

常用  
电镀溶液的分析

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

**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 · 字数 267 千字  
1974 年 10 月北京第一版 · 1974 年 10 月北京第一次印刷  
印数 00,001—33,500 · 定价 1.25 元

\*

统一书号, 15033 · 4225

## 前 言

在党的“鼓足干劲，力争上游，多快好省地建设社会主义”总路线照耀下，我国的电镀技术有了迅速的进展。尤其是无产阶级文化大革命以来，我国广大电镀技术工作者，在无氰电镀的试验、研究与运用上，取得了丰硕的成果。随着电镀技术，特别是无氰电镀技术的发展，我国的镀液分析技术相应地有了很大的进步。为了适应社会主义建设发展的需要，根据广大电镀技术工作者和镀液分析人员的要求，我所参照历年积累的技术资料，并向有关单位广泛征集资料、意见，及参考新近的国外有关资料，通过验证、试用比较后，编写了本书。

本书内容包括国内机械工业、轻工业等部门常用电镀溶液主要成分及有害杂质的实用分析方法。也考虑了一般电镀车间(厂)的仪器设备条件,对分析速度,分析准确度的要求。由于我们水平所限,资料收集不完全,特别是无氰镀液分析方法还不够成熟,书中缺点、错误之处,望读者指正。

一九六五年,机械工业出版社曾出版了上海市轻工业研究所编的《电镀溶液分析方法》一书,受到读者欢迎。《常用电镀溶液的分析》是在该书的基础上改写的,并得到上海市轻工业研究所的支持协助;本书编写中还得到上海、天津、北京、广东、江苏、陕西、四川等十六省、市、自治区的轻工部、四机部、一机部、解放军等六十余厂、所、校的大力协助,特此一并表示衷心的感谢!

武汉材料保护研究所

一九七三年四月

# 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
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 .....	19
(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 .....	23
(一) 铁的测定 .....	23

方法 1: 重铬酸钾滴定法 .....	23
方法 2: EDTA 滴定法 .....	25
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
(三) 氯化物的测定 .....	31
(四) 硝酸根定性检验 .....	32
第二章 镀锌溶液 .....	33
第一节 氰化镀锌溶液 .....	33
(一) 锌的测定 .....	33
方法 1: EDTA 滴定法 .....	33
方法 2: 硫代硫酸钠滴定法 .....	34
(二) 总氰化物的测定 .....	36
(三) 总氢氧化钠的测定 .....	37
(四) 碳酸钠的测定 .....	38
(五) 硫化钠的测定 .....	40
(六) 铁的测定 .....	41
(七) 铜的测定 .....	42
方法 1: 铜试剂比色法 .....	42
方法 2: 重量法 .....	44
第二节 酸性镀锌溶液 .....	45
(一) 锌的测定 .....	45
(二) 铝的测定 .....	46
(三) 锌、铝联合测定 .....	48
第三节 氨三乙酸-氯化铵镀锌溶液 .....	49
(一) 锌的测定 .....	50
方法 1: EDTA 滴定法 (以二甲苯酚橙为指示剂) .....	50
方法 2: EDTA 滴定法 (甲醛破蔽-铬黑 T 指示) .....	51
方法 3: EDTA 直接滴定法 (铬黑 T 指示) .....	52
(二) 氨三乙酸的测定 .....	53

方法 1: 三氯化铁滴定法 .....	53
方法 2: 硫化钠去 $Zn^{++}$ , 氯化钙滴定法 .....	55
方法 3: EDTA 回滴法 .....	56
方法 4: 氯化钙直接滴定法 .....	58
(三) 氯化铵的测定 .....	59
方法 1: 酸碱滴定法 .....	59
方法 2: 硝酸银滴定法 .....	60
(四) 硼酸的测定 .....	60
方法 1: 快速法之一 .....	60
方法 2: 快速法之二 .....	61
(五) 硫脲的测定 .....	62
方法 1: 硫代硫酸钠滴定法 .....	62
方法 2: 碘直接滴定法 .....	63
(六) 柠檬酸的测定 .....	64
(七) 铁的测定 .....	65
第四节 三乙醇胺-氢氧化钠镀锌溶液 .....	66
(一) 锌的测定 .....	66
(二) 氢氧化钠的测定 .....	67
(三) 三乙醇胺的测定 .....	68
方法 1: 硫酸铜比色法 .....	68
方法 2: 钒酸铵比色法 .....	70
第三章 镀铜溶液 .....	72
第一节 氰化镀铜溶液 .....	72
(一) 铜的测定 .....	72
方法 1: EDTA 滴定法 .....	72
方法 2: 碘量法 .....	73
方法 3: 电解法 .....	75
(二) 游离氰化物的测定 .....	76
(三) 总氰化物的测定 .....	77
(四) 氢氧化钠的测定 .....	79
(五) 碳酸钠的测定 .....	80
(六) 酒石酸钾钠的测定 .....	80

第二节 酸性镀铜溶液 .....	82
(一) 铜的测定 .....	82
方法 1: EDTA 滴定法 .....	82
方法 2: 碘量法 .....	83
方法 3: 电解法 .....	83
(二) 硫酸的测定 .....	84
方法 1: 甲基橙指示滴定法 .....	84
方法 2: 容量法 .....	85
(三) 铁的测定 .....	86
第三节 焦磷酸盐镀铜溶液 .....	87
(一) 铜的测定 .....	87
方法 1: EDTA 滴定法 .....	87
方法 2: 硫代硫酸钠滴定法 .....	87
方法 3: 电解法 .....	88
(二) 总焦磷酸根的测定 .....	89
方法 1: 酸碱滴定法 .....	89
方法 2: 重量法 .....	90
方法 3: EDTA 滴定法 .....	92
(三) 正磷酸盐的测定 .....	94
方法 1: EDTA 滴定法 .....	94
方法 2: 重量法 .....	95
(四) 硝酸钠的测定 .....	96
方法 1: 蒸馏法 .....	96
方法 2: 容量法 .....	97
(五) 铵盐的测定 .....	98
第四节 乙二胺镀铜溶液 .....	100
(一) 硫酸铜的测定 .....	100
方法 1: 硫代硫酸钠滴定法 .....	100
方法 2: EDTA 滴定法 .....	101
(二) 乙二胺的测定 .....	102
方法 1: 碱滴定法 .....	102
方法 2: 酸滴定法 .....	103



## 目 录

(三) 氨三乙酸的测定 .....	104
(四) 硝酸盐的测定 .....	105
(五) 铵盐的测定 .....	106
第五节 化学镀铜溶液 .....	107
(一) 硫酸铜的测定 .....	108
(二) 酒石酸钾钠的测定 .....	109
(三) 甲醛的测定 .....	109
(四) 氢氧化钠的测定 .....	111
(五) 氯化镍的测定 .....	111
第四章 镀镍溶液 .....	113
第一节 普通镀镍溶液 .....	113
(一) 镍的测定 .....	113
方法 1: EDTA 滴定法测镍及镍、镁含量 .....	113
方法 2: 氢氧化铵去镁 EDTA 滴定法 .....	115
方法 3: 丁二酮肟重量法 .....	115
(二) 镁的测定 .....	117
方法 1: EDTA 滴定法 .....	117
方法 2: 磷酸铵镁重量法 .....	118
方法 3: 铜试剂去镍 EDTA 滴定法 .....	119
(三) 硼酸的测定 .....	120
方法 1: 快速法之一 .....	120
方法 2: 快速法之二 .....	121
方法 3: 快速法之三 .....	122
方法 4: 分离测定法 .....	123
(四) 氯化物的测定 .....	124
方法 1: 硝酸银滴定法 .....	124
方法 2: 硫氰酸钾滴定法 .....	125
(五) 硫酸钠的测定 .....	127
(六) 铜的测定 .....	128
(七) 铁的测定 .....	130
(八) 硝酸根的定性检验 .....	131

第二节 化学镀镍溶液 .....	131
(一) 镍的测定 .....	131
(二) 次磷酸钠及亚磷酸钠的测定 .....	132
方法 1: 硝酸钡滴定法 .....	132
方法 2: 碘量法 .....	136
第三节 镀黑镍溶液 .....	138
(一) 锌的测定 .....	138
(二) 镍的测定 .....	139
方法 1: EDTA 滴定法 .....	139
方法 2: 重量法 .....	140
(三) 硫氰酸钠的测定 .....	140
(四) 镍、锌连续测定 .....	141
第四节 光亮镀镍溶液 .....	142
(一) 镍的测定 .....	142
方法 1: EDTA 滴定法 .....	142
方法 2: 丁二酮肟沉淀——EDTA 滴定法 .....	144
(二) 钴的测定 .....	145
方法 1: 过硼酸盐容量法 .....	145
方法 2: $\alpha$ -亚硝基- $\beta$ -萘酚重量法 .....	146
方法 3: EDTA 滴定法 .....	148
(三) 甲醛的测定 .....	149
(四) 1,4-丁炔二醇的测定 .....	150
方法 1: 溴甲醇氧化-碘量法 .....	150
方法 2: 过磷酸氧化-碘量法 .....	151
(五) 糖精钠的测定 .....	152
第五章 镀镉溶液 .....	154
第一节 氰化镀镉溶液 .....	154
(一) 镉的测定 .....	154
方法 1: EDTA 滴定法 .....	154
方法 2: 碘量法 .....	155
(二) 总氰化物的测定 .....	156

(三) 游离氰化物的测定 .....	157
(四) 氢氧化钠的测定 .....	158
(五) 碳酸钠的测定 .....	158
第二节 硫酸镀镉溶液 .....	158
(一) 镉的测定 .....	159
方法 1: 硫代硫酸钠滴定法 .....	159
方法 2: EDTA 滴定法 .....	160
(二) 铝的测定 .....	161
(三) 铁的测定 .....	161
第三节 氯化铵-氨三乙酸-乙二胺四乙酸镀镉 溶液 .....	162
(一) 镉的测定 .....	162
方法 1: EDTA 直接滴定法 .....	162
方法 2: 碘量法 .....	163
方法 3: EDTA 回滴法 .....	164
(二) 氯化铵的测定 .....	165
(三) 氨三乙酸的测定 .....	166
(四) 乙二胺四乙酸的测定 .....	166
方法 1: EDTA 滴定法 .....	166
方法 2: 锌盐滴定法 .....	167
第六章 镀铁溶液 .....	169
(一) 二价铁的测定 .....	169
方法 1: 重铬酸钾滴定法 .....	169
方法 2: 高锰酸钾滴定法 .....	170
(二) 总铁的测定 .....	171
方法 1: 氧化还原法 .....	171
方法 2: EDTA 滴定法 .....	172
(三) 氯化物的测定 .....	173
(四) 二价锰的测定 .....	175
(五) 硫酸钾的测定 .....	177
(六) 草酸的测定 .....	178

第七章 镀银溶液 .....	180
第一节 氰化镀银溶液 .....	180
(一) 银的测定 .....	180
方法 1: 硫氰酸钾滴定法 .....	180
方法 2: EDTA 滴定法 .....	181
(二) 游离氰化物的测定 .....	183
(三) 总氰化物的测定 .....	183
(四) 碳酸钾的测定 .....	183
(五) 氢氧化钾的测定 .....	184
(六) 铜的测定 .....	186
第二节 亚铁氰化物镀银溶液 .....	187
(一) 银的测定 .....	187
(二) 亚铁氰化钾的测定 .....	188
(三) 硫氰酸钾的测定 .....	189
(四) 碳酸钾的测定 .....	190
第八章 镀锡溶液 .....	192
第一节 碱性镀锡溶液 .....	192
(一) 锡酸钠(总锡)的测定 .....	192
方法 1: 碘量法 .....	192
方法 2: EDTA 容量法 .....	194
方法 3: 重量法 .....	196
(二) 二价锡的测定 .....	197
(三) 氢氧化钠的测定 .....	199
(四) 醋酸钠的测定 .....	200
(五) 碳酸钠的测定 .....	202
第二节 氟硼酸镀锡溶液 .....	203
(一) 二价锡的测定 .....	203
(二) 游离氟硼酸的测定 .....	204
(三) 游离硼酸的测定 .....	205
第三节 硫酸镀锡溶液 .....	206

## Ⅱ

(一) 二价锡的测定 .....	206
(二) 四价锡的测定 .....	207
(三) 游离硫酸的测定 .....	207
(四) 游离硫酸及甲酚磺酸的测定 .....	208
第九章 镀铅溶液 (氟硼酸盐镀铅) .....	211
(一) 铅的测定 .....	211
方法 1: EDTA 容量法 .....	211
方法 2: 硫酸铅重量法 .....	212
(二) 游离氟硼酸的测定 .....	213
(三) 游离氟硅酸的测定 .....	214
(四) 游离硼酸的测定 .....	215
第十章 镀铅锡合金溶液 .....	217
(一) 铅的测定 .....	217
(二) 锡的测定 .....	218
(三) 锡、铅的连续测定 .....	219
(四) 游离氟硼酸的测定 .....	220
方法 1: 无指示剂碱滴定法 .....	220
方法 2: 二苯胺橙指示碱滴定法 .....	221
(五) 游离硼酸的测定 .....	222
(六) 对苯二酚的测定 .....	223
第十一章 镀铜锡合金溶液 .....	225
第一节 氰化物-锡酸盐镀铜锡合金溶液 .....	225
(一) 铜的测定 .....	225
方法 1: 碘量法 .....	225
方法 2: EDTA 滴定法 .....	226
(二) 锡的测定 .....	227
方法 1: 碘量法 .....	227
方法 2: 重量法 .....	229
(三) 铜、锡的连续测定 .....	230
方法 1: EDTA 滴定法之一 .....	230
方法 2: EDTA 滴定法之二 .....	232

(四) 游离氰化物的测定 .....	234
(五) 氢氧化钠的测定 .....	235
(六) 碳酸钠的测定 .....	236
(七) 三乙醇胺的测定 .....	236
(八) 酒石酸钾钠的测定 .....	238
第二节 焦磷酸盐镀铜锡合金溶液 .....	238
(一) 铜的测定 .....	238
(二) 二价锡的测定 .....	239
(三) 四价锡的测定 .....	240
(四) 正磷酸盐的测定 .....	241
(五) 总焦磷酸根的测定 .....	243
方法 1: 酸碱滴定法 .....	243
方法 2: 重量法 .....	244
(六) 硝酸盐的测定 .....	245
第十二章 镀铜锡镍合金溶液 .....	247
(一) 铜、锡、镍的连续测定 .....	247
(二) 正磷酸盐的测定 .....	249
(三) 总焦磷酸根的测定 .....	249
第十三章 镀铜锌合金(黄铜)溶液 .....	250
(一) 铜的测定 .....	250
方法 1: 碘量法 .....	250
方法 2: 电解法 .....	251
(二) 锌的测定 .....	252
(三) 铜、锌的连续测定 .....	252
方法 1: EDTA 滴定法 .....	252
方法 2: 硫代硫酸钠滴定法 .....	254
(四) 总氰化物的测定 .....	256
(五) 游离氰化物的测定 .....	257
方法 1: 硫酸镍滴定法 .....	257
方法 2: EDTA 滴定法 .....	258
(六) 氢氧化钠的测定 .....	259

(七) 碳酸钠的测定 .....	259
第十四章 镀锡锌合金溶液 .....	260
(一) 锡的测定 .....	260
方法 1: 重量法 .....	260
方法 2: 碘量法 .....	261
(二) 锌的测定 (EDTA 滴定法) .....	262
(三) 总氰化物的测定 .....	263
(四) 氢氧化钠的测定 .....	263
(五) 碳酸钠的测定 .....	264
第十五章 镀锌铁合金或锌铁镍合金溶液 .....	265
(一) 锌的测定 (EDTA 滴定法) .....	265
(二) 铁的测定 .....	267
方法 1: 比色法 .....	267
方法 2: 磷酸铁沉淀-EDTA 滴定法 .....	268
(三) 镍的测定 .....	269
(四) 正磷酸盐的测定 .....	270
(五) 焦磷酸盐的测定 .....	272
第十六章 镀金溶液 .....	273
(一) 金的测定 .....	273
方法 1: 重量法 .....	273
方法 2: 碘量法 (不适用于含银、铜的溶液) .....	274
(二) 游离氰化物的测定 .....	275
(三) 氢氧化钠的测定 .....	276
第十七章 镀前及镀后处理溶液 .....	278
第一节 酸洗溶液 .....	278
(一) 硫酸 (或盐酸) 的测定 .....	278
(二) 铁的测定 .....	279
(三) 氯化物的测定 .....	280
第二节 去油溶液 .....	281
(一) 氢氧化钠和碳酸钠混合液的分析 .....	281

(二) 氢氧化钠、碳酸钠和磷酸三钠混合液的分析 .....	283
(三) 氢氧化钠、碳酸钠、磷酸三钠和硅酸钠混合液的 分析 .....	285
1. 氢氧化钠、碳酸钠和磷酸三钠的测定 .....	285
2. 硅酸钠的测定 .....	285
(四) 氰化钠和碳酸钠混合液的分析 .....	286
1. 游离氰化钠的测定 .....	286
方法 1: 硫酸镍容量法 .....	286
方法 2: 硝酸银容量法 .....	288
2. 碳酸钠的测定 .....	289
第三节 钢铁电抛光溶液 .....	289
(一) 硫酸、磷酸的连续测定 .....	289
(二) 铬酐及三价铬的测定 .....	291
(三) 铁的测定 .....	291
(四) 铜的测定 .....	292
第四节 钝化溶液 .....	293
(一) 锌钝化溶液 .....	293
1. 铬酐的测定 .....	293
方法 1: 碘量法 .....	293
方法 2: 亚铁滴定法 .....	295
2. 铬酐及三价铬的测定 .....	296
3. 硫酸的测定 .....	297
4. 硝酸的测定 .....	298
(二) 铜钝化溶液 .....	300
1. 铬酐的测定 .....	300
2. 硫酸的测定 .....	300
3. 氯化物的测定 .....	300
方法 1: 重量法 .....	300
方法 2: 硫氰酸钾滴定法 .....	300
第五节 钢铁氧化溶液 .....	302
(一) 氢氧化钠及碳酸钠的测定 .....	302



(二) 亚硝酸钠的测定	304
第六节 磷化溶液	305
(一) 游离酸度及总酸度的测定	305
(二) 五氧化二磷的测定	307
方法 1: 比色法	307
方法 2: EDTA 滴定法	308
(三) 锌的测定	310
方法 1: 甲醛破蔽法	310
方法 2: EDTA 直接滴定法	311
(四) 亚铁的测定	312
第七节 铝阳极氧化溶液	312
(一) 游离硫酸的测定	312
方法 1: 甲基橙指示碱滴定法	312
方法 2: 酚酞指示碱滴定法	313
(二) 总硫酸的测定	314
(三) 铝的测定	315
(四) 草酸的测定	316
(五) 氯化物的测定	317
第八节 污水	318
(一) 含氰污水中氰化物的测定	318
(二) 含铬污水中铬的测定	319
第十八章 退镀溶液	322
第一节 退铬溶液	322
(一) 氢氧化钠的测定	322
(二) 氯化钠的测定	323
(三) 盐酸的测定	324
第二节 退铜溶液	324
(一) 三氧化铬的测定	324
(二) 硫酸铵的测定	326
方法 1: 硫酸钡重量法	326
方法 2: 硫酸钡沉淀-EDTA 容量法	327