

# 常用电镀溶液的分析

武汉材料保护研究所主编

机械工业出版社

# 常用电镀溶液的分析

武汉材料保护研究所主编

\*

机械工业出版社出版 (北京阜成门外百万庄南街一号)

(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  $787 \times 1092^{1/32}$  · 印张  $12\frac{1}{2}$  · 插页 1 · 字数 268 千字

1974 年 10 月北京第一版 · 1978 年 5 月北京第二次印刷

印数 33,501—71,500 · 定价 1.00 元

\*

统一书号: 15033 · 4225

# 目 录

## 重印说明

## 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
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
方法 3: 离子交换法 .....	7
(三) 硫酸的测定 .....	9
方法 1: 硫酸钡重量法 .....	9
方法 2: 硫酸钡沉淀-EDTA 容量法 .....	10
方法 3: 离心沉降法 .....	11
方法 4: 硫酸钡烘重法 .....	14
第二节 复合镀铬溶液 .....	15
(一) 铬酐的测定 .....	15
(二) 氟硅酸钾的测定 .....	15
第三节 快速镀铬溶液 .....	18
(一) 铬酐的测定 .....	18
(二) 硼酸的测定 .....	19

(三) 氧化镁的测定 .....	20
第四节 镀黑铬溶液 .....	22
(一) 铬酐的测定 .....	22
(二) 硝酸钠的测定 .....	22
第五节 杂质 .....	24
(一) 铁的测定 .....	24
方法 1: 重铬酸钾滴定法 .....	24
方法 2: EDTA 滴定法 .....	26
方法 3: 钛铁指示剂容量法 .....	27
(二) 铜的测定 .....	28
方法 1: 容量法 .....	28
方法 2: 电解法 .....	30
方法 3: BCO 比色法 .....	31
(三) 氯化物的测定 .....	32
(四) 硝酸根定性检验 .....	33
第二章 镀锌溶液 .....	34
第一节 氰化镀锌溶液 .....	34
(一) 锌的测定 .....	34
方法 1: EDTA 滴定法 .....	34
方法 2: 硫代硫酸钠滴定法 .....	35
(二) 总氰化物的测定 .....	37
(三) 总氢氧化钠的测定 .....	38
(四) 碳酸钠的测定 .....	39
(五) 硫化钠的测定 .....	41
(六) 铁的测定 .....	42
(七) 铜的测定 .....	43
方法 1: 铜试剂比色法 .....	43
方法 2: 重量法 .....	45
第二节 酸性镀锌溶液 .....	46
(一) 锌的测定 .....	46

(二) 铝的测定.....	48
(三) 锌、铝联合测定 .....	49
第三节 氨三乙酸-氯化铵镀锌溶液 .....	51
(一) 锌的测定.....	51
方法 1: EDTA 滴定法(以二甲苯酚橙为指示剂) .....	51
方法 2: EDTA 滴定法(甲醛破蔽-铬黑 T 指示) .....	52
方法 3: EDTA 直接滴定法(铬黑 T 指示).....	53
(二) 氨三乙酸的测定 .....	54
方法 1: 三氯化铁滴定法 .....	54
方法 2: 硫化钠去 $Zn^{++}$ , 氯化钙滴定法 .....	56
方法 3: EDTA 回滴法.....	57
方法 4: 氯化钙直接滴定法 .....	59
(三) 氯化铵的测定 .....	60
方法 1: 酸碱滴定法 .....	60
方法 2: 硝酸银滴定法 .....	61
(四) 硼酸的测定 .....	62
方法 1: 快速法之一 .....	62
方法 2: 快速法之二 .....	62
(五) 硫脲的测定 .....	63
方法 1: 硫代硫酸钠滴定法 .....	63
方法 2: 碘直接滴定法 .....	64
(六) 柠檬酸的测定 .....	65
(七) 铁的测定.....	66
第四节 三乙醇胺-氢氧化钠镀锌溶液 .....	67
(一) 锌的测定.....	67
(二) 氢氧化钠的测定 .....	68
(三) 三乙醇胺的测定 .....	69
方法 1: 硫酸铜比色法 .....	69
方法 2: 钒酸铵比色法 .....	71
第三章 镀铜溶液.....	73

## VI

第一节 氰化镀铜溶液 .....	73
(一) 铜的测定 .....	73
方法 1: EDTA 滴定法 .....	73
方法 2: 碘量法 .....	74
方法 3: 电解法 .....	76
(二) 游离氰化物的测定 .....	77
(三) 总氰化物的测定 .....	78
(四) 氢氧化钠的测定 .....	80
(五) 碳酸钠的测定 .....	81
(六) 酒石酸钾钠的测定 .....	81
方法 1: 氧化还原法 .....	81
方法 2: 醋酸铅滴定法 .....	83
第二节 酸性镀铜溶液 .....	84
(一) 铜的测定 .....	84
方法 1: EDTA 滴定法 .....	84
方法 2: 碘量法 .....	85
方法 3: 电解法 .....	86
(二) 硫酸的测定 .....	87
方法 1: 甲基橙指示滴定法 .....	87
方法 2: 容量法 .....	87
(三) 铁的测定 .....	88
第三节 焦磷酸盐镀铜溶液 .....	89
(一) 铜的测定 .....	89
方法 1: EDTA 滴定法 .....	89
方法 2: 硫代硫酸钠滴定法 .....	90
方法 3: 电解法 .....	91
(二) 总焦磷酸根的测定 .....	91
方法 1: 酸碱滴定法 .....	91
方法 2: 重量法 .....	93
方法 3: EDTA 滴定法 .....	94

(三) 正磷酸盐的测定 .....	96
方法 1: EDTA 滴定法 .....	96
方法 2: 重量法 .....	97
(四) 硝酸钠的测定 .....	99
方法 1: 蒸馏法 .....	99
方法 2: 容量法 .....	100
(五) 铵盐的测定 .....	101
第四节 乙二胺镀铜溶液 .....	102
(一) 硫酸铜的测定 .....	102
方法 1: 硫代硫酸钠滴定法 .....	102
方法 2: EDTA 滴定法 .....	103
(二) 乙二胺的测定 .....	104
方法 1: 碱滴定法 .....	104
方法 2: 酸滴定法 .....	105
(三) 氨三乙酸的测定 .....	107
(四) 硝酸盐的测定 .....	108
(五) 铵盐的测定 .....	109
第五节 化学镀铜溶液 .....	110
(一) 硫酸铜的测定 .....	110
(二) 酒石酸钾钠的测定 .....	111
(三) 甲醛的测定 .....	112
(四) 氢氧化钠的测定 .....	113
(五) 氯化镍的测定 .....	114
第四章 镀镍溶液 .....	115
第一节 普通镀镍溶液 .....	115
(一) 镍的测定 .....	115
方法 1: EDTA 滴定法测镍及镍、镁含量 .....	115
方法 2: 氢氧化铵去镁 EDTA 滴定法 .....	116
方法 3: 丁二酮肟重量法 .....	117
(二) 镁的测定 .....	119

方法 1: EDTA 滴定法 .....	119
方法 2: 碳酸铵镁重量法 .....	120
方法 3: 铜试剂去镍 EDTA 滴定法 .....	121
(三) 硼酸的测定 .....	122
方法 1: 快速法之一 .....	122
方法 2: 快速法之二 .....	123
方法 3: 快速法之三 .....	124
方法 4: 分离测定法 .....	125
(四) 氯化物的测定 .....	126
方法 1: 硝酸银滴定法 .....	126
方法 2: 硫氰酸钾滴定法 .....	127
(五) 硫酸钠的测定 .....	129
(六) 铜的测定 .....	130
(七) 铁的测定 .....	132
(八) 硝酸根的定性检验 .....	133
第二节 化学镀镍溶液 .....	133
(一) 镍的测定 .....	134
(二) 次磷酸钠及亚磷酸钠的测定 .....	135
方法 1: 硝酸铈滴定法 .....	135
方法 2: 碘量法 .....	138
方法 3: 溴酸盐滴定法 .....	140
第三节 镀黑镍溶液 .....	142
(一) 锌的测定 .....	142
(二) 镍的测定 .....	143
方法 1: EDTA 滴定法 .....	143
方法 2: 重量法 .....	144
(三) 硫氰酸钠的测定 .....	144
方法 1: 硝酸银滴定法 .....	144
方法 2: 碘量法 .....	145
(四) 镍、锌连续测定 .....	146
第四节 光亮镀镍溶液 .....	148



(一) 镍的测定	148
方法 1: EDTA 滴定法	148
方法 2: 丁二酮肟沉淀—EDTA 滴定法	149
(二) 钴的测定	150
方法 1: 过硼酸盐容量法	150
方法 2: $\alpha$ -亚硝基- $\beta$ -萘酚重量法	152
方法 3: EDTA 滴定法	153
(三) 甲醛的测定	154
(四) 1,4-丁炔二醇的测定	155
方法 1: 溴甲醇氧化-碘量法	155
方法 2: 过碘酸氧化-碘量法	156
(五) 糖精钠的测定	158
第五章 镀镉溶液	160
第一节 氰化镀镉溶液	160
(一) 镉的测定	160
方法 1: EDTA 滴定法	160
方法 2: 碘量法	161
(二) 总氰化物的测定	162
方法 1: 硝酸银滴定法	162
方法 2: 硫酸镍滴定法	163
(三) 游离氰化物的测定	164
方法 1: 硫酸镍滴定法	164
方法 2: 硫酸镉滴定法	165
(四) 氢氧化钠及碳酸钠的测定	166
方法 1: 酸碱滴定法之一	166
方法 2: 酸碱滴定法之二	167
第二节 硫酸镀镉溶液	168
(一) 镉的测定	168
方法 1: 硫代硫酸钠滴定法	168
方法 2: EDTA 滴定法	170
(二) 铝的测定	171

(三) 铁的测定.....	171
第三节 氯化铵-氨三乙酸-乙二胺四乙酸镀镉	
溶液 .....	171
(二) 镉的测定.....	171
方法 1: EDTA 直接滴定法.....	171
方法 2: 碘量法 .....	173
方法 3: EDTA 回滴法.....	174
(二) 氯化铵的测定 .....	175
(三) 乙二胺四乙酸的测定 .....	175
方法 1: EDTA 滴定法.....	175
方法 2: 锌盐滴定法 .....	177
(四) 氨三乙酸的测定 .....	178
第六章 镀铁溶液 .....	180
(一) 二价铁的测定 .....	180
方法 1: 重铬酸钾滴定法 .....	180
方法 2: 高锰酸钾滴定法 .....	181
(二) 总铁的测定 .....	182
方法 1: 氧化还原法 .....	182
方法 2: EDTA 滴定法.....	183
(三) 氯化物的测定 .....	184
(四) 二价锰的测定 .....	186
(五) 硫酸钾的测定 .....	188
(六) 草酸的测定 .....	189
第七章 镀银溶液 .....	191
第一节 氰化镀银溶液.....	191
(一) 银的测定.....	191
方法 1: 硫氰酸钾滴定法 .....	191
方法 2: EDTA 滴定法.....	192
(二) 游离氰化物的测定 .....	193
(三) 总氰化物的测定 .....	194

(四) 碳酸钾的测定 .....	194
(五) 氢氧化钾的测定 .....	195
(六) 铜的测定 .....	196
第二节 亚铁氰化物镀银溶液 .....	198
(一) 银的测定 .....	198
(二) 亚铁氰化钾的测定 .....	199
(三) 硫氰酸钾的测定 .....	200
(四) 碳酸钾的测定 .....	201
第八章 镀锡溶液 .....	203
第一节 碱性镀锡溶液 .....	203
(一) 锡酸钠(总锡)的测定 .....	203
方法 1: 碘量法 .....	203
方法 2: EDTA 容量法 .....	205
方法 3: 重量法 .....	207
(二) 二价锡的测定 .....	209
(三) 氢氧化钠的测定 .....	210
(四) 醋酸钠的测定 .....	211
(五) 碳酸钠的测定 .....	213
第二节 氟硼酸镀锡溶液 .....	215
(一) 二价锡的测定 .....	215
(二) 游离氟硼酸的测定 .....	216
(三) 游离硼酸的测定 .....	217
第三节 硫酸镀锡溶液 .....	218
(一) 二价锡的测定 .....	218
(二) 四价锡的测定 .....	219
(三) 游离硫酸的测定 .....	219
(四) 游离硫酸及甲酚磺酸的测定 .....	220
第九章 镀铅溶液(氟硼酸盐镀铅) .....	222
(一) 铅的测定 .....	222
方法 1: EDTA 容量法 .....	222

## XIV

方法 2: 硫酸铅重量法 .....	223
(二) 游离氟硼酸的测定 .....	224
(三) 游离氟硅酸的测定 .....	225
(四) 游离硼酸的测定 .....	226
第十章 镀铅锡合金溶液 .....	228
(一) 铅的测定 .....	228
(二) 锡的测定 .....	229
(三) 锡、铅的连续测定 .....	230
(四) 游离氟硼酸的测定 .....	232
方法 1: 无指示剂碱滴定法 .....	232
方法 2: 二苯胺橙指示碱滴定法 .....	232
(五) 游离硼酸的测定 .....	233
(六) 对苯二酚的测定 .....	234
第十一章 镀铜锡合金溶液 .....	237
第一节 氰化物-锡酸盐镀铜锡合金溶液 .....	237
(一) 铜的测定 .....	237
方法 1: 碘量法 .....	237
方法 2: EDTA 滴定法 .....	238
(二) 锡的测定 .....	239
方法 1: 碘量法 .....	239
方法 2: 重量法 .....	241
(三) 铜、锡的连续测定 .....	242
方法 1: EDTA 滴定法之一 .....	242
方法 2: EDTA 滴定法之二 .....	244
(四) 游离氰化物的测定 .....	246
(五) 氢氧化钠的测定 .....	247
(六) 碳酸钠的测定 .....	248
(七) 三乙醇胺的测定 .....	248
(八) 酒石酸钾钠的测定 .....	250
第二节 焦磷酸盐镀铜锡合金溶液 .....	250

(一) 铜的测定.....	251
(二) 二价锡的测定 .....	252
(三) 四价锡的测定 .....	253
(四) 正磷酸盐的测定 .....	254
(五) 总焦磷酸根的测定 .....	255
方法 1: 酸碱滴定法 .....	255
方法 2: 重量法 .....	257
(六) 硝酸盐的测定 .....	258
第十二章 镀铜锡镍合金溶液 .....	260
(一) 铜、锡、镍的连续测定 .....	260
(二) 正磷酸盐的测定 .....	262
(三) 总焦磷酸根的测定 .....	262
第十三章 镀铜锌合金(黄铜)溶液 .....	263
(一) 铜的测定.....	263
方法 1: 碘量法 .....	263
方法 2: 电解法 .....	264
(二) 锌的测定.....	265
(三) 铜、锌的连续测定 .....	265
方法 1: EDTA 滴定法.....	265
方法 2: 硫代硫酸钠滴定法 .....	267
(四) 总氰化物的测定 .....	269
(五) 游离氰化物的测定 .....	270
方法 1: 硫酸镍滴定法 .....	270
方法 2: EDTA 滴定法.....	271
(六) 氢氧化钠的测定 .....	272
(七) 碳酸钠的测定 .....	272
第十四章 镀锡锌合金溶液 .....	273
(一) 锡的测定.....	273
方法 1: 重量法 .....	273
方法 2: 碘量法 .....	274

(二) 锌的测定(EDTA 滴定法).....	275
(三) 总氰化物的测定 .....	276
(四) 氢氧化钠的测定 .....	276
(五) 碳酸钠的测定 .....	277
第十五章 镀锌铁合金或锌铁镍合金溶液 .....	278
(一) 锌的测定(EDTA 滴定法).....	278
(二) 铁的测定.....	280
方法 1: 比色法 .....	280
方法 2: 磷酸铁沉淀-EDTA 滴定法.....	281
(三) 镍的测定.....	282
(四) 正磷酸盐的测定 .....	283
(五) 焦磷酸盐的测定 .....	285
第十六章 镀金溶液 .....	287
(一) 金的测定.....	287
方法 1: 重量法 .....	287
方法 2: 碘量法 (不适用于含银、铜的溶液) .....	288
(二) 游离氰化物的测定 .....	289
(三) 氢氧化钠的测定 .....	290
第十七章 镀前及镀后处理溶液.....	292
第一节 酸洗溶液 .....	292
(一) 硫酸 (或盐酸) 的测定 .....	292
(二) 铁的测定.....	293
(三) 氯化物的测定.....	294
第二节 去油溶液 .....	295
(一) 氢氧化钠和碳酸钠混合液的分析 .....	295
(二) 氢氧化钠、碳酸钠和磷酸三钠混合液的分析 .....	297
(三) 氢氧化钠、碳酸钠、磷酸三钠和硅酸钠混合液的 分析.....	299
1. 氢氧化钠、碳酸钠和磷酸三钠的测定 .....	299

2. 硅酸钠的测定 .....	299
(四) 氰化钠和碳酸钠混合液的分析 .....	301
1. 游离氰化钠的测定 .....	301
方法 1: 硫酸镍容量法 .....	301
方法 2: 硝酸银容量法 .....	302
2. 碳酸钠的测定 .....	303
第三节 钢铁电抛光溶液 .....	304
(一) 硫酸、磷酸的连续测定 .....	304
(二) 铬酐及三价铬的测定 .....	305
(三) 铁的测定 .....	305
(四) 铜的测定 .....	306
第四节 钝化溶液 .....	308
(一) 锌钝化溶液 .....	308
1. 铬酐的测定 .....	308
方法 1: 碘量法 .....	308
方法 2: 亚铁滴定法 .....	309
2. 铬酐及三价铬的测定 .....	310
3. 硫酸的测定 .....	312
4. 硝酸的测定 .....	313
(二) 铜钝化溶液 .....	315
1. 铬酐的测定 .....	315
2. 硫酸的测定 .....	315
3. 氯化物的测定 .....	315
方法 1: 重量法 .....	315
方法 2: 硫氰酸钾滴定法 .....	315
第五节 钢铁氧化溶液 .....	317
(一) 氢氧化钠及碳酸钠的测定 .....	317
(二) 亚硝酸钠的测定 .....	318
第六节 磷化溶液 .....	320
(一) 游离酸度及总酸度的测定 .....	320

(二) 五氧化二磷的测定 .....	321
方法 1: 比色法 .....	321
方法 2: EDTA 滴定法 .....	322
(三) 锌的测定 .....	325
方法 1: 甲醛破蔽法 .....	325
方法 2: EDTA 直接滴定法 .....	326
(四) 亚铁的测定 .....	327
第七节 铝阳极氧化溶液 .....	327
(一) 游离硫酸的测定 .....	327
方法 1: 甲基橙指示碱滴定法 .....	327
方法 2: 酚酞指示碱滴定法 .....	328
(二) 总硫酸的测定 .....	329
(三) 铝的测定 .....	330
(四) 草酸的测定 .....	331
(五) 氯化物的测定 .....	332
第八节 污水 .....	333
(一) 含氟污水中氟化物的测定 .....	333
(二) 含铬污水中铬的测定 .....	334
第十八章 退镀溶液 .....	337
第一节 退铬溶液 .....	337
(一) 氢氧化钠的测定 .....	337
(二) 氯化钠的测定 .....	338
(三) 盐酸的测定 .....	339
第二节 退铜溶液 .....	339
(一) 三氧化铬的测定 .....	340
(二) 硫酸铵的测定 .....	341
方法 1: 硫酸钡重量法 .....	341
方法 2: 硫酸钡沉淀-EDTA 容量法 .....	342
第三节 退铅溶液 .....	344
(一) 氢氧化钠的测定 .....	344



(二) 铬酸钠的测定 .....	344
附录 .....	346
试剂制备 .....	346
1 常用酸及氨水浓度表 .....	361
2 某些物质的当量 .....	362
I. 中和法 .....	362
II. 氧化还原法 .....	363
3 络合滴定中常用的缓冲溶液 .....	364
4 常用氧化还原指示剂 .....	365
5 常用酸碱指示剂 .....	366
6 重量分析换算因数 .....	367
7 容量分析换算因数 .....	369
8 国际原子量表 (1973 年) .....	373
9 对数表 .....	375
10 反对数表 .....	378