

Определение ионов хлора в сернокислых электролитах меднения

Применяемые в производстве печатных плат сернокислые электролиты меднения содержат в своем составе от 40 до 80 мг/л ионов хлора, что необходимо для нормальной работы медных анодов. Введение ионов хлора в электролиты меднения препятствует включению органической добавки в покрытие, тем самым предотвращая охрупчивание получаемого осадка, что позволяет получать качественные пластичные осадки. Поэтому очень важно точно поддерживать концентрацию ионов хлора. Из практики работы с этими электролитами известно, что при содержании хлоридов менее 30 мг/л появляется тусклый, матовый, крупнозернистый осадок с неравномерностью по толщине, так как нарушается правильная работа органической добавки. Это приводит к ухудшению пластичности осадка. При содержании хлоридов более 120 г/л происходит пассивация медных анодов, и, как следствие, появляется темный крупнозернистый осадок.

Светлана Шкундина

shkundina@estek.ru

Введение

Инженеры-технологи по производству печатных плат сталкиваются с проблемой определения ионов хлора в гальванических ваннах меднения. Причем на многих предприятиях по производству печатных плат до сих пор не контролируется количество ионов хлора.

Существуют три наиболее известных метода определения ионов хлора.

1. Потенциометрический метод заключается в нахождении содержания ионов хлора путем потенциометрического титрования электролита меднения раствором азотнокислого серебра. Этот метод довольно трудоемок и требует наличия специального оборудования (потенциометра, платинового и серебряного электродов).
2. Объемный (аргентометрический) метод основан на реакции взаимодействия ионов серебра с ионами хлора в присутствии индикатора K_2CrO_4 . Титровать по этому методу можно только в нейтральной среде. В кислотах осадок Ag_2CrO_4 растворяется, поэтому невозможно установить момент эквивалентности.
3. Реагентный метод основан на добавлении точного количества реагента до тех пор, пока мутный раствор не станет прозрачным. Этот метод недостаточно точный, так как возможно только определение интервала концентраций ионов хлора.

Автор нашел удобным и точным определять ионы хлора с помощью иономера и хлорселективного электрода.

Иономер — это преобразователь ионометрический, предназначенный для измерения активности ионов водорода (рН), массовой концентрации одновалентных и двухвалентных анионов и катионов, окислительно-восстановительных потенциалов и ЭДС электродных систем в водных растворах. При-

бор работает с ионоселективными (измерительными) и вспомогательными, а также комбинированными электродами. Результат измерений индицируется в единицах рН, мг/л или моль/л, а также в мВ.

Принцип работы иономера основан на преобразовании активности ионов в значения электродвижущей силы (мВ), линейно зависящей от активности ионов в анализируемом растворе, и его температуры. Иономер используется для работы с первичными преобразователями — серийно выпускаемыми электродами и термокомпенсатором. Электродная система включает вспомогательный и измерительный электроды. В качестве вспомогательного используется хлорсеребряный электрод. При измерении концентрации ионов в качестве измерительного электрода используются соответствующие электроды, чувствительные (селективные) к данному виду ионов. В данном случае — хлорселективный.

Практика измерений концентрации Cl-ионов ионометрическим методом

Реактивы:

- хлорид натрия или калия, 0,1 н;
- буферный раствор $NaNO_3$, 1 М.

Подготовка к работе:

1. Снять с хлорселективного электрода защитный колпачок. Зачистить поверхность мембраны наждачной бумагой, после чего выдержать электрод в дистиллированной воде в течение 10–20 минут.
2. Подсоединить к иономеру вспомогательный хлорсеребряный электрод, термокомпенсатор и хлорселективный электрод.

Ход анализа:

1. Откалибровать хлорселективный электрод по стандартным растворам в единицах концентрации. Калибровку в единицах концентрации проводят по стандартным растворам хлорида натрия (ка-

лия), приготовленным путем последовательного десятикратного разведения основного 0,1-н стандартного раствора дистиллированной водой с добавлением буферного раствора для регулирования общей ионной силы. Соотношение стандартного раствора и буферного раствора — 10:1. Калибровку проводят в порядке возрастания концентрации стандартных растворов.

Нужно приготовить два раствора хлорида натрия разбавлением 0,1-н раствора:

- первый — 0,01 н
(0,585 г/л = 585 мг/л = $5,85 \times 10^2$ по NaCl. $c(\text{Cl}^-) = 355$ мг/л);
- второй — 0,001 н
(0,0585 г/л = 58,5 мг/л = $5,85 \times 10^1$ по NaCl. $c(\text{Cl}^-) = 35,5$ мг/л).

Готовить растворы нужно в мерных колбах на 100 мл.

Приготовленные растворы вылить в стаканы емкостью ~120 мл. Добавить 10 мл буферного раствора. Перемешать.

2. Перед измерениями в анализируемом растворе электроды тщательно промывают дистиллированной водой и просушивают фильтровальной бумагой. В анализируемый раствор добавляют буферный раствор в том же соотношении, что и в стандартные растворы при калибровке.

Отобрать точно 100 мл анализируемого раствора в стакан емкостью ~120 мл. Добавить 10 мл буферного раствора. Перемешать. Провести измерения при помощи иономера.

Расчет:

- мг/л Cl^- = показание прибора;
- мг/л NaCl = мг/л $\text{Cl}^- \times 1,6479$.

Заключение

Предложенный метод определения содержания ионов хлора достаточно точный, опробован в течение двух лет на одном из ведущих заводов по производству печатных плат и внедрен на 10 предприятиях России. ■