

HIRANUMA APPLICATION DATA	滴定データ COMシリーズ	データNo	E10	12/12/28
めっき液 エッチング液	ニッケルめっき液中の全ニッケルの定量			

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 スルファミン酸ニッケル
- 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全ニッケル（スルファミン酸ニッケルと塩化ニッケルに由来するニッケルイオンの含量）を、MX を指示薬とした EDTA 標準液による光度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 (光度滴定用測定ユニット Mタイプ)
使用フィルタ 530nm

(2) 試薬

滴定液 : 0.1mol/L EDTA 標準液

緩衝液 : (1 + 1)アンモニア
アンモニア水 (28~30%) 1 容と純水 1 容を混合したもの

指示薬 : MX 指示薬 0.2 g
ムレキシド 0.1 g と硫酸カリウム 10 g を乳鉢に入れ、良く粉砕混合したもの。

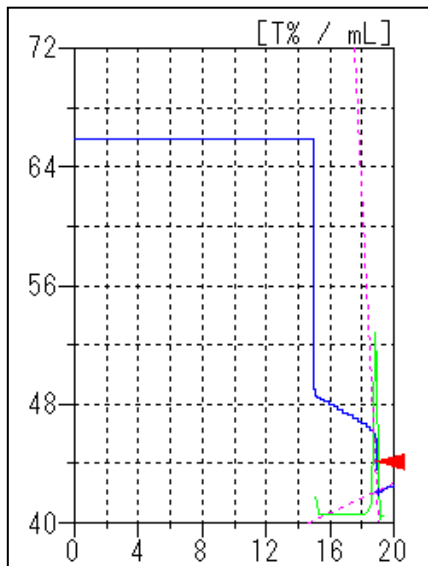
3. 測定手順

- 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 (1 + 1)アンモニアを 20mL 加えます。
- ④ MX 指示薬を 0.2 g 加えます。
- ⑤ 光度プローブを浸漬し、0.1mol/L EDTA 標準液で滴定を行ないます。

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.	20
メソッド	B交点検出	S:試料量	1 mL	山越タイマ	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.	2	M:滴定液濃度	0.1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	T%	F:ファクタ	1.007	待ち時間	5 秒
スタートタイマ	5 秒	K:係数 1	58.69	待ち感度	0 mV
連続滴加 mL	15 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイマ	0 秒	結果単位	g/L	最小滴加量	80
検出開始 mL	0 mL	計算式	(D-B)*K*F*M/S		
検出感度	200	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	1 mL	滴定液名	0.1M EDTA		
最大滴加 mL	40 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)	全ニッケル濃度 (g/L)
1	1	19.093	112.841
2	1	19.003	112.309
3	1	18.970	112.114
統計計算			平均値 : 112.4 g/L
			標準偏差 : 0.376 g/L
			変動係数 : 0.33 %

5. 摘要

(1) 測定条件について

本滴定は指示薬の変色が完結した点を終点とするため、終点検出は B 交点検出に設定します。また本結果のように滴定値が多い場合は、連続滴加 mL の機能を使用して終点より数 mL 手前まで滴定液を一度に滴加することにより、測定時間の短縮を図ることができます。

(2) スルファミン酸ニッケルの算出法について

本法で測定した全ニッケルの測定結果から、別法で測定した塩化ニッケル濃度を減算することによって、スルファミン酸ニッケル濃度を求めることができます（塩化ニッケルの定量法詳細は、アプリケーションデータ E4 を参照ください）。計算式は次のようになります。

スルファミン酸ニッケル四水和物濃度 (g/L) = (CA - K × 0.247) × 5.502

CA : 全ニッケルの測定値 (g/L)

K : 塩化ニッケル六水和物の測定値 (g/L)

0.247 : 塩化ニッケル六水和物をニッケルに換算するための係数
(Ni(58.69)/NiCl₂·6H₂O(237.69))

5.502 : ニッケルをスルファミン酸ニッケル四水和物に換算するための係数
(Ni(NH₂SO₃)₂·4H₂O(322.93)/Ni(58.69))

なお、硫酸ニッケル六水和物濃度として算出する場合は、上記に示した換算係数 5.502 を 4.479 (NiSO₄·6H₂O(262.85)/Ni(58.69)) に変更します。

キーワード : ニッケルめっき液、全ニッケル、光度滴定、