

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

シアン化銀は、銀めっき液における銀の供給源として添加されています。そのため、シアン化銀の濃度は銀めっき液の管理において重要な項目です。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を測定した例を紹介いたします。

銀めっき液は高濃度のシアン化物イオンを含むため、銀はジシアノ銀酸イオン $[\text{Ag}(\text{CN})_2]^-$ として存在します。濃硫酸および濃硝酸の添加によってジシアノ銀酸イオンを分解しました。分解によって生じた銀イオンを塩化ナトリウム標準液で滴定し、シアン化銀の濃度を求めました。

2. 測定上の注意点

硫酸および硝酸によるジシアノ銀酸イオンの分解時、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ってください。硫酸および硝酸の添加時に発熱するため、注意してください。

3. 分析終了後の処置

複合銀電極の検出部は金属光沢がある状態で使用する必要があります。汚れや酸化被膜がある場合は、ポリッシングペーパー等で適宜研磨し、清浄な状態を維持してください。

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。

4. 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)

5. 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

6. 分析手順

- 1) 試料10mLをビーカに正確に採取します。
- 2) 濃硫酸を20mL、濃硝酸を3滴加え、穏やかに攪拌して反応させます。
局所排気装置内で実施してください。また、発熱するため注意してください。
- 3) 室温まで冷却した後、純水100mLを加えて攪拌し、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、滴定曲線の変曲点を終点とします。

7. 計算式

$$\text{シアン化銀 (g/L)} = (\text{EP1} - \text{BL1}) \times \text{TF} \times \text{C1} \times \text{K1} / \text{S}$$

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(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)

8. 測定例

— 滴定装置の設定 —

〈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	: 40mL	ゲイン	: 5
検出方法	: ch1, 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 —

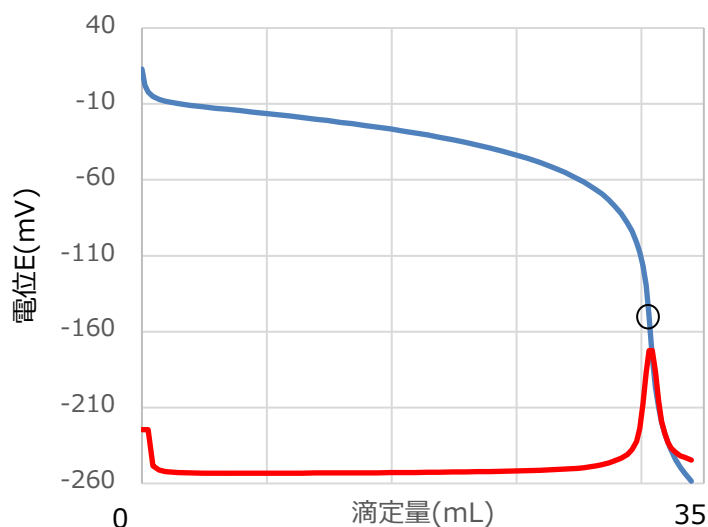


Table 1 銀めっき液中のシアン化銀の測定結果

	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

9. まとめ

RSD 値(相対標準偏差)は 1%未満となり、良好な精度が得られました。弊社の電位差滴定装置により、銀めっき液中のシアン化銀の測定が可能です。