



キーワード

銅、クロム、ニッケル、パラジウム
あるいは複合金属シアン化物な
どの高マトリックス負荷のめっき
浴中の低濃度および高濃度の全
有機体炭素 (TOC) 濃度の信頼性
の高い測定

概要

堅牢なUV過硫酸塩酸化による
めっき浴レベルの自動TOC品質
管理

紫外線分解によるめっき浴溶液中のTOC測定

はじめに

電気めっき浴は浴液に対象物を浸し電気を流すことにより、導電性表面に金属皮膜を生成させるために広く用いられています。この目的は、宝石類への装飾的な銀、金、パラジウムなどの表面処理をしたり、腐食防止、導電性、硬度、耐久性の変化などの物理的特性を向上させたり、非常に多岐にわたります。めっき浴の製造業者はめっき液に最適な仕様を確立し、その処方を維持し、構成要素と汚染物質の不適切なレベルに関する問題を防止するための対策を講じる必要があります。他のパラメーターでも、めっき浴のシアン化物や界面活性剤の含有量の段階的で連続的な変化は、効率の著しい低下につながる可能性があります。これらの問題はすべて、めっき浴製造の品質管理におけるTOCの監視により対処および防ぐことができます。

水系の液体サンプルにおけるTOC測定に適用できる2つの非常に一般的な原理(燃烧触媒酸化と紫外線と化学酸化剤によって促進される湿式紫外線酸化)があります。

湿式紫外線酸化は高濃度の塩および/あるいは硫酸のような非常に強力なマトリックスのために選択する原理です。高濃度の金属塩や無機酸は燃烧触媒酸化のTOC測定では燃烧管や触媒にすぐにダメージを与える可能性がある一方で、紫外線酸化の大きな利点はTOC計のメンテナンスや消耗を最小限に抑えられることです。

これらの測定に使用したmulti N/C UV HSの酸化力は、高出力長寿命リアクターのおかげで非常に高く、したがって、サンプル中の有機化合物の完全な酸化が保証されます。TOC差し引き法を適用することにより、全有機体炭素だけでなく、全無機体炭素の測定もできます。TICは酸処理によりCO₂を放出する炭酸塩および炭酸水素塩に結合した炭素と定義されているので、シアン化物のような無機体炭素はTOCとして測定されます。

サンプルと測定条件

さまざまな電気めっき浴サンプルの測定には湿式紫外線酸化によるTOC計 multi N/C UV HSを使用しました。サンプル導入にはオートサンプラーAS varioを使用しました。

サンプルと試薬

- さまざまなめっき浴サンプルと添加およびチェックサンプルを分析
- 10%リン酸 (オプションのTIC測定)
- NPOCモードの自動酸性化および酸化試薬の調製用の2 M硫酸
- 酸化試薬としての80 g/L ペルオキシ二硫酸ナトリウム

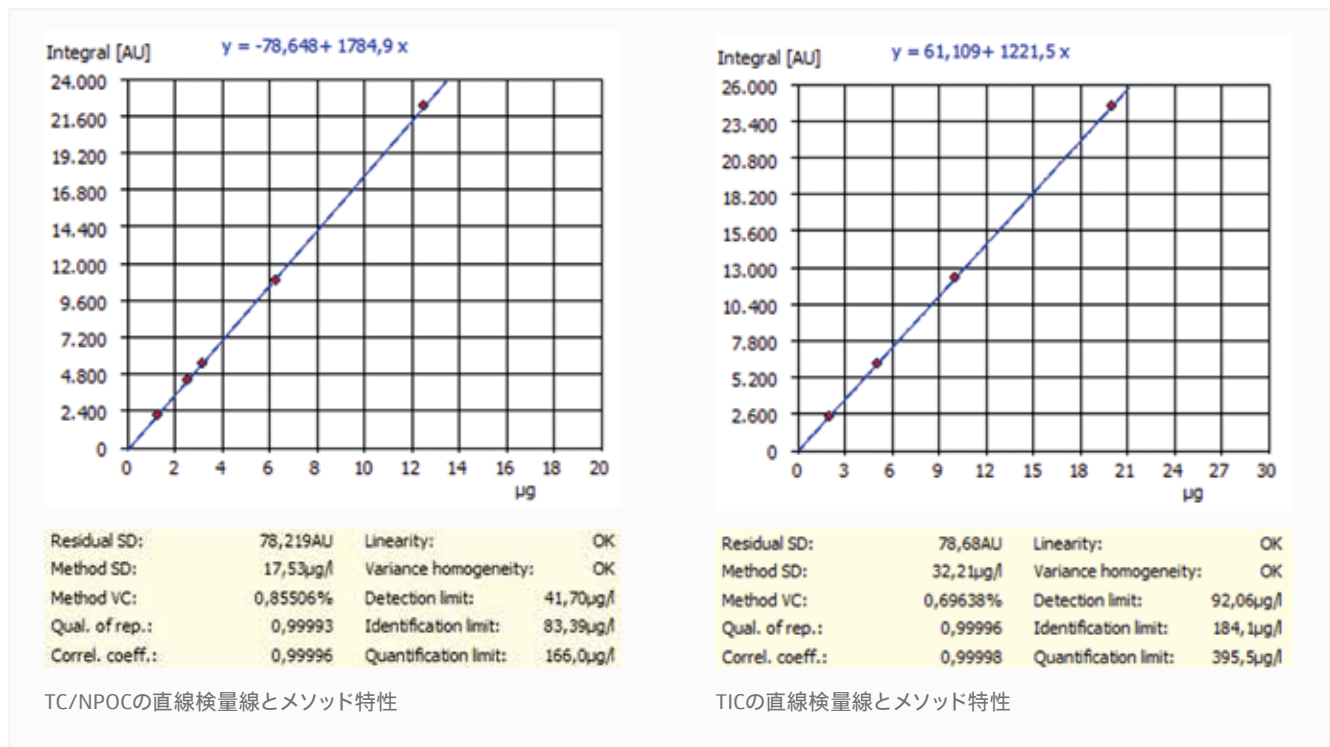
サンプル前処理

サンプルは粘度が高かったため、測定前にマニュアルで希釈しました。希釈率を表1に示します。それ以上の前処理は行いませんでした。強酸のNPOC測定ではサンプルの酸性化は省略できます。

検量線

TC/NPOC検量線のために、1000 mg/Lフタル酸水素カリウムストック溶液から0.5-100 mg/Lのさまざまな濃度レベルの標準液を準備し、硫酸で酸性化しました。TIC検量線には炭酸ナトリウムと炭酸水素ナトリウムの混合液 (それぞれ50%) を0.5-50 mg/Lで準備しました。検量線測定を行い、直線の検量線が得られました。

表1: NPOC検量線



メソッドでは3桁までの測定範囲の全てをカバーするために、最大3つの範囲の検量線をそれぞれのパラメーターにリンクすることができます。検出限界と定量下限は選択した測定範囲に依存し、上記のメソッド特性から求めることができます。

装置

測定は以下に示したメソッド設定でNPOCモードにより行いました。

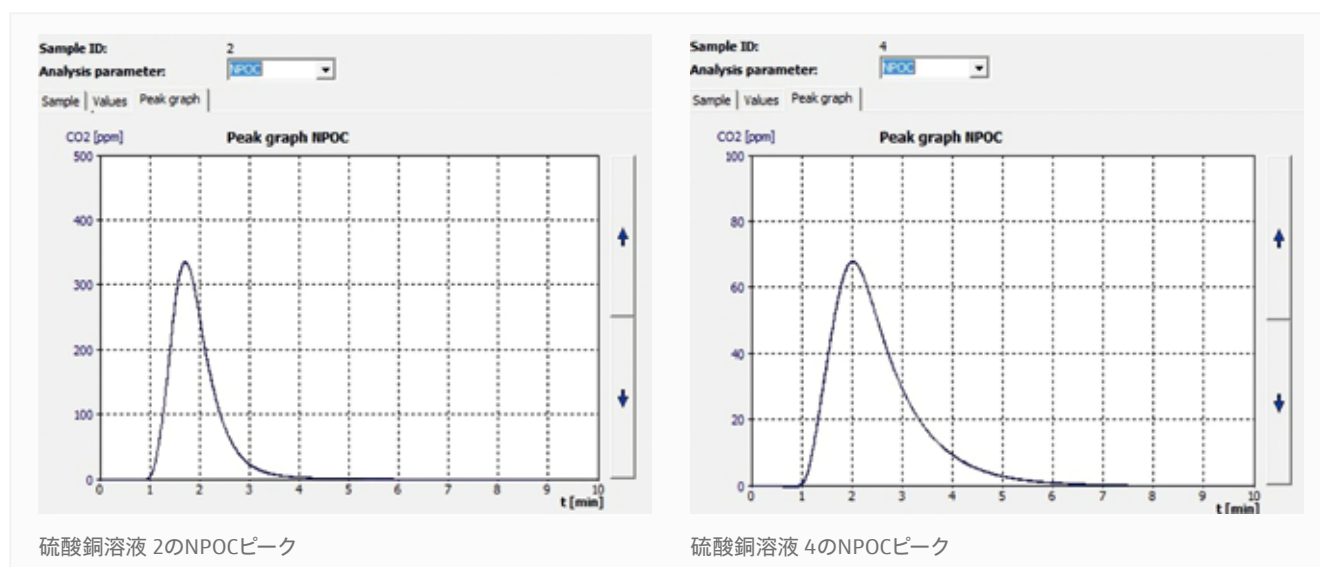
パラメーター	NPOCモードのメソッド設定	TOCモードのメソッド設定
メソッド/パラメーター	NPOC + 酸性化試薬	TC、TIC、TOC
酸化分解	湿式紫外線酸化	湿式紫外線酸化
測定回数	最小2回、最大3回	最小2回、最大3回
サンプルによる共洗い	3回	3回
サンプルバージ時間	180秒	-
注入量	2500 μ l	2000 μ l

結果と考察

以下の表は、少なくとも2回の測定から計算された平均値と相対標準偏差を示しています。

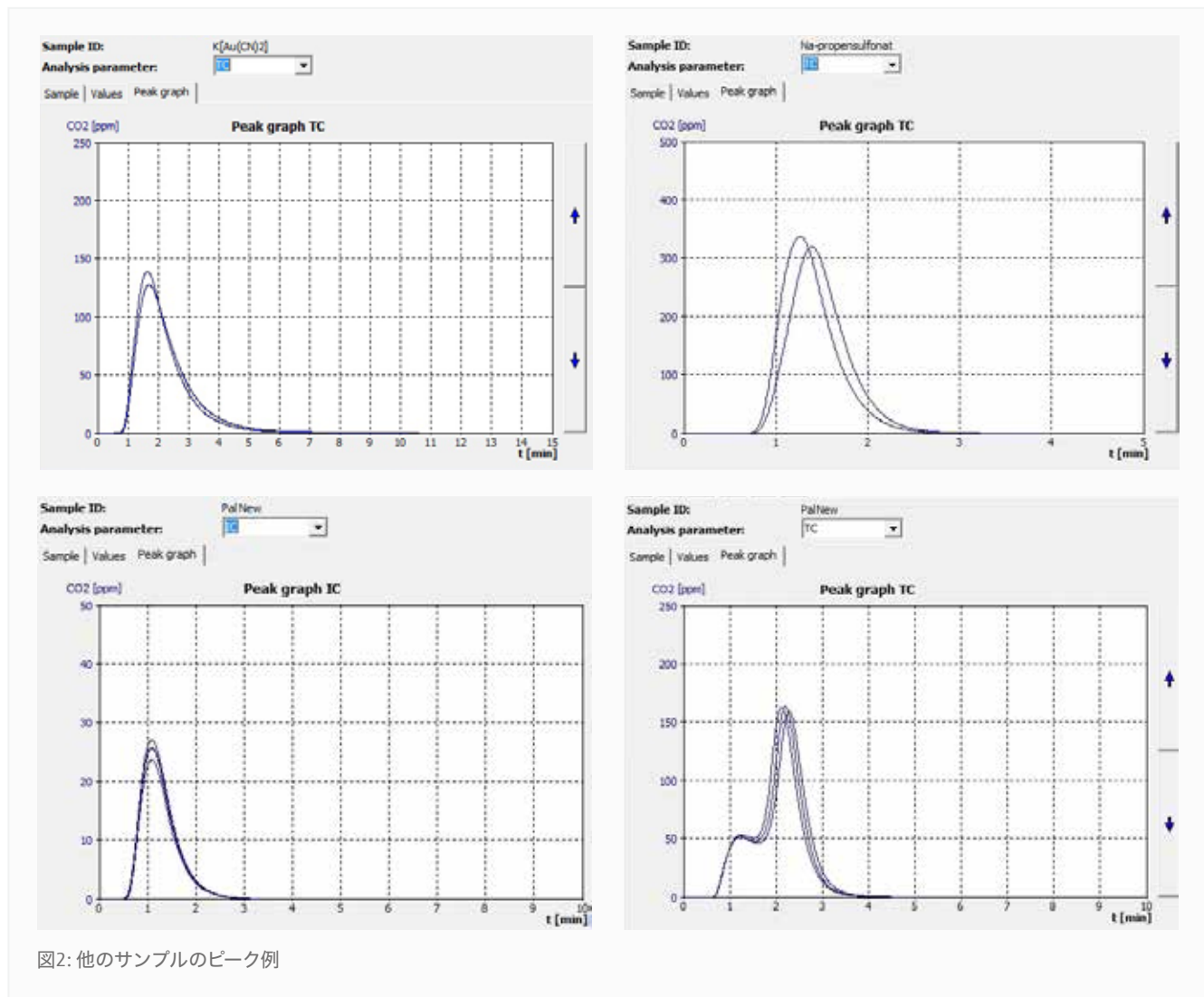
表1: TOC測定結果

サンプル ID	希釈倍率	平均値 TC [mg/L] \pm RSD [%]	平均値 TIC [mg/L] \pm RSD [%]	平均値 TOC/NPOC [mg/L] \pm RSD [%]
硫酸銅溶液 2	10	-	-	80.0 \pm 0.5 %
硫酸銅溶液 3	-	-	-	0.54 \pm 1.3 %
硫酸銅溶液 4	-	-	-	2.9 \pm 0.3%
管理標準 5 mg/L TOC	-	-	-	5.1 \pm 0.9%
プロペンスルホン酸Na (10 mg/L)	-	10.58 \pm 0.3%	0.19 \pm 2.4%	10.38
K[Au(CN) ₂]	100	979 \pm 0.2%	20.4 \pm 4.0%	959
パラジウム new - 1	100	759.7 \pm 0.8%	61.9 \pm 4.4%	697.8
パラジウム old - 2	100	872.2 \pm 0.1%	107.2 \pm 1.8%	765.0
パラジウム new - 2	100	786.8 \pm 0.1%	76.0 \pm 2.7%	710.8
界面活性剤	100	1150 \pm 0.4%	20.3 \pm 2.6%	1130
KHP-検査標準 1 g/L	100	1070 \pm 0.5%	15.0 \pm 2.4%	1055



硫酸銅溶液 2のNPOCピーク

硫酸銅溶液 4のNPOCピーク



結論

multi N/C UV HSは高出力の湿式紫外線分解技術により、電気めっき浴のサンプルに良好な分析性能を発揮します。エネルギーの強い短い185 nmのUV波長をを通常の254 nmのUV波長と組み合わせたmulti N/C UV HSの特殊なリアクター設計によりサンプルの完全な酸化を促進します。

全てのサンプルは非常に良好な再現性で測定できました。低いランニングコスト (燃焼管の交換の必要がなく、触媒の大量消費が起らない) と合わせて、multi N/C UV HSは高塩サンプルおよび高濃度酸 (塩化物とHClを除く) サンプルのTOC測定に最適なTOC計です。

ハイスループットのオートサンプラーAS varioを使用することにより、multi N/C装置の平行パージ/分析はNPOC測定に短いシーケンスランタイムを保証し、TOC差し引き測定にも対応します。

この資料に記載している内容は、発行時点の内容であり、情報は変更される場合があります。技術的な変更や修正など、他の文書がこの文書に優先する場合があります。