

解决方案 | 离子色谱法测定电镀药液中的氯离子和硫酸根离子含量

电镀药水是指可以扩大金属的阴极电流密度范围、改善镀层的外观、增加溶液抗氧化的稳定性等特点的液体。工业电镀一般采用硫酸根，因为电镀过程中氯离子可以失去电子生成氯气，而硝酸根在酸性条件下，其强氧化性会腐蚀电极，导致电能的利用能力低，硫酸根是最稳定的离子。但目前国内大多数电镀生产厂家采用自来水作为生产用水，这就会将自来水中原本含有的氯离子带入电镀药液中。电镀液中硫酸根离子与氯离子的含量对电镀的质量起着重要的作用。

目前测定电镀药液中硫酸根和氯离子含量常用的方法有比浊法、目测法、沉淀法及离子色谱法等。本文采用 IC-2800 离子色谱仪建立离子色谱法测定电镀药液中氯离子、硫酸根离子含量的方法，供相关人员参考。

仪器与试剂

IC-2800 离子色谱仪（配电导检测器）

氯离子标准溶液 1000 μ g/mL

硫酸根离子标准溶液 1000 μ g/mL

碳酸氢钠

碳酸钠

Na 柱

H 柱

实验条件

色谱柱：SH-AC-4 250mm*4.6mm

淋洗液：6.4mmol/L 碳酸氢钠溶液和 2.4mmol/L 的碳酸钠溶液；

抑制器电流：45mA；

流速：1.0mL/min；

进样量：100 μ L。

样品前处理

样品用 Na 柱、H 柱过滤，分别稀释 10 倍，用 0.22 μ m 滤膜过滤，上机测试。

样品用 Na 柱、H 柱过滤，分别稀释 5000 倍，用 0.22 μ m 滤膜过滤，上机测试。

实验结果

标准谱图

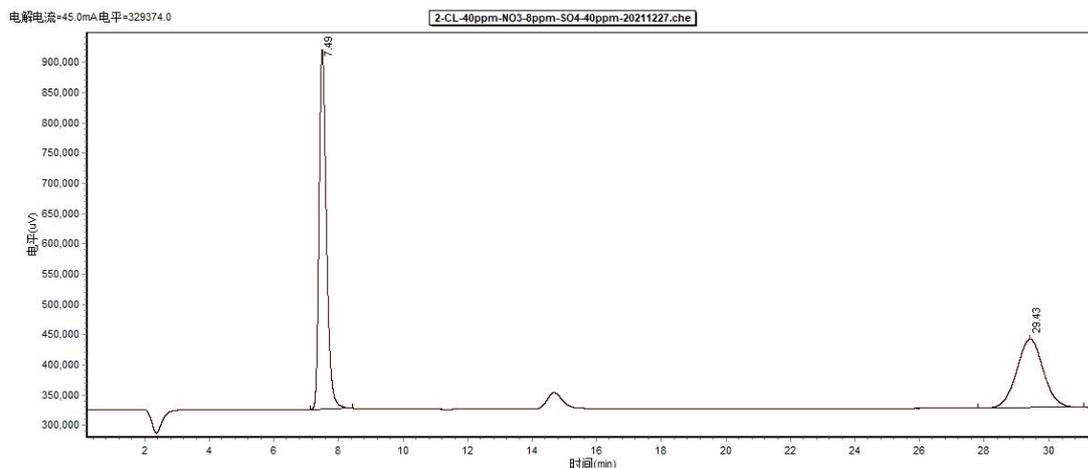


图 1 氯离子（40 μ g/ml）硫酸根离子（40 μ g/ml）

标准曲线

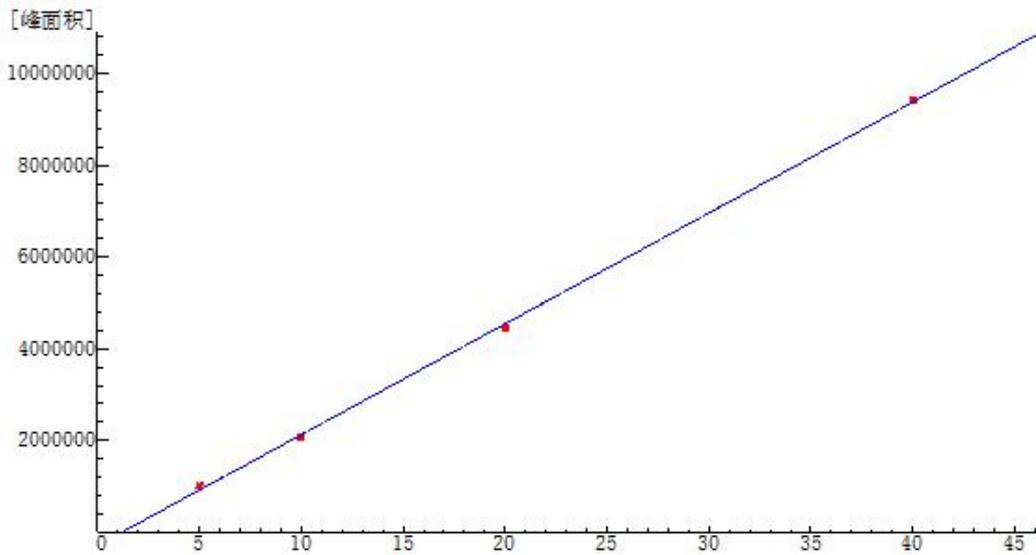


图 2 氯离子标准曲线

曲线点	含量 (ug/ml)	面积
1	5	1009795
2	10	2073570
3	20	4455747
4	40	9425881

曲线方程: $Y=241866.07X - 293740.52$

相关系数: 0.99975

曲线点数: 4

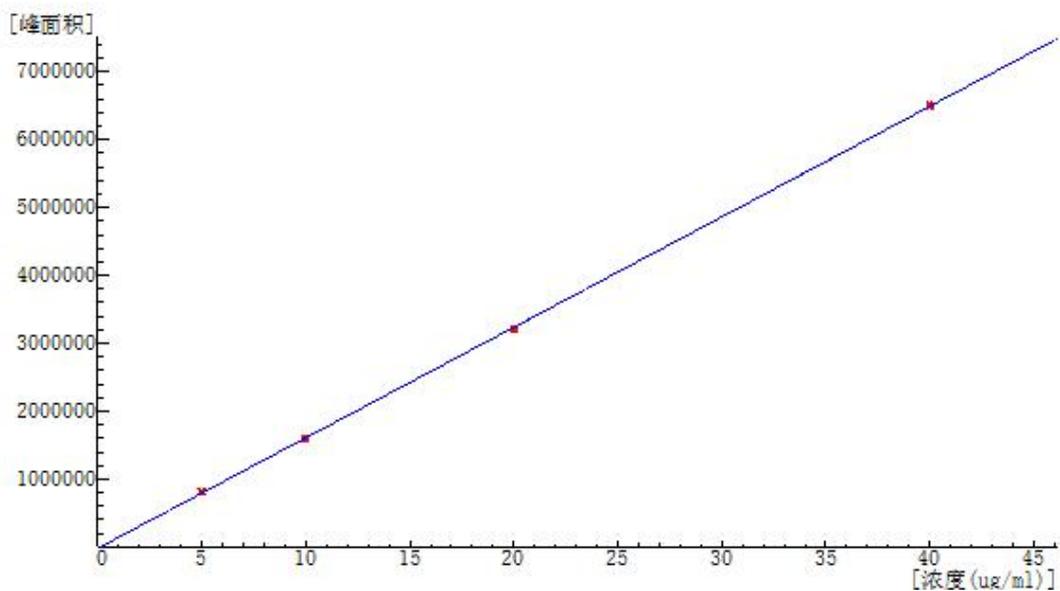


图 3 硫酸根离子标准曲线

曲线点	含量 (ug/ml)	面积
1	5	815766
2	10	1598046
3	20	3209687
4	40	6503762

曲线方程: $Y=162806.77X - 20811.70$

相关系数: 0.99996

曲线点数: 4

样品检测

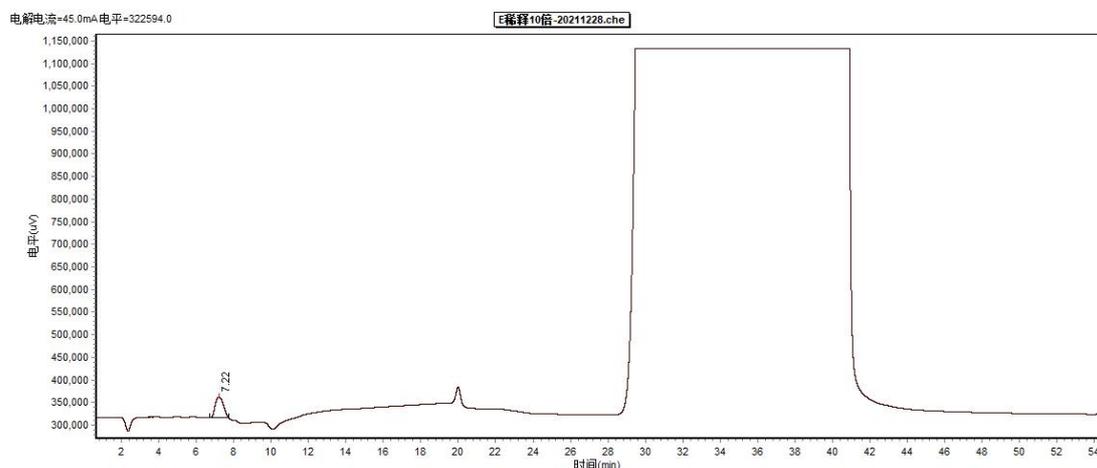


图 4 药液 E 稀释 10 倍谱图

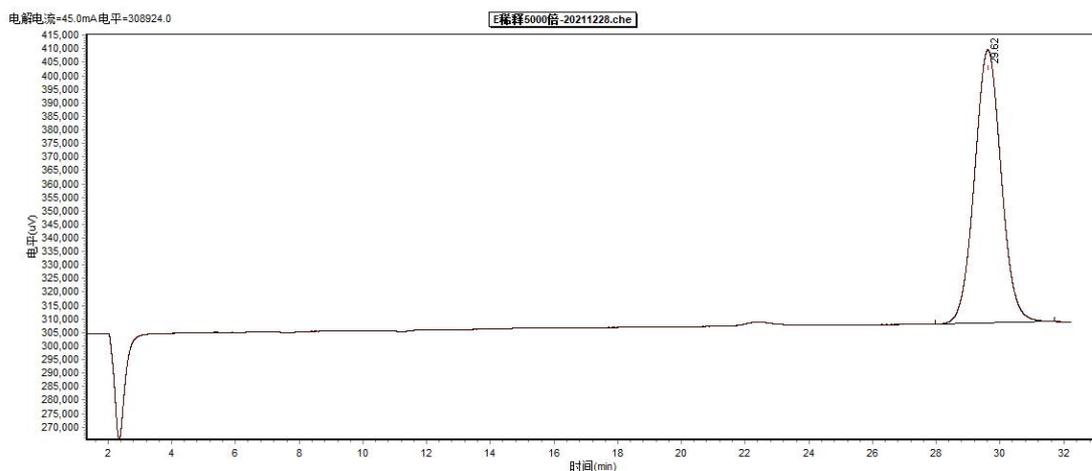


图 5 药液 E 稀释 5000 倍谱图

名称	保留时间	峰面积	峰高	含量 (µg/ml)
氯离子	7.22	1369363	44152	6.88
硫酸根离子	29.62	5884804	101212	36.27

总分析结果:

名称 \ 离子	氯离子 (µg/ml)	硫酸根离子 (%)
药液样品	68.60	18.14

实验总结

本文采用高容量的碳酸盐选择性的阴离子交换柱，碳酸钠和碳酸氢钠淋洗液、抑制型电导检测，对电镀药水中的微量氯离子及常量的硫酸根离子进行准确定量，经实验证明，该方法操作简单、选择性强、灵敏度高、测定结果准确，对电镀药水质控制起到参考作用。