

解决方案 | 离子色谱法测定蚀刻液中的氯离子、硝酸根离子和硫酸根离子

化学蚀刻因其操作简单、成本低,加工周期短等优点在加工领域得到广泛的应用,为航空航天、船舶、半导体等行业的精密零件加工解决了很多难题。蚀刻液种类较多,比如印制电路板(PCB)中常用的就有酸性氯化铜、碱性氯化铜、三氯化铁、过硫酸铵、硫酸/铬酸和硫酸/双氧水等六大类型蚀刻液。蚀刻液体系中的氯离子、硫酸根离子、硝酸根离子等具有蚀刻速率稳定、蚀刻均匀、易再生、生产成本低等优点,受到更多的关注。

为了确定蚀刻液的适宜组分比例及工艺条件,需要确定溶液中这些影响主要性能的阴离子含量。目前,测定溶液中的离子常用的方法为离子色谱法,本文作者根据以往经验通过对样品前处理及实验条件的摸索,建立了离子色谱法测定蚀刻液中氯离子、硝酸根离子和硫酸根离子方法,供相关人员参考。

实验部分

仪器设备与试剂

IC-2800 离子色谱仪;;

Na 柱;

H 柱;

0.22 μ m 水系过滤膜;

氯离子、硫酸根离子、硝酸根离子标准物质。

实验条件

色谱柱：SH-AC-4 阴离子交换柱 250mm*4.6mm；

淋洗液：6.4mmol/L 碳酸氢钠溶液和 2.4mmol/L 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

蚀刻液样品原液分别经过 Na 柱、H 柱净化，然后稀释 5000 倍，用 0.22 滤膜过滤，滤液备用。

实验结果

标准曲线

分别配制下表格中浓度的混合溶液，按照仪器条件依次上机实验，得到各离子的标准曲线，如下图：

混合溶液浓度表

离子	浓度 (mg/L)				
氯离子	0.0	5	10	20	40
硝酸根离子	0.0	1	2	4	8
硫酸根离子	0.0	5	10	20	40

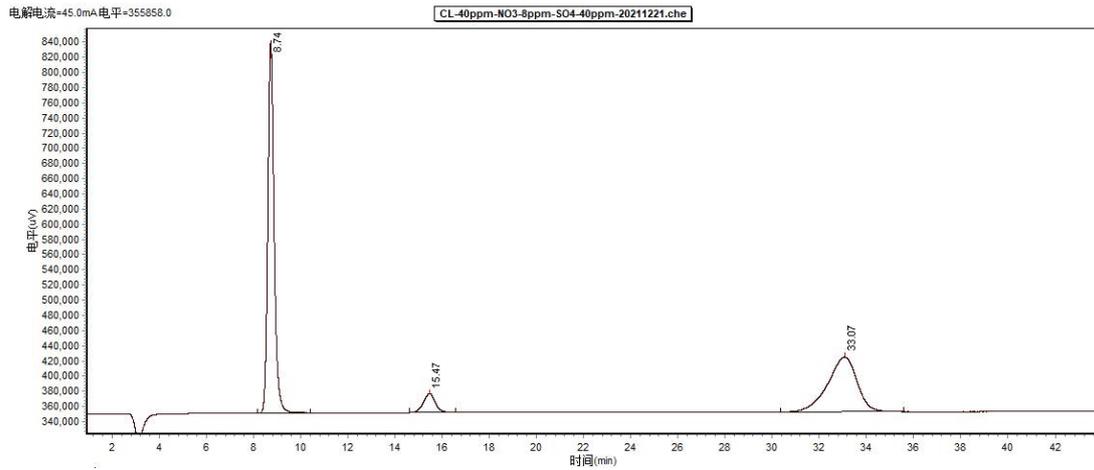
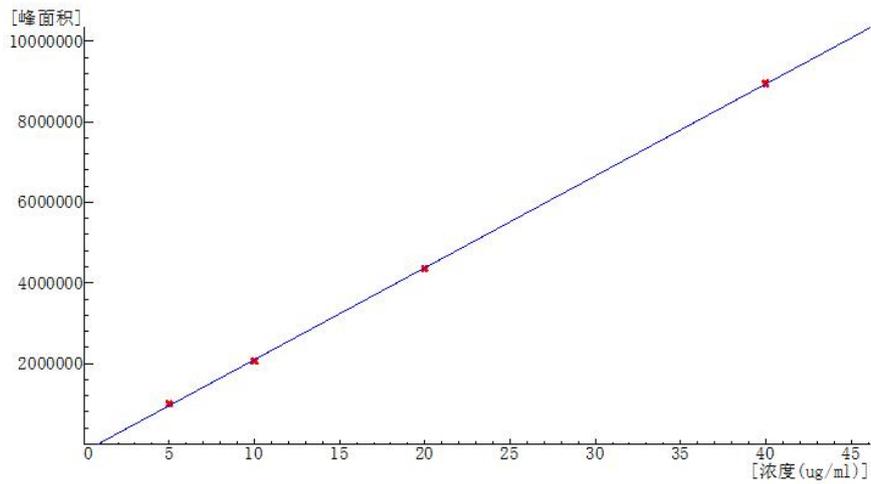


图 1 氯离子 (40 μg/ml) 硝酸根离子 (8 μg/ml) 硫酸根离子 (40 μg/ml)

——氯离子校准曲线——



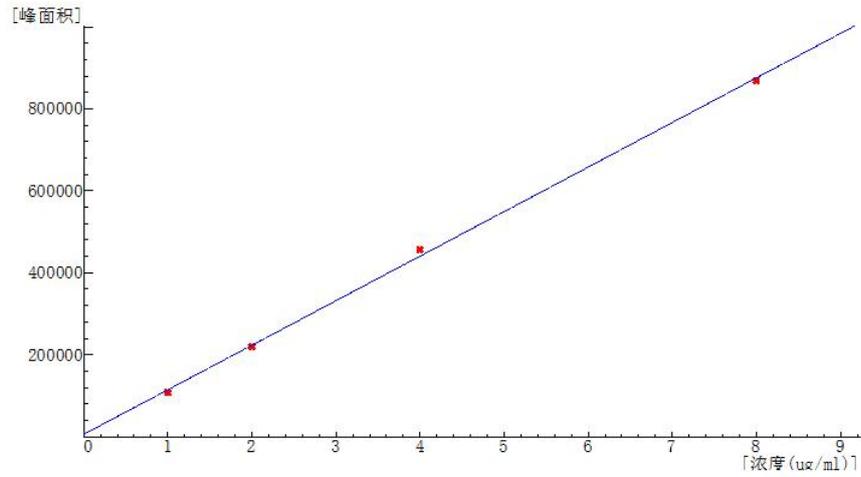
曲线点	含量 (ug/ml)	面积
1	5	1000663
2	10	2053654
3	20	4357334
4	40	8953400

曲线方程: $Y = 228143.07X - 186419.74$

相关系数: 0.99994

曲线点数: 4

——硝酸根离子校准曲线——



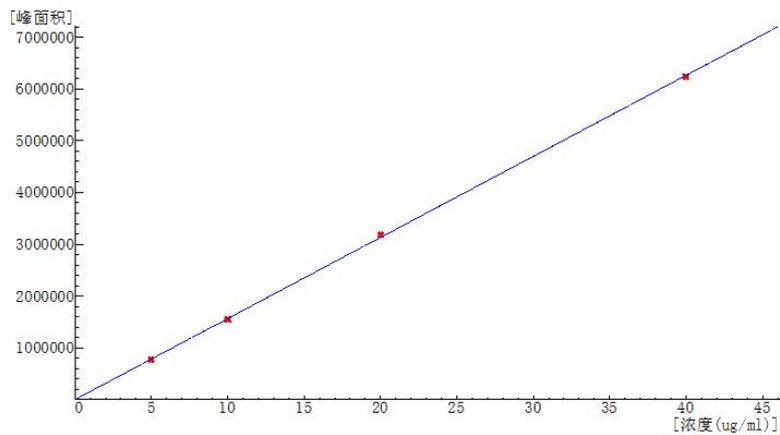
曲线点	含量 (ug/ml)	面积
1	1	107902
2	2	220257
3	4	459163
4	8	829619

曲线方程: $Y = 108731.87X + 5640.74$

相关系数: 0.99951

曲线点数: 4

——硫酸根离子校准曲线——



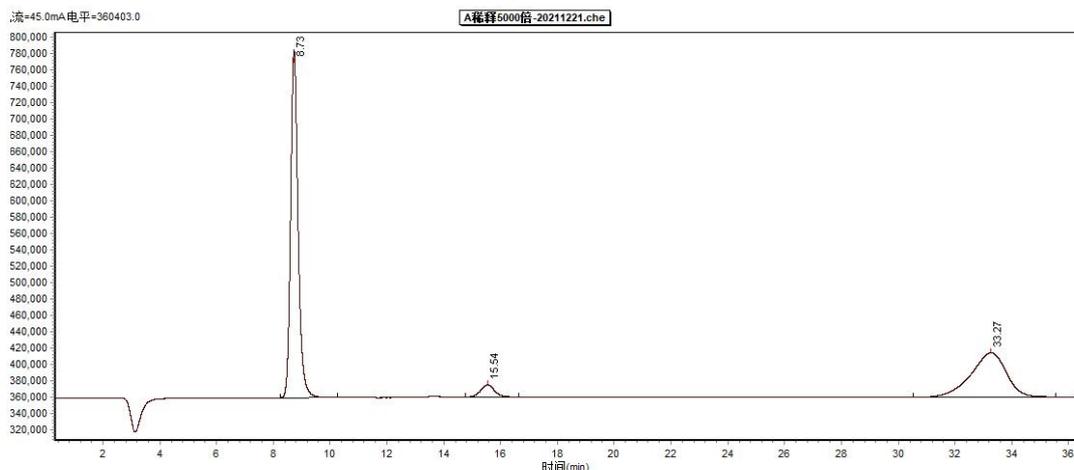
曲线点	含量 (ug/ml)	面积
1	5	775382
2	10	1543050
3	20	3184743
4	40	6245001

曲线方程: $Y = 156555.14X + 1635.04$

相关系数: 0.99989

曲线点数: 4

样品谱图



名称	保留时间	峰面积	峰高	含量 (µg/ml)
氯离子	8.73	7812601	425998	35.06
硝酸根离子	15.54	511978	14859	4.66
硫酸根离子	33.27	4695197	54050	29.98

药液样品谱图

最后结果

单位：%

离子	浓度
氯离子	17.53
硝酸根离子	2.33
硫酸根离子	14.99

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，对蚀刻液中氯离子、硝酸根离子和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，对蚀刻液质量控制起到参考作用。