

目 录

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
方法 1: 亚铁滴定法	1
方法 2: 高锰酸钾滴定法	2
方法 3: 硫代硫酸钠滴定法	3
方法 4: 比重法	4
(二) 三价铬的测定	4
方法 1: 亚铁滴定法	4
方法 2: 沉淀分离-氧化还原法	6
(三) 硫酸的测定	7
方法 1: 硫酸钡重量法	7
方法 2: a. 硫酸钡沉淀-EDTA 容量法之一	9
b. 硫酸钡沉淀-EDTA 容量法之二	10
方法 3: 离心沉降法	11
方法 4: 硫酸钡烘重法	13
第二节 复合镀铬溶液	14
(一) 铬酐和硫酸的测定	15
(二) 氟硅酸钠的测定	15
方法 1: 硝酸钍滴定法	15
方法 2: 离子选择电极测定法	18
方法 3: 比色法	20
(三) 硒酸钠的测定	21
第三节 快速镀铬溶液	23
(一) 铬酐及硫酸的测定	23

(二) 硼酸的测定	23
(三) 氧化镁的测定	25
第四节 镀黑铬溶液	26
(一) 铬酐的测定	26
(二) 硝酸钠的测定	26
第五节 杂质	28
(一) 铁的测定	28
方法 1: 重铬酸钾滴定法	28
方法 2: EDTA 滴定法	30
方法 3: 钛铁指示剂容量法	32
(二) 铜的测定	33
(三) 锌的测定	34
(四) 氯化物的测定	36
(五) 硝酸根定性检验	36
(六) 氯离子的定性检验	37
第二章 镀锌溶液	38
第一节 氰化镀锌溶液	38
(一) 锌的测定	38
方法 1: EDTA 滴定法之一	38
方法 2: EDTA 滴定法之二	39
(二) 总氰化物的测定	41
(三) 总氰化钠及锌的连续测定	42
(四) 总氢氧化钠及锌的连续测定	43
(五) 总氢氧化钠的测定	45
(六) 碳酸钠的测定	46
(七) 硫化钠的测定	47
(八) 铁的测定	48
(九) 铜的测定	49
方法 1: 铜试剂比色法	49

方法 2：双环己酮草酰二胺 (BCO) 比色法	51
(十) 铅的定性检验	52
第二节 酸性镀锌溶液	52
(一) 锌的测定	52
(二) 铝的测定	53
(三) 锌、铝联合测定	54
(四) 氯化物的测定	56
(五) 铁的测定	57
方法 1：氯化亚锡还原容量法	57
方法 2：三氯化钛还原容量法	58
方法 3：锌还原容量法	60
第三节 铵盐镀锌溶液	60
(一) 锌的测定	60
方法 1：EDTA 滴定法 (以二甲苯酚橙为指示剂)	60
方法 2：EDTA 滴定法 (以 PAN 为指示剂)	62
方法 3：EDTA 直接滴定法 (铬黑 T 指示)	63
(二) 氨三乙酸的测定	64
(三) 氯化铵的测定	65
方法 1：酸碱滴定法	65
方法 2：硝酸银滴定法	66
(四) 硼酸的测定	67
(五) 硫脲的测定	68
(六) 柠檬酸的测定	69
(七) 铁的测定	70
第四节 锌酸盐镀锌溶液	71
(一) 锌的测定	71
方法 1：EDTA 滴定法 (二甲苯酚橙指示)	71
方法 2：EDTA 滴定法 (铬黑 T 指示)	73
(二) 氢氧化钠的测定	74

(三) 三乙醇胺的测定	75
方法 1: 硫酸铜比色法	75
方法 2: 钒酸铵比色法	76
(四) 总氢氧化钠、三乙醇胺、氧化锌及碳酸钠的连续测定	78
第三章 镀铜溶液	81
第一节 氰化镀铜溶液	81
(一) 铜的测定	81
方法 1: EDTA 滴定法	81
方法 2: 碘量法	82
(二) 游离氰化物的测定	84
(三) 总氰化物的测定	85
(四) 氢氧化钠的测定	86
(五) 碳酸钠的测定	87
(六) 酒石酸钾钠的测定	87
方法 1: 氧化还原法	87
方法 2: 醋酸铅滴定法	89
(七) 硫氰酸钾的测定	90
第二节 酸性镀铜溶液	91
(一) 铜的测定	91
方法 1: EDTA 滴定法	91
方法 2: 碘量法	92
方法 3: 硫酸和铜的连续测定	93
(二) 硫酸的测定	94
(三) 铁的测定	95
(四) 氯离子的测定	96
第三节 焦磷酸盐镀铜溶液	97
(一) 铜的测定	97
方法 1: EDTA 滴定法	97
方法 2: 硫代硫酸钠滴定法	98

(二) 总焦磷酸根的测定	98
(三) 正磷酸盐的测定	100
方法 1: 重量法	100
方法 2: EDTA 滴定法	102
(四) 柠檬酸铵的测定	103
第四章 镀镍溶液	105
第一节 普通镀镍溶液	105
(一) 镍、镁连续测定	105
方法 1: EDTA 滴定法之一 (紫脲酸铵指示)	105
方法 2: EDTA 滴定法之二 (铬黑 T 指示)	107
(二) 硼酸的测定	108
方法 1: 快速法	108
方法 2: 分离测定法	109
(三) 氯化物的测定	111
(四) 硫酸钠的测定	112
(五) 铜的测定	113
(六) 铁的测定	115
(七) 硝酸根的定性检验	116
第二节 化学镀镍溶液	116
(一) 镍的测定	116
(二) 次磷酸钠的测定	117
方法 1: 硫酸铈滴定法	117
方法 2: 硫代硫酸钠滴定法	119
(三) 亚磷酸钠的测定	120
第三节 镀黑镍溶液	121
(一) 锌的测定	121
(二) 镍的测定	122
(三) 硫氰酸钠的测定	123
方法 1: 硝酸银滴定法	123

方法 2：铈盐氧化法（含氯离子的镀液用此法）	124
（四）镍、锌连续测定	126
第四节 光亮镀镍溶液	127
（一）镍的测定	127
（二） ²⁴ 钴的测定	128
（三）甲醛的测定	129
（四）1，4-丁炔二醇的测定	130
（五）糖精钠的测定	132
方法 1：氯仿抽提法	132
方法 2：醋酸乙酯抽提法	133
第五章 镀镉溶液	135
第一节 氰化镀镉溶液	135
（一）镉的测定	135
（二）总氰化物的测定	136
方法 1：硝酸银滴定法	136
方法 2：硫酸镍滴定法	137
（三）游离氰化物的测定	138
（四）氢氧化钠的测定	139
（五）碳酸钠的测定	140
（六）镍的测定	140
第二节 硫酸镀镉溶液	141
（一）镉的测定	141
（二）铝的测定	142
（三）铁的测定	142
第三节 氯化铵-氨三乙酸-EDTA 镀镉溶液	142
（一）镉的测定	143
方法 1：EDTA 直接滴定法	143
方法 2：EDTA 回滴法	144
（二）氯化铵的测定	145

X

(三) 乙二胺四乙酸钠 (EDTA) 和氨三乙酸的测定	145
第六章 镀铁溶液	148
(一) 二价铁的测定	148
方法 1: 重铬酸钾滴定法	148
方法 2: 高锰酸钾滴定法	149
(二) 总铁的测定	150
方法 1: 氧化还原法	150
方法 2: EDTA 滴定法	151
(三) 氯化物的测定	152
(四) 二价锰的测定	154
(五) 三价铁的测定	156
(六) 游离盐酸的测定	157
第七章 镀银溶液	159
第一节 氰化镀银溶液	159
(一) 银的测定	159
方法 1: 硫氰酸钾滴定法	159
方法 2: EDTA 滴定法	160
(二) 游离氰化物的测定	161
(三) 总氰化物的测定	162
(四) 碳酸钾的测定	162
(五) 氢氧化钾的测定	163
(六) 铜的测定	164
第二节 亚铁氰化物镀银溶液	165
(一) 银的测定	166
(二) 亚铁氰化钾的测定	167
(三) 硫氰酸钾的测定	168
(四) 碳酸钾的测定	169
第三节 NS 镀银溶液	169
(一) 硝酸银的测定	169

(二) 亚氨基二磺酸铵(N S)的测定	170
(三) 铜的测定	171
第八章 镀锡溶液	173
第一节 碱性镀锡溶液	173
(一) 锡酸钠(总锡)的测定	173
方法 1: 碘量法	173
方法 2: EDTA容量法	175
(二) 二价锡的测定	177
(三) 氢氧化钠的测定	179
(四) 醋酸钠的测定	180
(五) 碳酸钠的测定	182
第二节 氟硼酸镀锡溶液	184
(一) 二价锡的测定	184
(二) 游离氟硼酸的测定	185
(三) 游离硼酸的测定	185
第三节 硫酸镀锡溶液	186
(一) 二价锡的测定	186
(二) 四价锡的测定	187
(三) 游离硫酸的测定	188
(四) 游离硫酸及甲酚磺酸的测定	188
第九章 镀铅溶液(氟硼酸盐镀铅)	191
(一) 铅的测定	191
(二) 游离氟硼酸的测定	192
(三) 游离氟硅酸的测定	193
(四) 游离硼酸的测定	194
第十章 镀铅锡合金溶液	195
(一) 铅的测定	195
(二) 二价锡的测定	196
(三) 铅、锡的连续测定	197

(四) 游离氟硼酸的测定	199
(五) 游离硼酸的测定	199
(六) 对苯二酚的测定	200
第十一章 镀铜锡合金溶液	202
第一节 氰化物-锡酸盐镀铜锡合金溶液	202
(一) 铜的测定	202
方法 1: 碘量法	202
方法 2: EDTA 滴定法	203
(二) 锡的测定	204
(三) 铜、锡连续测定	206
(四) 游离氰化物的测定	208
(五) 氢氧化钠的测定	209
(六) 亚锡酸盐的定性检验	210
(七) 碳酸钠的测定	210
第二节 柠檬酸盐-锡酸盐镀铜锡合金溶液	210
(一) 柠檬酸钾的测定	210
(二) 铜的测定	212
(三) 锡的测定	213
(四) 磷酸根的测定	214
第三节 焦磷酸盐镀铜锡合金溶液	215
(一) 铜的测定	215
(二) 二价锡的测定	216
(三) 四价锡的测定	217
(四) 总焦磷酸根的测定 (EDTA 滴定法)	218
(五) 正磷酸盐的测定	220
第十二章 镀铜锌合金 (黄铜) 溶液	221
(一) 铜的测定	221
(二) 锌的测定	222
(三) 铜、锌的连续测定	223

方法 1: EDTA 滴定法之一	223
方法 2: EDTA 滴定法之二	225
(四) 总氰化物的测定	226
(五) 游离氰化物的测定	227
(六) 氢氧化钠的测定	228
(七) 碳酸钠的测定	228
第十三章 镀锡锌合金溶液	229
(一) 锡的测定	229
(二) 锌的测定 (EDTA 滴定法)	230
(三) 总氰化物的测定	231
(四) 氢氧化钠的测定	232
(五) 碳酸钠的测定	232
第十四章 镀锡镍合金溶液	233
(一) 锡的测定	233
(二) 镍的测定	234
(三) 氟化氢铵的测定	234
第十五章 镀金溶液	237
第一节 氰化镀金溶液	237
(一) 金的测定	237
方法 1: 重量法	237
方法 2: 碘量法 (不适用于含银、铜的溶液)	238
(二) 游离氰化物的测定	239
(三) 氢氧化钠的测定	240
(四) 碳酸钠的测定	240
(五) 氯离子的测定	241
第二节 酸性镀金溶液	242
(一) 金的测定	242
(二) 酒石酸锑钾的测定	242
(三) 柠檬酸铵的测定	243

第十六章 镀钡溶液	245
(一) 钡的测定	245
方法 1: 丁二肟重量法	245
方法 2: EDTA 反滴定法	246
(二) 总氯离子的测定	247
第十七章 镀铈溶液	248
(一) 铈的测定	248
(二) 硫酸根的测定	249
第十八章 镀铂溶液	250
(一) 铂的测定	250
(二) 亚硝酸盐的测定	250
第十九章 镀钢溶液	252
(一) 钢的测定	252
方法 1: EDTA 回滴法	252
方法 2: EDTA 直接滴定法	253
方法 3: 重量法	253
(二) 硫酸钠的测定	254
第二十章 镀前及镀后处理溶液	256
第一节 酸洗溶液	256
(一) 游离硫酸(盐酸)的测定	256
(二) 铁的测定	257
(三) 氯化物的测定	258
第二节 去油溶液	259
(一) 氢氧化钠和碳酸钠溶液的测定	259
(二) 氢氧化钠、碳酸钠和磷酸三钠溶液的测定	260
(三) 氢氧化钠、碳酸钠、磷酸三钠和硅酸钠溶液的测定	263
(四) 氰化钠和碳酸钠溶液的测定	264
1. 游离氰化钠的测定	264
方法 1: 硫酸镍容量法	264

方法 2：硝酸银容量法	265
2. 碳酸钠的测定	266
第三节 钢铁电抛光溶液	267
(一) 硫酸、磷酸的连续测定	267
(二) 铬酐及三价铬的测定	270
(三) 铜的测定	271
第四节 钝化溶液	272
(一) 硝酸、铬酐、三价铬的连续测定	273
(二) 硫酸的测定	275
(三) 氟化氢铵的测定	276
(四) 锌的测定	278
(五) 锰的测定	280
(六) 低铬酸钝化(彩色)·溶液的快速分析	281
第五节 钢铁氧化溶液	284
(一) 氢氧化钠及碳酸钠的测定	284
(二) 亚硝酸钠的测定	286
第六节 磷化溶液	287
(一) 游离酸度及总酸度的测定	287
(二) 五氧化二磷的测定	288
方法 1：比色法	288
方法 2：EDTA 滴定法	290
(三) 锌的测定	292
方法 1：EDTA 滴定法之一	292
方法 2：EDTA 滴定法之二(有锰存在时测定锌)	292
(四) 亚铁的测定	293
(五) 锰的测定	294
第七节 铝及铝合金阳极氧化溶液	295
I 硫酸阳极氧化溶液	295
(一) 游离硫酸的测定	295

(二) 总硫酸的测定	296
(三) 游离硫酸及铝的连续测定	297
(四) 氯化物的测定	298
I 铬酸阳极氧化溶液	299
(一) 游离铬酸的测定	299
(二) 总铬酸的测定	299
(三) 氯化物的测定	300
II 草酸阳极氧化溶液	300
(一) 游离草酸的测定	300
(二) 总草酸的测定	301
(三) 铝的测定	302
第二十一章 镀层分析	303
第一节 铜锌合金镀层	303
铜、锌连续测定	303
第二节 铜锡合金镀层	304
(一) 铜的测定	304
(二) 锡的测定	305
第三节 铅锡合金镀层	305
铅、锡连续测定	305
第四节 镍磷镀层	307
(一) 镍的测定	307
(二) 磷的测定	308
第二十二章 电镀溶液杂质元素的原子吸收 分光光度分析法	309
第一节 铵盐镀锌溶液	309
(一) 铜的测定	309
(二) 铁的测定	310
(三) 铅的测定	311
(四) 铬的测定	312

(五) 镉的测定	313
(六) 铈的测定	314
第二节 锌酸盐镀锌溶液	315
第三节 氰化镀锌溶液	315
第四节 镀铬溶液	316
(一) 铁的测定	316
方法 1: 适用于含铁量小于 0.5 克/升的镀液	316
方法 2: 适用于含铁量大于 0.5 克/升的镀液	317
(二) 铅的测定	318
(三) 锌的测定	319
方法 1	319
方法 2	320
(四) 镍的测定	321
方法 1: 适用于含镍量小于 0.5 克/升的镀液	321
方法 2: 适用于含镍量大于 0.5 克/升的镀液	322
方法 3: 适用于含镍量大于 0.5 克/升的镀液	323
(五) 铜的测定	324
方法 1: 适用于含铜量小于 0.5 克/升的镀液	324
方法 2: 适用于含铜量大于 0.5 克/升的镀液	325
第五节 镀镍溶液	326
(一) 铁的测定 (加入法)	326
方法 1: 适用于含铁量小于 100 毫克/升的镀液	326
方法 2: 适用于含铁量大于 100 毫克/升的镀液	327
(二) 铜的测定	328
(三) 铅的测定	329
(四) 锌的测定	331
第六节 焦磷酸盐镀铜溶液	332
(一) 镁的测定	332
方法 1: 适用于含镁量小于 50 毫克/升的镀液	332

XVI

方法 2: 适用于含镁量大于 50 毫克/升的镀液	333
(二) 铅的测定	334
(三) 锌的测定	334
(四) 铁的测定	334
第七节 酸性镀铜溶液	334
第八节 氰化镀银溶液	334
(一) 锌、铜、铁、镍的测定	334
(二) 铅、镉的测定	335
第九节 镀铁溶液	335
(一) 铬、铅的测定	335
(二) 铜、镍的测定	335
附录	336
附录 1 试剂制备	336
附录 2 常用酸及氨水浓度表	353
附录 3 原子吸收分光光度分析标准储备溶液	353
附录 4 某些物质的当量	356
I 中和法	356
II 氧化还原法	357
附录 5 络合滴定中常用的缓冲溶液	358
附录 6 常用氧化还原指示剂	359
附录 7 常用酸碱指示剂	360
附录 8 重量分析换算因数	361
附录 9 容量分析换算因数	363
附录 10 原子量表 (1977 年国际原子量表)	367
附录 11 对数表	368
附录 12 反对数表	371
参考文献	374

第一章 镀铬溶液

第一节 普通镀铬溶液

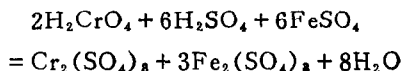
分析成分：铬酐、三价铬及硫酸。

(一) 铬酐的测定

方法1：亚铁滴定法

一、方法摘要：

在硫酸溶液中六价铬被亚铁还原为三价铬：



以苯基代邻氨基苯甲酸指示反应终点。

二、试剂：

1. 硫酸：1:1。
2. 苯基代邻氨基苯甲酸指示剂：见试剂(110)。
3. 标准 0.1N 硫酸亚铁铵溶液：见试剂(7)。
4. 磷酸：比重1.7。

三、分析方法：

用移液管吸镀液 5 毫升于 100 毫升容量瓶中，加水稀释至刻度并摇匀。用移液管吸此稀液 5 毫升于 250 毫升锥形瓶中（含原液 0.25 毫升），加水 75 毫升，磷酸 1 毫升硫酸 10 毫升，加苯基代邻氨基苯甲酸指示剂 3 滴，以标准 0.1N 硫酸亚铁铵溶液滴定至由紫红色变绿色为终点。

四、计算：

1110451

$$\text{含铬酐 } \text{CrO}_3 \text{ 克/升} = \frac{N \times V \times 0.0333 \times 1000}{0.25}$$

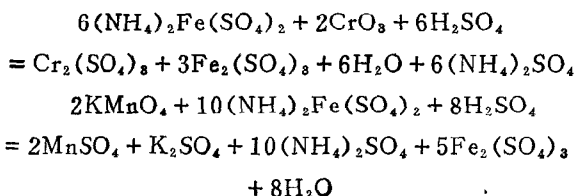
式中 N ——标准硫酸亚铁铵溶液的当量浓度；
 V ——耗用标准硫酸亚铁铵溶液的毫升数；

$$0.0333 = \frac{\text{CrO}_3}{3000}。$$

方法2：高锰酸钾滴定法

一、方法摘要：

先用已知过量的硫酸亚铁铵标准溶液，在硫酸存在下，将六价铬还原为三价铬，然后再用标准的高锰酸钾溶液，滴定剩余的硫酸亚铁铵，从而求得铬酐的含量。



二、试剂：

1. 硫酸：1:1。
2. 标准0.2 N $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 溶液：见试剂(7)。
3. 标准0.1 N KMnO_4 溶液：见试剂(5)。

三、分析方法：

吸取镀液 0.5 毫升于 500 毫升的锥形瓶中，加水 250 毫升，1:1 硫酸 20 毫升，用 0.2 N 的标准 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 溶液滴定至绿色，过量 1~2 毫升，记下所耗溶液的体积。然后用 0.1 N KMnO_4 标准溶液滴定过量的硫酸亚铁铵至呈现微粉红色为终点。记下所耗的体积。

四、计算：