

アプリケーションノート

銅めっき液中のシアン化銅(Ⅰ)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	：	光度滴定法/キレート滴定
関連規格	：	

1. 概要

シアン化銅は、銅めっき液における銅の供給源として添加されています。そのため、シアン化銅の濃度は銅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、銅めっき液中のシアン化銅(Ⅰ)を測定した例を紹介します。

銅めっき液は高濃度のシアン化物イオンを含むため、銅は水に可溶性シアン化銅錯イオンとして存在します。主に $[\text{Cu}(\text{CN})_3]^{2-}$ 、一部が $[\text{Cu}(\text{CN})_4]^{3-}$ として存在すると考えられています。滴定を行うためには、シアン化銅錯イオンを分解するための前処理が必要です。ペルオキシ二硫酸アンモニウムを添加するとシアン化銅錯イオンが分解し、二価の銅イオンが生成します。二価の銅イオンをエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム(EDTA)水溶液で滴定することにより、シアン化銅(Ⅰ)濃度を求めることが可能です。

なお、検出器は光度センサを適用し、指示薬の変色を検出し、終点を求めました。

2. 分析終了後の処置

使用後の光度センサは純水で十分洗浄し、ワイパー等で水分をふき取り乾燥した状態で保管してください。

3. 装置構成

- ・電位差自動滴定装置(光度滴定用プリアンプリファイアPTA)
- ・光度センサ 干渉フィルタ波長:530nm

4. 試薬

滴定液:0.1mol/L EDTA水溶液

添加試薬:ペルオキシ二硫酸アンモニウム、濃アンモニア水

指示薬:0.1% ピリジルアゾナフトール(PAN)エタノール溶液

5. 分析手順

- 1) 純水で試料を正確に10倍に希釈します。
- 2) 希釈後の溶液5mLをビーカーに正確に採取し、ペルオキシ二硫酸アンモニウム3gを加えます。
- 3) 純水150mLを加えて攪拌し、完全に溶解させます。
- 4) 濃アンモニア水5mLおよび0.1% PANエタノール溶液0.5mLを加えます。
- 5) 0.1mol/L EDTA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

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

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(1.0001)
C1	= 濃度換算係数(8.9563)
K1	= 単位換算係数(1)
S	= 希釈後の試料の採取量(mL)
R	= 希釈係数(0.1)

7. 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	: 20mL	ゲイン	: 1
検出方法	: ch3, %T	データ採取条件	: 自動
滴定前の待ち時間	: 0s	制御速度モード	: 標準
定量注入モード	: しない	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 —

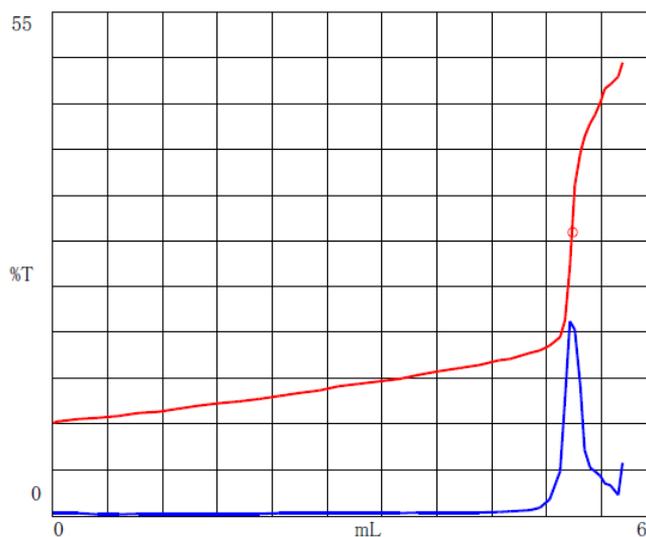


Table 1 銅めっき液中のシアン化銅(I)の測定結果

	採取量(mL)※	滴定量(mL)	シアン化銅(I) (g/L)
1	5	5.1710	92.64
2	5	5.1849	92.88
3	5	5.1797	92.79
平均	-	-	92.77
標準偏差	-	-	0.13
RSD(%)	-	-	0.14

※希釈後の試料の採取量を記載しました。

8. 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、銅めっき液中のシアン化銅(I)の測定が可能です。