

电位滴定法测定电镀液中甲基磺酸含量

一、前言

在现代电镀工艺中，Solderon Acid（主要成分为甲基磺酸，Methanesulfonic Acid, MSA）作为一种高效的电镀液添加剂，广泛应用于锡电镀过程中。其主要作用是提供稳定的酸性环境，确保锡离子（ Sn^{2+} ）在电镀过程中的均匀沉积，从而提高电镀层的质量和附着力。

为了确保电镀工艺的稳定性和重复性，精确测定 Solderon Acid 中甲基磺酸的浓度至关重要。传统的滴定方法，如酸碱滴定，虽然可以用于测定甲基磺酸的浓度，但存在一些局限性，例如操作复杂、精度不高、易受人为因素影响等。此外，传统方法在处理有色溶液、浑浊溶液或具有荧光的溶液时，往往难以准确判断滴定终点。相比之下，电位滴定法作为一种现代的分析技术，通过电位变化自动确定滴定终点，具有操作简便、精度高、重复性好等优点。它不仅能够避免传统指示剂手工滴定带来的操作误差，还适用于各种复杂的滴定体系。本方案旨在通过电位滴定法，建立一种准确、快速、可靠的 Solderon Acid 中甲基磺酸浓度的测定方法，通过本方案，可以有效提高电镀生产过程的效率和产品质量，同时降低生产成本和环境风险。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T 960 全自动电位滴定仪，9141PH 玻璃复合电极，10mL 滴定管，万分之一分析天平，5mL 移液管，容量瓶等

2.2、试剂

基准邻苯二甲酸氢钾，1mol/L 氢氧化钠滴定液

三、实验方法

3.1、实验过程

1) 空白实验测试：加入 100mL 去离子水于滴定杯中，放置电位滴定台上，开启搅拌，使溶液混合均匀。启动编辑好的甲基磺酸含量空白测定的方法，滴定至电位突跃点结束滴定，仪器自动记录消耗的氢氧化钠的滴定体积，此为空白体积 V_0 。

2) 测试过程：用 5mL 移液管准确移取 5mL 待测液，放置于滴定杯中，加入 100mL 去离子水，将滴定杯放置于搅拌台上，启动编辑好的测试甲基磺酸的方法，使用标定好的 1mol/L 的氢氧化钠滴定液滴定至电位突跃终点，仪器自动计算结果，结束。

3.2、仪器参数

3.2.2、动态滴定 T860 全自动滴定仪参数设置如表 3 和表 4 所示：

1) 空白参数设置如下表：

滴定类型：	等量滴定	方法名：	甲基磺酸含量空白试验
滴定管体积：	10mL	样品计量单位：	g
工作电极：	pH 复合电极	参比电极：	无
搅拌速度：	7	预搅拌时间：	5s
电极平衡时间：	4s	电极平衡电位：	1mv
滴定前平衡电位：	10mV	结束体积：	20mL
电位突跃量：	100	预控值：	无
每次添加体积：	0.01	结束后滴定体积：	0
滴定剂名称：	氢氧化钠	理论浓度：	1mol/L

表 1 空白测定

实验滴定仪参数设置

2) 试样参数设置如下表：

滴定类型：	动态滴定	方法名：	甲基磺酸 (MAS)含量测定
滴定管体积：	10mL	样品计量单位：	mL
工作电极：	pH 复合电极	参比电极：	无
搅拌速度：	7	预搅拌时间：	5s
电极平衡时间：	4s	电极平衡电位：	1mv
滴定前平衡电位：	10mV	结束体积：	20mL
电位突跃量：	100	预控值：	无
最小添加体积：	0.01	计算公式：	$C*V1*20.34$
滴定剂名称：	氢氧化钠	理论浓度：	1

表 2 滴定

动态试样

测定实验滴定仪参数设置

四、结果与讨论

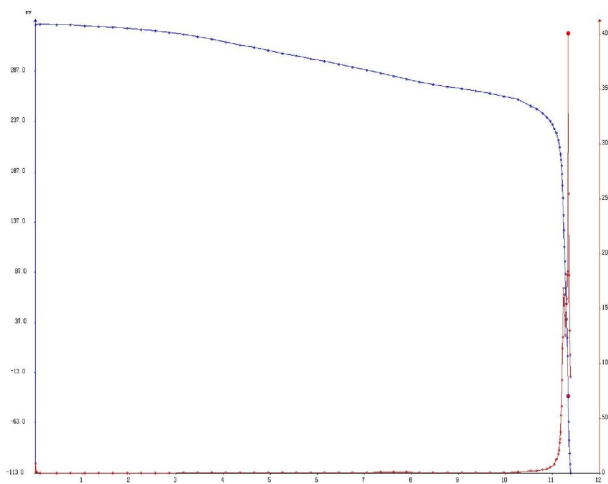
4.1、实验结果

经过分析检测，甲基磺酸测试结果如下表：

样品名称	取样量 (mL)	c(NaOH)/mol/L	滴定体积 V ₁ /mL	空白体积 V ₀ /mL	MSA 含量 (mL/L)	平均值 (mL/L)	RSD (%)	
样品一 活化液	5	1.1412	12.868	0	298.692	298.437	0.099	
	5		12.860		298.506			
	5		12.843		298.112			
样品三 电镀液	5		10.374		240.801	240.979	0.068	
	5		10.388		241.126			
	5		10.383		241.010			
样品四 电镀锡	5		7.344		170.469	170.608	0.098	
	5		7.348		170.562			
	5		7.358		170.794			
MPL-02	5		1.0224		11.334	235.698	235.718	0.084
	5				11.345	235.926		
	5				11.326	235.531		
M2 镀液	5	11.689		243.080	242.935	0.056		
	5	11.676		242.810				
	5	11.681		242.914				

表 3 试样甲基磺酸测试结果

4.2、滴定图谱



4.3、结论

基于不同电镀液的分析测试，我们成功建立了一种基于电位滴定法的 电镀液中 Solderon Acid（主要是甲基磺酸）浓度的测定方法。该方法不仅操作简便、精度高，而且具有良好的重复性和可靠性，适用

于工业生产中的快速分析和质量控制。我们相信，随着技术的不断进步和创新，电位滴定法将在电镀行业及其他相关领域得到更广泛的应用和推广。Hanon T960 全自动电位滴定仪不仅仅致力于为电镀工艺中的质量控制提供一种有效的工具，也想为相关领域的研究和应用提供了些许助力。