

铝箔化成工艺中的硼酸含量测定

1 前言

化成铝箔是由特制的高纯铝箔经过电化学或化学腐蚀后扩大表面积，再经过电化成作用在表面形成一层氧化膜（三氧化二铝）后的产物，是生产铝电解电容的关键材料，而铝电解电容作为分立元件是现代电子工业中不可替代的基本电子元件。化成铝箔按电压分，一般分为极低压，低压，中高压和高压四种，而硼酸是化成液的重要组成部分，其浓度在化成工艺流程中必须严格把控。

本文采用电位滴定仪搭配自动进样器进行试验，分别采取了两种滴定模式，通过比较结果和所需时间，发现“动态滴定”方法简单快捷、结果准确可靠，能够满足大批量的试样测试。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 电位滴定仪、10mL 滴定管、Hamilton pH 复合电极

T9616 自动进样器

2.2 试剂

NaOH 溶液 (0.3232mol/L)，甘油混合液

硼酸溶液 (1%、3%、5%、7%、9%、11%)



3 实验方法

3.1 实验步骤

(1) 称取相应质量的硼酸，溶于水配制成 1%、3%、5%、7%、9%、11%的硼酸溶液，分别精确吸取 5mL 各种浓度的溶液置于滴定杯中，加入 35mL 甘油混合液，混匀。用 NaOH

溶液滴定到 pH=9.5，结束。同时做空白试验。

3.2 参数设置

滴定模式：	终点滴定	搅拌速度：	6
快滴平衡时间：	3s	预搅拌时间：	5s
快滴平衡电位：	1mv	滴定速度：	标准
慢滴平衡时间：	5s	慢滴平衡电位：	1mv
快滴体积：	0.6mL	慢滴体积：	0.03mL
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：	10mV	补液速度：	6
终点 pH：	9.5	终点预控 pH 值：	8.3
延时：	6s	相关系数：	60

4 结果与讨论

4.1 结果

NaOH 溶液浓度：0.3232mol/L，空白体积 0.02mL。

标准 B06 浓度 (%)	滴定体积 (mL)	计算结果 (%)	偏差
1	2.56	1.02	2.00%
3	7.56	3.01	0.33%
5	12.55	4.99	-0.20%
7	17.36	6.90	-1.43%
9	22.35	8.89	-1.22%
11	27.30	10.85	-1.36%

注：1、检测时间为包括清洗、添加甘油、滴定的时间。

2、甘油溶液添加体积 35ml,35ml 溶液中有 5ml 甘油。

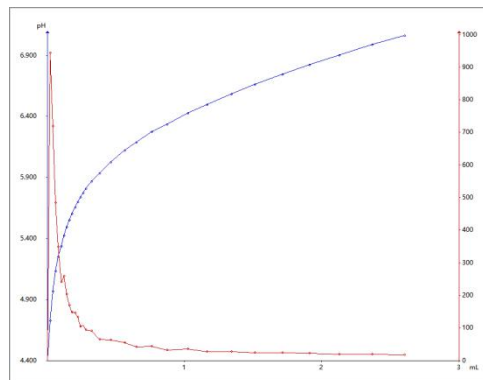
计算公式：

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 61.83}{V \times 1000} \times 100$$

式中：

- X --试样中的硼酸含量，%；
- V₁ --滴定试样时 NaOH 溶液的消耗量，mL；
- V₀ --滴定空白时 NaOH 溶液的消耗量，mL；
- c --NaOH 溶液的浓度，mol/L；
- 61.83 -硼酸的相对分子质量，g/mol；
- V --试样体积，mL。

4.2 图谱



4.3 结论

本实验选择了终点滴定模式进行实验，从结果可以看出，不同浓度的硼酸偏差均在 2% 以内，能够满足使用要求。