

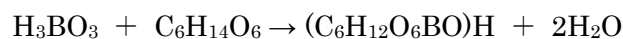
## アプリケーションノート

# ニッケルめっき液中のホウ酸

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/中和滴定
関連規格	:	-

### 1. 概要

一般的に、ニッケルめっき液の適切な pH 範囲は 3.0~6.2 であり、この pH 範囲において良好なめっき被膜が形成できるとされています。ニッケルめっき液の pH を調節するために、ホウ酸が添加されています。ホウ酸は、その他の役割として、白色外観、被膜応力、延性等の物性を改善するとされています。そのため、ニッケルめっき液中のホウ酸の濃度管理は重要です。本アプリケーションでは、電位差滴定によってニッケルめっき液中のホウ酸の濃度を測定した例を紹介します。ホウ酸は非常に弱い酸であるため直接滴定することはできませんが、マンニトール等のポリオールと錯体を生成し、比較的強い酸となる性質があります。



マンニトールの添加で生成した錯体を水酸化ナトリウムによって滴定することで、ホウ酸の濃度を求めることが可能です。低い pH から水酸化物となる金属イオンが含まれる場合、測定結果に正の誤差を生じます。この場合、フェロシアン化カリウムの添加により、共存する金属イオンをマスキングし、上述の影響を防止することができます。

### 2. 分析終了後の処置

内部液の流出および濃縮を抑制するため、電極保管時は複合ガラス電極の内部液充填口をゴム栓で密栓してください。

複合ガラス電極は、乾燥状態で保管すると性能の低下が早まります。以下のように保管することを推奨します。

- 短期的な保管(一か月未満)…純水に浸漬させて保管。
- 長期的な保管(一か月以上)…pH4 標準液と 3.3mol/L 塩化カリウム水溶液を 1:1 の体積比で混合した溶液に浸漬させて保管。

### 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-)
- 複合ガラス電極(内部液:3.3mol/L 塩化カリウム水溶液)
- 温度補償電極

## 4. 試薬

滴定液: 0.1mol/L 水酸化ナトリウム水溶液  
 添加試薬: 10% フェロシアン化カリウム水溶液、マンニト

## 5. 分析手順

- 1) 試料1mLを正確にビーカーに採取しました。
- 2) 純水50mL、10%フェロシアン化カリウム水溶液10mL、マンニトール4gを加えて攪拌しました。
- 3) 完全に溶解した後、0.1mol/L 水酸化ナトリウム水溶液で滴定しました。

## 6. 計算式

$$\text{ホウ酸(g/L)} = (\text{EP1} - \text{BL1}) \times \text{TF} \times \text{C1} \times \text{K1} / \text{S}$$

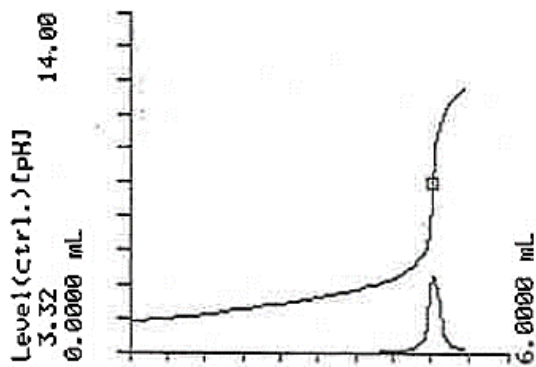
EP1	・・・第一終点までに要した滴定量(mL)
BL1	・・・空試験に要した滴定量(0mL)
TF	・・・滴定液のファクタ(0.9916)
C1	・・・濃度換算係数(6.1831g/L)
K1	・・・単位換算係数(1)
S	・・・試料採取量(mL)

## 7. 測定例

### — 滴定装置の設定 —

〈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	: ch1, pH	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

### — 滴定曲線の一例 —



## —測定結果—

Table 1 ホウ酸の測定結果

	採取量(mL)	滴定量(mL)	ホウ酸 (g/L)
1	1.00	4.7892	29.4
2	1.00	4.7769	29.3
3	1.00	4.7914	29.4
平均	-	-	29.3
標準偏差	-	-	0.1
RSD (%)	-	-	0.2

## 8. まとめ

繰り返し性はRSD値で1%未満となり、良好な精度で測定することができました。弊社の電位差滴定装置により、ニッケルめっき液中のホウ酸の測定が可能と判断します。