



机械电子工业部武汉材料保护研究所

徐红娣 李光萃 主编

# 常用电镀溶液的分析

(第3版)

丁6153

丁22

(3)

# 常用电镀溶液的分析

(第3版)

机械电子工业部武汉材料保护研究所

徐红娣 李光萃 主编



机械工业出版社

(京)新登字054号

DUL44/82 VP

本书是有关国内常用电镀溶液分析的实用技术书。它结合国内电镀生产的实际，比较全面地介绍了电镀溶液的化学分析方法。此次修订是在第2版的基础上，作了较大的删改与增补，如增加了“多元合金电镀溶液”、“金属镀层与镀液杂质”等的分析方法，以及其他比较快速、准确的分析方法。

本书可供机械、轻工、医疗器械等行业从事电镀技术工作的科技人员、电镀溶液分析人员参考。

## 常用电镀溶液的分析

(第3版)

机械电子工业部材料保护研究所

徐红娟 编著

责任编辑：常燕东 责任校对：韩晶

责任印制：王国光 版式设计：霍永明

机械工业出版社出版 (北京丰台区百万庄南街一号)

邮政编码：100037

(北京市书刊出版业营业许可证出字第117号)

机械工业出版社京丰印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 新华书店经售

\*

开本 787×1092<sup>1/32</sup> · 印张17 · 字数365 千字

1978年6月北京第1版

1983年1月北京第2版

1993年7月北京第3版 · 1993年7月北京第5次印刷

印数 84 851-88 150 · 定价： 16.00元

\*

ISBN 7-111-03588-7/TQ·59

## 第3版前言

本书是一本电镀溶液化学分析的实用技术书。它比较全面地介绍了目前我国电镀行业中常用的电镀溶液化学分析技术，可在一定程度上，满足从事电镀溶液分析的广大技术人员的需要。

近年来，我国电镀行业在新工艺、新材料、新技术的研究与应用方面取得很大进展。电镀生产中应用的电镀工艺种类广、工艺条件宽。电镀溶液分析技术亦有新的进展。为此，编者结合电镀行业生产的实际，并吸收国内外电镀溶液分析的先进技术和总结了电镀溶液分析工作的实践经验，在本所主编的第2版(修定版)基础上作了较多删改、补充。增添了多元合金电镀溶液分析方法(如镍铁、锌铁、铜锌、锡锌…等)、金属镀层化学鉴别方法、镀液杂质的化学分析法、无汞试剂分析方法等章节及其他快速、准确的分析方法。

在本书中，欧阳可运同志编写了镍锡、铁磷、锡铋合金及一部分氧化溶液分析方法。余素芳与张玉芝同志给予大力协助，在此谨表谢意。

由于编者水平有限，遗漏或不妥之处在所难免，对本书的缺点和错误之处，敬请读者批评指正。

编 者

# 目 录

## 第3版前言

第一章 镀铬溶液 .....	1
第一节 普通镀铬溶液 .....	1
(一) 铬酐的测定 .....	1
(二) 三价铬的测定 .....	5
(三) 硫酸的测定 .....	7
第二节 复合镀铬溶液 .....	12
(一) 铬酐和硫酸的测定 .....	12
(二) 硫酸的测定 .....	12
(三) 氟硅酸钠的测定 .....	13
(四) 硝酸钠的测定 .....	20
第三节 快速镀铬溶液 .....	22
(一) 铬酐及硫酸的测定 .....	22
(二) 硼酸的测定 .....	22
(三) 氧化镁的测定 .....	24
第四节 镀黑铬溶液 .....	25
(一) 铬酐的测定 .....	25
(二) 硝酸钠的测定 .....	25
第五节 杂质 .....	27
(一) 铁的测定 .....	27
(二) 铜的测定 .....	29
(三) 锌的测定 .....	33
(四) 氯化物的测定 .....	34
(五) 硝酸根的定性检验 .....	38
(六) 氯离子的定性检验 .....	38

(七) 镍的比色测定 .....	39
<b>第二章 镀锌溶液.....</b>	<b>41</b>
<b>第一节 氧化镀锌溶液.....</b>	<b>41</b>
(一) 锌的测定 .....	41
(二) 总氯化物的测定 .....	44
(三) 总氯化钠及锌的连续测定 .....	45
(四) 总氢氧化钠及锌的连续测定 .....	46
(五) 总氢氧化钠的测定 .....	47
(六) 碳酸钠的测定 .....	48
(七) 硫化钠的测定 .....	49
(八) 铁的测定 .....	50
(九) 铜的测定 .....	53
(十) 铅的定性检验 .....	55
<b>第二节 酸性镀锌溶液.....</b>	<b>56</b>
(一) 锌的测定 .....	56
(二) 铝的测定 .....	57
(三) 锌、铝联合测定 .....	58
(四) 氯化物的测定 .....	59
(五) 铁的测定 .....	60
<b>第三节 铵盐镀锌溶液.....</b>	<b>63</b>
(一) 锌的测定 .....	63
(二) 氨三乙酸的测定 .....	66
(三) 氯化铵的测定 .....	67
(四) 硼酸的测定 .....	69
(五) 硫脲的测定 .....	70
(六) 柠檬酸的测定 .....	71
(七) 铁的测定 .....	72
<b>第四节 锌酸盐镀锌溶液.....</b>	<b>73</b>
(一) 锌的测定 .....	73
(二) 氢氧化钠的测定 .....	75

(三) 三乙醇胺的测定 .....	76
(四) 总氢氧化钠、三乙醇胺、氯化锌及碳酸钠的连续测定 .....	79
第五节 氯化钾镀锌溶液 .....	82
(一) 氯化锌的测定 .....	82
(二) 氯化钾的测定 .....	82
(三) 硼酸的测定 .....	82
第三章 镀铜溶液 .....	84
第一节 氧化镀铜溶液 .....	84
(一) 铜的测定 .....	84
(二) 游离氰化物的测定 .....	87
(三) 总氰化物的测定 .....	87
(四) 氢氧化钠的测定 .....	89
(五) 碳酸钠的测定 .....	90
(六) 酒石酸钾钠的测定 .....	90
(七) 硫氰酸钾的测定 .....	93
(八) 氰化钠、氢氧化钠、碳酸钠的联测 .....	94
第二节 酸性镀铜溶液 .....	95
(一) 铜的测定 .....	95
(二) 硫酸的测定 .....	98
(三) 铁的测定 .....	98
(四) 氯离子的测定 .....	100
第三节 焦磷酸盐镀铜溶液 .....	101
(一) 铜的测定 .....	101
(二) 总焦磷酸根的测定 .....	103
(三) 正磷酸盐的测定 .....	105
(四) 柠檬酸铵的测定 .....	108
(五) 铬的测定 .....	109
第四节 HEDP镀铜 .....	110
(一) 硫酸铜的测定 .....	110

(二) HEDP的测定 .....	111
<b>第四章 镀镍溶液 .....</b>	<b>115</b>
第一节 普通镀镍溶液 .....	115
(一) 镍、镁连续测定 .....	115
(二) 镁的测定 .....	120
(三) 硼酸的测定之一 .....	120
(四) 硼酸的测定之二 .....	123
(五) 氯化物的测定 .....	124
(六) 硫酸钠的测定 .....	125
(七) 铜的测定 .....	127
(八) 铁的测定 .....	129
(九) 硝酸根的定性检验 .....	130
(十) 铬的测定 .....	131
(十一) 锌的测定 .....	132
第二节 柠檬酸铵镀镍溶液 .....	133
(一) 硫酸镍的测定 .....	133
(二) 柠檬酸钠的测定 .....	134
(三) 氯化钠的测定 .....	135
(四) 硼酸的测定 .....	135
第三节 化学镀镍溶液 .....	135
(一) 镍的测定 .....	136
(二) 次磷酸钠的测定 .....	136
(三) 亚磷酸钠的测定 .....	139
第四节 镀黑镍溶液 .....	140
(一) 锌的测定 .....	140
(二) 镍的测定 .....	141
(三) 硫氰酸钠的测定 .....	142
(四) 镍、锌连续测定 .....	144
第五节 光亮镀镍溶液 .....	145
(一) 镍的测定 .....	145

(二) 钴的测定 .....	146
(三) 甲醛的测定 .....	148
(四) 1, 4-丁炔二醇的测定 .....	150
(五) 糖精钠的测定 .....	152
第六节 氨磺酸镀镍溶液 .....	155
(一) 氨磺酸的测定 .....	155
(二) 镍的测定 .....	156
(三) 氯化物的测定 .....	157
(四) 硼酸的测定 .....	158
第七节 镍钨合金镀液 .....	158
(一) 硫酸镍的测定(络合滴定法) .....	158
(二) 钨酸钠的测定(硫氰酸盐比色法) .....	159
(三) 柠檬酸的测定(络合滴定法) .....	160
第五章 镀镉溶液 .....	162
第一节 氧化镀镉溶液 .....	162
(一) 镉的测定 .....	162
(二) 总氯化物的测定 .....	164
(三) 游离氯化物的测定 .....	165
(四) 氢氧化钠的测定 .....	166
(五) 碳酸钠的测定 .....	167
(六) 碳酸钠和氢氧化钠联测 .....	168
(七) 镍的测定 .....	168
(八) 铜的测定 .....	169
(九) 铁的测定 .....	171
第二节 硫酸镀镉溶液 .....	172
(一) 镉的测定 .....	172
(二) 铝的测定 .....	173
(三) 铁的测定 .....	173
(四) 硫酸铵的测定 .....	173
第三节 氯化铵—氨三乙酸—EDTA镀镉溶液 .....	174

(一) 镉的测定 .....	174
(二) 氯化铵的测定 .....	177
(三) 乙二胺四乙酸钠(EDTA)和氨三乙酸的测定 .....	177
<b>第六章 镀铁溶液 .....</b>	<b>180</b>
(一) 二价铁的测定 .....	180
(二) 总铁的测定 .....	182
(三) 氯化物的测定 .....	184
(四) 二价锰的测定 .....	185
(五) 三价铁的测定 .....	189
(六) 游离盐酸的测定 .....	190
<b>第七章 镀铁合金镀液 .....</b>	<b>192</b>
(一) 硫酸镍的测定 .....	192
(二) 总铁与三价铁的测定 .....	193
(三) 硼酸的测定 .....	194
(四) 氯化钠的测定 .....	194
(五) RC稳定剂(葡萄糖酸钠)的测定 .....	195
(六) 镍和硼酸的联测 .....	196
(七) 总铁和二价铁的联测 .....	197
<b>第八章 锌铁合金镀液 .....</b>	<b>200</b>
(一) 锌的测定 .....	200
(二) 总铁的测定 .....	201
(三) 三价铁的测定 .....	202
(四) 氢氧化钠的测定 .....	202
(五) 三乙醇胺的测定 .....	203
<b>第九章 铁磷合金镀液 .....</b>	<b>204</b>
(一) 铁的测定(碘量法) .....	204
(二) 次磷酸钠的测定(溴量法) .....	205
(三) 氯化钠的测定(硫氰酸盐法) .....	206
(四) 游离柠檬酸的测定(酸碱滴定法) .....	208
<b>第十章 镀银溶液 .....</b>	<b>209</b>

第一节 氯化镀银溶液 .....	209
(一) 银的测定 .....	209
(二) 游离氯化物的测定 .....	211
(三) 总氯化物的测定 .....	211
(四) 碳酸钾的测定 .....	211
(五) 氢氧化钾的测定 .....	213
(六) 铜的测定 .....	214
第二节 亚铁氯化物镀银溶液 .....	216
(一) 银的测定 .....	216
(二) 亚铁氯化钾的测定 .....	217
(三) 硫氰酸钾的测定 .....	218
(四) 碳酸钾的测定 .....	219
第三节 NS镀银溶液 .....	220
(一) 硝酸银的测定 .....	220
(二) 亚氨基二磺酸铵(NS)的测定 .....	221
(三) 铜的测定 .....	222
(四) 硫酸铵的测定 .....	223
第四节 乙二胺镀银 .....	224
(一) 游离氯化钾的测定 .....	224
(二) 氯化银的测定 .....	225
(三) 氯化钾的测定 .....	226
(四) 柠檬酸铵的测定 .....	226
(五) 乙二胺的测定 .....	227
第五节 碘基水杨酸镀银 .....	228
(一) 碘基水杨酸的测定 .....	228
(二) 硝酸银的测定 .....	229
(三) 醋酸铵的测定 .....	230
第十一章 镀锡溶液 .....	232
第一节 碱性镀锡溶液 .....	232
(一) 锡酸钠(总锡)的测定 .....	232

(二) 二价锡的测定 .....	236
(三) 氢氧化钠的测定 .....	237
(四) 醋酸钠的测定 .....	238
(五) 碳酸钠的测定 .....	241
<b>第二节 氟硼酸镀锡溶液 .....</b>	<b>244</b>
(一) 二价锡的测定 .....	244
(二) 游离氟硼酸的测定 .....	245
(三) 游离硼酸的测定 .....	246
<b>第三节 硫酸镀锡溶液 .....</b>	<b>247</b>
(一) 二价锡的测定 .....	247
(二) 四价锡的测定 .....	248
(三) 游离硫酸的测定 .....	248
(四) 游离硫酸及甲酚磺酸的测定 .....	249
(五) 氯化物的测定 .....	250
(六) 铜的测定 .....	251
(七) 铁的测定 .....	252
<b>第十二章 镀铅溶液(氟硼酸盐镀铅) .....</b>	<b>254</b>
(一) 铅的测定 .....	254
(二) 游离氟硼酸的测定 .....	255
(三) 游离氟硅酸的测定 .....	255
(四) 游离硼酸的测定 .....	256
<b>第十三章 镀铅锡合金溶液 .....</b>	<b>258</b>
<b>第一节 氟硼酸镀铅锡 .....</b>	<b>258</b>
(一) 铅的测定 .....	258
(二) 二价锡的测定 .....	259
(三) 锡、铅的连续测定 .....	260
(四) 游离氟硼酸的测定 .....	261
(五) 游离硼酸的测定 .....	263
(六) 对苯二酚的测定 .....	264
<b>第二节 氟硼酸镀铅锡铜 .....</b>	<b>265</b>

(一) 铅的测定 .....	265
(二) 锡的测定 .....	266
(三) 铜的测定 .....	267
(四) 游离氟硼酸和硼酸的测定 .....	268
<b>第十四章 镀铜锡合金溶液 .....</b>	<b>269</b>
第一节 氰化物-锡酸盐镀铜锡合金溶液 .....	269
(一) 铜的测定 .....	269
(二) 锡的测定 .....	271
(三) 铜、锡连续测定 .....	272
(四) 游离氰化物的测定 .....	275
(五) 氢氧化钠的测定 .....	275
(六) 亚锡酸盐的定性检验 .....	276
(七) 碳酸钠的测定 .....	277
第二节 柠檬酸盐-锡酸盐镀铜锡合金溶液 .....	277
(一) 柠檬酸钾的测定 .....	277
(二) 铜的测定 .....	278
(三) 锡的测定 .....	279
(四) 磷酸根的测定 .....	280
第三节 焦磷酸盐镀铜锡合金溶液 .....	281
(一) 铜的测定 .....	281
(二) 二价锡的测定 .....	282
(三) 四价锡的测定 .....	283
(四) 总焦磷酸根的测定(EDTA滴定法) .....	284
(五) 正磷酸盐的测定 .....	286
(六) 硝酸钾的测定 .....	286
<b>第十五章 镀铜锌合金(黄铜)溶液 .....</b>	<b>288</b>
第一节 氰化镀黄铜 .....	288
(一) 铜的测定 .....	288
(二) 锌的测定 .....	289
(三) 铜、锌的连续测定 .....	290

(四) 总氯化物的测定 .....	293
(五) 游离氯化物的测定 .....	294
(六) 氢氧化钠的测定 .....	295
(七) 碳酸钠的测定 .....	295
第二节 焦磷酸盐镀黄铜 .....	295
(一) 铜锌联测 .....	295
(二) 总焦磷酸根的测定 .....	297
第三节 焦磷酸镀铜镍合金 .....	298
(一) 硫酸铜的测定 .....	298
(二) 硫酸镍的测定 .....	299
(三) 总焦磷酸钾的测定 .....	301
<b>第十六章 镀锡锌合金溶液 .....</b>	<b>302</b>
第一节 碱性镀锡锌 .....	302
(一) 锡的测定 .....	302
(二) 锌的测定(EDTA滴定法) .....	303
(三) 总氯化物的测定 .....	304
(四) 氢氧化钠的测定 .....	304
(五) 碳酸钠的测定 .....	305
第二节 酸性镀锡锌 .....	305
(一) 二价锡的测定 .....	305
(二) 四价锡的测定 .....	306
(三) 锌的测定 .....	307
(四) 柠檬酸铵的测定 .....	309
(五) 硫酸铵的测定 .....	310
第三节 焦磷酸盐镀锡锌 .....	311
(一) 二价锡的测定 .....	311
(二) 总锡的测定 .....	311
(三) 硫酸锌的测定 .....	312
(四) 焦磷酸钠的测定 .....	314
<b>第十七章 镀锡镍合金溶液 .....</b>	<b>316</b>

(一) 锡的测定 .....	316
(二) 镍的测定 .....	316
(三) 氟化氢铵的测定 .....	318
(四) 氟化铵的测定 .....	320
<b>第十八章 锡铋合金溶液.....</b>	<b>326</b>
(一) 二价锡的测定(碘量法) .....	326
(二) 游离硫酸的测定(酸碱滴定法) .....	327
(三) 硝酸铋的测定 .....	327
<b>第十九章 镀金溶液 .....</b>	<b>330</b>
第一节 氧化镀金溶液 .....	330
(一) 金的测定 .....	330
(二) 游离氰化物的测定 .....	332
(三) 氢氧化钠的测定 .....	333
(四) 碳酸钠的测定 .....	333
(五) 氯离子的测定 .....	334
(六) 氢氧化钠—碳酸钠联测 .....	335
第二节 酸性镀金溶液 .....	336
(一) 金的测定 .....	336
(二) 酒石酸锑钾的测定 .....	336
(三) 柠檬酸铵的测定 .....	337
<b>第二十章 镀钯溶液 .....</b>	<b>339</b>
(一) 钯的测定 .....	339
(二) 总氯离子的测定 .....	341
<b>第二十一章 镀铑溶液 .....</b>	<b>342</b>
(一) 铑的测定 .....	342
(二) 硫酸根的测定 .....	343
<b>第二十二章 镀铂溶液 .....</b>	<b>344</b>
(一) 铂的测定 .....	344
(二) 亚硝酸盐的测定 .....	344

<b>第二十三章 镀铜溶液</b>	346
(一) 铜的测定	346
(二) 硫酸钠的测定	348
<b>第二十四章 镀锑溶液</b>	350
(一) 锑的测定	350
(二) 游离酸的测定	351
<b>第二十五章 镀钴溶液</b>	352
(一) 钴的测定	352
(二) 氯化物的测定	353
(三) 硼酸的测定	354
<b>第二十六章 镀前及镀后处理溶液</b>	355
第一节 酸洗溶液	355
(一) 游离硫酸(盐酸)的测定	355
(二) 铁的测定	356
(三) 氯化物的测定	357
第二节 不锈钢酸洗液	358
不锈钢酸洗液(一)	358
(一) 总酸度分析(以硝酸计)	358
(二) 氢氟酸的测定	359
不锈钢酸洗液(二)	361
(一) 硫酸的测定	361
(二) 硝酸的测定	362
第三节 黄铜酸洗液	362
(一) 硫酸的测定	362
(二) 双氧水( $H_2O_2$ )的测定	363
第四节 去油溶液	364
(一) 氢氧化钠和碳酸钠溶液的测定	364
(二) 氢氧化钠、碳酸钠和磷酸三钠的测定	365
(三) 氢氧化钠、碳酸钠、磷酸三钠和硅酸钠的测定	367

(四) 氢氧化钠和碳酸钠溶液的测定 .....	368
(五) 磷酸三钠、硅酸钠和氯化钠的测定 .....	371
(六) 氢氧化钠和磷酸三钠的测定 .....	373
(七) 碳酸钠和磷酸三钠的测定 .....	374
第五节 钢铁电抛光溶液 .....	374
(一) 硫酸、磷酸的连续测定 .....	374
(二) 铬酐及三价铬的测定 .....	377
(三) 铜的测定 .....	378
第六节 钝化溶液 .....	380
(一) 硝酸、铬酐、三价铬的连续测定 .....	380
(二) 硫酸的测定 .....	382
(三) 氟化氢铵的测定 .....	383
(四) 锌的测定 .....	385
(五) 锰的测定 .....	387
(六) 低铬酸钝化(彩色)溶液的快速分析 .....	388
(七) 醋酸的测定 .....	391
第七节 钢铁氧化溶液 .....	392
(一) 氢氧化钠及碳酸钠的测定 .....	392
(二) 亚硝酸钠的测定 .....	393
第八节 磷化溶液 .....	394
(一) 游离酸度及总酸度的测定 .....	394
(二) 五氧化二磷的测定 .....	396
(三) 锌的测定 .....	399
(四) 亚铁的测定 .....	400
(五) 锰的测定 .....	401
(六) 硝酸根的测定 .....	403
(七) 镍的测定 .....	405
(八) 亚硝酸钠的测定 .....	406
第九节 铝及铝合金阳极氧化溶液 .....	407
I 硫酸阳极氧化溶液 .....	407