

电位滴定法测定蚀刻液中三价铁的含量

一、前言

蚀刻液是指通过侵蚀材料的特性来进行雕刻的一种液体，目前已经使用的蚀刻液类型主要有六种类型：酸性氯化铜、碱性氯化铜、氯化铁、过硫酸铵、硫酸/铬酸、硫酸/双氧水蚀刻液。其中氯化铁蚀刻液的刻蚀速度主要受刻蚀温度、盐酸含量和铁离子含量的影响。其中蚀刻液中 Fe 的含量对其刻蚀速度的影响主要是，随着浓度逐渐增加，对铜的蚀刻速率相应加快。但当所含超过某一浓度时，由于溶液粘度增加，蚀刻速率反而有所降低。本次实验采用 T960 全自动电位滴定仪按照其电位突跃点确定终点，测定其三价铁的含量，并验证实验方案的可行性。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，复合铂电极，分析天平等

2.2、试剂

碘化钾，盐酸(1+3)溶液，0.1mol/L 硫代硫酸钠标准滴定液

三、实验方法

3.1、实验过程：

准确称取待测样品 0.5g(精确至 0.0001g)于滴定杯中，依次加入 30mL 去离子水，3g 碘化钾和 20mL (1+3) 的盐酸溶液，摇匀后封好杯口，置于暗处放置 30min。完成静置后将滴定杯置于滴定台上，开启搅拌，用已知浓度的 $c=0.1017 \text{ mol/L}$ 的硫代硫酸钠标准滴定液滴定至电位突跃终点，记下滴定体积，重复 3 组，同时在相同条件下做空白实验。

3.2、仪器参数

仪器参数，如表 1 所示：

表 1 滴定仪参数设置

滴定类型：	动态滴定	方法名：	蚀刻液中三价铁测定
滴定管体积：	10mL	样品计量单位：	g

工作电极:	复合铂电极	参比电极:	无
搅拌速度:	7	预搅拌时间:	5s
电极平衡时间:	4s	电极平衡电位:	1mv
滴定速度:	标准	滴定前平衡电位:	6mv
显示单位:	mv	结束体积:	20mL
预滴定添加体积:	0 (也可适当设置)	最小添加体积:	0.02mL
电位突跃量:	500mV	预控 mv 值:	0
相关系数:	16.219	结果单位:	%
滴定剂名称:	Na ₂ S ₂ O ₆	理论浓度:	0.1017

四、结果与讨论

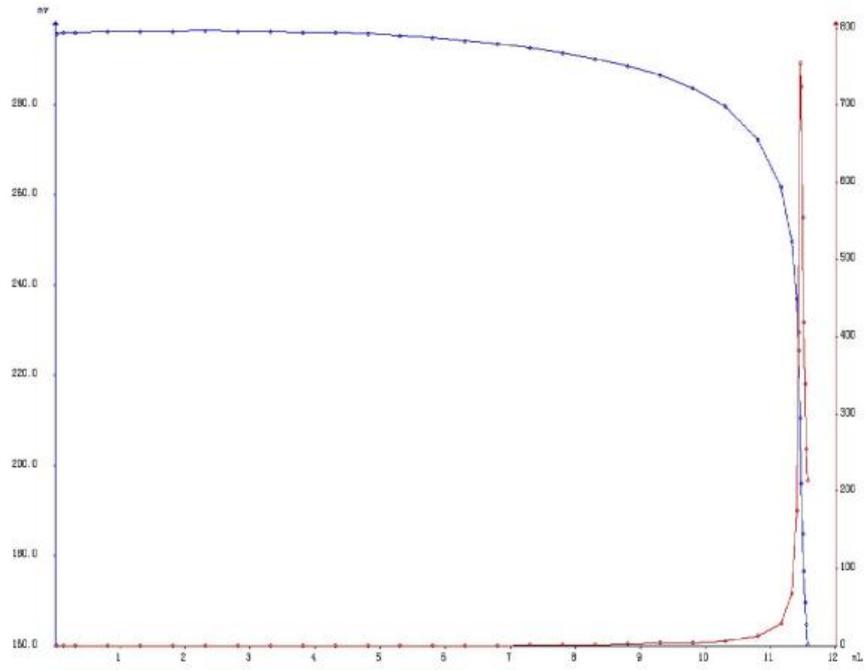
4.1、实验结果

样品经测试, 得到实验结果如表 2 所示:

表 2 含量测试结果

样品名称	c (Na ₂ S ₂ O ₆)	取样量 (g)	空白体积 V ₀ (mL)	滴定体积 V ₁ (mL)	含量 (%)	平均含量 (%)	RSD (%)
氯化铁溶液	0.1017	0.4734	0.03	12.502	43.456	43.421	0.2563
		0.4329		11.449	43.510		
		0.4741		12.475	43.296		

4.2、滴定图谱



4.3、结论

本次测试通过电位滴定法测试刻蚀液中三价铁的含量，仪器判断减少了人工误差，大大提高了实验的精度。因此电位滴定法是检测该类样品的不错选择。