

用离子色谱法定量测定电镀抛光液中的柠檬酸

刘密新 毛丽哈* 吴筑平 杨成对

(清华大学分析中心 北京 100084)

提 要 研究用离子色谱法对电镀抛光液中柠檬酸的测定方法,选择合适的分离条件,使电镀抛光液中磷酸、硫酸和柠檬酸得到很好的分离。研究其它酸对柠檬酸的影响,进行实际电镀抛光液中柠檬酸含量的测定。

关键词 离子色谱法,电镀抛光液,柠檬酸

分类号 O658

1 前言

分析抛光液成分对电镀过程的监控和提高电镀质量起着至关重要的作用。分析电镀抛光液成分的方法很多^[1],到目前为止,这些分析方法大多是化学方法,化学分析法步骤繁琐,花费时间长,组分间相互干扰严重,很难满足要求。离子色谱法(IC)是分析有机酸和无机酸的有效方法,选择合适的分析条件,可以使多种酸同时得到满意分离^[2-5]。本文利用 IC 测定电镀抛光液中柠檬酸的含量,方法快捷,方便,重复性好,组分之间干扰小,是分析电镀抛光液中酸的很好的方法。用化学方法分析电镀液中柠檬酸的方法很多^[1,2],但用 IC 分析尚未见报道。

2 实验部分

2.1 实验仪器

岛津 HIC-6A 离子色谱仪,电导检测器,岛津 C-R4A 数据处理仪。

2.2 实验方法

色谱条件 色谱柱为 Shim-pack IC-AI 阴离子交换柱(100 mm × 4 mm i.d.),柱温 40℃,流动相为邻苯二甲酸(2 mmol/L)和三羟甲基氨基甲烷(2 mmol/L),流速 1 mL/min。

溶液配置 (1)试剂:硫酸为分析纯,质量分数为 98%;磷酸为分析纯,质量分数为 85%;柠檬酸为分析纯;水为二次去离子水。(2)标样配置:配置柠檬酸标准溶液,浓度分别为 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 mmol/L。(3)抛光液样品配置:稀释一定倍数,使其浓度满足 IC 测定的要求。

在给定的色谱条件下,用旋转六通阀进样 20 μL,得到标准样品色谱图和峰面积。同样,可以得到抛光液样品的色谱图和其中柠檬酸的峰面积。

3 结果与讨论

3.1 线性关系

根据在不同柠檬酸浓度下得到的峰面积,制作峰面积 $Y(\text{mV} \cdot \text{s})$ -浓度 $X(\text{mmol/L})$ 关系曲线(图

1)。求得回归方程 $Y = 228 + 4250.5X$, $r = 0.996$,线性范围为 0.2~2.5 mmol/L。

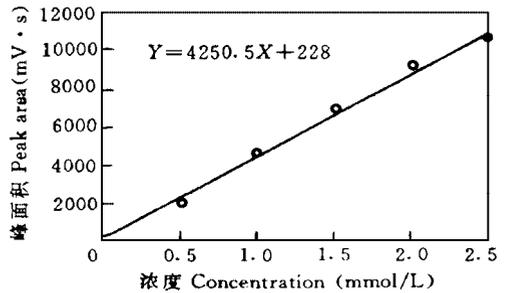


图 1 峰面积-浓度曲线

Fig. 1 Calibration curve

3.2 硫酸、磷酸的影响

配置硫酸、磷酸混合溶液 3 种,使其中硫酸、磷酸浓度各为 3, 2, 1 mol/L, 分别在其中加入柠檬酸,使柠檬酸浓度均为 1 mol/L, 稀释后进行 IC 测定,结果如下:硫酸、磷酸浓度为 3.0, 2.0, 1.0 mol/L, 柠檬酸配置浓度为 1.0, 1.0, 1.0 mol/L, 柠檬酸测定浓度为 0.98, 0.99, 0.98 mol/L。由以上结果可知,硫酸和磷酸含量对柠檬酸的测定没有影响。

3.3 实际电镀抛光液测定

将抛光液稀释一定倍数,在给出色谱条件下进行 IC 测定,得到抛光液的 IC 图(图 2)。

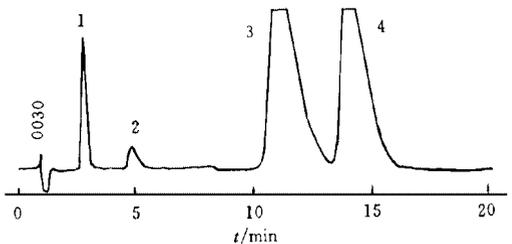


图 2 电镀抛光液离子色谱图

Fig. 2 Ion chromatogram of electropolishing solution
1. 磷酸, 2. 柠檬酸, 3. 硫酸, 4. 系统峰。 1. phosphoric acid, 2. citric acid, 3. sulphuric acid, 4. system peak.

* 毛丽哈:新疆农业大学访问学者
本文收稿日期:1997-06-29,修回日期:1997-10-08

参 考 文 献

- 1 徐红绶, 李光萃主编. 常用电镀溶液的分析(第3版). 北京: 机械工业出版社, 1993. 146~147
- 2 Jones W R, Jandik P, Swartz M T. J Chromatogr, 1989, 473(1): 171-188
- 3 Jesus Lazaro, Maria, Carbonell et al. Anal Chem, 1989, 72(1): 52-55
- 4 牟世芬, 蒋建平, 侯小平. 色谱, 1992, 10(3): 133~136
- 5 郝志峰, 傅承光. 色谱, 1996, 14(3): 237~238
- 6 刘兰锡. 电镀与精饰, 1995, 17(1): 35~37

Determination of Citric Acid in Electropolishing Solution by Ion Chromatography

Liu Mixin, Mao Liha, Wu Zhuping and Yang Chengdui

(Analysis Center, Tsinghua University, Beijing, 100084)

Abstract In this paper the quantitative method for citric acid in electropolishing solution by ion chromatography is described. The electropolishing solution contains phosphoric acid, sulphuric acid, citric acid and other organic compounds. Shim pack IC-A1 anion-exchange column (100 mm × 4 mm) was used for separation of the acids. The mobile phase was a mixture of phthalic acid (2 mmol/L) and tri(hydroxy methyl) aminomethane (2 mmol/L). Column temperature was at 40°C. Organic acids and inorganic acids were separated completely by this system. The effect of other acids on the determination of citric acid has been studied. Phosphoric acid and sulphuric acid did not affect the determination of citric acid. Several samples were analyzed by this method. Good results have been obtained.

Key words ion chromatography, electropolishing solution, citric acid

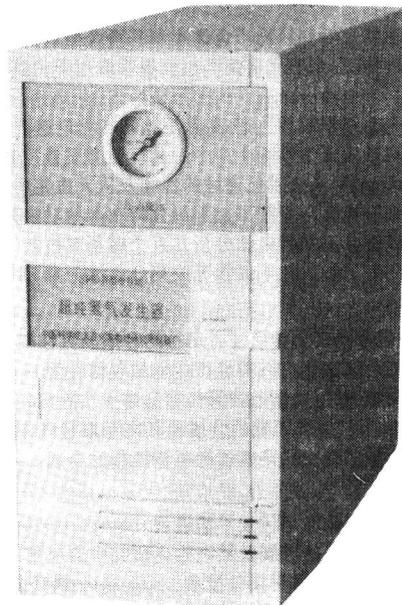
SPH 型全自动超纯氢发生器

【性能指标】(1)产氢速率: 0~200, 0~1000, 0~2000, 0~3000mL/min; (2)氢输出压力 0~0.4MPa; (3)产氢纯度 99.9995%~99.9999%; 整机功率<200W。

SPN 型超纯氮发生器

【性能指标】(1)产氮速率: 0~210mL/min(常压), (2)氮气输出压力: 0.05~0.4MPa, (3)产氮纯度: 99.9995%(若加脱氧器可达 99.9999%)。

我厂还生产适用于气相色谱的无油润滑空气压缩机, 以及空分设备不可缺少的总烃分析仪。我厂还备有高压截止阀、六通进样阀、气瓶微调阀以及各种备件。



中国科学院大连化学物理研究所仪器厂

厂址: 辽宁省大连市中山路 459 号(大连 113 信箱)

邮编: 116023

联系人: 郑录明, 李健 电话: (0411)4671015, 4691484