

## 电位滴定法测定镀铜液中甲醛的含量

### 一、前言

化学镀铜是在具有催化活性的表面上，通过还原剂的作用使铜离子还原析出铜，在化学镀铜中，一个典型的配方是酒石酸钠、硫酸铜、甲醛、氢氧化钠。在这个配方中甲醛作为使二价铜转化成铜的恢复剂，是化学镀铜中重要的成分，因此需要时时检测镀铜液中甲醛含量，本次实验采用 T960 全自动电位滴定仪测定不同甲醛含量的镀铜液，是否符合线性规律，用以验证时时检测镀铜液中甲醛实验方案是否可行。

### 二、仪器与试剂

#### 2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，复合 PH 电极，分析天平等

#### 2.2、试剂

$c=0.5\text{mol/L}$  的硫酸标准滴定液， $126\text{g/L}$  的无水亚硫酸钠，去离子水，

### 三、实验方法

#### 3.1、实验过程

##### 3.1.1.溶液的配制：

$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{mol/L}$ ：准确量取 15mL 浓硫酸，缓缓注入 1000mL 水中，冷却，摇匀。按照 GB/T 601，称取适量烘干的无水碳酸钠进行标定。

亚硫酸钠溶液（ $126\text{g/L}$ ）：准确称取 126g 无水亚硫酸钠，加入适当去离子水溶解，并转移至 1000mL 容量瓶中，定容摇匀。

待测溶液的配制：准确称取 1g、1.5g、2g、3g 质量分数为 37% 甲醛溶液，分别放置于 4 个 100mL 容量瓶中，并用 5mL 移液管移取镀铜液于每个容量瓶中，并用去离子水定容至刻度线。再取 1 个容量瓶，不加甲醛，用 5mL 移液管移取镀铜液于 100mL 容量瓶中，并用去离子水定容至刻度线，做空白用。

##### 3.1.2 滴定过程：

准确称取上述配制好的溶液 20mL 置于滴定杯中，加入 50mL 亚硫酸钠溶液，将其放置电位滴定台上，开启搅拌，使试样完全混合均匀，插上复合 PH 电极（提前标定好）和滴定头，启动编辑好的方法，用  $\text{H}_2\text{SO}_4$ （ $0.500\text{mol/L}$ ）标准溶液滴定至 PH 为 9.3，记下消耗滴定液标准滴定液的体积，同时做空白试验。

#### 3.2、仪器参数

仪器参数, 如表 1 所示:

表 1 滴定仪参数设置

滴定模式	终点滴定	方法名称	镀铜液甲醛含量测定
搅拌速度	7	结束体积	20mL
滴定前平衡电位	6mV	显示单位	PH
快滴体积	0.1mL	慢滴体积	0.02mL
快滴电位平衡时间	4s	快滴平衡电位	1mV
慢滴电位平衡时间	4s	慢滴平衡电位	1mV
滴定终点	9.3	预控值	9.8 (延时 30s)

#### 四、结

果与讨论

##### 4.1、实

验结果

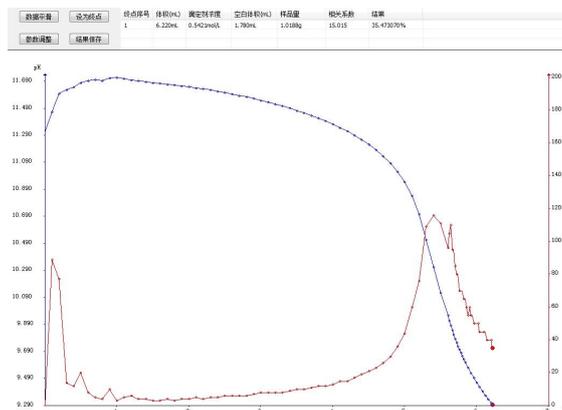
样品经测试, 得到实验结果如表 2 所示:

表 2 含量测试结果

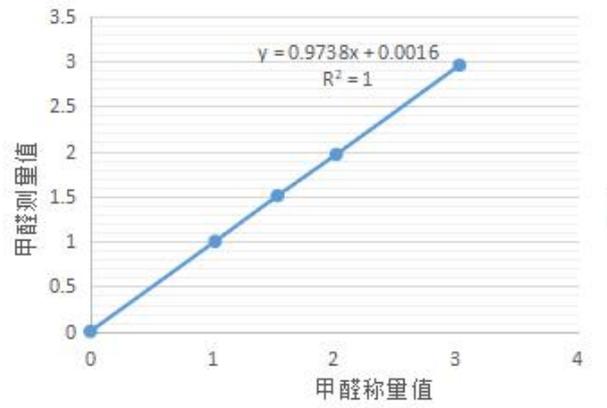
样品名称	称样量 /g	取样量 /mL	c(1/2H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )/ mol/L	空白体积 V <sub>1</sub> /mL	滴定体积 V <sub>2</sub> /mL	测出的称样量	偏差
镀铜液甲醛	1.0245	20	0.5421	0.800	5.340	0.9987	0.0258
	1.5360	20			7.640	1.5047	0.0313
	2.0186	20			9.720	1.9623	0.0563
	3.0303	20			14.220	2.9522	0.0781

注: 加入的甲醛是质量分数是 37%的分析纯甲醛

##### 4.2、滴定图谱



### 4.3、结论



本次测试通过 T960 电位滴定仪测定不同浓度梯度的镀铜液中甲醛的含量，数据重复性好，而且符合线性规律，可以时时检测甲醛含量，而且使用仪器判断减少了人工误差，大大提高了实验的精度。电位滴定法是检测该类反应的不错选择。