

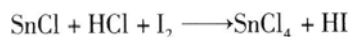
镀锡溶液分析

一、酸性镀锡溶液分析

(一) 二价锡的测定

1. 方法摘要

二价锡在酸性溶液中被碘氧化为四价锡，滴定时以淀粉为指示剂。



2. 试剂

①盐酸，相对密度 1.19。②淀粉指示剂，见本篇附二 F1.5。③0.1mol 标准碘溶液，见本篇附一 F1.9。3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 10mL，置 T250mL 锥形瓶中，加水 50mL，浓盐酸 20mL 及淀粉指示剂 5mL，立即以 0.1mol 标准碘溶液滴定至蓝色显现 1min 为终点

4. 计算

含二价锡

$$\text{Sn}^{2+} (\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 0.1187 \times 1000}{10}$$

含硫酸亚锡

$$\text{SnSO}_4 (\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 0.2147 \times 1000}{10}$$

式中：c 为标准碘溶液的摩尔浓度；y 为耗用标准碘溶液的体积(mL)；0.1187 为

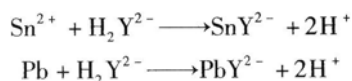
$\frac{\text{Sn 的相对原子质量}}{1000}$ ，0.2147 为 $\frac{\text{SnSO}_4 \text{ 的相对分子质量}}{1000}$ ，10 为试液体积(mL)。

(二) 总锡量的测定

方法一(EDTA 容量法)

1. 方法摘要

在镀液中加入盐酸和过氧化氢，使二价锡全部成为四价锡，在 pH=5.5 时，加过量的 EDTA 与 Sn^{4+} 络合，过量的 EDTA 用铅标准溶液滴定，用氟化铵解蔽 Sn^{4+} ，再用铅标准溶液滴定 EDTA，以二甲苯酚橙指示剂。



2. 试剂

①盐酸，相对密度 1.19。②30%过氧化氢溶液。③0.05mol EDTA 溶液，见本篇附一 F1.14④30%六亚甲基四胺溶液。⑤二甲苯酚橙指示剂，见本篇附二 F2.9。⑥0.05mol 标准硝酸铅溶液，见本篇附一 F1.16。⑦氟化铵(固体)。

3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 10mL，置于 100mL 容量瓶中，加盐酸 10mL，以水稀释至刻度，摇匀，取此液 20mL(相当于原试液 2mL)，置于 300mL 锥形瓶中，加 30%过氧化氢 2 滴，用小火煮沸 2min，加水 60mL 及 0.05mol EDTA 溶液 25mL，将溶液用小火煮沸，冷却至室温，加入六亚甲基四胺 30mL 及二甲苯酚橙指示剂 6 滴，以 0.05mol 标准硝酸铅溶液滴定至恰好由黄色转为红色(不记录用量)。向溶液中加入氟化铵 3g~4g，摇晃至全部溶解，此时溶液呈黄色，再用 0.05mol 标准硝酸铅溶液滴定至红色为终点，记录耗用硝酸铅溶液的毫升数。

4. 计算

含锡

$$\text{Sn(g/L)} = \frac{c \times V \times 0.1187 \times 1000}{2}$$

式中：c 为标准硝酸铅溶液的摩尔浓度；v 为耗用标准硝酸铅溶液的体积(ml)；0.1187 为 $\frac{\text{Sn 的相对分子质量}}{1000}$ 。

方法二(质量法)

1. 方法摘要

本法是在硝酸铵溶液中，使锡生成偏锡酸(H_2SnO_3)沉淀，灼烧后成二氧化锡，以重量法测定。

2. 试剂

①甲基橙指示剂，见本篇附二 F2. 1。②氨水，相对密度 0.89。③硝酸铵(固体)。④5%硝酸铵溶液。

3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 5mL，置于 250mL 烧杯中加水 100mL 及甲基橙指示剂数滴，用氨水调节至微碱性后加入硝酸铵 15g，煮沸数 min 在温处放置片刻，用密质滤纸加纸浆少许过滤，以 5%硝酸铵溶液洗涤 8 次~10 次，将沉淀及滤纸移至已知恒重的瓷坩埚中，干燥，灰化，灼烧至恒重，称得重量为 SnO_2 。

4. 计算

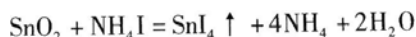
含锡

$$\text{Sn(g/L)} = \frac{G \times 0.7877 \times 1000}{5}$$

式中：G 为沉淀的质量(g)；0.7877 为 $\frac{\text{Sn 的相对分子质量}}{\text{SnO}_2 \text{ 的相对分子质量}}$ 。

5. 附注

灼烧后 SnO_2 应为白色或淡黄色，如颜色甚深则含有杂质，可先称得不纯 SnO_2 之重，然后加 15 倍于其重之 NH_4I 混合之，在 450°C 以下灼烧至白烟停止发生，使碘化高锡全部挥发掉，残留物以浓硝酸润湿。灼烧后称重，将此重自不纯之 SnO_2 中减去，即得纯 SnO_2 之重。



(三)硫酸根的测定 1. 方法摘要

硫酸根和氯化钡生成不溶于水的硫酸钡沉淀，可定量的测定硫酸根。



①盐酸，相对密度 1.19。②10%氯化钡溶液。③0.1mol 硝酸银溶液，见本篇附一 F1.1003。分析步骤用移液管吸取镀液 10mL，置于 250mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取此稀释液 25mL，置于 300mL 烧杯中，用水稀释至 150mL，加入 5mL 浓盐酸，加热至沸，滴加稍微过量的 10%氯化钡溶液使沉淀完全，以小火加热 5min，放置过夜，将溶液加热至沸，用定量滤纸过滤，用热水洗涤至无氯化物为止(硝酸银检验)，将滤纸及沉淀移至已知恒重的瓷坩埚中，干燥，灰化，灼烧至恒重，称得重量为 BaSO_4 。

4. 计算

含硫酸根

$$\text{SO}_4^{2-}(\text{g/L}) = G \times 0.4115 \times 1000$$

式中：G 为沉淀的质量(g)；0.4115 为 $\frac{\text{SO}_4^{2-} \text{ 的相对原子质量}}{\text{BaSO}_4 \text{ 的相对分子质量}}$ 。

5. 附注

所得到的硫酸钡沉淀亦可用 EDTA 容量法进行测定, 有关分析步骤请阅读镀铬液中硫酸的测定。

(四) 游离硫酸的测定

1. 方法摘要

本法基于酸碱滴定, 以橙黄Ⅳ为指示剂, 用标准氢氧化钠溶液进行滴定。



2. 试剂

①橙黄Ⅳ指示剂, 见本篇附二砷. 8。②0. 2mol 标准氢氧化钠溶液, 见本篇附一 F1. 4。

3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 5mL, 置于 250mL 锥形瓶中, 加 2 滴~3 滴橙黄Ⅳ指示剂, 用 0. 2mol 标准氢氧化钠溶液滴定至溶液呈浑浊或指示剂从红转黄为终点。

4. 计算

含硫酸

$$\text{H}_2\text{SO}_4 (\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 0. 098 \times 1000}{2 \times 5}$$

式中: C 为标准氢氧化钠溶液的摩尔浓度; V 为耗用标准氢氧化钠溶液的体积 (mL); 0. 098

为 $\frac{\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ 的相对分子质量}}{1000}$ 。

二、碱性镀锡溶液分析

(一) 总锡量的测定

方法一 (EDTA 容量法)

1. 分析步骤

按酸性镀锡液中总锡量的测定-EDTA 容量法同样进行, 如镀液中不含二价锡, 可省略加过氧化氢步骤。

2. 计算

含锡酸钠

$$\text{Na}_2\text{SnO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} (\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 0. 2667 \times 1000}{2}$$

式中: C 为标准硝酸铅溶液的摩尔浓度; V 为耗用标准硝酸铅溶液的体积 (mL); 0. 2667

为 $\frac{\text{Na}_2\text{SnO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} \text{ 的相对分子质量}}{1000}$ 。

方法二 (质量法)

1. 分析步骤

按酸性镀锡溶液中总锡量的测定-质量法进行, 但取得的溶液先要用稀硝酸酸化。

2. 计算

含锡酸钠

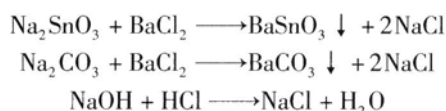
$$\text{Na}_2\text{SnO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} (\text{g/L}) = \frac{G \times 1. 77 \times 1000}{5}$$

式中: G 为沉淀的质量 (g); 1. 77 为 $\frac{\text{Na}_2\text{SnO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} \text{ 的相对分子质量}}{\text{SnO}_2 \text{ 的相对分子质量}}$ 。

(二) 游离氢氧化钠的测定

1. 方法摘要

用盐酸滴定氢氧化钠, 以酚酞为指示剂, 为避免溶液中锡酸钠和碳酸钠对测定的干扰, 为此须先加入氯化钡使生成沉淀, 过滤。



2. 试剂

①10%氯化钡溶液。②麝香草酚酞指示剂。③0.2mol 标准盐酸溶液，见本篇附一 F1.2。

3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 10mL，置于 250mL 锥形瓶中，加入 50mL10%氯化钡溶液(有白色沉淀产生)，加数滴麝香草酚酞指示剂，以标准 0.2mol 盐酸溶液滴定至蓝色消失为终点(滴定时须不断摇动)。

4. 计算

含氢氧化钠

$$\text{NaOH}(\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 0.040 \times 1000}{10}$$

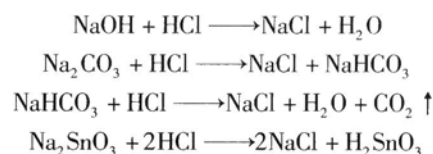
式中：C 为标准盐酸溶液摩尔浓度；V 为耗用标准盐酸溶液的体积(mL)；0.040

为 $\frac{\text{NaOH 的相对分子质量}}{1000}$ 。

(三)醋酸钠的测定

1. 方法摘要

溶液中所有成分都呈碱性，用酸直接滴定不能滴出乙酸钠量，所以需用回滴法，以标准碱液滴定，反应如下：



2. 试剂

①甲基橙指示剂，见本篇附二 F2.1。②0.2mol 标准盐酸溶液，见本篇附一 F1.2。

③酚酞指示剂，见本篇附二 F2.3。(如.2mol 标准氢氧化钠溶液，见本篇附一 F1.4。

3. 分析步骤

用移液吸取镀液 2mL，于 250mL 锥形瓶中，加水 50mL，甲基橙指示剂 2 滴，用 0.2mol 标准盐酸溶液中和至溶液由黄变橙色(不计数)，煮沸 1min，冷却后滴加酚酞指示剂 5 滴，用 0.2mol 标准氢氧化钠溶液滴定至溶液呈红色为终点。

4. 计算

含醋酸钠

$$\text{NaAC} \cdot 3\text{H}_2\text{O}(\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 136}{2}$$

式中：c 为标准氢氧化钠溶液的摩尔浓度；V 为耗用标准氢氧化钠溶液的体积(mL)；136 为 NaAC 的相对分子质量。

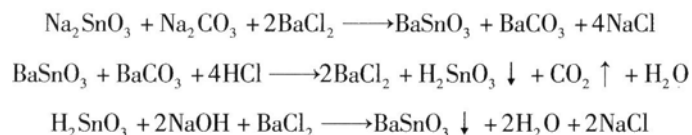
(四)二价锡的测定

按酸性镀锡液分析方法中二价锡的测定法进行测定。

(五)碳酸钠的测定

1. 方法摘要

溶液中加入氯化钡后，碳酸盐和锡酸盐同时沉淀，过滤，将沉淀分离，加入过量盐酸，使碳酸钡和锡酸钡生成碳酸和锡酸，煮沸以除去碳酸，以酚酞为指示剂，用氢氧化钠溶液回滴过量的盐酸及锡酸，第一次用酸滴定和第二次用碱回滴的差额，相当于溶解碳酸盐的含量。



2. 试剂

①30%氯化钡溶液。②甲基橙指示剂，见本篇附二 F2. 1。③1mol 标准盐酸溶液，见本篇附一 F1. 2。④酚酞指示剂，见本篇附二 F2. 3。0.1mol 标准氢氧化钠溶液，见本篇附一 F1. 4。

3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 5mL，置于 600mL 烧杯中，加入 300mL 水。将溶液煮沸，滴加 30%氯化钡溶液使沉淀完全，保持温热，静置使沉淀下沉。用中等紧密滤纸过滤，以热水洗涤至无碱性，然后将沉淀及滤纸放回原烧杯中，加水 100mL 及甲基橙指示剂数滴，以 1mol 标准盐酸溶液滴定至红色，再多加 5mL，记下耗用盐酸的 mL 数。缓缓加热至沸，以除去二氧化碳，煮沸 3min 后冷却，加酚酞指示剂数滴，用 1mol 标准氢氧化钠溶液滴回至红色为终点。记下耗用标准氢氧化钠溶液的 mL 数。

4. 计算

含碳酸钠

$$\text{Na}_2\text{CO}_3 (\text{g/L}) = \frac{(c_1 \times V_1 - c_2 \times V_2) \times 0.106 \times 1000}{2 \times 5}$$

式中：c。为标准盐酸溶液的摩尔浓度；H 为耗用标准盐酸溶液的体积(mL)；C：为标准氢氧化钠溶液的摩尔浓度；K 为耗用标准氢氧化钠溶液的体积(mL)；0.106 为 Na_2CO_3 的相对分子质量
 $\frac{1}{1000}$ 。