

07 無電解ニッケルめっき液の分析について（効率化の検討）

（㈱旭プレジジョン） 新田昌弘，足立洋史，宮本昌樹，○池山弘一
 キーワード[キャピラリー電気泳動，無電解ニッケルめっき，めっき液管理]

1. 緒言

キャピラリー電気泳動は，無機の陽イオン，陰イオン，有機酸などの低分子から合成高分子，生体分子などの高分子化合物を分析対象として，これまでに数多くの分析法が開発されている。一方，無電解ニッケルめっきは，均一な機能性を有した皮膜を得ることができるため，工業的に幅広く用いられている。しかし，めっき処理を連続的に行うためには，めっき液のターン数の把握だけでなく，ニッケルや還元剤などの濃度管理が必要不可欠である。自社では，無電解ニッケルめっき液の管理にキャピラリー電気泳動を用い，定期的な分析によるめっき液管理を行ってきた。しかし，自社ではめっき液の種類が増加およびタンクの増設など，分析件数が増加しているため，分析時間の短縮，効率化が求められている。そこで，分析時間を短縮するために検討した結果を報告します。

2. 測定方法

2. 1. 分析方法

めっき液の分析には，大塚電子社製 CAPI-3300 を使用した。また，測定は，フェードシリカ製(内径 75 μm ，有効長 67.8~107.8 cm)のキャピラリー管を使用し，印加電圧を -10~-30 kV，試料導入を落差法(25 mm, 60 sec.)とし，間接紫外吸収法にて行った。現在，無電解ニッケルめっき液の分析に使用している泳動液は α -ISOF(陰イオン，陽イオン同時分析用)であり，この泳動液の pH を 6~8 と変化させて，分析時間短縮のための泳動時間および分離性について検討した。

2. 2. 検量線の作成

検量線については，実際のめっき液サンプルと同条件で測定を行うため，各めっき液に含まれている主成分のイオンが 50, 100, 200 ppm になるように試薬を使用して作製した。

3. 測定結果

3. 1. 泳動時間について

めっき液に含まれる各成分の泳動時間について検討するために，めっき液に含まれる各イオンを順次添加していき，各成分と泳動時間との関係を調べた。その結果，泳動液の pH を変化させることにより，各成分の泳動時間が Masahiro Nitta, Hiroshi Adachi, Masaki Miyamoto, ○Kouichi Ikeyama

変化し、亜リン酸や次亜リン酸、リン酸の検出される順番も大きく変化することがわかった。pH8 と pH6 の泳動液を使用して測定した結果を図1に示した。この結果から、pH6 の泳動液は分離の性能が高く、キャピラリー管を短くし、分析時間の短縮が可能である事がわかった。pH7 の泳動液では、一部成分の分離、検出を行うことができなかった。

3. 2. キャピラリー管の有効長について

一般的には、キャピラリー管の有効長を長くすると分解能をあげることができるが、その反面、分析時間が長くなってしまう欠点がある。現在使用している泳動液では、キャピラリー管の有効長は 107.8 cm である。分析時間の短縮のため 67.8 cm と短くする検討を行った結果、分離することができない成分が発生した。そこで、pH6 の泳動液を用いると、分離することが可能であった。

4. 結論

無電解ニッケルめっき液の分析時間の短縮を目的に泳動液の pH を変化させることにより、分析対象成分の分離性能を上げることができた。また、この泳動液を使用するとキャピラリー管を短くすることが可能となり、分析に必要な時間の短縮が可能となった。検量線も直線性があることが確認でき、めっき液の管理として通用する条件であることが確認できた。

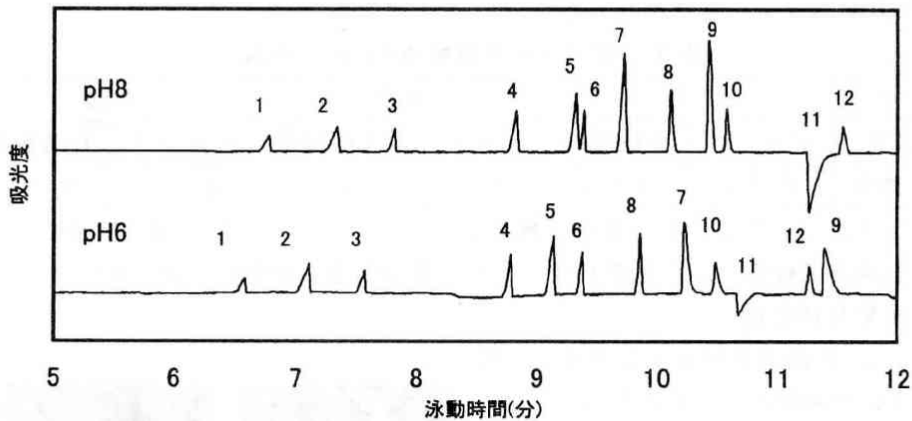


図1 キャピラリー電気泳動による無電解ニッケルめっきの分析結果

1:塩化物イオン	2:硝酸イオン	3:硫酸イオン
4:有機酸 A	5:有機酸 B	6:有機酸 C
7:亜リン酸	8:次亜リン酸	9:リン酸
10:有機酸 D	11:ニッケル	12:有機酸 E