

文章编号:1001-3849(2012)04-0037-02

酸性镀铜溶液中锌杂质的分析方法

郭崇武

(广州超邦化工有限公司,广东广州 510460)

摘要: 在电镀生产中,监控镀液中金属杂质是十分必要的。制定了酸性镀铜溶液中锌杂质的分析方法。用碘量法测定硫酸铜,用EDTA容量法测定硫酸铜和锌杂质的总量,从总量中减去硫酸铜的量得到锌杂质的质量浓度。方法准确,能够满足监控酸性镀铜溶液的要求。

关键词: 酸性镀铜溶液; 锌杂质; 碘量法; EDTA容量法

中图分类号: TG115.313 文献标识码: B

Analysis Method of Zinc Impurity in an Acidic Copper Plating Bath

GUO Chong-wu

(Guangzhou Ultra Union Chemicals Ltd, Guangzhou 510460, China)

Abstract: It is necessary to monitor the metal impurities in bath during the electroplating production. An analysis method of zinc impurity in acidic copper plating bath is established. The concentration of copper sulfate is firstly determined by using iodimetry, and then the sum of the copper sulfate and zinc impurity is determined with EDTA volumetry. The concentration of zinc is determined by the difference between copper sulfate and the sum of copper sulfate and zinc impurity. This method is exact and accurate, and can satisfy the controlling requirement of acidic copper plating solution.

Keywords: acidic copper plating solution; zinc impurity; iodimetry; EDTA volumetry

引言

在电镀过程中,当镀件掉落到酸性镀铜槽中时,镀件将会溶解到镀液中,对镀槽造成一定的污染。由于锌合金压铸件溶解较快,在每天清理镀槽的情况下,镀液中锌杂质的浓度还是较高,分析数据表明,某车间酸性镀铜槽中的锌杂质一般大于5 g/L,对其进行分析和监控是必要的。用EDTA容量法测定硫酸铜,锌杂质严重影响硫酸铜的测定,因此,需要用碘量法测定硫酸铜^[1-2]。然后用EDTA容量法测定硫酸铜和锌杂质的总量,从总量中减去硫酸铜的量得到锌杂质的质量浓度。

1 锌杂质的分析

1.1 方法要点

在碱性条件下, Fe^{2+} 被氧化成 Fe^{3+} ,用三乙醇胺掩蔽 Fe^{3+} 。用氟化钠掩蔽铝离子,在 $\text{pH} = 10$ 的条件下,以PAN作指示剂,用EDTA滴定硫酸铜和锌的总量,从总量中减去硫酸铜的量,得到锌杂质的质量浓度。滴定至终点时,PAN从PAN与铜的络合物中释放出来,试液从紫红色转变为绿色。

1.2 试剂

0.05 mol/L EDTA标准溶液; 氟化钠; 20 mL/L 三乙醇胺溶液; 氨-氯化铵缓冲溶液(27 g 氯化铵溶

收稿日期:2011-05-17

修回日期:2011-06-08

于水中 加 25%~28% 的浓氨水 170 mL 加水稀释至 1 L); PAN 指示剂。

1.3 测试

吸取镀液 1 mL 于 250 mL 锥形瓶中,用碘量法测定硫酸铜,以淀粉作指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定。

吸取镀液 1 mL 于 250 mL 锥形瓶中,加水 50 mL,氟化钠 1 g,三乙醇胺 10 mL,氨-氯化铵缓冲溶液 10 mL, PAN 指示剂 3~4 滴,用 EDTA 滴定至绿色为终点。

1.4 计算

锌杂质的计算公式:

$$\rho(\text{Zn}^{2+}) (\text{g/L}) = 65.37cV - 0.2618\rho(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$$

式中: 65.37 为锌的相对原子质量; 0.2618 为锌的相对原子质量与 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 相对分子质量的比值; c 为 EDTA 标准溶液的浓度, mol/L; V 为消耗 EDTA 标准溶液的体积, mL; $\rho(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$ 为碘量法测定的硫酸铜的质量浓度。

2 硫酸铜的分析

用碘量法分析酸性镀铜溶液中的硫酸铜,镀液中的铁杂质对测定有影响,需要加氟化氢铵掩蔽铁。选用试剂和分析方法如下:

$V(\text{氨水}) : V(\text{水}) = 1 : 1$; 20% 碘化钾溶液; 10% 硫氰酸铵溶液; 氟化氢铵; 0.1 g/L 淀粉指示剂; 0.1

mol/L 硫代硫酸钠标准溶液。

吸取镀液 1 mL 于 250 mL 锥形瓶中,加水 50 mL,滴加氨水至深蓝色,加 3 g 氟化氢铵,20% 碘化钾溶液 15 mL,立即用硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色,加 5 mL 淀粉指示剂,滴定至浅蓝色时,加 10 mL 硫氰酸铵溶液,再滴定至蓝色消失为终点。

硫酸铜计算公式:

$$\rho(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) (\text{g/L}) = 249.7cV$$

式中: 249.7 为 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的相对分子质量; c 为硫代硫酸钠标准溶液的浓度, mol/L; V 为消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL。

3 结论

目前,分析酸性镀铜溶液中的硫酸铜一般采用 EDTA 容量法,但锌杂质严重影响分析结果。用碘量法测定硫酸铜,能够得到较准确的结果。用 EDTA 容量法测定硫酸铜和锌杂质的总量,然后计算出锌杂质的质量浓度,方法简单,快速而准确,能满足监控酸性镀铜溶液的要求。

参考文献

- [1] 徐红娣, 邹群. 电镀溶液分析技术 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2003: 75-78.
- [2] 武汉材料保护研究所. 常用电镀溶液的分析 [M]. 北京: 机械工业出版社, 1974: 82-83.

(上接第 36 页)

1.9 检验

1) 重要零件或大零件 100% 检验,小零件应抽取不得少于提交批量 10% 的零件进行检验。2) 目视法检查零件表面,表面颜色应为银白、灰白或钢灰色。部分材质的零件化学氧化后,允许出现蓝色或红色,且带有光泽。3) 不允许有未除净的氧化物、锈斑、浮灰、脏污以及过腐蚀。4) 允许零件有轻微的水印。

2 结束语

针对铝合金涂覆过程中出现的结合力差、易起泡和外观不好等问题,开展实验研究,利用化学处理方法对铝合金材质的产品进行除油、酸洗、出光

及氧化等,提高了铝合金零件上涂层的性能,延长了产品的寿命。建立了较为系统的涂覆前处理工艺,克服了传统涂覆前处理的不足。经批量生产验证,满足了航天航空工业的产品需要。

该工艺还可应用于铝合金材质的焊接前处理,通过调整清洁零件表面状态来提高焊接强度;铝合金板材在进行反复碾压、拉伸过程中也可以运用该工艺来清洗材质表面;薄壁零件的成型也可以利用该工艺进行化学铣切。总之,该铝合金涂覆前处理工艺的应用,极大地丰富了铝合金的加工成型手段,为铝合金的应用提供了帮助,也为开发出其他表面加工方法积累一定的经验,使铝合金作为一种新材料而被广泛的应用。