

# 高速液体クロマトグラフィー No. L244

HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY

## めっき液の分析 Analysis of Plating Solutions

めっき液の分析は製品の安定化，生産性の向上のため，建浴時や作業中に定期的に行う必要があります。めっき液中には主金属以外に錯化剤，緩衝剤，還元剤など種々の成分が含まれていますが，HPLCを用いればこれらの

成分を短時間に精度よく分析することが可能です。ここでは，シアン化物，有機酸，ホルムアルデヒドの分析例について紹介します。

### シアン化物の分析

#### Analysis of Cyanide

金めっき液や銀めっき液などの貴金属めっき液に含まれるシアン化物は，製品管理はもとよりめっき排水の管理上重要な測定対象成分です。このシアン化物は，ポストカラム誘導体化法を用いたシアン分析システムにより測定できます。本法は試料中のシアン化物をカラムで分離後，クロラミンTで塩化シアンとし，次いで4-ピリジン・ピラズロン溶液と反応させ，得られた青色を波長638nmの吸光度で測定する方法です。Fig.1および2に金めっき液，銀めっき液に含まれるシアン化物の分析例を示しました。

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

(for separation)	
Column	: Shim-pack AMINO-Na (6mm I.D. × 100mmL.)
Mobile Phase	: 10mM Sodium Tartarate buffer (pH4.2)
Flow Rate	: 0.6mL/min.
Temperature	: 50°C
(for detection)	
<chlorination>	
Reagent	: 200mM Sodium Phosphate buffer containing 2mM Chloramine T (pH6.8)
Flow Rate	: 0.3mL/min.
Temperature	: 100°C
<coloring>	
Reagent	: A: 100mM 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolone Ethanol Solution B: 20mM Pyridine-4-carboxylic Acid Aq. Solution A/B=1/3 (v/v)
Flow Rate	: 0.3mL/min.
Temperature	: 100°C
Detector	: SPD-10AV Wavelength 638nm

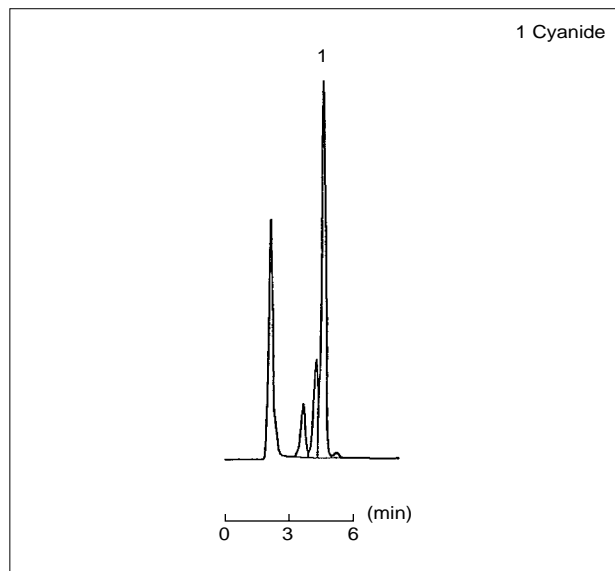


Fig.1 金めっき液中のシアン化物の分析例  
Chromatogram of Cyanide in Gold Plating Solution

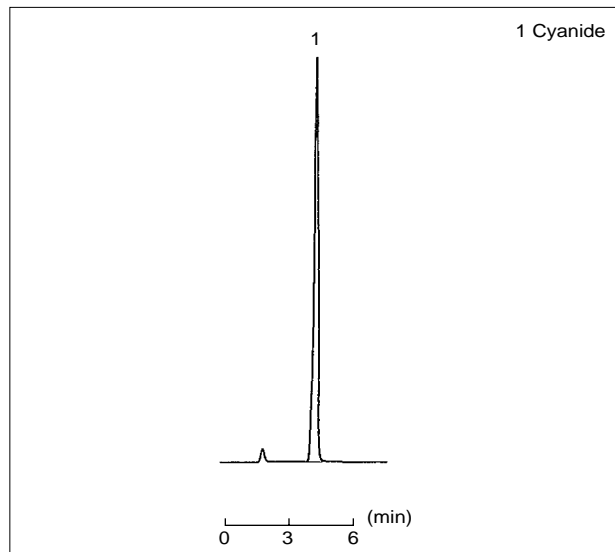


Fig.2 銀めっき液中のシアン化物の分析例  
Chromatogram of Cyanide in Silver Plating Solution

## 有機酸の分析

### Analysis of Organic Acids

有機酸は錯化剤、緩衝剤としてめっき液中に添加されていますが、有機酸分析システムを用いればこれらの有機酸を選択的、高感度に測定できます。Fig.3にニッケルめっき液に含まれる各種有機酸、Fig.4に金めっき液に含まれるクエン酸の分析例を示しました。

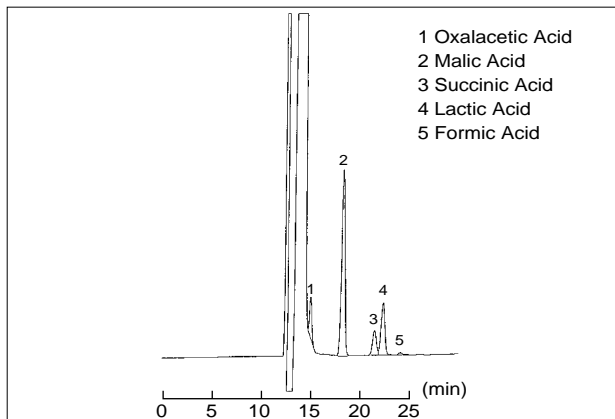


Fig.3 ニッケルめっき液中の有機酸の分析例  
Chromatogram of Organic Acids in Nickel Plating solution

## ホルムアルデヒドの分析

### Analysis of Formaldehyde

還元剤として用いられるホルムアルデヒドの分析例をFig.5に示しました。2, 4-DNPH(ジニトロフェニルヒドラジン)誘導体化を行い、カラムで分離したのち、波長360nmの吸光度で測定しました。ピロリン酸銅めっき液を対象として、オートインジェクタ(SIL-10A)を用いて自動的に誘導体化反応と試料の注入を行っています。

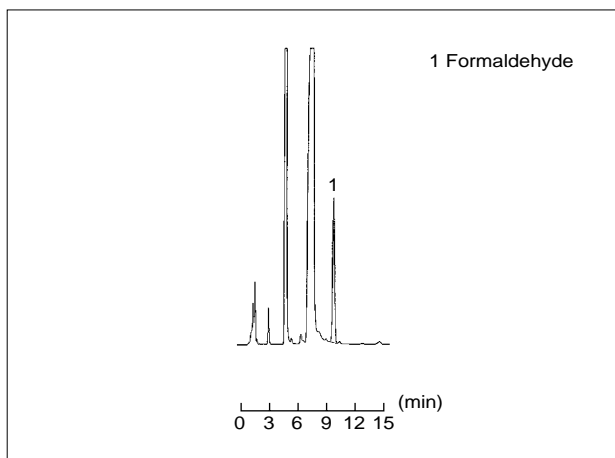


Fig.5 ピロリン酸銅めっき液中のホルムアルデヒドの分析例  
Chromatogram of Formaldehyde in Copper Pyrophosphate Plating Solution

Table 2 分析条件  
Analytical Conditions

(for separation)	
Column	: Shim-pack SCR-102H (8mm I.D. × 300mmL.) × 2 (Fig.3) × 1 (Fig.4)
Guard Column	: Guard Column SCR-102H (6mm I.D. × 50mmL.)
Mobile Phase	: 5mM p-Toluensulfonic Acid
Flow Rate	: 0.8mL/min.
Temperature	: 40°C
(for detection)	
Reagent	: 5mM p-Toluensulfonic Acid, 20mM Bis-Tris and 100 μM EDTA · 2Na
Flow Rate	: 0.8mL/min.
Temperature	: 43°C
Detector	: CDD-6A

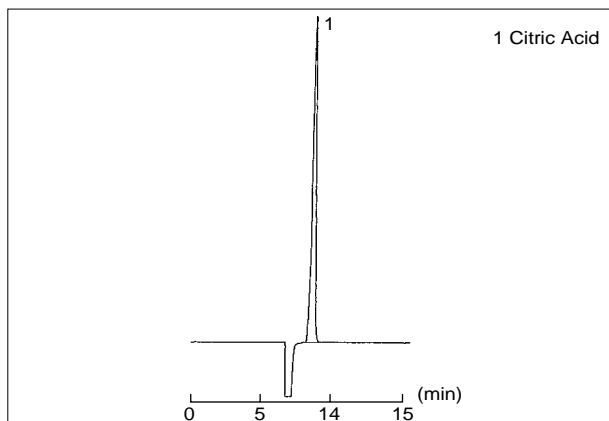
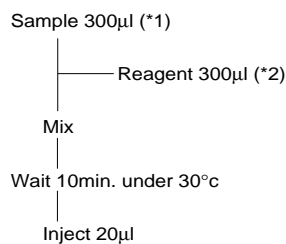


Fig.4 金めっき液中のクエン酸の分析例  
Chromatogram of Citric Acid in Gold Plating Solution

Table 3 分析条件  
Analytical Conditions

Column	: STR ODS-II (4.6mm I.D. × 150mmL.)
Mobile Phase	: Acetonitrile/Water=45/55 (v/v)
Flow Rate	: 0.8mL/min.
Temperature	: 40°C
Detector	: SPD-10A Wavelength 360nm

Table 4 自動誘導体化条件  
Automatic Derivatization Procedure



(\*1) Sample was diluted to 1/10 with Water

(\*2) 2, 4-DNPH/Acetonitrile (0.5mg/ml) solution containing 3% (v/v) Phosphoric Acid

\*貴金属めっき液試料は東京都立工業技術センターよりご提供いただきました。

初版発行：1996年11月

**島津製作所** 分析計測事業部  
応用技術部

島津分析コールセンター

● 0120-131691(携帯電話不可)  
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>  
会員制Webの閲覧だけでなくいろいろな情報サービスが受けられます。