

## 镀铜溶液分析

### 一、焦磷酸盐镀铜溶液的分析

#### (一)铜的测定

##### 1. 方法摘要

用 EDTA 与铜络合, PAN 为指示剂。

##### 2. 试剂

①PAN 批示剂, 见本篇附二 F2. 17。②0. 05mol 标准 EDTA 溶液, 见本篇附一 F1. 14。

##### 3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 10mL, 置于 100mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 摇匀。再用移液管吸取稀释液 10mL, 置于 250mL 锥形瓶中, 加水 100mL。PAN 指示剂数滴, 用 0. 05mol 标准 EDTA 溶液滴定至由红色变绿色为终点。

(保留此液作总焦磷酸根分析用)。

##### 4. 计算

含铜

$$\text{Cu}(\text{g/L}) = c \times V \times 0.06355 \times 1000$$

含焦磷酸铜

$$\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7(\text{g/L}) = c \times V \times 0.301 \times 1000$$

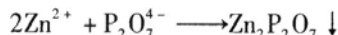
式中: c 为标准 EDTA 溶液的摩尔浓度; y 为耗用标准 EDTA 溶液的体积(mL); 0. 06355

为  $\frac{\text{Cu 的相对分子质量}}{1000}$ ; 0.301 为  $\frac{\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7 \text{ 的相对分子质量}}{2}$ 。

#### (二)总焦磷酸根的测定

##### 1. 方法摘要

在已经测过铜的溶液中, 加入一定量的标准锌溶液, 在 pH 为 3. 8 时, 与  $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$  形成焦磷酸锌沉淀, 过量的  $\text{Zn}^{2+}$  以标准 EDTA 溶液滴回, 然后计算出  $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$  的含量。



##### 2. 试剂

①1mol 醋酸溶液, 见本篇附二砵. 38。②0. 2mol 标准酸锌溶液, 见本篇附一 F1. 21。

③pH=10 缓冲剂, 见本篇附二心. 32。④0. 05mol 标准 EDTA 溶液, 见本篇附一 F1. 14。

##### 3. 分析步骤

在上述测定铜后的溶液中, 加入 1mol 醋酸溶液 10mL~15mL。边加边用 pH 试纸测定, 使 pH=3.8(用 pH 计或精密 pH 试纸试之)从滴定管准确加入 0.2mol 标准醋酸锌溶液 25mL(此时溶液由绿至紫色), 煮沸、冷却, 移入 250mL 容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 干纸过滤。准确吸取稀释液 100mL, 于 250mL 锥形瓶中, 加入 pH=10 的缓冲溶液 10mL~15mL, 以 0. 05mol 标准 EDTA 溶液滴定至由紫色至橙绿色为终点。

##### 4. 计算

含总焦磷酸根

$$\text{P}_2\text{O}_7^{4-}(\text{g/L}) = \frac{(c_1 \times V_1 - 2.5c_2 \times V_2) \times 0.174 \times 1000}{0.4}$$

式中: c. 为标准醋酸锌溶液的摩尔浓度; H 为耗用标准醋酸锌溶液的体积(mL); c: 为

标准 EDTA 溶液的摩尔浓度;  $V_2$  为耗用 EDTA 溶液的体积(mL); 0.174 为  $\frac{\text{P}_2\text{O}_7^{4-} \text{ 的相对分子质量}}{1000}$ ; 0.4 为本法实际体积(mL)。

##### 5. 附注

(1) 测试 pH 时要做过细工作, 严防 pH 值上升过高。

(2) 此溶液滴定完后可留作测定  $\text{PO}_4^{3-}$  之用。

(3) 总  $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$  量减去  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  中之  $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$  量, 剩下的则为  $\text{K}_2\text{P}_2\text{O}_7$ , 中之  $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$  量。

### (三) 磷酸根的测定

#### 1. 方法摘要

本法为铜、焦磷酸根及磷酸根的连续测定。在滴定焦磷酸后的溶液中, 加入一定量过量的标准硫酸镁溶液, 使与磷酸根生成磷酸铵镁沉淀, 过滤去掉, 于滤液中用标准 EDTA 溶液以滴定过量的硫酸镁, 从而求出磷酸根的含量。

#### 2. 试剂

① 0.05mol 硫酸镁溶液, 见本篇附一 F1. 22。② 氨水, 相对密度  $0.89\text{g}/\text{cm}^3$ 。③ 0.05mol 标准 EDTA 溶液, 见本篇附一 F1. 14。

#### 3. 分析步骤

在上述测定焦磷酸根后的溶液中准确加入 0.05mol 硫酸镁溶液 20mL, 此时溶液由橙绿色转紫红色, 加浓氨水 10mL, 加热煮沸, 使磷酸铵镁沉淀完全, 再加浓氨水 5mL, 冷却, 过滤, 用水洗几次, 将滤液与洗液合并, 加热  $30^\circ\text{C}\sim 40^\circ\text{C}$ , 以 0.05mol 标准 EDTA 溶液滴定至由紫色变黄色为终点。

#### 4. 计算

含磷酸根

$$\text{PO}_4^{3-} (\text{g/L}) = \frac{(c_1 \times V_1 - c_2 \times V_2) \times 0.095 \times 1000}{0.4}$$

式中:  $C_1$  为标准硫酸镁溶液的摩尔浓度;  $V_1$  为耗用标准硫酸镁溶液的体积 (mL);  $C_2$  为标准 EDTA 溶液的摩尔浓度;  $V_2$  为耗用标准 EDTA 溶液的体积 (mL); 0.095 为  $\text{PO}_4^{3-}$  的相对原子质量  
 $\frac{1000}{1000}$  0.4 为试液体积 (mL)。

#### 5. 附注

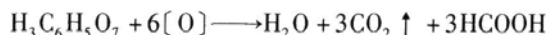
(1) 如磷酸铵镁沉淀不多也可不过滤, 待冷至  $30^\circ\text{C}\sim 40^\circ\text{C}$  时即可直接滴定;

(2) 整个操作过程滴定速度都不宜过快, 以免因此而滴过头。

### (四) 柠檬酸铵的测定

#### 1. 方法摘要

先用铝片还原  $\text{Cu}^{2+}$  为金属铜, 过滤除去, 然后在此酸性滤液中, 以高锰酸钾定量的将柠檬酸氧化, 反应完成后, 加入碘化钾, 使剩余的高价锰和碘化钾生成游离碘, 以硫代硫酸钠滴定之, 从而计算出柠檬酸铵的含量。



#### 2. 试剂

① 硫酸, 相对密度  $1.84\text{g}/\text{cm}^3$ 。② 硫酸亚锰。③ 纯铝片。④ 1:4 硫酸溶液。⑤ 0.02mol 高锰酸钾溶液, 见本篇附一 F1. 5。⑥ 碘化钾 (固体)。⑦ 1% 淀粉溶液。⑧ 0.1mol 标准硫代硫酸钠溶液, 见本篇附一 F1. 8。

#### 3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 5mL, 置于 100mL 烧杯中, 加水 25mL, 浓硫酸 2mL, 纯铝片 0.5g, 稍加热至无  $\text{Cu}^{2+}$  的蓝色, 冷却, 将溶液移入 100mL 容量瓶中, 吹水洗净铝片, 加水稀释至刻度, 摇匀。

用移液管吸取稀释液 20mL, 于 250mL 锥形瓶中, 加水 100mL, 加 1:4 硫酸 5mL, 硫酸亚锰 3g, 加热至  $70^\circ\text{C}$ , 准确加入 0.02mol 高锰酸钾溶液 25mL, 放置 15min, 冷却, 加碘化钾 2g, 1% 淀粉溶液 2mL, 用 0.1mol 硫代硫酸钠溶液滴定至蓝色消失为终点。

#### 4. 计算

含柠檬酸铵

$$(\text{NH}_4)_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7(\text{g/L}) = \frac{(5c_1 \times V_1 - c_2 \times V_2) \times 0.243 \times 1000}{12}$$

式中： $C_1$ 为标准高锰酸钾溶液的摩尔浓度； $V_1$ 为耗用标准高锰酸钾溶液的体积(mL)； $C_2$ 为标准硫代硫酸钠溶液的摩尔浓度； $V_2$ 为耗用标准硫代硫酸钠溶液的体积(mL)；0.243 为  $(\text{NH}_4)_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$  的相对原子质量  $\frac{1000}{1000}$ 。

#### (五)铁的测定

按浸蚀溶液分析中铁的测定方法进行测定。

### 二、酸性镀铜溶液分析

#### (一)铜的测定

##### 1. 方法摘要

以过氧化氢氧化铁，加氟化铵和三乙醇胺掩蔽  $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 。在微酸性溶液中，以 EDTA 滴定，PAN 为指示剂。

##### 2. 试剂

①过氧化氢。②氟化铵(固体)。③三乙醇胺溶液。④氨水，相对密度 0.899 $\text{cm}^3$ 。⑤PAN 溶液，见本篇附二 F2. 17。⑥0.05mol 标准 EDTA 溶液，见本篇附一 F1. 14。

##### 3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 2mL，置于 500mL 锥形瓶中，滴加过氧化氢溶液 8 滴，加水 50mL，煮沸、冷却，加水 150mL，氟化铵 1g 及三乙醇胺 6 滴，加氨水至淡蓝色，加 PAN10 滴~20 滴，用 0.05mol 标准 EDTA 溶液滴定至绿色为终点。

#### 4. 计算

含铜

$$\text{Cu}(\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 0.0635 \times 1000}{2}$$

含硫酸铜

$$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}(\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 0.2497 \times 1000}{2}$$

式中： $C$ 为耗准 EDTA 溶液的摩尔浓度； $V$ 为耗用标准 EDTA 溶液的体积(mL)；0.0635 为  $\frac{\text{Cu 的相对分子质量}}{1000}$ ；0.2497 为  $\frac{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O 的相对分子质量}}{1000}$ 。

#### (二)硫酸测定

1. 方法摘要基于酸碱滴定，以甲基橙为指示剂。

##### 2. 试剂

①甲基橙指示剂。②1mol 标准氢氧化钠溶液。

##### 3. 分析步骤

用移液管吸取镀剂 10mL，置于 250mL 锥形瓶中，加水 150mL 及甲基橙指示剂 10 滴，以 1mol 标准氢氧化钠溶液滴定至由红转绿色为终点。

#### 4. 计算

含硫酸

$$\text{H}_2\text{SO}_4(\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 0.098 \times 1000}{10 \times 2}$$

式中： $C$ 为标准氢氧化溶液的摩尔浓度； $y$ 为耗用标准氢氧化钠溶液的体积(mL)；0.098

$\frac{\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ 的相对分子质量}}{1000}$ 。  
为

### (三)铁的测定

按浸蚀溶液中铁的测定方法进行测定。

### (四)氯化物的测定

#### 1. 方法摘要

在微酸性溶液中，以铬酸钾为指示剂，用硝酸银滴定至微红色铬酸银沉淀为终点。

#### 2. 试剂

①1%铬酸钠溶液。

②0. 1mol 标准硝酸银溶液。

#### 3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 10mL 于 100mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀，用移液管吸取稀释 10mL，于 250mL 锥形瓶中，加水 40mL，1%铬酸钠 2mL，以 0. 1mol 硝酸银溶液滴定至由黄色转微红为终点。

#### 4. 计算

含氯化铵

$$\text{NH}_4\text{Cl}(\text{g/L}) = c \times V \times 0.0535 \times 1000$$

含氯化钠

$$\text{NaCl}(\text{g/L}) = c \times V \times 0.05844 \times 1000$$

式中：c 为标准硝酸银溶液的摩尔浓度；V 为耗用标准硝酸银溶液的体积(mL)；0. 0535

为  $\frac{\text{NH}_4\text{Cl 的相对分子质量}}{1000}$ ；0.05844 为  $\frac{\text{NaCl 的相对分子质量}}{1000}$ 。