

焦磷酸钾的制备和无氰镀铜

实验类型：综合性

实验学时：8 学时

教学对象：应化、化工、制药、冶金、环境等专业

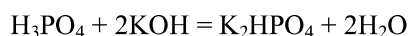
一. 实验目的

1. 了解有关电解质溶液、电解、配合物等基础知识的综合应用。
2. 掌握焦磷酸钾和焦磷酸铜的制备方法。
3. 学习无氰镀铜的基本原理和操作。

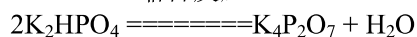
二. 实验原理

1. 焦磷酸钾与焦磷酸铜的制备

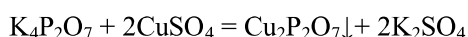
H_3PO_4 是个三元酸。利用磷酸和氢氧化钾的中和反应，控制 pH 为 8.5 时生成磷酸氢二钾；再从磷酸氢二钾的缩合反应制取焦磷酸钾：



缩合反应

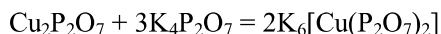


焦磷酸钾和硫酸铜反应生成难溶的焦磷酸铜：

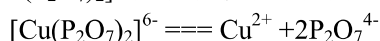


2. 无氰镀铜

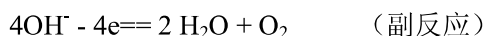
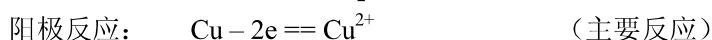
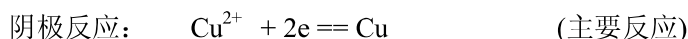
长期以来，各种电镀溶液都离不开氰化钠，它不但危害电镀工人的健康，也造成周围环境的严重污染。无氰电镀的研究为解决电镀工业中氰化钠的危害开辟了途径。无氰镀铜的电镀溶液是以焦磷酸铜和焦磷酸钾形成的配合物为基本成分。



配离子 $[\text{Cu}(\text{P}_2\text{O}_7)_2]^{6-}$ 在水溶液中存在离解平衡：



电镀时的电极反应：



电镀正常时，两个副反应较少。

阴极周围由于 Cu^{2+} 被还原成金属铜进入镀层，使 Cu^{2+} 浓度降低，促使 $[\text{Cu}(\text{P}_2\text{O}_7)_2]^{6-}$ 不断离解。同时在阳极周围由于金属铜被氧化生成 Cu^{2+} ，促使 $[\text{Cu}(\text{P}_2\text{O}_7)_2]^{6-}$ 不断生成，并扩散到阴极，使电镀过程不断进行。

焦磷酸盐镀铜的特点是镀液稳定、镀层细致、均匀而紧密、又无氰化钠的毒害。所以焦磷酸盐镀铜是一种比较好的无氰电镀的工艺。

电镀时，镀出的金属晶粒愈细，则镀层愈致密，防护性能也愈好。影响镀层质量的因素主要是电镀液的性质、电流密度、溶液的 pH 值及镀前处理等。

三. 实验准备

1. 仪器

电子天平、托盘天平、电炉、马弗炉、离心机、直流稳压电源、循环水泵、离心管、试管、量筒、玻璃棒、烧杯、蒸发皿、瓷舟、常压漏斗、布氏漏斗、滤纸等。

2. 试剂

KOH、 H_3PO_4 、 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30% H_2O_2 、活性炭、柠檬酸、氨水、蒸馏水等。

四. 操作要点（各实验步骤中的操作关键点）

1. 焦磷酸钾的制备

- 1) KOH 与 H_3PO_4 反应剧烈，滴加时速度要慢，同时搅拌；
- 2) 反应终点 pH 控制为 8.5，高于或低于 8.5 均得不到 K_2HPO_4 ；
- 3) K_2HPO_4 溶液蒸发浓缩时应边加热边搅拌；
- 4) 高温处理后应进行产物检验。

2. 焦磷酸铜的制备

- 1) 用离心机离心分离、洗涤沉淀。

3. 含配离子 $[\text{Cu}(\text{P}_2\text{O}_7)_2]^{6-}$ 的电镀液的配制

- 1) OP 的加入量为 1~2 滴，并充分搅匀；
- 2) 配制的电镀液应清亮透明。

4. 电镀操作

- 1) 镀件在镀前应进行抛光和除油处理，尽量使其表面光洁；
- 2) 电镀过程中严格控制电流密度，并不时进行阴极移动。

五. 本实验的成败关键

1. 严格控制 KOH 与 H_3PO_4 反应终点 pH 为 8.5，否则得不到所需产物；
2. 电镀过程中严格控制电流密度，并不时进行阴极移动，否则镀层不均匀，易脱落。

六. 思考题

1、焦磷酸钾的制备原理是什么？为什么要控制 pH 为 8.5？pH 太高或太低，有什么影响？

2、试举例比较电镀、电解、原电池的两极反应上的异同。