京都電子工業株式会社
KYOTO ELECTRONICS MANUFACTURING CO.,LTD.

アプリケーションノート

銀めっき液中のシアン化銀の定量

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

【警告】

・***有毒ガス、発熱注意！***

硫酸および硝酸によるシアン化物イオンの分解時、発熱を伴いシアン化水素が発生します。分解操作は、局所排気装置内で行うとともに、マスク、グローブの保護具を着用してください。

めっき浴中のシアン化銀の濃度が銀めっきの仕上がりに大きく影響するため、その濃度管理は、きわめて重要です。シアン化銀濃度は、試料中のシアン化物イオンを分解し、銀イオンを塩化ナトリウム標準溶液で滴定することで求めることができます（Note 1）。

$$Ag^{+} + Cl^{-} \rightarrow AgCl$$

本アプリケーションノートでは、銀めっき液中のシアン化銀の定量例を紹介します。

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　塩化ナトリウム水溶液
添加試薬	濃硫酸、濃硝酸

5. 分析手順

1）試料10mLをビーカに正確に採取します。
2）**【警告】 シアン化水素発生、発熱注意**
　　濃硫酸を20mL、濃硝酸を3滴加え、穏やかに撹拌して反応させます。
3）室温まで冷却した後、純水100mLを加えて撹拌し、固形物を溶解させます。
4）0.1mol/L　塩化ナトリウム水溶液で滴定します。

6. 計算式

シアン化銀（g/L）＝ （EP1-BL1）×TF×C1×K1 / 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(1.0137)
C1　＝濃度換算係数(13.389)
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、自動間欠制御にします。また、下記のパラメーターについては、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
〈滴定様式〉	自動終点停止
〈滴定パラメータ〉	
最大滴定量※)	40mL
検出方法	ch1,mV
滴定前の待ち時間	0s
定量注入モード	しない

〈制御パラメータ〉	
終点検出数	1
終点判断方法	自動
ゲイン	5
データ採取条件	設定する
データ採取電位	20mV
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。）

京都電子工業株式会社 KYOTO ELECTRONICS MANUFACTURING CO.,LTD.

―滴定曲線の一例―

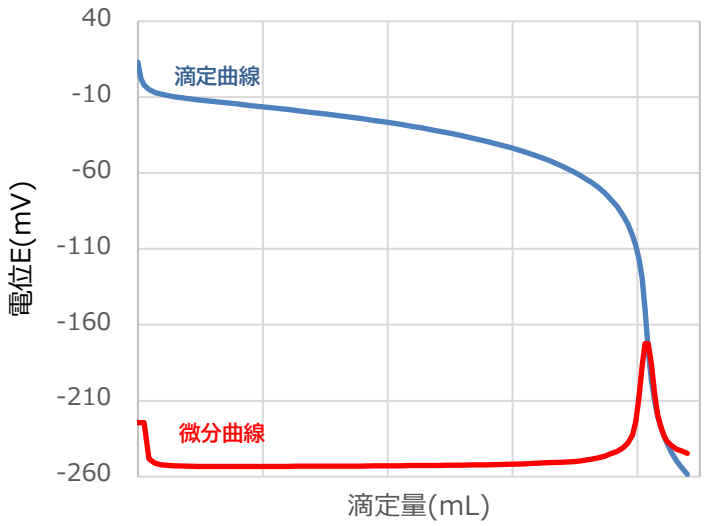

Table 1 銀めっき液中のシアン化銀の測定結果

	採取量 (mL)	滴定量 (mL)	シアン化銀(g/L)
1	10	31.8950	43.29
2	10	31.9126	43.31
3	10	31.5238	42.79
平均	-	-	43.13
標準偏差	-	-	0.30
RSD(%)	-	-	0.69

8. 補足

Note 1)シアン化物イオンは、銀イオンと錯体を形成しやすいため、硫酸と硝酸で分解する必要があります。

京都電子工業株式会社 KYOTO ELECTRONICS MANUFACTURING CO.,LTD.