

文章编号: 1001-3849(2005)03-0049-02

硫酸盐镀铜液中硫酸铜的准确测定

章素娟

(杭州张小泉集团有限公司, 浙江 杭州 310011)

摘要: 大型自动化生产线上的硫酸盐镀铜工艺中,因待镀件较易跌落镀槽内,致使酸性镀铜液中的铁杂质含量较高,由于铁杂质的干扰,用常规的 EDTA 滴定法测得的硫酸铜质量浓度偏高。经过长期的实践总结,摸索出一种比较准确的硫酸铜质量浓度测定方法。

关键词: 硫酸盐镀铜工艺; 硫酸铜质量浓度; 铁杂质; 测定

中图分类号: TG115.313 **文献标识码:** B

Accurate Determination of Copper Sulphate in Sulphate Copper Plating Bath

ZHANG Su-juan

1 实验方法

1.1 模拟溶液的准备

1) 配制硫酸铜 110 g/L, 硫酸 50 g/L, 铁杂质分别为 0 10 20 30 40 50 g/L 的模拟溶液各 50 mL。

2) 配制硫酸铜 150 g/L, 硫酸 60 g/L, 铁杂质分别为 0 10 20 30 40 50 g/L 的模拟溶液各 50 mL。

3) 配制硫酸铜 180 g/L, 硫酸 65 g/L, 铁杂质分别为 0 10 20 30 40 50 g/L 的模拟溶液各 50 mL。

以上模拟溶液中硫酸铜、铁杂质质量浓度是已知的, 以此来对照分析结果的准确性。

1.2 模拟溶液质量浓度测定

用 EDTA 络合滴定法测出上述各模拟液中硫酸铜的质量浓度。列于表 1 表 2 表 3

表 1 硫酸铜质量浓度为 110 g/L 的溶液中含不同铁杂质所对应的硫酸铜质量浓度的测得值 g/L

d(Fe ²⁺)	0	10	20	30	40	50
d(CuSO ₄ ·5H ₂ O) _测	112	153	200	246	289	334

表 2 硫酸铜质量浓度为 150 g/L 的溶液中, 含不同铁杂质所对应的硫酸铜质量浓度的测得值 g/L

d(Fe ²⁺)	0	10	20	30	40	50
d(CuSO ₄ ·5H ₂ O) _测	149	195	238	283	330	372

表 3 硫酸铜质量浓度为 180 g/L 的溶液中, 含不同铁杂质所对应的硫酸铜质量浓度的测得值 g/L

d(Fe ²⁺)	0	10	20	30	40	50
d(CuSO ₄ ·5H ₂ O) _测	182	224	269	313	358	404

收稿日期: 2004-11-29

作者简介: 章素娟 (1971), 女, 浙江金华人, 杭州张小泉集团有限公司工程师, 学士。

根据表 1 表 2 和表 3 数据,作 $d(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})_{\text{测}} \sim d(\text{Fe}^{2+})$ 关系图如下:

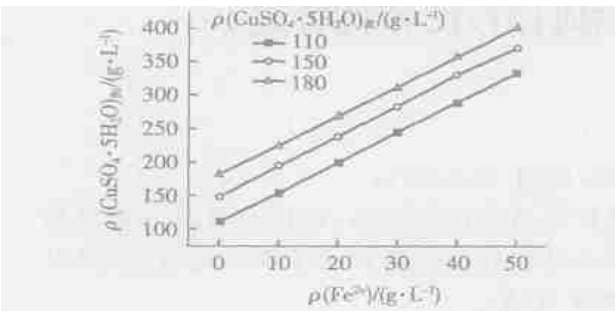


图 1 $d(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})_{\text{测}} \sim d(\text{Fe}^{2+})$ 的关系图

由上图求得斜率 $K \approx 4.47$

1.3 计算公式以及相关的测定方法

1.3.1 计算公式:

$$d(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})_{\text{真}} = d(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})_{\text{测}} - 4.47 \times d(\text{Fe}^{2+})$$

式中: $d(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})_{\text{真}}$ ——硫酸铜真实的质量浓度, g/L;

$d(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})_{\text{测}}$ ——用 EDTA 络合滴定法测出的硫酸铜的质量浓度, g/L;

$d(\text{Fe}^{2+})$ ——铁杂质的质量浓度, g/L。

1.3.2 硫酸铜的测定方法

用移液管吸取镀液 2 mL 于 500 mL 锥形瓶中,滴加双氧水 8 滴,加水 50 mL,煮沸一下,冷却,加水 150 mL,加氯化铵 1 g,三乙醇胺 6 滴,加氨水至淡蓝色,加 PAN 指示剂 11 滴,用 EDTA 溶液滴定至绿色为终点。计算:

$$d(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = \frac{c \times V \times 0.249 \times 1000}{2}$$

式中: $d(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$ —— $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的质量浓度, g/L;

c ——EDTA 标准溶液的浓度, mol/L;

V ——耗用 EDTA 标准溶液的体积, mL

1.3.3 铁杂质的测定方法

用移液管吸取镀液 10 mL 于 500 mL 锥形瓶中,加水 100 mL,加硫酸 25 mL 及锌粒(约 3 勺)至溶液澄清,迅速过滤,以水洗数次,弃去沉淀,用高锰酸钾溶液滴定至粉红色为终点。

计算:

$$d(\text{Fe}^{2+}) = \frac{c \times V \times 0.05585 \times 1000}{10}$$

式中: $d(\text{Fe}^{2+})$ —— Fe^{2+} 的质量浓度, g/L;

c ——高锰酸钾标准溶液的摩尔浓度, mol/L;

V ——耗用高锰酸钾标准溶液的体积, mL

2 结果与讨论

2.1 实验结果

经过测试及计算可知,用上述方法测得的硫酸铜的质量浓度与各模拟液中硫酸铜的真实含量相接近

2.2 讨论

1) 从 $d(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})_{\text{测}} \sim d(\text{Fe}^{2+})$ 曲线图上看,较高浓度的铁杂质对硫酸铜浓度测定的准确性影响很大,只有铁杂质很低时,铁杂质的干扰才可忽略

2) 从我们长期的生产实践来看,工艺规范内的酸性镀铜液中铁杂质一般不会高于 45 g/L,因此,上述导出公式在生产中完全适用

电镀 Sn-Cu 合金电解液

介绍一种在电子元器件表面电镀 Sn-Cu 合金镀层的工艺,该镀层可以取代 Sn-Pb 合金镀层。电解液的组分有锡盐、铜盐、一种无机酸或有机酸(也可以是其盐类),以及由硫代酰胺化合物和硫醇化合物中选择一种或一种以上。锡盐可以是亚锡盐,如硫酸亚锡、氯化亚锡、焦磷酸亚锡、醋酸亚锡及氨基磺酸亚锡等,也可以用锡盐,如锡酸钠或锡酸钾,其质量浓度(以 Sn 计)为 5~59 g/L。所用铜盐可以是亚铜盐,如氧化亚铜及氯化亚铜,或者用铜盐,如有机

磺酸铜、硫酸铜及柠檬酸铜等,其质量浓度(以 Cu 计)0.01~54 g/L。无机酸或有机酸可以用硫酸、盐酸、氨基磺酸、脂肪族磺酸及芳香族磺酸等,其质量浓度为 100~400 g/L。硫代酰胺或硫醇化合物的质量浓度为 5~100 g/L。另外,电解液中还可以加入一种非离子型、阳离子型或阴离子型表面活性剂,它能使镀层致密、平滑及组成均匀。

覃奇贤 编译