



I648435

【發明摘要】**【中文發明名稱】** 使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程及其設備**【中文】**

本發明公開了一種使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程及其設備，利用隔膜分隔陰、陽極區的電鍍液，避免出現陰極區電鍍液返蝕陰極鍍件的現象，使其電流效率高、電鍍品質好，滿足酸性鍍銅的品質要求；另行設置了再生槽用於再生電鍍液的配製，可使用比氧化銅和磷銅更為便宜的銅金屬，利用氧氣作氧化劑實現陰極電鍍液循環再生配製硫酸銅的節能環保製程，比使用氧化銅和磷銅的現有技術創造更好的經濟效果，同時也能避免再生所添加的氧氣不會對鍍層產生返蝕，影響鍍銅的品質。

【指定代表圖】 圖1。**【代表圖之符號簡單說明】**

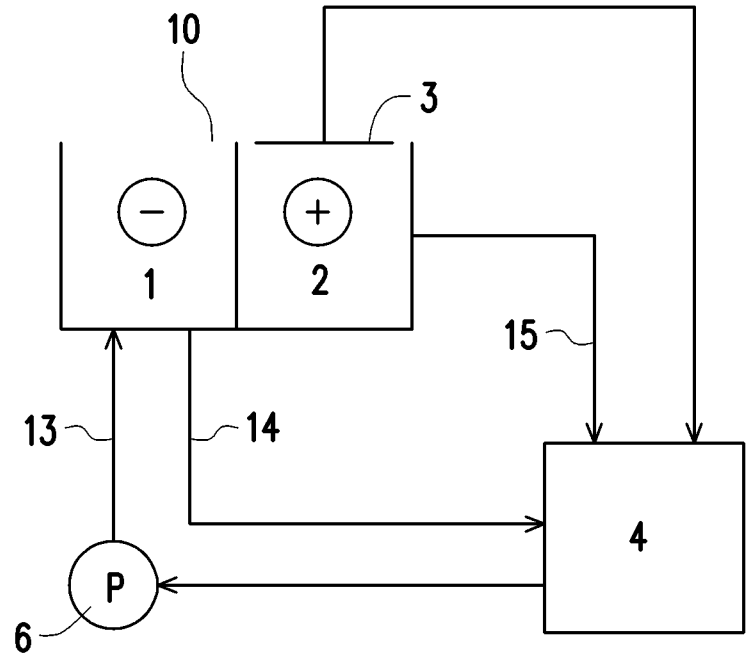
- 1：陰極區
- 2：陽極區
- 3：抽氣罩風機
- 4：再生槽
- 6：泵浦
- 10：隔膜
- 13：回流管

14：陰極區溢流口

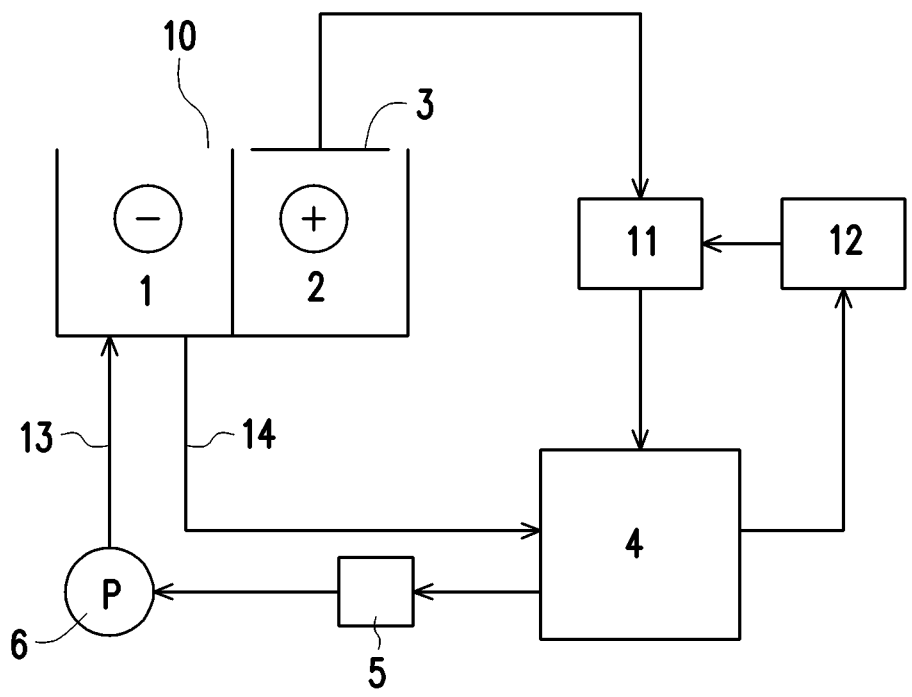
15：陽極區溢流口

【特徵化學式】無。

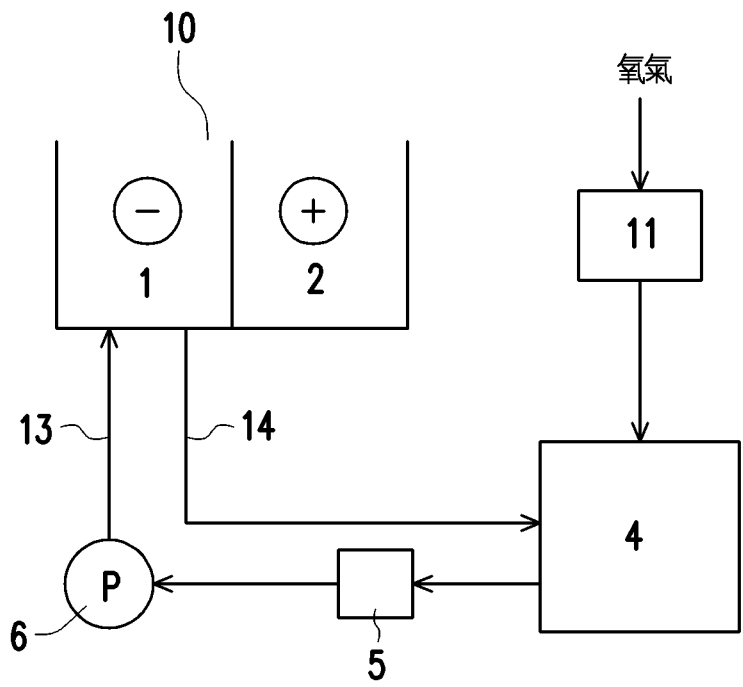
【發明圖式】



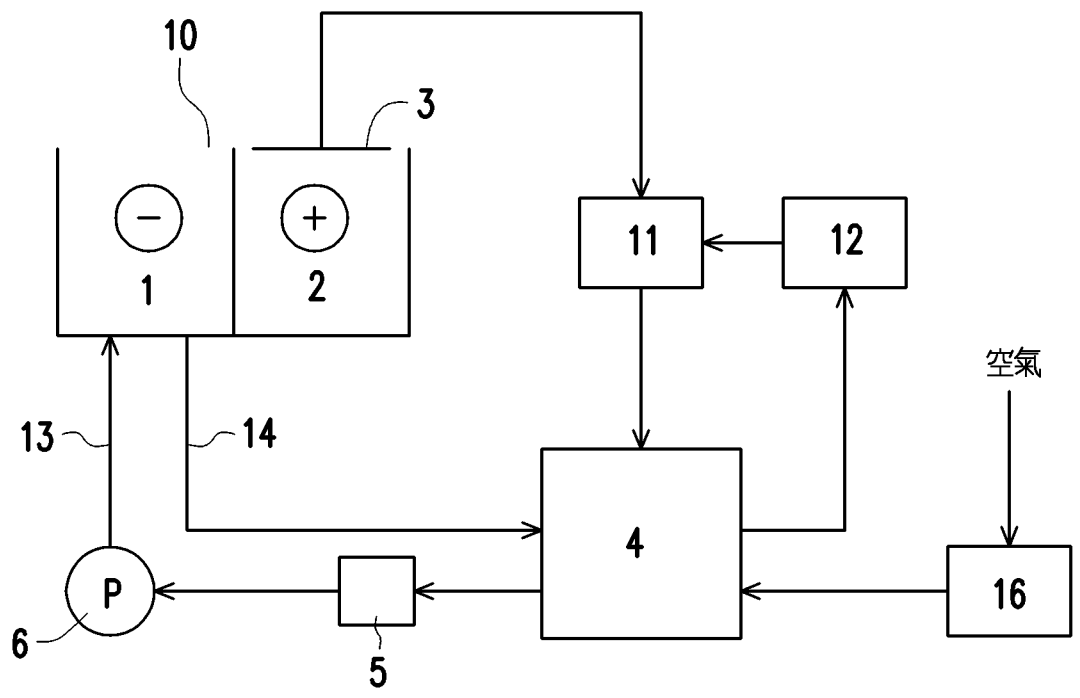
【圖1】



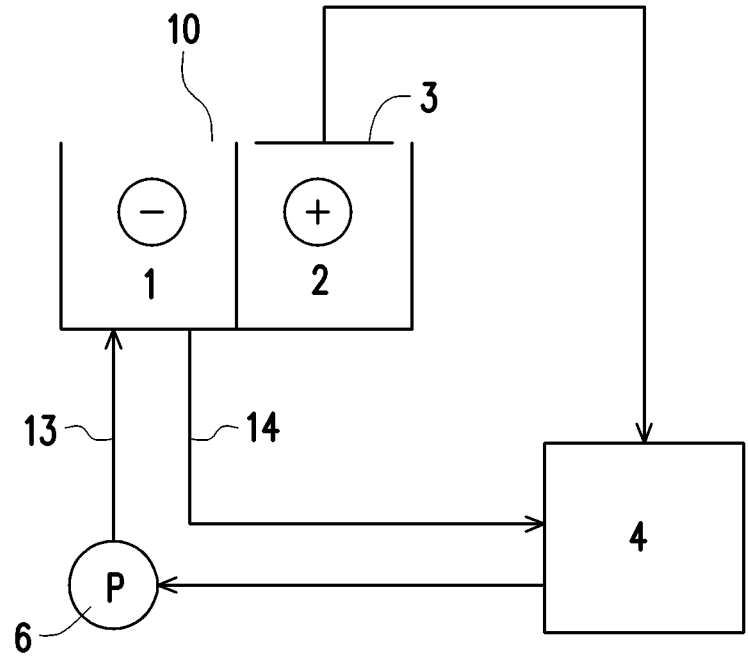
【圖2】



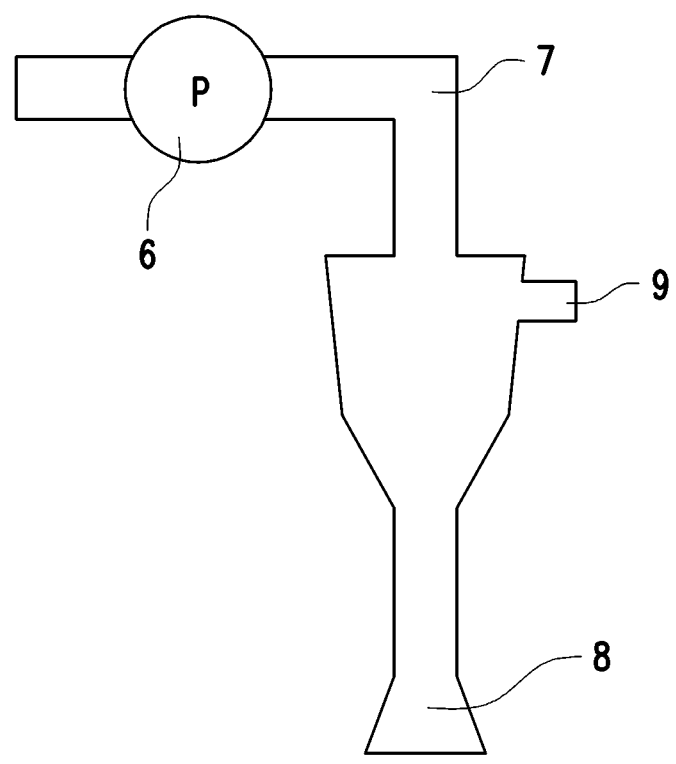
【圖3】



【圖4】



【圖5】



【圖6】

【發明說明書】

【中文發明名稱】 使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程及其設備

【技術領域】

【0001】 本發明涉及一種酸性電鍍銅的製程及其設備，尤其涉及一種使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程及其設備。

【先前技術】

【0002】 現有的酸性鍍銅製程分為使用可溶性陽極和使用不溶性陽極。酸性鍍銅製程中使用的可溶性陽極通常為磷銅。不溶性陽極則是指在電化學反應過程中不發生或極少發生陽極溶解反應的陽極，在酸性鍍銅製程中不溶性陽極通常選取表面塗覆貴金屬氧化物的鈦材、石墨、鉑金和鉛合金。由於可溶性陽極使用的磷銅價格高，且其製作和使用過程中會產生有毒的含磷廢水、進入人體對肝臟等器官危害極大，為達到廢水排放指標需要增加電鍍廢液的處理成本；且其製程過程中容易出現陽極極化、電流分佈不良導致鍍層品質不穩定，故選用不溶性陽極製程的做法越來越普遍。

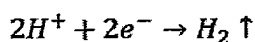
【0003】 一種常見的使用不溶性陽極的酸性鍍銅製程以主成分為硫酸銅和硫酸的水溶液作為電鍍液，水在陽極上反應分解生成氫離子和氧氣，電鍍液中的銅離子在陰極還原成金屬銅。隨著銅的電鍍，電鍍液中的硫酸濃度越來越高，加入氧化銅與其反應來

補充電鍍液中失去的銅離子並相應地消耗當量的硫酸。此方法的不足之處是因氧氣附著鍍件造成品質問題：由於陽極上發生水的分解析出氧氣，溶於電鍍液中的氧氣附在陰極鍍件上，造成鍍層發黑、疏鬆從而影響鍍層品質，也會增加有機光亮劑的消耗使成本增高。

【0004】 具體的反應式如下：

陽極上的電化學反應： $2H_2O - 4e^- \rightarrow O_2 \uparrow + 4H^+$

陰極上的電化學反應： $Cu^{2+} + 2e^- \rightarrow Cu \downarrow$



硫酸銅電鍍液再生的反應： $CuO + H_2SO_4 \rightarrow CuSO_4 + H_2O$ 。

【0005】 另一種常見的使用不溶性陽極的酸性鍍銅製程是在主成分為硫酸銅和硫酸水溶液的電鍍液基礎上加入鐵離子，陽極上的電化學反應為二價鐵離子氧化成為三價鐵離子，銅離子在陰極還原成金屬銅。此製程可減少氧氣溶於電鍍液中的量，避免氧氣造成的品質問題，但電鍍液中存在的三價鐵離子有可能對陰極上的金屬銅進行返蝕，影響電鍍速率的問題。

【0006】 具體反應式如下：

陽極上的電化學反應： $Fe^{2+} - e^- \rightarrow Fe^{3+}$

陰極上的電化學反應： $Cu^{2+} + 2e^- \rightarrow Cu \downarrow$

三價鐵離子對金屬銅返蝕的反應： $Cu + 2Fe^{3+} \rightarrow Cu^{2+} + 2Fe^{2+}$ 。

【發明內容】

【0007】 本發明的第一目的在於提供一種使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程，其能有效解決現有不溶性陽極的酸性電鍍銅製程中氧氣造成的品質問題，又不會對鍍層有攻擊腐蝕，不但能提高電鍍品質，而且還能節省電鍍生產成本。

【0008】 本發明的第一發明目的可以通過以下技術方案來實現：一種使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程，包括使用不溶性陽極、陰極、電鍍槽和硫酸銅電鍍液，所述硫酸銅電鍍液下文簡稱電鍍液，其特徵在於具體包括如下步驟：

步驟 1 準備製程設備：使用隔膜將所述電鍍槽分為陽極區和陰極區，所述隔膜允許離子通過，同時增設硫酸銅電鍍液再生配置槽，下文簡稱再生槽，使所述陰極區的溢流口與所述再生槽以管道相連，以便陰極電鍍液滿溢時溢流到再生槽中；所述再生槽連接一泵浦，所述泵浦通過回流管與所述陰極區接通形成回路，以便陰極電鍍液在所述陰極區與所述再生槽之間作循環流動；所述再生槽還與一氧氣源加投系統相連，所述氧氣源加投系統用於控制氧氣的添加；增設自動檢測投料控制機，用於檢測所述陰極區中的電鍍液和/或再生槽中的再生電鍍液的酸度和/或比色和/或氧化還原電位參數/或比重參數；

步驟 2 準備電鍍液：配製陽極電鍍液和陰極電鍍液，並將所述陽極電鍍液倒入所述陽極區中，將所述陰極電鍍液倒入所述陰極區和所述再生槽中，同時，在再生槽中添加金屬銅；當硫酸銅電鍍液循環再生配製工作開始後，所述再生槽中的溶液稱為再生

硫酸銅電鍍液，簡稱再生電鍍液；

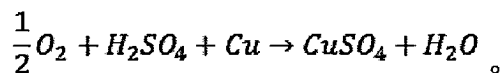
步驟 3 啟動電鍍作業：將不溶性陽極與電源正極連接，並浸入所述陽極電鍍液中，將陰極鍍件與電源負極連接並浸入所述陰極電鍍液中，開啟步驟 1 所述泵浦，接通所述電極的電源進行電鍍作業和硫酸銅電鍍液循環再生配製；

步驟 4 控制陰極電鍍液再生：使用自動檢測投料控制機對所述陰極區中的電鍍液和/或再生槽中的再生電鍍液進行酸度和/或比色和/或氧化還原電位/或比重參數的檢測並分別用於控制氧氣源加投系統的啟動與關停：當所述陰極電鍍液和/或所述再生電鍍液的酸度高於設定值、或比色或氧化還原電位/或比重低於設定值時，開啟所述氧氣源加投系統，以便在所述再生槽的電鍍液中補充氧氣，加速硫酸、金屬銅和氧氣參與的硫酸銅電鍍液再生反應，使硫酸再生為硫酸銅，成為再生電鍍液；在檢測到所述陰極電鍍液和/或所述再生電鍍液的酸度、或比色或氧化還原電位/或比重達到設定值時，關閉所述氧氣源加投系統，停止補充氧氣；

步驟 5 陰極電鍍液再生循環：在步驟 4 再生槽中的再生電鍍液通過所述泵浦灌輸到所述陰極區中，所述陰極電鍍液在陰極區滿溢時則從所述陰極區溢流口通過管道流入所述再生槽中，形成陰極電鍍液的循環流動，從而對所述陰極電鍍液不斷地補充銅離子和調整硫酸濃度，實現電鍍製程中各參數的穩定。

【0009】 本發明的工作原理：雖然本發明的兩極電化學反應與背景技術中提及的第一種常見的使用不溶性陽極的酸性鍍銅製程的

電化學反應是相同的，但後者採用的是氧化銅與硫酸反應來補充電鍍液中失去的銅離子並相應地消耗當量的硫酸，本發明則是另行設置再生槽用於再生電鍍液的配製，採用金屬銅和氧氣作氧化劑與硫酸反應，在消耗陰極電鍍液中濃度越來越高的硫酸的同時再生硫酸銅，本發明的再生化學反應方程式如下：



【0010】 因此，本發明的製程可以直接使用比氧化銅和磷銅更為便宜的金屬銅來補充電鍍液中的銅離子，實現製程的穩定性。同時，由於再生反應不在所述陰極區進行，再生所添加的氧氣並不會進入陰極區，對鍍層產生返蝕；另外，本發明採用隔膜將電鍍槽分隔為所述陽極區和陰極區，這樣的設計也阻擋了所述陽極區所生成的氧氣靠近所述陰極區，從而能夠避免所述陰極鍍件金屬被返蝕而影響鍍層品質。

【0011】 本發明所述的金屬銅可以是銅粉、銅塊或銅棒。

【0012】 本發明所述的氧氣源加投系統主要由氧氣源和加投控制裝置組成。

【0013】 本發明所述氧氣源可以為陽極上生成析出的氧氣、空氣中的氧氣、瓶裝壓縮氧氣所發出氧氣中的一種或多種。

【0014】 當氧氣源採用瓶裝壓縮氧氣時，所述加投控制裝置為控制閥或射流真空增氧裝置；當氧氣源採用陽極上生成析出的氧氣時，所述加投控制裝置為抽氣罩風機，在所述陽極區正上方設置

抽氣罩風機系統，所述抽氣罩風機的排氣管出氣口置於所述再生槽中；當氧氣源採用空氣中的氧氣時，所述加投控制裝置可以採用射流真空增氧裝置，當採用前者時，其吸氣區與空氣相連，其入液口則連接一增氧泵浦，所述增氧泵浦另一端通過管道與所述再生槽底部相連，所述射流真空增氧裝置的出液口置於所述再生槽中；也可以採用壓縮空氣機或沸石分子篩制氧機配置控制閥。

【0015】 本發明可以通過以下技術措施進行優化。

【0016】 本發明所述陽極電鍍液為濃度 0.001~700 g/L 的硫酸水溶液；所述陰極電鍍液為濃度 35~240 g/L 的硫酸銅水溶液。

【0017】 本發明也可以在所述再生槽中另外添加氧化銅，氧化銅與硫酸反應可迅速獲得硫酸銅，這有助於縮短提升所述再生電鍍液中硫酸銅濃度所需要時間。

【0018】 本發明在所述陽極電鍍液中可進一步包含硫酸銅，濃度為 0.001~240 g/L。通過加入硫酸銅，可增加陽極電鍍液的電導率，提高允許電流密度，有效避免高電流區出現燒焦現象。

【0019】 優選地，所述陰極電鍍液中可進一步含有硫酸，濃度控制在 0.001~400 g/L 的範圍內，以便有效地防止硫酸銅水解成為硫酸亞銅並進而成為氧化亞銅（ Cu_2O ），從而避免因氧化亞銅夾雜在鍍層中發生疏鬆現象。

【0020】 本發明還可以在所述陰極電鍍液中進一步包含 10~10000 mg/L 的氯離子，所述氯離子的來源可為鹽酸和/或氯化鈉。因為在電鍍過程中，所述陰極電鍍液中可能存在少量一價的亞銅

離子，會對所述陰極鍍件上銅的平整度造成影響，導致鍍件表面粗糙。為避免此問題，優選地在所述陰極電鍍液中加入適量的氯離子，其能與一價亞銅離子反應生成微溶于水的氯化亞銅，以便降低亞銅離子對鍍件的影響。

【0021】 本發明還可以進一步增設一個射流真空增氧裝置，其吸氣區與所述加投控制裝置的出氣口相連，其入液口則連接一加氧泵浦，所述加氧泵浦另一端通過管道與所述再生槽底部相連，所述射流真空增氧裝置的出液口置於所述再生槽中。採用射流真空增氧裝置將氧氣通入所述再生槽內的再生電鍍液中，能通過射流真空增氧裝置中形成的壓力將氧氣與再生電鍍液壓縮混合，從而加速所述再生電鍍液的再生化學反應。

【0022】 更優選地，使用自動檢測投料控制機對所述陰極電鍍液和/或所述再生電鍍液的酸度和/或比色和/或氧化還原電位/或比重參數進行檢測時，在控制所述氧氣源加投系統啟閉的同時，還分別控制所述射流真空增氧裝置的啟閉：當所述陰極電鍍液和/或所述再生電鍍液的酸度高於設定值、或氧化還原電位或比色/或比重低於設定值時，開啟所述射流真空增氧裝置以加速氧氣于所述再生槽中的硫酸銅電鍍液再生反應，使所述陰極電鍍液成分保持穩定。

【0023】 本發明還可以進一步在所述再生槽和所述泵浦之間設有篩檢程式，所述篩檢程式能夠有效阻擋所述再生槽中的銅泥進入所述陰極區，從而避免所述陰極鍍件附近出現銅泥而影響鍍層品

質。

【0024】 優選地，步驟 1 所用的隔膜採用陰離子膜，當所述陰極電鍍液隨著銅離子在所述陰極鍍件上還原成金屬銅時，剩餘的硫酸根離子在電場作用下從所述陰極區通過所述陰離子膜進入所述陽極區，與所述陽極上水電解後生成的氫離子結合成為硫酸，故所述陽極電鍍液中的硫酸濃度越來越高。將所述陽極區的溢流口通過管道與所述再生槽相連，並使用含有比重計、液位計、酸度計、ORP 計中的一種或多種檢測器的自動檢測投料控制機對所述陽極電鍍液的比重和/或液位和/或酸度和/或氧化還原電位參數進行檢測，一方面，當所述陽極電鍍液的比重或液位或酸度或氧化還原電位偏離設定範圍時，由所述自動檢測投料控制機通過投料泵控制往所述陽極區中投放清水，使所述陽極電鍍液的成分濃度保持穩定。另一方面，所述陽極電鍍液在陽極區滿溢並通過溢流口流入所述再生槽後，所述陽極電鍍液中增加的硫酸參與所述再生槽中的硫酸銅電鍍液再生反應，進一步實現電鍍液再生循環的穩定電鍍製程系統。

【0025】 優選地，步驟 1 所用的隔膜採用陽離子膜，當陽極上發生水電解後生成的氫離子在電場作用下通過所述陽離子膜進入所述陰極區時，與所述陰極電鍍液隨著銅離子在所述陰極鍍件上還原成金屬銅而剩餘的硫酸根離子結合成為硫酸，故所述陰極電鍍液中的硫酸濃度越來越高，可進一步使用含有比重計、液位計、酸度計、ORP 計中一種或多種檢測器的自動檢測投料控制機對所

述陽極電鍍液的比重和/或液位和/或酸度和/或氧化還原電位參數進行檢測，當所述陽極電鍍液的比重或液位或酸度或氧化還原電位偏離設定範圍時由所述自動檢測投料控制機通過投料泵控制往所述陽極區中投放清水，令所述陽極電鍍液中因水電解和抽氣損失的部分水得到補充。

【0026】 本發明還可以在所述陰極區的溢流口與所述再生槽頂部相連的管道中設置隔膜，所述隔膜能有效阻止有機物的通行。由於酸性硫酸銅電鍍液中通常加有主要成分為有機物的電鍍光亮劑，以獲得更光亮的銅面，而電鍍光亮劑易與氧氣和/或氧化劑反應而被消耗，增加了電鍍加工過程中電鍍光亮劑的使用量。故設置所述的隔膜，能利用壓力差有效地使溶液中分子較小的無機成分通過而減少電鍍光亮劑進入所述再生槽，從而達到降低成本和改善環保的目的。

【0027】 本發明的第二目的在於提供一種前述使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程的設備。

【0028】 本發明的第二發明目的可以通過以下技術方案來實現：一種使用不溶性陽極的酸性電鍍銅設備，包括使用不溶性陽極、陰極、電鍍槽和硫酸銅電鍍液，其特徵在於：採用隔膜將所述電鍍槽分為陽極區和陰極區，所述隔膜允許離子通過，同時增設再生槽，使所述陰極區的溢流口與所述再生槽以管道相連，以便陰極電鍍液滿溢時溢流到再生槽中；所述再生槽連接一泵浦，所述泵浦通過回流管與所述陰極區接通形成回路，以便陰極電鍍液在

所述陰極區與所述再生槽之間作循環流動；所述再生槽還與一氧氣源加投系統相連，所述氧氣源加投系統用於控制氧氣的添加；增設自動檢測投料控制機，用於檢測所述陰極區中的電鍍液和/或再生槽中的再生電鍍液的酸度和/或比色和/或氧化還原電位參數，並分別用於控制氧氣源加投系統的啟動和關停；再生槽中的再生電鍍液通過所述泵浦灌輸到所述陰極區中，所述陰極電鍍液滿溢時從所述陰極區溢流口通過管道流入所述再生槽中形成循環流動，從而對所述陰極電鍍液不斷地補充銅離子和調整硫酸濃度，實現電鍍製程中各參數的穩定。

【0029】 本發明所述的氧氣源加投系統主要由氧氣源和加投控制裝置組成。所述加投控制裝置可以是控制閥，或真空射流增氧裝置，或抽氣罩風機系統，或沸石分子篩制氧機配置。

【0030】 本發明所述的用於分隔電鍍槽為陽極區和陰極區的隔膜可以採用陰離子膜，也可以採用陽極隔膜。

【0031】 本發明具有以下有益效果：

(1) 鍍銅的品質高效率：本發明利用隔膜分隔陰、陽極區的電鍍液，可避免出現陰極區電鍍液返蝕陰極鍍件的現象，使其電流效率高、電鍍品質好，滿足酸性鍍銅的品質要求；

(2) 節能成本低：本發明另行設置再生槽用於再生電鍍液的配製，可使用比氧化銅和磷銅更為便宜的銅金屬，利用氧氣作氧化劑實現陰極電鍍液循環再生配製硫酸銅的節能環保製程，比使用氧化銅和磷銅的現有技術創造更好的經濟效果，同時也能避免

再生所添加的氧氣不會對鍍層產生返蝕，影響鍍銅的品質；

(3) 簡單環保：本發明的製程簡單可靠，可完全代替使用可溶性磷銅陽極的酸性鍍銅製程，減少環境污染。

【圖式簡單說明】

【0032】

下面結合附圖和具體實施例，對本發明進行進一步的說明。

圖 1 為本發明實施例 1、實施例 5~8 的酸性鍍銅裝置示意圖。

圖 2 為本發明實施例 2、實施例 10~12 的酸性鍍銅裝置示意圖。

圖 3 為本發明實施例 3 的酸性鍍銅裝置示意圖。

圖 4 為本發明的實施例 4 的酸性鍍銅裝置示意圖。

圖 5 為本發明的實施例 9 的酸性鍍銅裝置示意圖。

圖 6 為本發明的實施例 2-4 和實施例 10-12 的射流真空增氧裝置裝置示意圖。

【實施方式】

【0033】 以下列舉具體實施例對本發明進行說明。需要指出的是，實施例只用于對本發明做進一步說明，不代表本發明的保護範圍，其他人根據本發明作出的非本質的修改與調整，仍屬於本發明的保護範圍。

【0034】 在下述實施例中，所使用的硫酸銅優選為常州海潤化工

生產的硫酸銅；所使用的硫酸優選為廣州化學試劑廠生產的硫酸；所使用的金屬銅優選為長沙天久金屬材料有限公司生產的無磷銅粉或市售的純銅板或純銅棒；所使用的陽極優選為祺鑫鈦業公司生產的塗覆貴金屬氧化物的鈦陽極板；所使用的沸石分子篩制氧機優選為青島市三凱醫學科技有限公司生產的沸石分子篩制氧機；所使用的瓶裝壓縮氧氣優選為廣州市廣氣氣體有限公司生產的壓縮氧氣；所使用的隔膜優選為美國 Membrane International 公司生產的隔膜；所使用的顯微鏡優選為廣州光學儀器廠生產的電腦顯微鏡；所使用的自動檢測投料機優選為廣州市業高化工有限公司生產的自動檢測投料機。除上述列舉的之外，本領域技術人員根據常規選擇，也可以選擇其他具有與本發明列舉的上述產品具有相似性能的產品，均可以實現本發明的目的。

【0035】 電流效率計算式-1 如下：

$$\text{電流效率}\eta = m' \div m \times 100\% = m' \div (I \cdot t \cdot k) \times 100\%$$

其中，

m' 實際產物品質；

m 按法拉第定律計算獲得的理論產物品質；

I 電流強度 (A)；

t 通電時間 (h)；

k 電化當量 (g/(A·h))。

【0036】 實施例 1

【0037】 如圖 1 所示的陰極電鍍液再生循環系統是本發明實施例

1 和實施例 5-8 所用的設備，包括不溶性陽極（未標注）、陰極鍍件（未標注）、電鍍槽、硫酸銅電鍍液、再生槽 4、金屬銅（圖未顯示）、泵浦 6、氧氣源加投系統和自動檢測投料控制機（圖未顯示），其使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程具體包括如下步驟：

步驟 1 準備製程設備：使用陰離子膜將電鍍槽分隔為陽極區 2 和陰極區 1，所述陽極區和陰極區的溢流口同時與所述再生槽 4 頂部以管道相連；所述再生槽連接一泵浦 6，所述泵浦通過回流管 13 與所述陰極區接通形成回路；所述再生槽還與氧氣源加投系統相連，所述氧氣源加投系統中的氧氣源為陽極上生成析出的氧氣，加投控制裝置為設置在所述陽極區 2 正上方的抽氣罩風機 3，所述抽氣罩風機 3 的排氣管的出氣口置於再生槽中的電鍍液內；分別為所述陽極區 2 和所述陰極區 1 設置自動檢測投料控制機，用於分別檢測所述兩電極區中的電鍍液的技術參數；

步驟 2 準備電鍍液：在常溫常壓下，按照表-1 所示，配製陽極電鍍液和陰極電鍍液，其中，陽極電鍍液：300g/L 硫酸水溶液；陰極電鍍液：150g/L 硫酸銅水溶液；並將所述的陽極電鍍液倒入所述陽極區中，將所述陰極電鍍液倒入所述陰極區以及裝有金屬銅的所述再生槽中，並稱量陰極鍍件的初始重量；金屬銅用量是根據需要電鍍的銅量來計算的，即以陰極鍍件上鍍上 X 克的銅，再生槽中金屬銅的總含銅量應大於或等於 X 克。

步驟 3 啟動電鍍作業：將不溶性陽極與電源正極連接並浸入所述陽極電鍍液中，將所述陰極鍍件與電源負極連接並浸入所述

陰極電鍍液中；開啟步驟 1 所述泵浦，接通電極電源進行電鍍作業和硫酸銅電鍍液循環再生配製；

步驟 4 控制陰極電鍍液再生：使用自動檢測投料控制機對所述陰極電鍍液的酸度和所述陽極電鍍液的比重參數進行檢測並分別控制所述抽氣罩風機的關停和所述陽極區 2 的清水加投，根據初始陰極電鍍液的酸度設置酸度設定值，根據初始陽極電鍍液的比重設置比重設定值；當所述陰極電鍍液的酸度高於設定值時開啟所述抽氣罩風機 3，以便在所述再生槽的電鍍液中補充氧氣，加速硫酸、金屬銅和氧氣參與的硫酸銅電鍍液再生反應，使硫酸再生為硫酸銅，成為再生電鍍液；當所述陰極電鍍液的酸度達到設定值時，關閉所述抽氣罩風機 3，停止補充氧氣；當所述陽極電鍍液的比重高於設定值時由所述自動檢投料控制機通過投料泵控制往所述陽極區 2 中投放清水；

步驟 5 陰極電鍍液再生循環：在步驟 4 電鍍液再生後，通過所述泵浦 6 灌輸到所述陰極區 1 中，同時所述兩電極區中的電鍍液分別從其溢流口通過管道流入所述再生槽 4 中形成循環流動，從而對所述陰極電鍍液不斷地補充銅離子和調整硫酸濃度，實現電鍍製程中各參數的穩定。

【0038】 設定電鍍試驗時間為 15 小時、陰極電流密度為 $3\text{A}/\text{dm}^2$ ，當設定電鍍時間完成後將所述陰極鍍件取出；使用清水清洗所述陰極鍍件並使用熱風吹幹後稱重，按式-1 計算電流效率，並使用電腦顯微鏡觀察鍍層表面，將觀察的結果記錄於表-1 中。

【0039】 實施例 2

【0040】 如圖 2 所示的陰極電鍍液再生循環系統是本發明實施例 2 和實施例 10-12 所用的設備，包括不溶性陽極（未標注）、陰極鍍件（未標注）、電鍍槽、硫酸銅電鍍液、再生槽 4、金屬銅（圖未顯示）、泵浦 6、篩檢程式 5、氧氣源加投系統、自動檢測投料控制機（圖未顯示）和射流真空增氧裝置 11，其使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程具體包括如下步驟：

步驟 1 準備製程設備：使用陽離子膜將電鍍槽分隔為陽極區 2 和陰極區 1，所述陰極區 1 的溢流口與所述再生槽 4 頂部以管道相連；所述再生槽 4 依次連接篩檢程式 5 和泵浦 6，所述泵浦 6 通過回流管 13 與所述陰極區 1 接通形成回路；所述再生槽 4 還與氧氣源加投系統相連，所述氧氣源加投系統中的氧氣源為陽極上生成析出的氧氣，加投控制裝置為設置在所述陽極區正上方的抽氣罩風機 3，所述抽氣罩風機 3 的排氣管的出氣口與射流真空增氧裝置 11 的吸氣區 9 相連，所述射流真空增氧裝置的入液口 7 依次與加氧泵浦 12 和所述再生槽 4 底部通過管道相連，所述射流真空增氧裝置 11 的出液口 8 置於所述再生槽 4 中；分別為所述陰極區 1、陽極區 2 和再生槽 4 設置自動檢測投料控制機，用於分別檢測所述兩電極區中的電鍍液的技術參數；

步驟 2 準備電鍍液：在常溫常壓下，按照表-1 所示，配製陽極電鍍液和陰極電鍍液，其中，陽極電鍍液：200 g/L 硫酸銅、100 g/L 硫酸的混合水溶液；陰極電鍍液：200 g/L 硫酸銅、100 g/L 硫

酸的混合水溶液；將所述的陽極電鍍液倒入所述陽極區 2 中，將所述陰極電鍍液分別倒入所述陰極區 1 和裝有 1:1 金屬銅和氧化銅混合物的再生槽 4 中，並稱量陰極鍍件的初始重量；

金屬銅和氧化銅混合物的用量是以陰極鍍件上鍍上 X 克的銅來確定，再生槽中金屬銅和氧化銅混合物的總含銅量應大於或等於 X 克。

步驟 3 啟動電鍍作業：將不溶性陽極與電源正極連接並浸入所述陽極電鍍液中，將所述陰極鍍件與電源負極連接並浸入所述陰極電鍍液中；開啟步驟 1 所述泵浦 6，接通電極電源進行電鍍作業和硫酸銅電鍍液循環再生配製；

步驟 4 控制陰極電鍍液再生：使用自動檢測投料控制機分別對所述陰極電鍍液和再生槽 4 中的再生電鍍液的比色以及所述陽極電鍍液的液位參數進行檢測，並利用所述參數分別控制所述射流真空增氧裝置 11 與抽氣罩風機 3 的啟動和關停及所述陽極區 2 的清水加投，根據初始陰極電鍍液的色彩深度設置比色設定值，根據初始陽極電鍍液的液位設置液位設定值；當所述陰極電鍍液或再生電鍍液的比色低於設定值時，開啟所述射流真空增氧裝置 11 與抽氣罩風機 3，以便在所述再生槽 4 的電鍍液中補充氧氣，加速硫酸、金屬銅和氧氣參與的硫酸銅電鍍液再生反應，使硫酸再生為硫酸銅，成為再生電鍍液；當所述陰極電鍍液或再生電鍍液的比色達到設定值時，關閉所述抽氣罩風機 3，停止補充氧氣；當所述陽極電鍍液的液位低於設定值時，由所述自動檢投料控制

機通過投料泵控制往所述陽極區 2 中投放清水；

步驟 5 陰極電鍍液再生循環：在步驟 4 再生槽 4 中的再生電鍍液配置後，通過所述泵浦 6 灌輸到所述陰極區 1 中，同時所述陰極電鍍液從所述陰極區 1 溢流口通過管道流入所述再生槽 4 中形成循環流動，從而對所述陰極電鍍液不斷地補充銅離子和調整硫酸濃度，實現電鍍製程中各參數的穩定。

設定電鍍試驗時間為 15 小時、陰極電流密度為 3 A/dm^2 ，當設定電鍍時間完成後將所述陰極鍍件取出；使用清水清洗所述陰極鍍件並使用熱風吹幹後稱重，按式-1 計算電流效率，並使用電腦顯微鏡觀察鍍層表面，將觀察的結果記錄於表-1 中。

【0041】 實施例 3

【0042】 如圖 3 所示的陰極電鍍液再生循環系統是本發明實施例 3 所用的設備，包括不溶性陽極（未標注）、陰極鍍件（未標注）、電鍍槽、硫酸銅電鍍液、再生槽 4、金屬銅（圖未顯示）、泵浦 6、篩檢程式 5、氧氣源加投系統、自動檢測投料控制機（圖未顯示）和射流真空增氧裝置 11，其使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程具體包括如下步驟：

步驟 1 準備製程設備：使用陽離子膜將電鍍槽分隔為陽極區 2 和陰極區 1，所述陰極區 1 的溢流口與所述再生槽 4 頂部以管道相連，所述管道上設有隔膜；所述再生槽 4 依次連接篩檢程式 5 和泵浦 6，所述泵浦 6 通過回流管 13 與所述陰極區 1 接通形成回路；所述再生槽 4 還與氧氣源加投系統相連，所述氧氣源加投系統中

的氧氣源為瓶裝壓縮氧氣，加投控制裝置為射流真空增氧裝置 11，所述射流真空增氧裝置 11 與所述瓶裝壓縮空氣相連，所述射流真空增氧裝置 11 的入液口 7 與所述再生槽 4 底部通過管道相連，所述射流真空增氧裝置的出液口 8 置於所述再生槽 4 中；分別為所述陰極區 1、陽極區 2 和再生槽 4 設置自動檢測投料控制機，用於分別檢測所述兩電極區中的電鍍液的技术參數；

步驟 2 準備電鍍液：在常溫常壓下，按照表-1 所示，配製陽極電鍍液和陰極電鍍液，其中，陽極電鍍液：240g/L 硫酸銅、50g/L 硫酸的混合水溶液；陰極電鍍液：240g/L 硫酸銅、50g/L 硫酸、10mg/L 鹽酸的混合水溶液；將所述的陽極電鍍液倒入所述陽極區 2 中，將所述陰極電鍍液倒入所述陰極區 1 和裝有 1:1 金屬銅和氧化銅混合物的所述再生槽 4 中，並稱量陰極鍍件的初始重量；

步驟 3 啟動電鍍作業：將不溶性陽極與電源正極連接並浸入所述陽極電鍍液中，將所述陰極鍍件與電源負極連接並浸入所述陰極電鍍液中；開啟步驟 1 所述泵浦 6，接通電極電源進行電鍍作業和硫酸銅電鍍液循環再生配製；

步驟 4 控制陰極電鍍液再生：使用自動檢測投料控制機分別對所述再生電鍍液的氧化還原電位和所述陽極電鍍液的比重以及氧化還原電位參數進行檢測，並利用所述參數分別控制所述射流真空增氧裝置的啟動和關停及所述陽極區 2 的清水加投，根據初始陰極電鍍液的氧化還原電位設置陰極電鍍液的氧化還原電位設定值，根據初始陽極電鍍液的比重和氧化還原電位分別設置陽極

電鍍液的比重和氧化還原電位設定值；當所述再生電鍍液的氧化還原電位低於設定值時，開啟所述射流真空增氧裝置 11 以便在所述再生槽 4 的電鍍液中補充氧氣，加速硫酸、金屬銅和氧氣參與的硫酸銅電鍍液再生反應，使硫酸再生為硫酸銅，成為再生電鍍液；當所述再生電鍍液的氧化還原電位達到設定值時，關閉射流真空增氧裝置 11，停止補充氧氣；當所述陽極電鍍液的比重或 ORP 參數高於設定值時，由所述自動檢投料控制機通過投料泵控制往所述陽極區 2 中投放清水；

步驟 5 陰極電鍍液再生循環：在步驟 4 再生槽 4 中的再生電鍍液配置後，通過所述泵浦 6 灌輸到所述陰極區 1 中，同時所述陰極電鍍液從所述陰極區 1 溢流口通過管道流入所述再生槽 4 中形成循環流動，從而對所述陰極電鍍液不斷地補充銅離子和調整硫酸濃度，實現電鍍製程中各參數的穩定。

【0043】 設定電鍍試驗時間為 15 小時、陰極電流密度為 3 A/dm^2 ，當設定電鍍時間完成後將所述陰極鍍件取出；使用清水清洗所述陰極鍍件並使用熱風吹幹後稱重，按式-1 計算電流效率，並使用電腦顯微鏡觀察鍍層表面，將觀察的結果記錄於表-1 中。

【0044】 實施例 4

【0045】 如圖 4 所示的陰極電鍍液再生循環系統是本發明實施例 4 所用的設備，包括不溶性陽極（未標注）、陰極鍍件（未標注）、電鍍槽、硫酸銅電鍍液、再生槽 4、金屬銅（圖未顯示）、泵浦 6、篩檢程式 5、氧氣源加投系統、自動檢測投料控制機（圖未顯示）

和射流真空增氧裝置 11，其使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程具體包括如下步驟：

步驟 1 準備製程設備：使用陽離子膜將電鍍槽分隔為陽極區 2 和陰極區 1，所述陰極區 1 的溢流口與所述再生槽 4 頂部以管道相連，所述管道上設有隔膜；所述再生槽 4 依次連接篩檢程式 5，和泵浦 6，所述泵浦 6 通過另一管道 13 與所述陰極區 1 接通形成回路；所述再生槽 4 還與氧氣源加投系統相連，所述氧氣源加投系統中的氧氣源為陽極上生成析出的氧氣以及空氣中的氧氣，加投控制裝置為設置在所述陽極區正上方的抽氣罩風機 3 以及沸石分子篩制氧機 14，所述抽氣罩風機 3 的排氣管的出氣口與射流真空增氧裝置 11 的吸氣區 9 相連，所述射流真空增氧裝置的入液口 7 依次與加氧泵浦 12 和所述再生槽 4 底部通過管道相連，所述射流真空增氧裝置 11 的出液口 8 置於所述再生槽 4 中；分別為所述陰極區 1、陽極區 2 和再生槽 4 設置自動檢測投料控制機，用於分別檢測所述兩電極區中的電鍍液的技術參數；

步驟 2 準備電鍍液：在常溫常壓下，按照表-1 所示，配製陽極電鍍液和陰極電鍍液，其中，陽極電鍍液：200g/L 硫酸銅、90g/L 硫酸的混合水溶液；陰極電鍍液：150g/L 硫酸銅、150g/L 硫酸、205.6mg/L 鹽酸的混合水溶液；所述的陽極電鍍液倒入所述陽極區 2 中，將所述陰極電鍍液倒入所述陰極區 1 和裝有 1:1 金屬銅和氧化銅混合物的所述再生槽 4 中，並稱量陰極鍍件的初始重量；

步驟 3 啟動電鍍作業：將陽極與電源正極連接並浸入所述陽

極電鍍液中，將所述陰極鍍件與電源負極連接並浸入所述陰極電鍍液中；開啟步驟 1 所述泵浦 6，接通電極電源進行電鍍作業和硫酸銅電鍍液循環再生配製；

步驟 4 控制陰極電鍍液再生：使用自動檢測投料控制機分別對所述再生槽中的再生電鍍液的氧化還原電位以及所述陽極電鍍液的酸度參數進行檢測，並分別控制所述射流真空增氧裝置 11 和抽氣罩風機 3 的啟動和關停以及所述陽極區 2 的清水加投，根據初始陰極電鍍液的比重設置比重設定值，根據初始陽極電鍍液的酸度設置酸度設定值；當所述再生電鍍液的氧化還原電位低於設定值時，開啟所述射流真空增氧裝置 11 和抽氣罩風機 13，以便在所述再生槽 4 的電鍍液中補充氧氣，加速硫酸、金屬銅和氧氣參與的硫酸銅電鍍液再生反應，使硫酸再生為硫酸銅，成為再生電鍍液；當所述電鍍液的比重低於設定值時，關閉所述射流真空增氧裝置 11 和抽氣罩風機 13，停止補充氧氣；當所述陽極電鍍液的酸度高於設定值時，由所述自動檢投料控制機通過投料泵控制往所述陽極區 2 中投放清水；

步驟 5 陰極電鍍液再生循環：在步驟 4 再生槽 4 中的再生電鍍液配置後，通過所述泵浦 6 灌輸到所述陰極區 1 中，同時所述陰極電鍍液從所述陰極區 1 溢流口通過管道流入所述再生槽 4 中形成循環流動，從而對所述陰極電鍍液不斷地補充銅離子和調整硫酸濃度，實現電鍍製程中各參數的穩定。

【0046】 設定電鍍試驗時間為 15 小時、陰極電流密度為 3 A/dm^2 ，

當設定電鍍時間完成後將所述陰極鍍件取出；使用清水清洗所述陰極鍍件並使用熱風吹幹後稱重，按式-1 計算電流效率，並使用電腦顯微鏡觀察鍍層表面，將觀察的結果記錄於表-1 中。

【0047】 實施例 5

【0048】 實施例 5 與實施例 1 的區別在於：在常溫常壓下，按照表-1 所示，配製陽極電鍍液和陰極電鍍液，其中，陽極電鍍液：50 g/L 硫酸銅、150 g/L 硫酸的混合水溶液；陰極電鍍液：35 g/L 硫酸銅、220 g/L 硫酸、8239 mg/L 鹽酸的混合水溶液。

【0049】 實施例 6

【0050】 實施例 6 與實施例 1 的區別在於：在常溫常壓下，按照表-1 所示，配製陽極電鍍液和陰極電鍍液，其中，陽極電鍍液：150 g/L 硫酸銅、90 g/L 硫酸的混合水溶液；陰極電鍍液：100 g/L 硫酸銅、190 g/L 硫酸、10282 mg/L 鹽酸的混合水溶液。

【0051】 實施例 7

【0052】 實施例 7 與實施例 1 的區別在於：在常溫常壓下，按照表-1 所示，配製陽極電鍍液和陰極電鍍液，其中，陽極電鍍液：100 g/L 硫酸銅、60 g/L 硫酸的混合水溶液；陰極電鍍液：100 g/L 硫酸銅、220 g/L 硫酸、4078 mg/L 鹽酸、5000 mg/L 氯化鈉的混合水溶液。

【0053】 實施例 8

【0054】 實施例 8 與實施例 1 的區別在於：在常溫常壓下，按照表-1 所示，配製陽極電鍍液和陰極電鍍液，其中，陽極電鍍液：

35 g/L 硫酸銅、250 g/L 硫酸的混合水溶液；陰極電鍍液：50 g/L 硫酸銅、250 g/L 硫酸、10 mg/L 鹽酸的混合水溶液。

【0055】 實施例 9

【0056】 如圖 1 所示的陰極電鍍液再生循環系統是本發明實施例 1 和實施例 5-8 所用的設備，包括不溶性陽極（未標注）、陰極鍍件（未標注）、電鍍槽、硫酸銅電鍍液、再生槽 4、金屬銅（圖未顯示）、泵浦 6、氧氣源加投系統和自動檢測投料控制機（圖未顯示），其使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程具體包括如下步驟：

步驟 1 準備製程設備：使用普通電鍍隔膜將電鍍槽分隔為陽極區 2 和陰極區 1，所述陰極區 1 的溢流口與所述再生槽 4 頂部以管道相連；所述再生槽連接泵浦 6，所述泵浦 6 通過回流管 13 與所述陰極區 1 接通形成回路；所述再生槽 4 還與氧氣源加投系統相連，所述氧氣源加投系統中的氧氣源為陽極上生成析出的氧氣，加投控制裝置為設置在所述陽極區正上方的抽氣罩風機 3，所述抽氣罩風機 3 的排氣管的出氣口與所述再生槽 4 底部通過管道相連；分別為所述陰極區 1、陽極區 2 和再生槽設置自動檢測投料控制機，用於分別檢測所述兩電極區中的電鍍液的技术參數；

步驟 2 準備電鍍液：在常溫常壓下，按照表-1 所示，配製陽極電鍍液和陰極電鍍液，其中，陽極電鍍液：50g/L 硫酸銅、0.001g/L 硫酸的混合水溶液；陰極電鍍液：50g/L 硫酸銅、0.001g/L 硫酸的混合水溶液；所述的陽極電鍍液倒入所述陽極區 2 中，將所述陰極電鍍液分別倒入所述陰極區 1 以及裝有金屬銅的再生槽 4 中，

並稱量陰極鍍件的初始重量；

步驟 3 啟動電鍍作業：將不溶性陽極與電源正極連接並浸入所述陽極電鍍液中，將所述陰極鍍件與電源負極連接並浸入所述陰極電鍍液中；開啟步驟 1 所述泵浦 6，接通電極電源進行電鍍作業和硫酸銅電鍍液循環再生配製；

步驟 4 控制陰極電鍍液再生：使用自動檢測投料控制機分別對所述陰極電鍍液的酸度進行檢測並控制所述抽氣罩風機 3 的的啟動和關停，根據初始陰極電鍍液的酸度設置酸度設定值，當所述陰極電鍍液其酸度高於設定值時開啟所述抽氣罩風機 3；以便在所述再生槽 4 的電鍍液中補充氧氣，加速硫酸、金屬銅和氧氣參與的硫酸銅電鍍液再生反應，使硫酸再生為硫酸銅，成為再生電鍍液；當所述陰極電鍍液酸度達到設定值時，關閉所述抽氣罩風機 3，停止補充氧氣；

步驟 5 陰極電鍍液再生循環：在步驟 4 再生槽 4 中的再生電鍍液配置後，通過所述泵浦 6 灌輸到所述陰極區 1 中，同時所述陰極電鍍液從所述陰極區 1 溢流口通過管道流入所述再生槽 4 中形成循環流動，從而對所述陰極電鍍液不斷地補充銅離子和調整硫酸濃度，實現電鍍製程中各參數的穩定。

【0057】 設定電鍍試驗時間為 15 小時、陰極電流密度為 3 A/dm^2 ，當設定電鍍時間完成後將所述陰極鍍件取出；使用清水清洗所述陰極鍍件並使用熱風吹幹後稱重，按式-1 計算電流效率，並使用電腦顯微鏡觀察鍍層表面，將觀察的結果記錄於表-1 中。

【0058】 實施例 10

【0059】 實施例 10 與實施例 2 的區別在於：在常溫常壓下，按照表-1 所示，配製陽極電鍍液和陰極電鍍液，其中，陽極電鍍液：0.001 g/L 硫酸銅、400 g/L 硫酸的混合水溶液；陰極電鍍液：100 g/L 硫酸銅、300 g/L 硫酸的混合水溶液。

【0060】 實施例 11

【0061】 實施例 11 與實施例 2 的區別在於：在常溫常壓下，按照表-1 所示，配製陽極電鍍液和陰極電鍍液，其中，陽極電鍍液：550 g/L 硫酸；陰極電鍍液：200 g/L 硫酸銅、350 g/L 硫酸的混合水溶液。

【0062】 實施例 12

【0063】 實施例 12 與實施例 2 的區別在於：在常溫常壓下，按照表-1 所示，配製陽極電鍍液和陰極電鍍液，其中，陽極電鍍液：700 g/L 硫酸；陰極電鍍液：240 g/L 硫酸銅、400 g/L 硫酸的混合水溶液。

【0064】 比較例 1

【0065】 本比較例所使用的電鍍液的成分示於表-1，其中，130 g/L 硫酸銅、70 g/L 硫酸、70 mg/L 鹽酸的混合水溶液。

【0066】 步驟 1：將表 1 中指定的組分按配比溶于水中，配製電鍍液。

【0067】 步驟 2：將步驟 1 中所得的電鍍液倒入電鍍缸中，並稱量陰極鍍件的初始重量。

【0068】 步驟 3：使用不溶性陽極，將陽極和陰極鍍件浸入電鍍液中，並分別與電源的正極和負極相接。

【0069】 步驟 4：通電進行電鍍作業，設定電鍍試驗時間為 15 小時、陰極電流密度為 3 A/dm^2 ，電鍍過程中向電解槽加投氧化銅以補充電解液的銅離子含量，電鍍完成後將陰極鍍件取出。使用清水清洗鍍件並使用熱風吹幹後，稱量鍍件重量。按式 1 計算電流效率，並使用電腦顯微鏡觀察鍍層表面，將觀察的結果記錄於表 1 中。

【0070】 比較例 2

【0071】 比較例 2 和比較例 1 的區別在於：本比較例所使用的電鍍液成分示於表-1，其中，130 g/L 硫酸銅、70 g/L 硫酸、60 g/L 硫酸鐵、70 mg/L 鹽酸的混合水溶液。

【0072】 表-1

	陽極電鍍液	陰極電鍍液	電流效率	鍍件表面觀察
實施例 1	300 g/L 硫酸水溶液	150 g/L 硫酸銅水溶液	98%	平整緻密
實施例 2	200 g/L 硫酸銅、100 g/L 硫酸的混合水溶液	200 g/L 硫酸銅、100 g/L 硫酸的混合水溶液	100%	平整緻密
實施例 3	240 g/L 硫酸銅、50 g/L 硫酸的混合水溶液	240 g/L 硫酸銅、50 g/L 硫酸、10 mg/L 鹽酸的混合水溶液	98%	平整緻密
實施例 4	200 g/L 硫酸銅、90 g/L 硫酸的混合水溶液	150 g/L 硫酸銅、150 g/L 硫酸、205.6 mg/L 鹽酸的混合水溶液	100%	平整緻密

實施例 5	50 g/L 硫酸銅、150 g/L 硫酸的混合水溶液	35 g/L 硫酸銅、220 g/L 硫酸、8239 mg/L 鹽酸的混合水溶液	100%	平整緻密
實施例 6	150 g/L 硫酸銅、90 g/L 硫酸的混合水溶液	100 g/L 硫酸銅、190 g/L 硫酸、10282 mg/L 鹽酸的混合水溶液	98%	平整緻密
實施例 7	100 g/L 硫酸銅、60 g/L 硫酸的混合水溶液	100 g/L 硫酸銅、220 g/L 硫酸、4078 mg/L 鹽酸、5000 mg/L 氯化鈉的混合水溶液	100%	平整緻密
實施例 8	35 g/L 硫酸銅、250 g/L 硫酸的混合水溶液	50 g/L 硫酸銅、250 g/L 硫酸、10 mg/L 鹽酸的混合水溶液	99%	平整緻密
實施例 9	50 g/L 硫酸銅、0.001 g/L 硫酸的混合水溶液	50 g/L 硫酸銅、0.001 g/L 硫酸的混合水溶液	97%	平整緻密
實施例 10	0.001 g/L 硫酸銅、400 g/L 硫酸的混合水溶液	100 g/L 硫酸銅、300 g/L 硫酸的混合水溶液	98%	平整緻密
實施例 11	550 g/L 硫酸	200 g/L 硫酸銅、350 g/L 硫酸的混合水溶液	97%	平整緻密
實施例 12	700 g/L 硫酸	240 g/L 硫酸銅、400 g/L 硫酸的混合水溶液	99%	平整緻密
比較例 1	130 g/L 硫酸銅、70 g/L 硫酸、70 mg/L 鹽酸的混合水溶液		97%	粗糙 邊沿效應大 有節瘤
比較例 2	130 g/L 硫酸銅、70 g/L 硫酸、60 g/L 硫酸鐵、70 mg/L 鹽酸的混合水溶液		78%	較平整緻密

【符號說明】

【0073】

- 1：陰極區
- 2：陽極區
- 3：抽氣罩風機
- 4：再生槽
- 5：篩檢程式
- 6：泵浦
- 7：入液口
- 8：出液口
- 9：吸氣區
- 10：隔膜
- 11：射流真空增氧裝置
- 12：加氧泵浦
- 13：回流管
- 14：陰極區溢流口
- 15：陽極區溢流口
- 16：沸石分子篩制氧機

【發明申請專利範圍】

【第 1 項】一種使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程，包括使用不溶性陽極、陰極、電鍍槽和硫酸銅電鍍液，其特徵在於包括以下步驟：

步驟 1，準備製程設備：使用隔膜將所述電鍍槽分為陽極區和陰極區，所述隔膜允許離子通過，同時增設再生槽，所述陰極區的溢流口與所述再生槽以管道相連；所述再生槽連接一泵浦，所述泵浦通過回流管與所述陰極區接通形成回路；所述再生槽還與一氧氣源加投系統相連，所述氧氣源加投系統用於控制氧氣的添加；增設自動檢測投料控制機，用於檢測所述陰極區中的電鍍液和/或再生槽中的再生電鍍液的酸度和/或比色和/或氧化還原電位參數/或比重參數；

步驟 2，準備電鍍液：配製陽極電鍍液和陰極電鍍液，並將所述陽極電鍍液倒入所述陽極區中，將所述陰極電鍍液倒入所述陰極區和所述再生槽中，同時，在再生槽中添加金屬銅；所述陽極電鍍液為硫酸水溶液，所述陰極電鍍液為硫酸銅水溶液；當硫酸銅電鍍液循環再生配製工作開始後，所述再生槽中的溶液為再生電鍍液；

步驟 3，啟動電鍍作業：將不溶性陽極與電源正極連接，並浸入所述陽極電鍍液中，將陰極鍍件與電源負極連接並浸入所述陰極電鍍液中，開啟步驟 1 所述泵浦，接通所述電極的電源進行電鍍作業和硫酸銅電鍍液循環再生配製；

步驟 4，控制陰極電鍍液再生：使用自動檢測投料控制機對所述陰極區中的電鍍液和/或再生槽中的再生電鍍液進行酸度和/或比色和/或氧化還原電位參數/或比重參數的檢測並分別用於控制氧氣源加投系統的啟動與關停：當所述陰極電鍍液和/或所述再生電鍍液的酸度高於設定值、或比色或氧化還原電位/或比重參數低於設定值時，開啟所述氧氣源加投系統；在檢測到所述陰極電鍍液和/或所述再生電鍍液的酸度、或比色或氧化還原電位/或比重參數達到設定值時，關閉所述氧氣源加投系統，停止補充氧氣；以及

步驟 5，陰極電鍍液再生循環：在步驟 4 再生槽中的再生電鍍液通過所述泵浦灌輸到所述陰極區中，所述陰極電鍍液從所述陰極區溢流口通過管道流入所述再生槽中形成循環流動。

【第 2 項】如申請專利範圍第 1 項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程，其中步驟 2 所述陽極電鍍液為濃度 0.001 ~ 700g/L 的硫酸水溶液；所述陰極電鍍液為濃度 35 ~ 240g/L 的硫酸銅水溶液。

【第 3 項】如申請專利範圍第 2 項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程，其中所述的氧氣源加投系統包含氧氣源和加投控制裝置，其中，所述氧氣源為陽極上生成析出的氧氣、空氣中的氧氣、瓶裝壓縮氧氣所發出氧氣中的一種或多種；所述加投控制裝置為射流真空增氧裝置、抽氣罩風機、壓縮空氣機、沸石分子篩制氧機中的一種或多種。

【第 4 項】如申請專利範圍第 3 項所述的使用不溶性陽極的酸性電

鍍銅製程，其中在步驟1中，當氧氣源採用陽極上生成析出的氧氣時，所述加投控制裝置為抽氣罩風機，在所述陽極區正上方設置抽氣罩風機系統，所述抽氣罩風機的排氣管出氣口置於所述再生槽中的電鍍液裡。

【第5項】如申請專利範圍第3項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程，其中在步驟2中，所述再生槽中另外添加氧化銅，金屬銅和氧化銅混合物的用量是以陰極鍍件上的鍍銅量來確定，即再生槽中金屬銅和氧化銅混合物的總含銅量應大於或等於所述鍍銅量。

【第6項】如申請專利範圍第1項至第4項中任一項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程，其中在步驟1中所述隔膜選用陰離子膜時，增設所述陽極區的溢流口，並通過管道與所述再生槽相連；並在步驟4中使用含有比重計、液位計、酸度計、ORP計中的一種或多種檢測器的自動檢測投料控制機對所述陽極電鍍液的比重和/或液位和/或酸度和/或氧化還原電位參數進行檢測，一方面，當所述陽極電鍍液的比重或液位或酸度或氧化還原電位偏離設定範圍時，由所述自動檢測投料控制機通過投料泵控制往所述陽極區中投放清水，使所述陽極電鍍液的成分濃度保持穩定；另一方面，所述陽極電鍍液在陽極區滿溢並通過溢流口流入所述再生槽後，所述陽極電鍍液中增加的硫酸參與所述再生槽中的硫酸銅電鍍液再生反應。

【第7項】如申請專利範圍第1項至第4項中任一項所述的使用不溶

性陽極的酸性電鍍銅製程，其中步驟1所用的隔膜採用陽離子膜時，在步驟4中使用含有比重計、液位計、酸度計、ORP計中一種或多種檢測器的自動檢測投料控制機對所述陽極電鍍液的比重和/或液位和/或酸度和/或氧化還原電位參數進行檢測；當所述陽極電鍍液的比重或液位或酸度或氧化還原電位偏離設定範圍時由所述自動檢測投料控制機通過投料泵控制往所述陽極區中投放清水，以補充所述陽極電鍍液中因水電解和抽氣損失的水。

【第8項】如申請專利範圍第7項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程，其中在步驟1中設置一個射流真空增氧裝置，其吸氣區與所述加投控制裝置的出氣口相連，其入液口則連接一加氧泵浦，所述加氧泵浦另一端通過管道與所述再生槽底部相連，所述射流真空增氧裝置的出液口置於所述再生槽中。

【第9項】如申請專利範圍第8項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程，其中在步驟4中使用自動檢測投料控制機對所述陰極電鍍液和/或所述再生電鍍液的酸度和/或比色和/或氧化還原電位/或比重參數進行檢測時，在控制所述氧氣源加投系統啟閉的同時，還分別控制所述射流真空增氧裝置的啟閉：當所述陰極電鍍液和/或所述再生電鍍液的酸度高於設定值、或氧化還原電位或比色或比重參數低於設定值時，開啟所述射流真空增氧裝置以加速氧氣于所述再生槽中的硫酸銅電鍍液再生反應。

【第10項】如申請專利範圍第9項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程，其中在步驟1中所述再生槽和所述泵浦之間設置一篩檢

程式，用於阻擋所述再生槽中的銅泥進入所述陰極區。

【第11項】如申請專利範圍第10項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程，其中在步驟1中所述陰極區的溢流口與所述再生槽頂部相連的管道中設置有隔膜，以便阻止有機物的通行。

【第12項】如申請專利範圍第5項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程，其中在步驟2中所述陽極電鍍液中包含濃度為0.001～240g/L硫酸銅。

【第13項】如申請專利範圍第5項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程，其中在步驟2中所述陰極電鍍液中包含有濃度為0.001～400g/L硫酸。

【第14項】如申請專利範圍第13項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程，其中所述陰極電鍍液中包含10～10000mg/L的氯離子，所述氯離子的來源為鹽酸和/或氯化鈉。

【第15項】一種使用如申請專利範圍第1項至第14項中任一項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程的設備，包括使用不溶性陽極、陰極、電鍍槽和硫酸銅電鍍液，其特徵在於：採用隔膜將所述電鍍槽分為陽極區和陰極區，所述隔膜允許離子通過，同時增設再生槽，使所述陰極區的溢流口與所述再生槽以管道相連，以便陰極電鍍液滿溢時溢流到再生槽中；所述再生槽連接一泵浦，所述泵浦通過回流管與所述陰極區接通形成回路，以便陰極電鍍液在所述陰極區與所述再生槽之間作循環流動；所述再生槽還與一氧氣源加投系統相連，所述氧氣源加投系統用於控制氧氣的添

加；增設自動檢測投料控制機，用於檢測所述陰極區中的電鍍液和/或再生槽中的再生電鍍液的酸度和/或比色和/或氧化還原電位參數，並分別用於控制氧氣源加投系統的啟動和關停；再生槽中的再生電鍍液通過所述泵浦灌輸到所述陰極區中，所述陰極電鍍液滿溢時從所述陰極區溢流口通過管道流入所述再生槽中形成循環流動。

【第16項】如申請專利範圍第15項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程的設備，其中所述的氧氣源加投系統主要由氧氣源和加投控制裝置組成，所述加投控制裝置為控制閥，或真空射流增氧裝置，或抽氣罩風機系統，或沸石分子篩制氧機中的一種或多種。

【第17項】如申請專利範圍第16項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程的設備，其中當氧氣源為陽極上生成析出的氧氣作時，所述加投控制裝置為在陽極區正上方設置的抽氣罩風機，所述抽氣罩風機的排氣管其出氣口置於再生槽中。

【第18項】如申請專利範圍第17項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程的設備，其中用於分隔電鍍槽為陽極區和陰極區的隔膜採用陰離子膜或陽極隔膜，當採用陰離子膜時，所述陽極區增設溢流口，並通過管道與所述再生槽相連。

【第19項】如申請專利範圍第15項至第18項中任一項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程的設備，其中增設一個射流真空增氧裝置，其吸氣區與所述加投控制裝置的出氣口相連，其入液口

則連接一加氧泵浦，所述加氧泵浦另一端通過管道與所述再生槽底部相連，所述射流真空增氧裝置的出液口置於所述再生槽中。

【第20項】如申請專利範圍第19項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程的設備，其中所述再生槽和所述泵浦之間設有篩檢程式。

【第21項】如申請專利範圍第19項所述的使用不溶性陽極的酸性電鍍銅製程的設備，其中所述陰極區的溢流口與所述再生槽頂部相連的管道中設置有隔膜。