

实用电镀技术丛书

中国表面工程协会电镀分会组织编写

电镀溶液分析技术

徐红娣 邹群 编著



化学工业出版社

化学与应用化学出版中心

实用电镀技术丛书

电镀溶液分析技术

中国表面工程协会电镀分会组织编写
徐红娣 邹群 编著

化学工业出版社
化学与应用化学出版中心
·北京·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目(CIP)数据

电镀溶液分析技术/徐红娣, 邹群编著. —北京: 化学工业出版社, 2003. 4
(实用电镀技术丛书)
ISBN 7-5025-3259-5

I. 电… II. ①徐…②邹… III. 电镀液-化学分析 IV. TQ153

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2003) 第 014411 号

实用电镀技术丛书

电镀溶液分析技术

中国表面工程协会电镀分会组织编写

徐红娣 邹群 编著

责任编辑: 杜进祥 孙绥中

责任校对: 陈 静

封面设计: 潘 峰

*

化学工业出版社 出版发行
化学与应用化学出版中心

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话: (010) 64982530

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

北京市彩桥印刷厂印刷

三河市东柳装订厂装订

开本 850 毫米×1168 毫米 1/32 印张 16 字数 422 千字

2003 年 4 月第 1 版 2003 年 4 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-3259-5/TQ·1371

定 价: 35.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换
京工商广临字 2003-003 号

《实用电镀技术丛书》编委会

主任：郭鹤桐，胡铁骑

副主任：姚素薇，屠振密

委员：（以姓氏笔画为序）

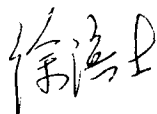
冯绍彬	郑州轻工业学院
向荣	西安电镀协会
李宁	哈尔滨工业大学
张允诚	北京电镀学会
张立茗	武汉材料保护研究所
张宏祥	天津大学
张景双	哈尔滨工业大学
姚素薇	天津大学
胡如南	北京航空航天大学
胡铁骑	武汉材料保护研究所
徐红娣	武汉材料保护研究所
秦宝兴	上海电镀协会
袁国伟	广州市二轻研究所
郭鹤桐	天津大学
屠振密	哈尔滨工业大学

序 言

电镀（包括一些与液相中化学表面成膜反应有关的过程）既能赋予各种金属和非金属器件美丽的外观和优异的耐腐蚀性能、耐磨损性能，又能使器件表面获得多种特殊的功能，使之成为新型的功能材料，甚至还可作为形成某些金属基复合结构材料的手段。因此，电镀在各工业生产部门中应用范围之广，实属罕见。改革开放以来，随着信息、电子、航空、航天、能源、核工业等高新技术领域的飞速发展，中国的电镀技术也取得了大量的令人瞩目的新成就。在当前，新产品、新思路、新目标不断地被提出，新工艺、新设备、新材料源源被开发，特别是在我国加入WTO后，我国的机电产品和电镀行业更是面临着前所未有的机遇和挑战。为了更好地为我国的经济建设服务，中国表面工程协会电镀分会特地组织国内一些从事电镀教学与科研的专家、学者以及富有实践经验的高级工程技术人员联合编写《实用电镀技术丛书》，以期为电镀企业提升质量、提高效率、降低成本、革新技术、解决难题提供有益的帮助，并供有关的科研人员及大专院校师生在工作学习中参考。

本套丛书包括《实用电镀添加剂》、《现代功能性镀层》、《防护装饰性镀层》、《电镀溶液与镀层性能测试》、《电镀溶液分析技术》、《电镀设备的设计与选用》、《电镀清洁生产工艺》、《化学镀实用技术》等分册。编写过程中，编写人员坚持以“简明实用、选材新颖、特色鲜明、通俗易懂、保护环境”为主导思想，精益求精，力求丛书内容能满足广大读者的需求。通过作者的辛勤劳动和创新构思，本套丛书将以新颖的内容、实用的技术、准确的论述和完整的资料，奉献给广大读者，为新世纪我国电镀事业的发展做出新贡献。

中国工程院院士



2003年2月

前 言

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了很大进展,电镀生产中应用的电镀工艺镀种广,工艺条件宽,电镀溶液分析技术有新的进展,为此编者结合电镀行业生产实际,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《常用电镀溶液分析》第3版的基础上重新编写了本书。本次编写增添了多元合金电镀溶液分析方法(如镍钴、镍钴锰、锌镍铁、焦磷酸镀镍钴、钯镍等),添加剂的分析方法(如吡啶鎓丙基硫代甜菜碱、二巯基丙醇分析方法),化学镀的分析方法(如化学镀铜、化学镀镍磷钨、化学镀钴磷),还增加了一些杂质的分析方法,增加了同一成分多种分析方法(如锡钴镀镍中锡的光度测定方法,焦磷酸盐的电导测定方法等等),此外本书中还增加了新的测试方法(如电导法、紫外分光光度法等)在电镀溶液分析中的应用。原《常用电镀溶液分析》第3版中有关镀层分析、鉴定的内容请参考本丛中《电镀溶液与镀层性能测试》一书。

本书在编写过程中,得到了天津大学郭鹤桐教授、哈尔滨工业大学屠振密教授与原机械工业部武汉材料保护研究所副总工程师张立茗(教授级)高级工程师的大力支持;哈尔滨工业大学李宁教授提供了化学镀分析方法的部分资料;天津大学肖新亮教授在百忙之中审读了全稿,并提出了详细的修改意见。在此一并表示衷心感谢!

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

由于编者水平有限,本次编写仍有不足之处,欢迎广大读者批评指正。

徐红娣 邹 群

2003年2月

内 容 提 要

本书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。全书共分 17 章,包括镀铬溶液,镀锌溶液,镀铜溶液,镀镍溶液,镀镉溶液,镀锡溶液,镀银溶液,镀金溶液,镀其它单金属溶液,镀合金溶液,化学镀溶液,钢铁的氧化和磷化溶液,铝及其合金的氧化与着色溶液,其它金属的氧化溶液,镀前和镀后处理溶液,废水溶液,电镀溶液杂质元素的原子吸收分光光度分析法等等。

本书内容全面,综合性强,方法实用,语言精炼,可供从事电镀溶液分析的工作人员阅读,也可供相关科技人员及大中专院校师生在工作学习中参考。

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
二、三价铬的测定	4
三、硫酸的测定	6
第二节 复合镀铬溶液	10
一、铬酐和硫酸的测定	10
二、硫酸的测定	11
三、氟硅酸钠的测定	11
四、硒酸钠的测定	18
第三节 快速镀铬溶液	19
一、铬酐及硫酸的测定	19
二、硼酸的测定	19
三、氧化镁的测定	21
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
二、铜的测定	25
三、锌的测定	28
四、氯化物的测定	30
五、硝酸根的定性检验	34
六、氯离子的定性检验	35
七、镍的测定	36
第二章 镀锌溶液	37
第一节 氰化镀锌溶液	37

一、锌的测定	37
二、总氰化物的测定	39
三、总氰化钠及锌的连续测定	40
四、总氢氧化钠及锌的连续测定	41
五、总氢氧化钠的测定	43
六、碳酸钠的测定	43
七、硫化钠的测定	44
八、铁的测定	45
九、铜的测定	47
十、铅的定性检验	50
第二节 酸性镀锌溶液	50
一、锌的测定	50
二、铝的测定	51
三、锌、铝联合测定	52
四、氯化物的测定	53
五、铁的测定	54
第三节 硫酸盐镀锌溶液	56
一、锌的测定	56
二、 H_3BO_3 的测定	57
第四节 锌酸盐镀锌溶液	57
一、锌的测定	57
二、氢氧化钠的测定	59
三、三乙醇胺的测定	60
四、总氢氧化钠、三乙醇胺、氧化锌及碳酸钠的连续测定	62
第五节 氯化钾镀锌溶液	64
一、锌的测定	64
二、氯化物的测定	64
三、硼酸的测定	65
第三章 镀铜溶液	66
第一节 氰化镀铜溶液	66
一、铜的测定	66
二、游离氰化物的测定	68
三、总氰化物的测定	69

四、氢氧化钠的测定	70
五、碳酸钠的测定	71
六、酒石酸钾钠的测定	71
七、硫氰酸钾的测定	73
八、氰化钠、氢氧化钠、碳酸钠的联测	74
第二节 酸性镀铜溶液	75
一、铜的测定	75
二、硫酸的测定	78
三、铁的测定	78
四、氯离子的测定	80
第三节 焦磷酸盐镀铜溶液	81
一、铜的测定	81
二、总焦磷酸根的测定	82
三、正磷酸盐的测定	84
四、柠檬酸铵的测定	86
五、铬的测定	88
第四节 HEDP 镀铜溶液	88
一、硫酸铜的测定	88
二、HEDP 的测定	89
第四章 镀镍溶液	94
第一节 普通镀镍溶液	94
一、镍、镁连续测定	94
二、镁的测定	98
三、硼酸的测定	99
四、氯化物的测定	102
五、硫酸钠的测定	103
六、铜的测定	105
七、铁的测定	106
八、硝酸根的测定	107
九、铬的测定	109
十、锌的测定	110
第二节 柠檬酸铵镀镍溶液	113
一、硫酸镍的测定	113

二、柠檬酸钠的测定	114
三、氯化钠的测定	115
四、硼酸的测定	115
第三节 镀黑镍溶液	115
一、锌的测定	115
二、镍的测定	116
三、硫氰酸钠的测定	117
四、锌、镍连续测定	119
五、硼酸的测定	120
第四节 光亮镀镍溶液	120
一、镍的测定	120
二、钴的测定	121
三、甲醛的测定	123
四、1,4-丁炔二醇的测定	124
五、糖精钠的测定	126
六、十二烷基硫酸钠的测定	129
七、吡啶鎓丙基硫代甜菜碱 (PPS) 的测定	130
第五节 氨磺酸镀镍溶液	131
一、氨磺酸的测定	131
二、镍的测定	132
三、氯化物的测定	133
四、硼酸的测定	134
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
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、碳酸钠和氢氧化钠的联测	140
七、镍的测定	141
八、铜的测定	141
九、铁的测定	143

第二节	硫酸镀镉溶液	144
一、	镉的测定	144
二、	铝的测定	145
三、	铁的测定	145
四、	硫酸铵的测定	145
第三节	氯化铵 - 氨三乙酸 - EDTA 镀镉溶液	146
一、	镉的测定	146
二、	氯化铵的测定	148
三、	乙二胺四乙酸钠 (EDTA) 和氨三乙酸的测定	149
第六章	镀锡溶液	152
第一节	碱性镀锡溶液	152
一、	锡酸钠 (总锡) 的测定	152
二、	二价锡的测定	156
三、	氢氧化钠的测定	157
四、	醋酸钠的测定	158
五、	碳酸钠的测定	160
第二节	氟硼酸镀锡溶液	162
一、	二价锡的测定	162
二、	游离氟硼酸的测定	163
三、	游离硼酸的测定	164
第三节	硫酸镀锡溶液	165
一、	二价锡的测定	165
二、	四价锡的测定	166
三、	游离硫酸的测定	166
四、	游离硫酸及甲酚磺酸的测定	166
五、	氯化物的测定	168
六、	铜的测定	168
七、	铁的测定	169
第七章	镀银溶液	171
第一节	氰化镀银溶液	171
一、	银的测定	171
二、	游离氰化物的测定	174
三、	总氰化物的测定	175

四、碳酸钾的测定	175
五、氢氧化钾的测定	176
六、铜的测定	177
第二节 亚铁氰化物镀银溶液	179
一、银的测定	179
二、亚铁氰化钾的测定	180
三、硫氰酸钾的测定	181
四、碳酸钾的测定	181
第三节 NS 镀银溶液	182
一、硝酸银的测定	182
二、亚氨基二磺酸铵 (NS) 的测定	184
三、铜的测定	184
四、硫酸铵的测定	185
第四节 乙二胺镀银溶液	186
一、游离氰化钾的测定	186
二、氰化银的测定	187
三、氯化钾的测定	187
四、柠檬酸铵的测定	188
五、乙二胺的测定	189
第五节 磺基水杨酸镀银溶液	190
一、磺基水杨酸的测定	190
二、硝酸银的测定	191
三、乙酸铵的测定	192
第八章 镀金溶液	193
第一节 氰化镀金溶液	193
一、金的测定	193
二、游离氰化物的测定	195
三、氢氧化钠的测定	196
四、碳酸钠的测定	197
五、氯离子的测定	197
六、氢氧化钠 - 碳酸钠联测	198
七、铁的测定	199
八、铜的测定	199

第二节	酸性镀金溶液	200
一、	金的测定	200
二、	酒石酸锑钾的测定	200
三、	柠檬酸铵的测定	201
第三节	碱性镀金溶液	202
一、	金的测定	202
二、	亚硫酸根的测定	203
三、	柠檬酸钾的测定	204
第九章	镀其它单金属溶液	205
第一节	镀铁溶液	205
一、	二价铁的测定	205
二、	总铁的测定	207
三、	氯化物的测定	208
四、	二价锰的测定	210
五、	三价铁的测定	213
六、	游离盐酸的测定	214
第二节	镀铅溶液(氟硼酸盐镀铅)	215
一、	铅的测定	215
二、	游离氟硼酸的测定	216
三、	游离氟硅酸的测定	216
四、	游离硼酸的测定	217
第三节	镀钡溶液	218
一、	钡的测定	218
二、	总氯离子的测定	220
第四节	镀铈溶液	220
一、	铈的测定	220
二、	硫酸根的测定	221
第五节	镀铂溶液	222
一、	铂的测定	222
二、	亚硝酸盐的测定	223
第六节	镀铟溶液	223
一、	铟的测定	224
二、	硫酸钠的测定	226

第七节 镀铈溶液	226
一、铈的测定	226
二、游离酸的测定	227
第八节 镀钴溶液	228
一、钴的测定	228
二、氯化物的测定	229
三、硼酸的测定	229
第十章 镀合金溶液	231
第一节 镀镍钨合金溶液	231
一、硫酸镍的测定 (络合滴定法)	231
二、钨酸钠的测定 (硫氰酸盐比色法)	231
三、柠檬酸的测定 (络合滴定法)	232
第二节 镍镍钴金刚石溶液	234
一、镍的测定	234
二、钴的测定	234
三、硼酸的测定	235
四、氯化镍的测定	236
第三节 镀镍钴锰合金溶液	237
一、镍钴锰联合测定	237
二、氯化钠的测定	238
三、硼酸的测定	239
第四节 镀锌镍铁合金溶液	239
一、锌的测定	239
二、镍的测定	240
三、铁的测定	240
四、焦磷酸钾的测定	242
第五节 镀镍铁合金溶液	243
一、硫酸镍的测定	243
二、总铁与三价铁的测定	244
三、硼酸的测定	245
四、氯化钠的测定	245
五、RC 稳定剂 (葡萄糖酸钠) 的测定	246
六、镍和硼酸的联测	247

七、总铁和二价铁的联测	248
第六节 镀锌铁合金溶液	249
一、锌的测定	249
二、总铁的测定	250
三、三价铁的测定	251
四、氢氧化钠的测定	252
五、三乙醇胺的测定	253
六、氯化钾的测定	253
七、硼酸的测定	254
第七节 镀铁磷合金溶液	255
一、铁的测定(碘量法)	255
二、次磷酸钠的测定(溴量法)	256
三、氯化钠的测定(硫氰酸盐法)	257
四、游离柠檬酸的测定(酸碱滴定法)	258
第八节 镀锌镍合金(碱性)溶液	259
一、锌的测定	259
二、氢氧化钠的测定	260
三、镍的测定	260
第九节 镀铅锡合金溶液	261
一、氟硼酸镀铅锡合金溶液	261
(一) 铅的测定	262
(二) 二价锡的测定	263
(三) 锡、铅的连续测定	263
(四) 游离氟硼酸的测定	265
(五) 游离硼酸的测定	266
(六) 对苯二酚的测定	267
二、氟硼酸镀铅锡铜合金溶液	268
(一) 铅的测定	268
(二) 锡的测定	269
(三) 铜的测定	270
(四) 游离氟硼酸和硼酸的测定	271
三、柠檬酸镀铅锡合金电溶液	271
(一) 柠檬酸的测定	271

(二) 铅、锡的连续测定	272
第十节 镀铜锡合金溶液	274
一、氰化物 - 锡酸盐镀铜锡合金溶液	274
(一) 铜的测定	274
(二) 锡的测定	276
(三) 铜、锡连续测定	278
(四) 游离氰化物的测定	279
(五) 氢氧化钠的测定	280
(六) 亚锡酸盐的定性检验	281
(七) 碳酸钠的测定	281
二、柠檬酸盐 - 锡酸盐镀铜锡合金溶液	281
(一) 柠檬酸钾的测定	281
(二) 铜的测定	283
(三) 锡的测定	283
(四) 磷酸根的测定	284
三、焦磷酸盐镀铜锡合金溶液	285
(一) 铜的测定	285
(二) 二价锡的测定	286
(三) 四价锡的测定	287
(四) 总焦磷酸根的测定 (EDTA 滴定法)	288
(五) 正磷酸盐的测定	289
(六) 硝酸钾的测定	290
第十一节 镀铜锌合金 (黄铜) 溶液	290
一、氰化镀黄铜溶液	290
(一) 铜的测定	291
(二) 锌的测定	292
(三) 铜、锌的连续测定	292
(四) 总氰化物的测定	295
(五) 游离氰化物的测定	296
(六) 氢氧化钠的测定	297
(七) 碳酸钠的测定	297
二、焦磷酸盐镀黄铜溶液	297
(一) 铜锌联测	297