

## 离子色谱法电导检测电镀液中的有机酸、 $S_2O_3^{2-}$ 和 $SCN^-$

钟乃飞<sup>1</sup> 朱岩<sup>\*1,2</sup> 焦霞<sup>3</sup> 盖学武<sup>3</sup>

<sup>1</sup>(桂林理工大学化学与生物工程学院, 桂林 541004) <sup>2</sup>(浙江大学理学院化学系, 杭州 310028)

<sup>3</sup>(青岛盛瀚色谱技术有限公司, 青岛 266001)

电镀工业中, 为了改善镀层性能, 通常需要在电镀液中加入适量电镀添加剂, 起到稳定镀液、细化结晶、提高分散能力与深镀能力、增加镀层光亮性等作用<sup>[1]</sup>。添加剂的含量直接影响着电镀产品的质量, 因而能否在生产过程中及时准确地监测其浓度变化是控制电镀过程的至关重要的环节。常见组分采用化学滴定、高效液相<sup>[2,3]</sup>等方法分类测定, 相比而言, 离子色谱法能同时完成的分析, 优势更为明显<sup>[4,5]</sup>。本研究建立了一种简单易行的离子色谱方法, 同时测定了电镀液中弱保留组分和易极化离子  $S_2O_3^{2-}$  和  $SCN^-$ , 使得电镀槽液的组分变化的监测更为精确且更加实时化。

CIC-100 标准型离子色谱仪, SH-2 自再生抑制器, 五电极电导检测器 SH-Anion 4 型阴离子色谱柱 (250 mm × 4.6 mm i.d.), H 柱, 0.22 μm 有机滤膜 (青岛盛瀚色谱技术有限公司); HW2000 色谱工作站 (上海千谱软件有限公司); Cleanert IC-ODS 500 mg 固相萃取 (SPE) 柱 (Agela Technologies)。

SH-Anion 4 阴离子分析柱, 柱温 25 °C; 以 2.0 mmol/L  $Na_2CO_3$  为淋洗液进行淋洗, 流速为 1.0 mL/min; SH-2 自再生抑制器; 电导检测池; 电流 30 mA; 进样体积 100 μL, 峰面积定量。

将待分析的电镀液样品稀释数倍后, 经 0.22 μm 有机滤膜和  $C_{18}$  柱、H 柱后, 进行离子色谱分析。

观察电镀液的上层, 有油状液体, 因此需要  $C_{18}$  除去疏水性的有机物; 另外, 电镀液中含有较高浓度的金属离子, 如不除去, 金属离子会与色谱柱填料结合而被保留, 影响色谱柱的寿命; 同时金属离子进入抑制器后, 会堵塞膜, 导致抑制器的漏液。因此需要选择自制 H 型交换预处理柱将电镀液中的金属离子去除。

待分析的电镀液中待测成份中有弱保留的有机酸和强保留的疏水性离子, 需要选择一款特殊的色谱柱, 保证待测成分的同时检测。SH-Anion 4 阴离子分析柱是一款高容量的亲水性色谱柱, 可以满足待测离子的同时分析。

在选定的色谱条件下, 1 d 内连续测定 11 次同一浓度待测离子的溶液的相对标准偏差 (RSD), 以考察其稳定性。此时待测离子的色谱峰的保留时间和峰面积的相对标准偏差分别小于 1.30% 和 2.94%; 对连续 5 d 待测离子的保留时间和峰面积的 RSD 分别小于 1.58% 和 3.05%, 在较宽的浓度范围内线性关系良好,  $r > 0.9990$ , 检出限为 5.0~30.0 μg/L 之间, 保证实际样品中待测离子检测的准确性。

对富液、脱前、脱后的电镀液样品进行了加标回收率实验, 3 种样品的加标回收率均在 93.0%~102.2% 之间。

### References

- 1 舒余德, 张昭, 唐瑞仁, 等. 电镀与环保, 1999, 6: 5~10
- 2 冯素玲, 崔凤灵, 樊静. 分析实验室, 2006, 12: 11~14
- 3 丁明玉, 陈培榕, 罗国安. 色谱, 1997, 3: 212~215
- 4 林燕春. 分析测试学报, 2000, 2: 83~85
- 5 刘肖, 王碗, 史亚利, 等. 环境化学, 2007, 4: 541~543

\*E-mail: zhuyan@zju.edu.cn