

电位滴定用于印刷线路板槽液成分分析

1 前言

印刷线路板作为电子产品中的一个重要组成部件，是电子产品中元器件的支撑体和电气连接的载体，起着不可或缺的作用。制板过程主要有内层、压合、电镀、表面处理等工序，各个工序会用到不同类型的槽液，如微蚀槽、化铜槽、去膜槽、还原槽、镀铜槽等。常用的微蚀槽液有三种：过硫酸钠+硫酸体系、过硫酸铵+硫酸体系、双氧水+硫酸体系。在槽液蚀刻线路板时，所含成分越低，其蚀刻时间越长，所以检测各个阶段的槽液成分很有必要。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 电位滴定仪，T9616 自动进样器，25mL 滴定管、

铅复合电极，pH 复合电极，铂复合电极

2.2 试剂

氢氧化钠溶液（1.0mol/L），碘溶液（0.1mol/L），高锰酸钾溶液（0.1mol/L），EDTA 溶液（0.05mol/L），硝酸铜溶液（0.05mol/L）

3 实验方法

3.1 实验步骤

（1）硫酸含量

精确量取试样 5.0mL 于滴定杯中，加入 50mL 水。将相应滴定杯放置在自动进样器上，设置方法，用氢氧化钠溶液滴定，记录用量。同时做空白实验。

（2）双氧水

精确量取试样 1.0mL 于滴定杯中，加入 50mL 水，将相应滴定杯放置在自动进样器上，设置方法。用高锰酸钾溶液滴定，记录用量。同时做空白实验。

(3) 铜离子

精确量取试样 1.0mL 于滴定杯中，加入 50mL 水，将相应滴定杯放置在自动进样器上，设置方法。用 EDTA 溶液滴定，记录用量。同时做空白实验。

(4) SPS---过硫酸钠

精确量取试样 1.0mL 于滴定杯中，加入 50mL 水，将相应滴定杯放置在自动进样器上，设置方法。用高锰酸钾溶液滴定，记录用量。同时做空白实验。

(5) 螯合剂

精确量取试样 1.0mL 于滴定杯中，加入 50mL 水，将相应滴定杯放置在自动进样器上，设置方法。用硝酸铜溶液滴定，记录用量。同时做空白实验。

3.2 参数设置

(1) 硫酸含量 (25mL 滴定管)

滴定模式： 动态滴定	搅拌速度： 9
电极平衡时间： 20s	预搅拌时间： 8s
电极平衡电位： 0.5mv	滴定速度： 快
最小添加体积： 0.02mL	预滴定添加体积： 0mL
结束体积： 30mL	预滴定搅拌时间： 6s
滴定前平衡电位： 50mV	补液速度： 4
电位突跃量： 220	预控 mv 值： 无

(2) 双氧水 (10mL 滴定管) 过硫酸钠 (25mL 滴定管)

滴定模式： 动态滴定	搅拌速度： 8
电极平衡时间： 20s	预搅拌时间： 8s
电极平衡电位： 0.5mv	滴定速度： 标准
最小添加体积： 0.02mL	预滴定添加体积： 0mL
结束体积： 15mL	预滴定搅拌时间： 6s
滴定前平衡电位： 50mV	补液速度： 7
电位突跃量： 600	预控 mv 值： 无

(3) 铜离子、螯合剂 (25mL 滴定管)

滴定模式： 动态滴定	搅拌速度： 9
电极平衡时间： 20s	预搅拌时间： 8s
电极平衡电位： 0.5mv	滴定速度： 快
最小添加体积： 0.02mL	预滴定添加体积： 0mL
结束体积： 30mL	预滴定搅拌时间： 4s
滴定前平衡电位： 50mV	补液速度： 4
电位突跃量： 140	预控 mv 值： 无

4 结果与讨论

4.1 实验结果

(1) 硫酸含量 空白体积：0.03mL

样品	编 号	滴定样品体积 (mL)	取样量 (mL)	硫酸含量 (g/L)	平 均 值 (g/L)
酸洗槽	1	5.616	1.0	0.115	0.114
	2	5.800		0.112	
脱脂槽	1	4.435		0.088	0.089
	2	4.482		0.089	
微蚀槽	1	22.627		0.452	0.453
	2	22.702		0.453	

(2) 双氧水含量 空白体积：0.03mL

编 号	滴定样品体积 (mL)
1	4.725
2	4.697

(3) 铜含量 空白体积：0.03mL

编 号	滴定样品体积 (mL)	取样量 (mL)	铜含量 (g/L)	平 均 值 (g/L)
1	12.360	1.0	39.37	39.28
2	12.400		39.30	
3	12.423		39.17	

(4) 过硫酸钠含量 空白体积：19.16mL

编 号	滴定样品体积 (mL)	取样量 (mL)	过硫酸钠含量 (g/L)	平 均 值 (g/L)
1	11.446	1.0	9.19	9.19
2	11.452		9.19	

(5) 螯合剂含量 空白体积：0.111mL

编 号	滴定样品体积 (mL)	取样量 (mL)	螯合剂含量 (g/L)	平 均 值 (g/L)
1	7.972	1.0	1.25	1.25
2	7.955		1.25	

计算公式

(1) 硫酸含量

$$X = \frac{C \times (V_1 - V_0) \times 0.1}{V}$$

式中：

X --硫酸的含量，单位是克每升 (g/L)；

V₁ --滴定试样时氢氧化钠溶液的消耗量，单位为毫升 (mL)；

V₀ --滴定空白时氢氧化钠溶液的消耗量，单位为毫升 (mL)；

C --氢氧化钠溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V --样品的体积，单位为 (mL)；

(2) 铜、螯合剂含量

$$X = \frac{C \times (V_1 - V_0) \times 63.54}{V}$$

式中：

X --铜（或螯合剂）的含量，单位是克每升（g/L）；

V₁ --滴定试样时 EDTA（或硝酸铜）溶液的消耗量，单位为毫升（mL）；

V₀ --滴定空白时 EDTA（或硝酸铜）溶液的消耗量，单位为毫升（mL）；

C -- EDTA（或硝酸铜）溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V --样品的体积，单位为（mL）；

63.54 --铜的分子量。

4.2 结论

由结果得知，用上述方法测定槽液中的成分重复性良好，用自动进样器和 25mL 滴定管能够节省人力、时间，满足大批量的样品滴定。

注意事项

自动进样器采用喷淋清洗，喷淋时间设置 4s 即可。