

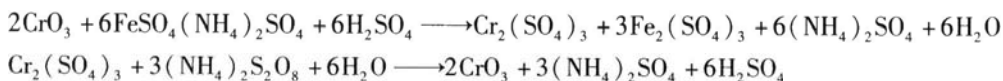
镀锌层钝化溶液分析

(一)六价铬及三价铬的测定

1. 方法摘要

六价铬在酸性溶液中,以苯基代邻氨基苯甲酸为指示剂,用标准硫酸亚铁铵溶液进行滴定。三价铬在酸性溶液中,在硝酸银接触下,用过硫酸铵氧化为六价铬。

氧化后的六价铬与溶液中原有的六价铬,以苯基代邻氨基苯甲酸为指示剂,用标准硫酸亚铁铵溶液滴定至总六价铬。总六价铬减去原有六价铬,即为三价铬。加入磷酸为消除三价铁的干扰



2. 试剂

①1:1 硫酸溶液。②1:1 磷酸溶液。③P·A 酸指示剂,见本篇附二 F2.11。④0.1mol 标准硫酸亚铁铵溶液,见本篇附一 F1.7。⑤5%硝酸银溶液。⑥过硫酸铵(固体)。

3. 分析步骤

用 10mL 移液管吸取钝化 10mL,置于 100mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,作储备液(A)。用移液管吸取(A)液 5mL,置于 250mL 锥形瓶中,加水 50mL,加 1:1 硫酸 5mL,1:1 磷酸 2mL,苯基甲酸指示剂 6 滴,用 0.05mol 标准硫酸亚铁铵溶液滴定至溶液变成绿色为终点(记录耗用毫升数 V_1)。在滴定完后溶液中加入 5%的硝酸银 5mL,过硫酸铵 5g~6g,煮沸至冒大气泡 1min 左右,流水中冷却,加 PNA 指示剂 6 滴,继续用 0.05mol 标准硫酸亚铁铵溶液滴定至深绿色为终点(记录耗用毫升数 K)

4. 计算

含六价铬

$$\text{CrO}_3(\text{g/L}) = \frac{c \times V_1 \times 0.0333 \times 1000}{0.5}$$

含总六价铬

$$\text{CrO}_3(\text{g/L}) = \frac{c \times V_2 \times 0.0333 \times 1000}{0.5}$$

含三价铬

$$\text{Cr}_2\text{O}_3(\text{g/L}) = [\text{总 CrO}_3(\text{g/L}) - \text{CrO}_3(\text{g/L})] \times 0.76$$

式中:C 为标准硫酸亚铁铵溶液的摩尔浓度;K 为耗用标准硫酸亚铁铵溶液的体积(mL);

$\frac{\text{CrO}_3}{3000}$ 为滴定三价铬耗用标准硫酸亚铁铵溶液的体积(mL);0.0333 为 $\frac{\text{CrO}_3}{3000}$ 的相对分子质量;0.76 为 $\frac{\text{Cr}_2\text{O}_3}{2\text{CrO}_3}$ 的相对分子质量0.5 为试液的 mL 数(本例是 0.5mL)。

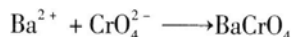
(二)硫酸的测定

按普通镀铬溶液中硫酸的测定方法(硫酸钡沉淀-EDTA 容量法)测定,取试液 0.5mL~1mL 即可。

(三)硝酸的测定

1. 方法摘要

在弱碱性溶液中,氯化钡与铬酸生成铬酸钡沉淀,过滤,滤液中加入一定量的标准硫酸亚铁铵溶液与硝酸作用,过量的标准硫酸亚铁铵,以苯基代邻氨基苯甲酸为指示剂,用标准重铬酸钾溶液滴定,根据标准硫酸亚铁铵和标准重铬酸钾用量,可以得出硝酸的含量。





2. 试剂

①10%氢氧化钠溶液。②10%氯化钡溶液。③硫酸相对密度 1.84g/cm³。④P. A 酸指示剂, 见本篇附二 F2. 11。⑤0.1mol 标准硫酸亚铁铵溶液, 见本篇附一 F1. 7。⑥氯化钠(固体)。⑦0.02mol 标准重铬酸钾溶液, 见本篇附一 F1. 6。

3. 分析步骤

用移液管吸取钝化 5mL, 置于 250mL 烧杯中, 加水 25mL, 加 10%氢氧化钠溶液使呈碱性(pH=8 左右), 加 10%氯化钡溶液使六价铬沉淀完全, 摇匀, 沉淀, 用干滤纸过滤于 250mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀, 用移液管吸取滤液 50mL(相当于原试液 1mL), 置于 250mL 锥形瓶中, 蒸发至约 10mL, 加 0.1mol 标准硫酸亚铁铵溶液 10mL 及硫酸 20mL, 氯化钠 0.5g, 加热煮沸 3min, 冷却, 加水 50mL 及苯基代邻氨基苯甲酸指示剂 3 滴, 用 0.01mol 标准重铬酸钾溶液滴定至紫红色为终点。

4. 计算

含硝酸

$$\text{HNO}_3(\text{g/L}) = (c_1 \times V_1 - 6 \times c_2 \times V_2) \times 0.021 \times 1000$$

式中: c 为标准硫酸亚铁铵溶液的摩尔浓度; y. 为耗用标准硫酸亚铁铵溶液的体积(mL); c: 为标准重铬酸钾溶液的摩尔浓度; K 为耗用标准重铬酸钾溶液的体积(mL); 0.021 为 $\frac{\text{HNO}_3 \text{ 的相对分子质量}}{3000}$ 。

5. 附注

(1)加 20mL 浓硫酸时速度要缓慢。(2)煮沸 3min 时间要准确掌握。(3)滴定至近终点时, 速度要缓慢。

(四) 锌的测定

1. 方法摘要

本法用硫化钠沉淀锌, 经过沉淀、过滤, 沉淀物经盐酸溶解后用亚铁氰化钾滴定。

2. 试剂

①过氧化钠(固体)。②15%硫化钠溶液。③1: 1 盐酸。④20%硫酸铵溶液。⑤1%二苯胺。⑥1%铁氰化钾溶液。⑦10%焦磷酸钠溶液。⑧0.05mol 标准亚铁氰化钾溶液, 见本篇附一 F1. 24。

3. 分析步骤

用移液管吸取钝化 10mL, 置于 100mL 容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 吸取稀释溶液 10mL, (相当于试液 1mL), 置于 200mL 烧杯中, 加水 90mL, 过氧化钠 1g~2g, 加热煮沸 10min~20min, 加水稀释至 150mL, 加 15%硫化钠溶液 10mL~15mL, 使锌完全沉淀, 放置 10min 过滤, 以含有硫化钠的水洗 3 次~4 次, 再用热水洗 3 次~4 次, 以 1: 1 盐酸 10mL, 将沉淀溶解, 溶液移入 250mL 锥形瓶中, 以水洗滤纸至无氯离子反应(此洗液倒入锥形瓶中)加水稀释至 150mL, 加热除去硫化氢, 加入 20%硫酸铵溶液 20mL, 加入 1%二苯胺 5 滴及 1%铁氰化钾溶液 5 滴, 待溶液出现紫蓝色, 再加入 10%焦磷酸钠 15mL, 用 0.05mol 标准亚铁氰化钾溶液滴定至紫蓝色消失为终点。

4. 计算

含锌

$$\text{Zn}(\text{g/L}) = T \times V \times 1000$$

式中: T 为亚铁氰化钾对锌的滴定度(即预先配制已知浓度的锌溶液, 按上述步骤操作, 用标准亚铁氰化钾溶液滴定, 求出每 1mL 标准亚铁氰化钾相当于锌的克数); V 为耗用标准亚铁氰化钾溶液的体积(mL)。

