

アプリケーションノート

ニッケルめっき液のニッケル塩濃度

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 光度滴定法/キレート滴定
関連規格	:	

1. 概要

ニッケルめっき液中のニッケル塩濃度は、めっき浴管理の重要な項目です。本アプリケーションノートではニッケル塩として硫酸ニッケル、および塩化ニッケルを含むめっき液のニッケル塩濃度の測定例を紹介します。塩化ニッケルは硝酸銀を滴定液とする沈殿滴定により塩化物イオンを測定し、この滴定量から塩化ニッケル・六水和物濃度を求めました。硫酸ニッケルはエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム(EDTA)溶液を滴定液とするキレート滴定によって全ニッケル濃度を求め、これから先述の塩化ニッケル分を差し引き、硫酸ニッケル・六水和物濃度を求めました。沈殿滴定は複合銀電極による電位差滴定によりました。キレート滴定はpH10に緩衝した条件下でムレキシドを指示薬とし、光度センサにより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

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。

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。

4. 装置構成

- ・電位差自動滴定装置(標準プリアンプファイアSTD、光度滴定用プリアンプファイアPTA)
- ・複合銀電極 比較電極内部液:1mol/L硝酸カリウム
- ・光度センサ 干渉フィルタ波長:530nm

5. 試薬

-沈殿滴定-

滴定液:0.1mol/L硝酸銀水溶液

-キレート滴定-

滴定液:0.1mol/L EDTA水溶液

指示薬:ムレキシド希釈粉末(ムレキシド0.2gを硫酸カリウム100gと粉碎混和したもの)

添加試薬:1mol/L塩化アンモニウム水溶液、28%アンモニア水

6. 分析手順

-塩化ニッケル-

- 1) 試料2.0mLを正しくビーカーに採取し、水100mLを加えた。
- 2) 0.1mol/L硝酸銀水溶液で滴定した。
- 3) 滴定曲線の変曲点を終点とし、滴定量から塩化ニッケル・六水和物濃度を求めた。

-硫酸ニッケル-

- 1) 試料1.0mLを正しくビーカーに採取し、水150mLを加えた。
- 2) 塩化アンモニウム溶液10mLを加え、ついでアンモニア水を溶液が黄色になるまで加えた。
- 3) 0.1mol/L EDTA溶液で滴定した。
- 4) 滴定曲線の変曲点を終点とし、滴定量から全ニッケル濃度を求めた。ここから塩化ニッケル相当分を差し引き、硫酸ニッケル・六水和物濃度を求めた。

7. 計算式

$$\begin{aligned} \text{塩化ニッケル・六水和物(g/L)} &= (EP1 - BL1) \times TF \times C1 \times K1 / S \\ \text{硫酸ニッケル換算濃度(g/L)} &= CO1 \times 262.9 / 237.7 \end{aligned}$$

EP1	・・・	滴定量(mL)	
BL1	・・・	空試験の滴定量(mL)	=0
TF	・・・	滴定液のファクタ	=1.0042
C1	・・・	濃度換算係数	=237.7
K1	・・・	単位換算係数	=0.05
S	・・・	試料採取量(mL)	=2.0
CO1	・・・	1つ目の計算結果(塩化ニッケル・六水和物の測定結果(g/L))	

$$\text{硫酸ニッケル・六水和物(g/L)} = ((EP1 - BL1) \times TF \times C1 \times K1 / S) - R$$

EP1	・・・	滴定量 (mL)	
BL1	・・・	空試験の滴定量(mL)	=0
TF	・・・	滴定液のファクタ	=0.9794
C1	・・・	濃度換算係数	=262.9
K1	・・・	単位換算係数	=0.1
S	・・・	試料採取量(mL)	=1.0
R	・・・	塩化ニッケル分補正量(g/L)	
		(上記塩化ニッケル測定値からの換算濃度)	

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	: 標準
最大滴定量	: 20mL	ゲイン	: 1
検出方法	: ※	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
		自動間欠モード	: 標準

※塩化ニッケル(沈殿滴定)の場合、Ch1,mV
 硫酸ニッケル(キレート滴定)の場合、Ch3,%T

(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—

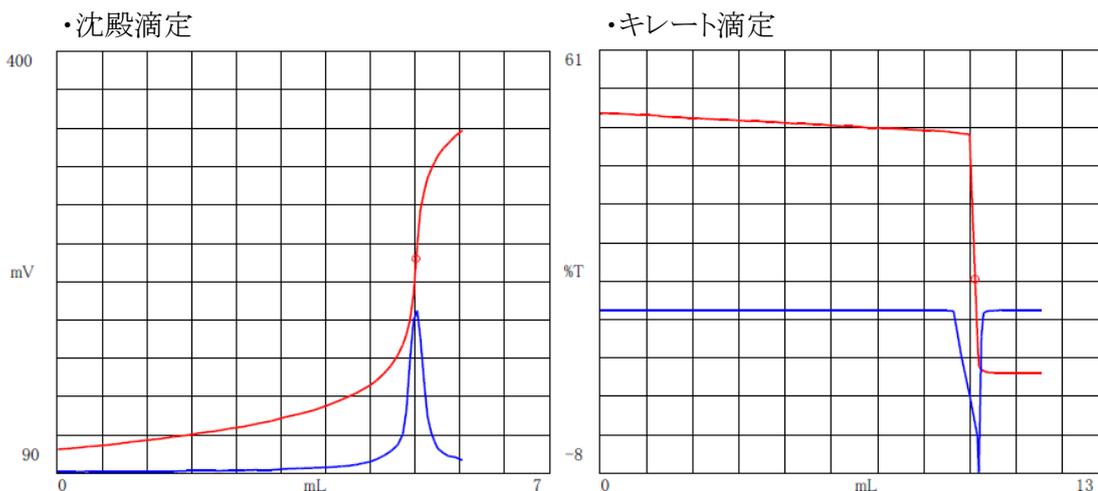


Table 1 塩化ニッケル・六水和物の測定結果

	採取量(mL)	滴定量(mL)	NiCl ₂ ・6H ₂ O (g/L)
1	2	5.1114	30.50
2	2	5.1210	30.56
3	2	5.1176	30.54
平均	-	-	30.53
標準偏差	-	-	0.03
RSD(%)	-	-	0.10

Table 2 硫酸ニッケル・六水和物の測定結果

	採取量(mL)	滴定量(mL)	NiSO ₄ ・6H ₂ O (g/L)
1	1	9.5938	216.49
2	1	9.5738	215.98
3	1	9.5379	215.05
平均	-	-	215.84
標準偏差	-	-	0.73
RSD(%)	-	-	0.34

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、ニッケルめっき液中の塩化ニッケルおよび硫酸ニッケルの測定が可能です。