

冯开文 编著

实用 SHIYONG
电镀溶液 DIANDU RONGYE
分析方法手册 FENXI FANGFA SHOUCHE

分析方法手册



国防工业出版社
National Defense Industry Press

实用电镀溶液分析 方法手册

冯开文 编著

国防工业出版社

·北京·

图书在版编目 (CIP) 数据

化工单元操作设备设计/张洪流, 张茂润编著. —上海:
华东理工大学出版社, 2011. 12

(高等院校应用型化工人才培养丛书)

ISBN 978 - 7 - 5628 - 3174 - 7

I. ①化… II. ①张… ②张… III. ①化工原理—课程
设计—高等学校—教学参考资料②化工设备—课程设
计—高等学校—教学参考资料③化工机械—课程设计—高
等学校—教学参考资料 IV. ①TQ02 ②TQ05

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 232643 号

“十二五”上海重点图书 高等院校应用型化工人才培养丛书 化工单元操作设备设计

编 著 / 张洪流 张茂润

责任编辑 / 焦婧茹

责任校对 / 金慧娟

封面设计 / 陆丽君 裘幼华

出版发行 / 华东理工大学出版社有限公司

社 址: 上海市梅陇路 130 号, 200237

电 话: (021) 64250306 (营销部) 64252344 (编辑室)

传 真: (021) 64252707

网 址: press.ecust.edu.cn

印 刷 / 上海展强印刷有限公司

开 本 / 787mm×1092mm 1/16

印 张 / 22.25 插页 3

字 数 / 540 千字

版 次 / 2011 年 12 月第 1 版

印 次 / 2011 年 12 月第 1 次

书 号 / ISBN 978 - 7 - 5628 - 3174 - 7/TQ · 165

定 价 / 45.00 元

(本书如有印装质量问题, 请到出版社营销部调换。)

序

天津海林克科技发展有限公司多年来致力于用“使绿色成为可能”的理念推进电镀工艺的发展,在电镀溶液的检测和分析等方面,有着一些贡献,受到了用户的赞许和认可。冯开文先生毕业于南开大学,是公司资深的高级工程师,多年来兢兢业业,并以科学的认知态度、认真的工作作风、不断改进和创新的理念为电镀事业的进步和发展做出了贡献。

冯开文先生在天津海林克科技发展有限公司的支持和帮助下,编著了《实用电镀溶液分析方法手册》。冯开文先生在百忙之中收集和参考了大量资料,难能可贵地对多项分析的方法进行了验证、修定和改进;严格地把住准确性和实用性,并根据清洁生产和节能减排的国家法令,选定了低碳环保的分析方法,对传统的剧毒试剂、放射性试剂也进行了较为彻底的技术革新,采用新技术、新材料、新方法给以取代,减少了对人体的危害和对环境的污染。

《实用电镀溶液分析方法手册》作为《电镀手册》第4版的补充内容,秉承《电镀手册》第4版的写作风格,内容实用,对电镀生产具有指导作用。

中国表面工程协会电镀分会

老专家工作委员会

张允诚

2011年6月

前 言

化验分析是电镀工作者的眼睛,在镀液维护、解决故障、正确执行工艺方面是不可或缺的。我是 20 世纪 60 年代学习化学分析的,参加工作至今,一直从事电镀工艺和镀液分析。特别是在天津海林克科技发展有限公司工作的十几年,接触了较多的镀种,在为客户服务的过程中,积累了一些经验,并从实用角度对一些分析方法做了改进和修正,摸索出一些常用镀种有害杂质的快速定性测定方法,配合在操作现场参考霍耳槽试片情况,可为解决电镀故障指明方向,争取时间。

在天津海林克科技发展有限公司的全力支持和推动下,我把在工作中所积累的经验 and 体会,写出来奉献给电镀同仁。本书主要注重实用性和普及性,力争使用一般的化验室中最普通的仪器就能完成对电镀生产一线的最佳服务;同时更注重选择低碳环保、方便操作的分析方法;并使计算方法和计量单位也尽可能做到规范化。

本书在编写过程中曾参考了多种文献资料,同时在与电镀界挚友的技术交流中也受益匪浅,多有启发。如今在张允诚总工程师的把关和指导下,在国防工业出版社的大力支持下,《实用电镀溶液分析方法手册》终于和大家见面了。

时代是不断进步的,个人的能力、水平和眼界是有限的,本书中肯定会有错误及欠妥之处,恳请广大读者给予批评和指正。随着技术的发展,新的仪器和方法会不断地出现,让我们共同努力,为分析技术的不断完善和进步做出贡献!

编者

2011 年 4 月 30 日

目 录

说明 1

第一部分 电镀单金属

| | |
|----------------------|------------------------|
| 第一章 镀铬溶液 3 | (六) 氯离子的测定 32 |
| 第一节 普通镀铬溶液 3 | (七) 硝酸根的测定 35 |
| 一、铬酐的测定 3 | 第六节 三价铬镀铬溶液 36 |
| 二、三价铬的测定 5 | 一、三价铬的测定 36 |
| 三、硫酸的测定 10 | 二、硼酸的测定 37 |
| 第二节 复合镀铬溶液 14 | 三、甲酸根的测定 38 |
| 一、铬酐的测定 14 | 四、铁杂质的测定 39 |
| 二、氟硅酸的测定 14 | 五、镍杂质的测定 40 |
| 三、硒酸钠的测定 18 | 六、铜杂质的测定 40 |
| 第三节 快速镀铬溶液 19 | 七、六价铬的测定 41 |
| 一、铬酐的测定 19 | 八、六价铬的定性鉴定 42 |
| 二、硼酸的测定 19 | 第二章 镀锌溶液 43 |
| 三、氧化镁的测定 20 | 第一节 氰化镀锌溶液 43 |
| 第四节 镀黑铬溶液 21 | 一、锌的测定 43 |
| 一、铬酐的测定 21 | 二、总氰化物的测定 45 |
| 二、硝酸钠的测定 21 | 三、总氰化钠及锌的连续测定 46 |
| 第五节 杂质 23 | 四、氢氧化钠的测定 47 |
| 一、常见杂质的定性鉴定 23 | 五、碳酸钠的测定 48 |
| 二、常见杂质的定量测定 23 | 六、硫化钠的测定 50 |
| (一) 铁的测定 23 | 七、钼的测定 50 |
| (二) 铜的测定 26 | 八、亚硫酸钠的测定 52 |
| (三) 镍的测定 30 | 九、铁的测定 53 |
| (四) 锌的测定 30 | 十、铜的测定 55 |
| (五) 铝的测定 31 | |

| | | | |
|---------------------------------------|----|--------------------------------|-----|
| 十一、锡的测定 | 56 | 第三章 镀铜溶液 | 87 |
| 十二、铅的定性检验 | 57 | 第一节 氰化镀铜溶液 | 87 |
| 第二节 锌酸盐镀锌溶液 | 58 | 一、铜的测定 | 87 |
| 一、氧化锌的测定 | 58 | 二、游离氰化物的测定 | 89 |
| 二、氢氧化钠的测定 | 59 | 三、总氰化物的测定 | 89 |
| 三、碳酸盐和杂质的测定 | 60 | 四、氢氧化钠的测定 | 90 |
| 四、三乙醇胺的测定 | 60 | 五、碳酸盐的测定 | 91 |
| 五、氢氧化钠和锌的连续 测定 | 62 | 六、酒石酸钾钠的测定 | 91 |
| 第三节 氯化物镀锌 | 63 | 七、硫氰酸钾的测定 | 93 |
| 一、氯化钾镀锌 | 63 | 八、亚硫酸根的测定 | 94 |
| (一) 氯化锌的测定 | 63 | 九、表面活性剂的测定 | 95 |
| (二) 氯化钾的测定 | 64 | 第二节 酸性镀铜溶液 | 95 |
| (三) 硼酸的测定 | 65 | 一、硫酸铜的测定 | 95 |
| (四) 铁杂质的定性测定 | 66 | 二、硫酸的测定 | 98 |
| (五) 铁杂质的定量测定 | 66 | 三、铁的测定 | 98 |
| (六) 铜杂质的测定 | 68 | 四、氯离子的测定 | 102 |
| 二、铵盐镀锌 | 70 | (一) 氯离子的定性鉴定 | 102 |
| (一) 氯化锌的测定 | 70 | (二) 氯离子的定量测定 | 102 |
| (二) 氯化铵的测定 | 72 | 第三节 焦磷酸盐镀铜 溶液 | 106 |
| (三) 硼酸的测定 | 73 | 一、铜的测定 | 106 |
| (四) 氨三乙酸的测定 | 74 | 二、总焦磷酸根的测定 | 107 |
| (五) 硫脲的测定 | 76 | 三、正磷酸盐的测定 | 111 |
| (六) 柠檬酸的测定 | 77 | 四、硝酸钠的测定 | 113 |
| (七) 铁杂质的测定 | 78 | 五、柠檬酸铵的测定 | 113 |
| 第四节 硫酸盐镀锌溶液 | 78 | 六、铬的测定 | 115 |
| 一、锌的测定 | 78 | 第四节 HEDP 镀铜溶液 | 115 |
| 二、铝的测定 | 81 | 一、硫酸铜的测定 | 115 |
| 三、锌、铝联合测定 | 81 | 二、HEDP 的测定 | 116 |
| 四、铁的测定 | 82 | 第五节 化学镀铜溶液 | 118 |
| 五、铁和铝的测定 | 84 | 一、硫酸铜的测定 | 118 |
| 六、硼酸的测定 | 85 | 二、酒石酸钾钠的测定 | 119 |
| 七、氯化物的测定 | 85 | 三、甲醛的测定 | 120 |
| 化验室小知识——玻璃棒(管) 的简单加工 | 86 | 四、氢氧化钠的测定 | 121 |
| | | 五、氯化镍的测定 | 121 |

| | | | |
|---------------------------|-----|----------------------------|-----|
| 第四章 镀镍溶液 | 122 | 三、氯化物的测定 | 151 |
| 第一节 普通镀镍溶液 | 122 | 四、硼酸的测定 | 152 |
| 一、硫酸镍的测定 | 122 | 第六节 化学镀镍溶液 | 152 |
| 二、硫酸镁的测定 | 125 | 一、镍的测定 | 152 |
| 三、氯化钠(镍)的测定 | 126 | 二、次磷酸钠的测定 | 152 |
| 四、硼酸的测定 | 128 | 三、亚磷酸盐的测定 | 154 |
| 五、硫酸钠的测定 | 130 | 四、钨的测定 | 155 |
| 六、糖精的测定 | 132 | 第五章 镀锡溶液 | 156 |
| 七、甲醛的测定 | 133 | 第一节 碱性镀锡溶液 | 156 |
| 八、十二烷基硫酸钠的测定 | 134 | 一、锡酸钠的测定 | 156 |
| 九、杂质分析 | 135 | 二、二价锡的测定 | 157 |
| (一) 杂质的定性分析 | 135 | 三、氢氧化钠的测定 | 157 |
| (二) 杂质的定量测定 | 136 | 四、乙酸钠的测定 | 158 |
| 1. 铜的测定 | 136 | 五、碳酸钠的测定 | 160 |
| 2. 铁的测定 | 137 | 第二节 硫酸镀锡溶液 | 161 |
| 3. 锌的测定 | 138 | 一、二价锡的测定 | 161 |
| 4. 铬的测定 | 140 | 二、四价锡的测定 | 162 |
| 5. 铅的测定 | 141 | 三、硫酸的测定 | 162 |
| 6. 硝酸根的测定 | 142 | 四、铜杂质的测定 | 163 |
| 第二节 冲击镍溶液 | 143 | 五、铁杂质的测定 | 164 |
| 一、氯化镍的测定 | 143 | 六、氯离子的定性鉴定 | 165 |
| 二、盐酸的测定 | 143 | 第三节 氟硼酸盐镀锡溶液 | 165 |
| 第三节 中性镍溶液 | 144 | 一、二价锡的测定 | 165 |
| 一、硫酸镍的测定 | 144 | 二、游离氟硼酸的测定 | 165 |
| 二、柠檬酸钠的测定 | 145 | 三、游离硼酸的测定 | 166 |
| 三、氯化钠、硼酸的测定 | 147 | 第四节 甲基磺酸盐镀锡溶液 | 167 |
| 第四节 镀黑镍溶液 | 147 | 一、二价锡的测定 | 167 |
| 一、锌的测定 | 147 | 二、甲基磺酸的测定 | 167 |
| 二、镍盐的测定 | 148 | 第六章 镀银溶液 | 169 |
| 三、硫氰酸盐的测定 | 148 | 第一节 氰化镀银溶液 | 169 |
| 四、硼酸的测定 | 150 | 一、银的测定 | 169 |
| 第五节 氨基磺酸盐镍溶液 | 150 | 二、游离氰化物的测定 | 172 |
| 一、氨基磺酸的测定 | 150 | | |
| 二、镍的测定 | 151 | | |

| | |
|--------------------|-----|
| 三、总氰化物的测定 | 172 |
| 四、氢氧化钾的测定 | 172 |
| 五、碳酸钾的测定 | 173 |
| 六、铈的测定 | 173 |
| 七、钴的测定 | 174 |
| 八、铜的测定 | 175 |
| 九、镍的测定 | 176 |
| 第二节 硫代硫酸盐镀银 | 176 |
| 一、银的测定 | 176 |
| 二、硫代硫酸盐的测定 | 176 |
| 三、焦亚硫酸盐的测定 | 177 |
| 四、醋酸铵的测定 | 178 |
| 第三节 亚铁氰化物镀银 | 179 |
| 一、银的测定 | 179 |
| 二、亚铁氰化钾的测定 | 179 |
| 三、银和亚铁氰化钾的联合测定 | 180 |
| 四、硫氰酸钾的测定 | 181 |
| 五、碳酸钾的测定 | 182 |
| 第四节 NS 镀银溶液 | 182 |
| 一、硝酸银的测定 | 182 |
| 二、亚氨基二磺酸铵的测定 | 183 |
| 三、硫酸铵的测定 | 184 |
| 四、铜的测定 | 185 |
| 第五节 磺基水杨酸镀银 | 185 |
| 一、磺基水杨酸的测定 | 185 |
| 二、硝酸银的测定 | 186 |
| 三、醋酸铵的测定 | 187 |
| 第六节 乙二胺镀银 | 187 |
| 一、游离氰化钾的测定 | 187 |
| 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 | 188 |

第七章 镀铁及铁磷合金

| | |
|--------------------|-----|
| 溶液 | 190 |
| 第一节 镀铁溶液 | 190 |
| 一、二价铁的测定 | 190 |
| 二、总铁的测定 | 191 |
| 三、氯化物的测定 | 193 |
| 四、二价锰的测定 | 194 |
| 五、三价铁的测定 | 196 |
| 六、游离盐酸的测定 | 197 |
| 七、硫酸钾的测定 | 198 |
| 第二节 镀铁磷合金溶液 | 198 |
| 一、铁的测定 | 198 |
| 二、次磷酸钠的测定 | 199 |
| 三、氯化钠的测定 | 200 |
| 四、游离柠檬酸的测定 | 201 |
| 第八章 镀镉溶液 | 202 |
| 第一节 氰化镀镉溶液 | 202 |
| 一、镉的测定 | 202 |
| 二、总氰化物的测定 | 204 |
| 三、游离氰化物的测定 | 205 |
| 四、氢氧化钠的测定 | 205 |
| 五、碳酸钠的测定 | 206 |
| 六、镍的测定 | 206 |
| 七、铜的测定 | 207 |
| 八、铁的测定 | 208 |
| 第二节 硫酸盐镀镉溶液 | 209 |
| 一、镉的测定 | 209 |
| 二、铝的测定 | 210 |
| 三、铁的测定 | 210 |
| 四、硫酸铵的测定 | 210 |
| 第三节 氯化铵镀镉溶液 | 211 |
| 一、镉的测定 | 211 |
| 二、氯化铵的测定 | 212 |
| 三、EDTA 和氨三乙酸的测定 | 212 |

| | | | |
|------------------------|-----|-----------------------|-----|
| 第九章 镀铅溶液 | 214 | 测定 | 224 |
| 一、铅的测定 | 214 | (六) 钴的测定 | 225 |
| 二、游离氟硼酸的测定 | 215 | 第二节 镀钡溶液 | 226 |
| 三、游离氟硅酸的测定 | 216 | 一、钡的测定 | 226 |
| 四、游离硼酸的测定 | 216 | 二、总氯离子的测定 | 227 |
| 第十章 镀稀贵金属 | 218 | 第三节 镀铈溶液 | 228 |
| 第一节 镀金溶液 | 218 | 一、铈的测定 | 228 |
| 一、氰化镀金 | 218 | 二、硫酸根的测定 | 229 |
| (一) 金的测定 | 218 | 三、游离硫酸的测定 | 230 |
| (二) 游离氯化物的测定 | 220 | 第四节 镀铟溶液 | 230 |
| (三) 氢氧化物的测定 | 220 | 一、铟的测定 | 230 |
| (四) 碳酸盐的测定 | 220 | 二、硫酸钠的测定 | 231 |
| (五) 氯离子的测定 | 220 | 第五节 镀铈溶液 | 232 |
| (六) 铜的测定 | 221 | 一、铈的测定 | 232 |
| (七) 磷酸二氢钾的测定 | 221 | 二、游离酸的测定 | 233 |
| 二、酸性镀金溶液 | 222 | 第六节 镀钴溶液 | 233 |
| (一) 金的测定 | 222 | 一、钴的测定 | 233 |
| (二) 柠檬酸的测定 | 222 | 二、氯化物的测定 | 234 |
| (三) 柠檬酸钾的测定 | 223 | 三、硼酸的测定 | 235 |
| (四) 柠檬酸铵的测定 | 223 | 第七节 镀铂溶液 | 236 |
| (五) 酒石酸锑钾的测定 | 221 | 一、铂的测定 | 236 |
| | | 二、亚硝酸盐的测定 | 236 |

第二部分 电镀合金溶液

| | | | |
|-------------------------|-----|-------------------------|-----|
| 第十一章 镍合金溶液 | 238 | 四、硼酸的测定 | 244 |
| 第一节 镍钨合金溶液 | 238 | 五、氯化镍的测定 | 245 |
| 一、硫酸镍的测定 | 238 | 第三节 镍铁合金溶液 | 245 |
| 二、钨酸钠的测定 | 238 | 一、硫酸镍的测定 | 245 |
| 三、柠檬酸的测定 | 239 | 二、总铁和三价铁的测定 | 246 |
| 第二节 镍钴合金溶液 | 240 | 三、二价铁的测定 | 247 |
| 一、镍的测定 | 240 | 四、三价铁的测定 | 248 |
| 二、钴的测定 | 241 | 五、硼酸的测定 | 249 |
| 三、镍、钴的联合测定 | 244 | 六、氯化钠的测定 | 249 |

| | | | |
|--------------------|-----|------------------|-----|
| 七、RC 稳定剂(葡萄糖酸钠)的测定 | 250 | (三) 锡的测定 | 267 |
| 八、柠檬酸钠的测定 | 251 | 三、低氰—焦磷酸盐镀铜锡合金溶液 | 268 |
| 九、RC 和柠檬酸钠的联测 | 252 | (一) 铜的测定 | 268 |
| 第四节 镍钴锰合金溶液 | 253 | (二) 二价锡的测定 | 268 |
| 一、镍钴锰的联合测定 | 253 | (三) 四价锡的测定 | 269 |
| 二、锰的测定 | 255 | (四) 游离氰化钠的测定 | 270 |
| 三、氯化钠的测定 | 255 | (五) 焦磷酸盐的测定 | 270 |
| 四、硼酸的测定 | 256 | (六) 正磷酸盐的测定 | 271 |
| 第五节 镀钯镍合金溶液 | 256 | (七) 硝酸钾的测定 | 272 |
| 一、镍的测定 | 256 | 第二节 镀铜锌合金(黄铜)溶液 | 273 |
| 二、钯的测定 | 257 | 一、氰化镀黄铜溶液 | 273 |
| 三、氯离子的测定 | 258 | (一) 铜的测定 | 273 |
| 第十二章 镀铜合金溶液 | 259 | (二) 锌的测定 | 273 |
| 第一节 镀铜锡合金溶液 | 259 | (三) 铜、锌的连续测定 | 274 |
| 一、氰化物—锡酸盐镀铜锡合金溶液 | 259 | (四) 锡的测定 | 277 |
| (一) 铜的测定 | 259 | (五) 游离氰化物的测定 | 278 |
| (二) 锡的测定 | 260 | (六) 总氰化物的测定 | 279 |
| (三) 铜、锡的连续测定 | 261 | (七) 氢氧化钠的测定 | 279 |
| (四) 游离氰化物的测定 | 264 | (八) 碳酸钠的测定 | 279 |
| (五) 氢氧化钠的测定 | 264 | 二、焦磷酸盐镀黄铜 | 279 |
| (六) 碳酸钠的测定 | 265 | (一) 铜锌联测 | 279 |
| (七) 三乙醇胺的测定 | 265 | (二) 总焦磷酸根的测定 | 281 |
| (八) 酒石酸钾钠的测定 | 265 | 三、焦磷酸盐镀铜镍合金溶液 | 281 |
| (九) 亚锡酸盐的定性鉴定 | 265 | (一) 硫酸铜的测定 | 281 |
| 二、柠檬酸盐—锡酸盐镀铜锡合金溶液 | 265 | (二) 硫酸镍的测定 | 281 |
| (一) 柠檬酸钾的测定 | 265 | (三) 总焦磷酸根的测定 | 283 |
| (二) 铜的测定 | 266 | 化验室小知识——操作常识 | 283 |
| | | 第十三章 锡合金镀液 | 284 |
| | | 第一节 镀锡锌合金 | 284 |

| | | | |
|-------------------|-----|--------------------|-----|
| 一、碱性镀锡锌合金 | 284 | 一、氟硼酸盐镀锡铅合金 | |
| (一) 锡的测定 | 284 | 溶液 | 299 |
| (二) 锌的测定 | 285 | (一) 二价锡的测定 | 299 |
| (三) 总氧化物的测定 | 286 | (二) 铅的测定 | 300 |
| (四) 氢氧化钠的测定 | 286 | (三) 锡、铅的连续测定 | 301 |
| (五) 碳酸钠的测定 | 287 | (四) 游离氟硼酸的 | |
| 二、酸性镀锡锌合金溶液 | 287 | 测定 | 302 |
| (一) 二价锡的测定 | 287 | (五) 游离硼酸的测定 | 303 |
| (二) 四价锡的测定 | 287 | (六) 对苯二酚的测定 | 303 |
| (三) 锌的测定 | 287 | 二、甲基磺酸盐镀锡铅合金 | |
| (四) 柠檬酸铵的测定 | 288 | 溶液 | 304 |
| (五) 硫酸铵的测定 | 289 | (一) 二价锡的测定 | 304 |
| 三、焦磷酸盐镀锡锌合金 | 290 | (二) 总锡量与铅量的 | |
| (一) 二价锡的测定 | 290 | 测定 | 305 |
| (二) 总锡的测定 | 290 | (三) 甲基磺酸的测定 | 306 |
| (三) 硫酸锌的测定 | 290 | 三、柠檬酸镀锡铅合金 | |
| (四) 焦磷酸盐的测定 | 290 | 溶液 | 306 |
| 第二节 镀锡镍合金溶液 | 290 | (一) 铅的测定 | 306 |
| 一、锡的测定 | 290 | (二) 氯化亚锡的测定 | 307 |
| 二、镍的测定 | 291 | (三) 柠檬酸的测定 | 308 |
| 三、氟化氢铵的测定 | 292 | (四) 柠檬酸铵的测定 | 309 |
| 四、氟化铵的测定 | 293 | (五) 四价锡的测定 | 309 |
| 第三节 焦磷酸盐锡钴合金 | | (六) 乙二胺四乙酸二钠 | |
| 溶液 | 294 | (EDTA)的测定 | 309 |
| 一、二价锡的测定 | 294 | (七) 铁、铜杂质的连续 | |
| 二、四价锡的测定 | 294 | 测定 | 310 |
| 三、钴的测定 | 294 | 第六节 锡铋合金溶液 | 312 |
| 四、焦磷酸钾的测定 | 296 | 一、二价锡的测定 | 312 |
| 第四节 锡钴锌合金(代铬) | | 二、硫酸的测定 | 312 |
| 溶液 | 296 | 三、硝酸铋的测定 | 312 |
| 一、氯化亚锡、焦磷酸钾的 | | 四、锡、铋的连续测定 | 314 |
| 测定 | 296 | 第七节 酸性镀锡铈合金 | |
| 二、氯化锌的测定 | 296 | 溶液 | 315 |
| 三、氯化钴的测定 | 297 | 一、硫酸亚锡的测定 | 315 |
| 第五节 锡铅合金溶液 | 299 | 二、硫酸的测定 | 315 |

| | | | |
|-------------------|-----|-------------------|-----|
| 三、硫酸铈的测定 | 315 | 七、氯化钾的测定 | 331 |
| 四、铈盐的测定 | 316 | 八、硼酸的测定 | 332 |
| 第八节 锡银合金溶液 | 316 | 第四节 锌镍铁合金镀液 | 333 |
| 一、甲基磺酸亚锡的测定 | 316 | 一、锌的测定 | 333 |
| 二、甲基磺酸银的测定 | 317 | 二、镍的测定 | 333 |
| 三、柠檬酸钠的测定 | 317 | 三、铁的测定 | 334 |
| 四、碘化钾的测定 | 318 | 四、焦磷酸钾的测定 | 335 |
| 五、三乙醇胺的测定 | 319 | 第五节 锌钴合金溶液 | 336 |
| 第九节 氟硼酸镀铅锡铜 | | 一、碱性锌钴合金溶液 | 336 |
| 溶液 | 320 | (一) 钴的测定 | 336 |
| 一、铅的测定 | 320 | (二) 锌的测定 | 337 |
| 二、锡的测定 | 320 | (三) 氢氧化钠的测定 | 337 |
| 三、铜的测定 | 321 | (四) 三乙醇胺的测定 | 337 |
| 四、游离氟硼酸和硼酸的 | | 二、氯化钾锌钴合金溶液 | 337 |
| 测定 | 322 | (一) 钴的测定 | 337 |
| 化验室小知识——玻璃计量 | | (二) 锌的测定 | 338 |
| 器具的简易校准 | 322 | (三) 氯化钾的测定 | 339 |
| 第十四章 锌合金溶液 | 323 | (四) 硼酸的测定 | 339 |
| 第一节 碱性锌镍合金 | | 三、硫酸盐镀锌钴合金 | |
| 溶液 | 323 | 溶液 | 340 |
| 一、锌的测定 | 323 | (一) 锌的测定 | 340 |
| 二、镍的测定 | 324 | (二) 钴的测定 | 340 |
| 三、氢氧化钠的测定 | 325 | (三) 葡萄糖酸钠、柠檬酸的 | |
| 四、碳酸盐的测定 | 326 | 测定 | 340 |
| 第二节 酸性锌镍合金 | | 几种常用酸的简易鉴别 | 341 |
| 溶液 | 326 | 第十五章 镀层分析 | 342 |
| 一、锌、镍联合测定 | 326 | 第一节 铜锌合金镀层 | 342 |
| 二、氯化铵的测定 | 327 | 铜、锌的连续测定 | 342 |
| 第三节 锌铁合金溶液 | 328 | 第二节 铜锡合金镀层 | 343 |
| 一、锌的测定 | 328 | 铜、锡的测定 | 343 |
| 二、总铁的测定 | 328 | 第三节 铅锡合金镀层 | 344 |
| 三、三价铁的测定 | 329 | 铅、锡的连续测定 | 344 |
| 四、二价铁的测定 | 330 | 第四节 镍磷合金镀层 | 345 |
| 五、氢氧化钠的测定 | 330 | 一、镍的测定 | 345 |
| 六、三乙醇胺的测定 | 331 | 二、磷的测定 | 346 |

| | | | |
|------------------|-----|------------------|-----|
| 第五节 锡锌合金镀层 | 347 | 二、镍的测定 | 352 |
| 一、锡的测定 | 347 | 第八节 锌铁合金镀层 | 353 |
| 二、锌的测定 | 348 | 一、锌的测定 | 353 |
| 第六节 铅锡铜镀层 | 349 | 二、铁的测定 | 354 |
| 一、铅的测定 | 349 | 第九节 铜镍合金镀层 | 355 |
| 二、锡的测定 | 349 | 铜和镍的测定 | 355 |
| 三、铜的测定 | 350 | 第十节 金锑合金镀层 | 356 |
| 第七节 锌镍合金镀层 | 351 | 锑的测定 | 356 |
| 一、锌的测定 | 351 | | |

第三部分 其它溶液

| | | | |
|-------------------|-----|--------------------|-----|
| 第十六章 镀前镀后处理 | | | |
| 溶液 | 357 | (一) 氢氟酸的测定 | 367 |
| 第一节 除油溶液 | 357 | (二) 硝酸的测定 | 368 |
| 一、氢氧化钠和碳酸钠的 | | 二、硫酸、硝酸型 | 368 |
| 测定 | 357 | (一) 硫酸的测定 | 368 |
| 二、氢氧化钠、碳酸钠、磷酸三钠 | | (二) 硝酸的测定 | 369 |
| 的测定 | 358 | 三、磷酸、硝酸、氢氟酸型 | 369 |
| (一) 氢氧化钠的测定 | 359 | 三酸的联合测定 | 369 |
| (二) 磷酸钠的测定 | 360 | 第四节 钢铁电抛光溶液 | 370 |
| (三) 碳酸钠的测定 | 361 | 一、硫酸、磷酸的连续 | |
| 三、硅酸钠的测定 | 362 | 测定 | 370 |
| 四、氰化钠和碳酸钠的 | | 二、铬酐及三价铬的测定 | 371 |
| 测定 | 362 | 三、铁、铜、镍杂质的测定 | 371 |
| 五、碳酸钠和磷酸三钠的 | | 第五节 铝合金浸锌溶液 | 372 |
| 测定 | 362 | 一、锌的测定 | 372 |
| 六、复合除油粉的测定 | 363 | 二、氢氧化钠的测定 | 372 |
| 第二节 酸洗溶液 | 364 | 三、氰化钠的测定 | 372 |
| 一、游离硫酸(盐酸)的 | | 四、酒石酸钾钠的测定 | 372 |
| 测定 | 364 | 第六节 六价铬钝化溶液 | 372 |
| 二、铁的测定 | 364 | 一、硝酸、铬酐、三价铬的连续 | |
| 三、氯化物的测定 | 366 | 测定 | 372 |
| 第三节 不锈钢酸洗溶液 | 367 | 二、硫酸的测定 | 374 |
| 一、氢氟酸、硝酸型 | 367 | 三、氢氟酸的测定 | 374 |
| | | 四、锌的测定 | 375 |

| | | | |
|-------------------------|-----|---------------------------|-----|
| 五、锰的测定 | 376 | 一、硫酸型阳极氧化溶液 | 395 |
| 第七节 低铬彩钝液 | 377 | (一) 游离硫酸的测定 | 395 |
| 一、铬酐、高锰酸钾的 测定 | 377 | (二) 总硫酸的测定 | 396 |
| 二、硝酸的测定 | 378 | (三) 游离硫酸及铝的连续 测定 | 396 |
| 三、硫酸的测定 | 379 | (四) 氯化物的测定 | 397 |
| 四、乙酸的测定 | 379 | 二、铬酸型阳极氧化溶液 | 398 |
| 第八节 银电解钝化液 | 380 | (一) 游离铬酸的测定 | 398 |
| 一、氢氧化钾的测定 | 380 | (二) 总铬酸的测定 | 398 |
| 二、碳酸钾的测定 | 381 | (三) 氯化物的测定 | 398 |
| 三、铬酸钾的测定 | 381 | (四) 铝的测定 | 399 |
| 第九节 三价铬钝化液 | 382 | 三、草酸型阳极氧化液 | 400 |
| 一、三价铬的测定 | 382 | (一) 游离草酸的测定 | 400 |
| 二、锌的测定 | 383 | (二) 总草酸的测定 | 400 |
| 三、微量六价铬的测定 | 383 | (三) 铝的测定 | 401 |
| 第十七章 金属的氧化和磷化 | | 四、铝阳极着色液 | 401 |
| 溶液 | 384 | (一) 硫酸亚锡的测定 | 401 |
| 第一节 钢铁氧化溶液 | 384 | (二) 四价锡的测定 | 402 |
| 一、氢氧化钠及碳酸钠的 测定 | 384 | (三) 酒石酸的测定 | 402 |
| 二、亚硝酸钠的测定 | 384 | (四) 总硫酸根的测定 | 403 |
| 三、硝酸钠的测定 | 385 | 五、铝合金碱蚀液的测定 | 404 |
| 第二节 磷化溶液 | 386 | (一) 铝的测定 | 404 |
| 一、游离酸度及总酸度的 测定 | 386 | (二) 碱的测定 | 404 |
| 二、五氧化二磷的测定 | 387 | 六、铝合金化学氧化液 | 405 |
| 三、锌的测定 | 389 | (一) 铬酐和三价铬的 测定 | 405 |
| 四、亚铁的测定 | 390 | (二) 铁的测定 | 405 |
| 五、锰的测定 | 391 | (三) 氟硅酸钠的测定 | 406 |
| 六、硝酸根的测定 | 392 | (四) 磷酸的测定 | 407 |
| 七、镍的测定 | 393 | 第四节 铜及其合金氧化 | |
| 八、亚硝酸钠的测定 | 394 | 溶液 | 408 |
| 九、钼的测定 | 394 | 一、过硫酸钾的测定 | 408 |
| 第三节 铝及其合金氧化 | | 二、氢氧化钠的测定 | 409 |
| 溶液 | 395 | 三、碱式碳酸铜的测定 | 409 |
| | | 四、氢氧化铵的测定 | 410 |

| | | | |
|-------------------|-----|--------------------|-----|
| 第五节 镁合金氧化溶液 | 410 | 四、铜的测定 | 423 |
| 一、重铬酸钠的测定 | 410 | 五、镍的测定 | 424 |
| 二、氟化氢铵的测定 | 411 | 附录 | 426 |
| 三、磷酸的测定 | 412 | 附录1 试剂制备 | 426 |
| 第六节 工业硫酸、盐酸浓度 | | 附录2 络合滴定常用的缓冲 | |
| 测定 | 413 | 溶液 | 439 |
| 一、工业硫酸 | 413 | 附录3 常用酸及氨水 | |
| 二、工业盐酸 | 414 | 浓度表 | 440 |
| 化验废液的处置 | 415 | 附录4 常用氧化还原 | |
| 第十八章 自来水和污水的简易 | | 指示剂 | 440 |
| 测定 | 416 | 附录5 常用酸碱指示剂 | 441 |
| 第一节 自来水 | 416 | 附录6 化验室参考用品表 | 441 |
| 一、碱度的测定 | 416 | 附录7 本书主要化学试剂 | |
| 二、硬度的测定 | 416 | (按首字拼音分类) | 443 |
| 三、氯离子的测定 | 417 | 附录8 常用元素相对原子 | |
| 第二节 废水测定 | 418 | 质量表(2005) | 450 |
| 一、六价铬及总铬的测定 | 418 | 附录9 霍耳槽试验应用 | |
| 二、氰根的测定 | 420 | 示例 | 451 |
| 三、锌的测定 | 422 | 参考文献 | 457 |

说 明

1. 试剂

(1) 分析试剂均用化学纯或分析纯, 标定用的基准试剂用优级纯。

(2) 配制试剂及分析用水均为蒸馏水或去离子水。

(3) 试剂的配制除注明溶剂者外, 均为水溶液。标准滴定溶液等一些试剂的配制列于附录 1, 其它试剂采用浓度如下:

① 固体溶质的用 g/L 浓度, 如 100g/L 碘化钾、200g/L 氯化钡。

② 液体溶质的用体积比浓度, 如: 1 + 3 硫酸为 1 体积硫酸与 3 体积水的混合液; 3 + 1 盐酸为 3 体积盐酸与 1 体积水的混合液。

③ 市售定型试剂, 按标签, 如双氧水 30%、醋酸 36%。

(4) 相对原子质量采用互联网公布的 2005 年数据。

Mr: 相对分子质量; *Ar*: 相对原子质量。

2. 试样的采集

(1) 镀液搅拌均匀后, 用清洁的长玻璃管插入镀槽中采集镀液, 每槽采集三处以上, 存入取样瓶混合均匀, 以保证其代表性。

(2) 取回的试样若有结晶, 要温热溶解后再进行测定。

3. 玻璃器皿的使用

(1) 玻璃器皿用后要洗净并用蒸馏水清洗两次, 定期用盐酸或铬酸洗液浸泡清洗。

(2) 带刻度的玻璃仪器, 如滴定管、移液管、刻度吸管、容量瓶等要校准后再交给化验员。误差较大的玻璃仪器, 不能使用。

(3) 遵守玻璃计量器具的使用规则, 如: 吸取溶液时移液管不能倾斜, 液面要与眼睛平齐; 放液时, 管口紧贴瓶壁自然流入并停留 15s 左右, 最后 1 滴不要吹出 (移液管上标有“吹”字的除外)。

4. 关于分析方法

本书收集的分析方法兼顾准确和方便, 以容量法为主, 也收集了一些仪器法和质(重)量法。请根据实际情况适当选用。分析时最好做平行测试, 以保证数据的准确可靠。