

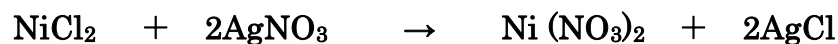
HIRANUMA APPLICATION DATA		滴定データ COMシリーズ	データNo	E4	12/12/28
めっき液 エッチング液	ニッケルめっき液中の塩化ニッケルの定量				

## 1. 測定の概要

ニッケルめっき液の管理分析は、製品の仕上がりの良し悪しを左右する大切な作業です。一般に使用されるニッケルめっき液の分析成分としては、

- ① 硫酸ニッケル
- ② 塩化ニッケル
- ③ ホウ酸

などがあります。本稿では、ニッケルめっき液中の塩化ニッケルを硝酸銀標準液によって電位差滴定した例について紹介します。



## 2. 装置構成および試薬

### (1) 装置構成

- 本体 : 平沼自動滴定装置 COMシリーズ  
 電極 : 銀比較複合電極 AGR-811 (ダブルジャンクション型)

※上記以外の電極として、以下の電極も使用可能です。

- ・AGR-801 (銀比較複合電極)
- ・AG-311 (銀指示電極) と MS-231 (銀比較電極) の組み合わせ
- ・AG-311 と RE-241 (ダブルジャンクション型比較電極) の組み合わせ

注) 一般に用いられる比較電極 (RE-201) を使用すると塩化カリウム内部液が流出し測定の誤差となるため使用できません。

なお、AGR-801 および MS-231 は内部極に水銀 (硫酸第一水銀) を使用しています。廃棄するときは専門の産業廃棄物処理業者に依頼してください。

### (2) 試薬

- 滴定液 : 0.05mol/L 硝酸銀標準液  
 添加液 : 1mol/L 硝酸 1mL

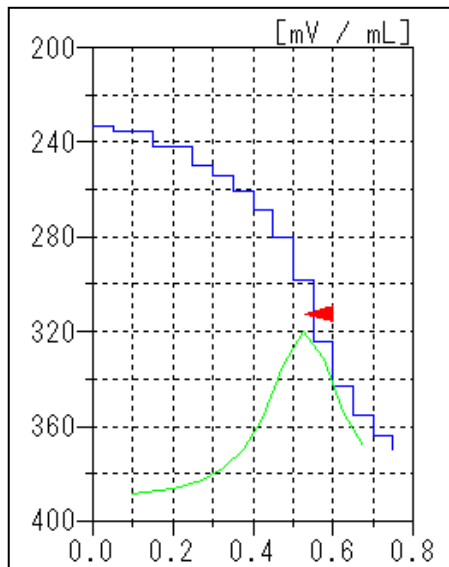
## 3. 測定手順

- ① 試料 1mL をホールピペットで採取し、100mL ビーカーに入れます。
- ② 純水を約 60mL 加えます。
- ③ 1mol/L 硝酸を 1mL 加えます。
- ④ 電極を浸漬し、0.05mol/L 硝酸銀標準液で滴定を行いません。

## 4. 測定条件例および測定結果

### 滴定条件例

コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	8
メソッド	変曲点検出	S:試料量	1 mL	山越タイム	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	5
アンプ No.	3	M:滴定液濃度	0.05 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F:ファクタ	0.9941	待ち時間	5 秒
スタートタイム	5 秒	K:係数 1	118.84	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイム	0 秒	結果単位	g/L	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	$(D-B)*K*F*M/S$		
検出感度	300	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0.2 mL	滴定液名	0.05M AgNO3		
最大滴加 mL	20 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		



滴定曲線例

### 測定結果

測定回数	試料量 (mL)	滴定値 (mL)	塩化ニッケル六水和物 濃度(g/L)
1	1	0.528	3.119
2	1	0.528	3.119
3	1	0.527	3.113
		平均値 :	3.12 g/L
統計計算		標準偏差 :	0.0034 g/L
		変動係数 :	0.11 %

## 5. 摘要

### (1) 全ニッケルの定量法について

ニッケルめっき液の全ニッケルの定量法は、試料 1mL に純水 60mL を加えた後、(1+1)アンモニア水 20mL と MX 指示薬を加え 0.1m/L EDTA 標準液で光度滴定することにより定量されます。

(全ニッケルの定量法詳細は、アプリケーションデータ E10 を参照ください)

### (2) ホウ酸の定量法について

ニッケルめっき液中のホウ酸の定量法は、試料 1mL に純水 50mL を加えた後、20%マンニット溶液 20mL を加え 0.1mol/L 水酸化ナトリウム標準液によって電位差滴定することにより定量されます。(ホウ酸の定量法詳細は、アプリケーションデータ J8 を参照ください)

キーワード：ニッケルめっき液、塩化ニッケル、硝酸銀、沈殿滴定