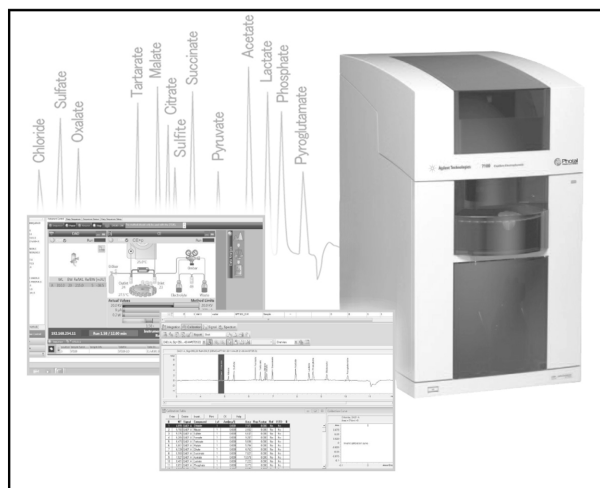


Application Data

無電解めっき液中の無機陰イオン、有機酸の一斉分析



希釈のみの前処理で添加剤を7分で一斉分析

無電解めっきは、材質や形状にかかわらずめっきを行うことができるため、複雑な形状の部品やプリント配線板などに現在広く用いられています。無電解めっき液には還元剤として次亜リン酸、pH緩衝剤や金属の沈殿を防止する錯化剤として有機酸が添加されています。これらの添加剤の濃度変化は、めっきの反応時間、めっき膜の組成および形状に影響を及ぼすため、濃度を管理する必要があります。

これまでめっき液中の添加剤は、イオンクロマトグラフィーを用いて測定されてきましたが、カラムの耐久性、分離など多くの点で問題がありました。

キャピラリー電気泳動は、高速、高分離の分析手法であり、また中空のキャピラリー内で分離を行うため、めっき液等の夾雑物の多い試料でも、希釈するだけで分析することができます。

Fig. 1に無電解めっき液によく添加されている無機陰イオン、リン酸化合物、有機酸の標準液をキャピラリー電気泳動を用いて測定した例を示しました。Fig. 2に無電解ニッケルめっき液を測定した例、Fig. 3に繰り返し再現性の結果を示しました。繰り返し再現性は移動時間が $\pm 0.1\%$ 、ピーク面積は濃度の低い酢酸以外は 0.7% から 1.5% 以内と良好でした。

■陰イオン標準液の分析例

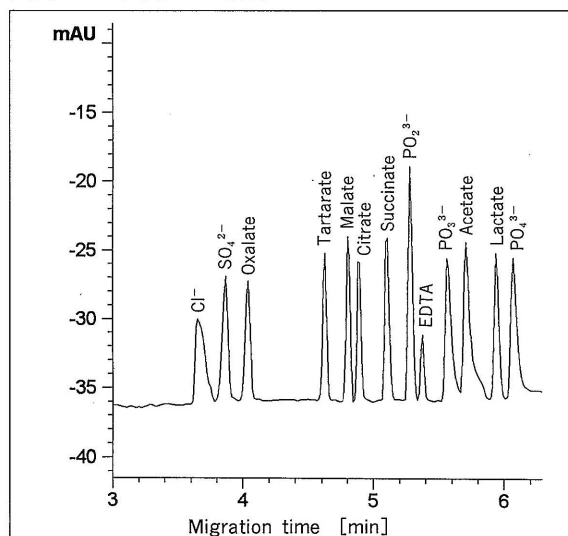


Fig.1 Electropherogram of a standard mixture of inorganic and organic anions.

No.	成分名	濃度 (ppm)	時間 (分)
1	Cl ⁻	25	3.65
2	SO ₄ ²⁻	25	3.85
3	Oxalate	25	4.04
4	Tartarate	25	4.62
5	Malate	25	4.80
6	Citrate	25	4.89
7	Succinate	25	5.10
8	PO ₂ ³⁻	25	5.28
9	EDTA	25	5.37
10	PO ₃ ³⁻	25	5.56
11	Acetate	25	5.72
12	Lactate	25	5.94
13	PO ₄ ³⁻	25	6.07

測定方法

測定した無機イオン類や有機酸は強いUV吸収を持たないため、キャピラリー電気泳動では一般に間接吸光度法を用いて測定します。ここでは、HP社の有機酸分析キット(部品番号5063-6510)を用いて測定しました。

Table 1 Conditions

Instrument	: G1600A
Capillary column	: Fused Silica 75 μ m \times 1 = 72cm (Hewlett-Packard)
Buffer	: HP Organic acid buffer 5 mM PDC, 0.5mM CTAB, pH 5.6
Preconditioning	: 4 min at run buffer
Injection	: Pressure, 2.0 sec at 50 mbar
Voltage	: Negative, 25 kV
Capillary Temperature	: 20°C
Detector	: Diode array
Signals	: 350 nm
Bandwidth	: 20 nm
Reference	: 200 nm
Bandwidth	: 10 nm

■無電解ニッケルめっき液の測定例

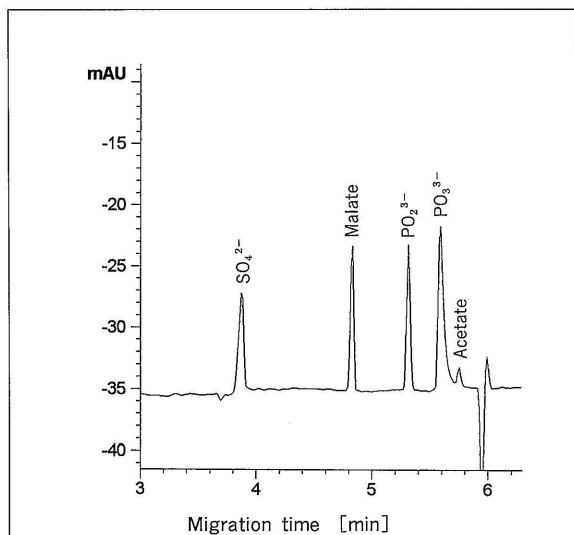


Fig. 2 Electropherogram of anions in a nickel-plating bath.

無電解ニッケルめっき液を純水で1000倍希釈し、それを測定しました。原液中の硫酸、リンゴ酸、次亜リン酸、亜リン酸、酢酸の濃度は、それぞれ22、24、16、33、2.4 g/lでした。

■無電解ニッケルめっき液の繰り返し再現性(n = 5)

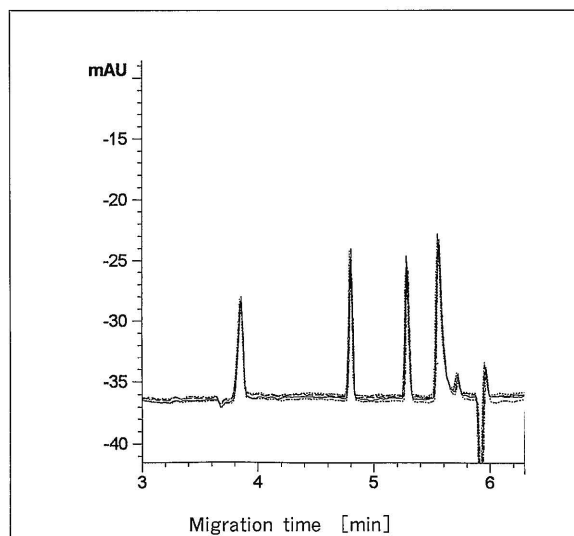


Fig.3 Reproducibility of anions in a nickel-plating bath.

Table 2 Reproducibility of anions in a nickel-plating bath.

Compound name	MT(RSD%)	Area(RSD%)
SO ₄ ²⁻	0.1	0.7
Malate	0.1	1.0
PO ₂ ³⁻	0.1	1.5
PO ₃ ³⁻	0.1	0.9
Acetate	0.1	3.3