウムの添加を推奨します。