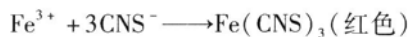
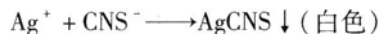


## 镀银溶液分析

### (一)银的测定

1. 方法摘要以硫酸、硝酸混合酸分解氰化物,再以硫氰酸钾滴定银,以高价铁盐为指示剂,终点时生成红色硫氰酸铁。加入硝基苯,使硫氰酸银进入硝基苯层,使终点清楚。



如有氯化物存在,加入硫酸和硝酸后生成氯化银沉淀,必须强烈加热使之分解



### 2. 试剂

①硝酸,相对密度 1.42。②硫酸,相对密度 1.84。③铁铵矾指示剂,见本篇附二砒. 14。  
④0.1mol 标准硫氰酸铵溶液,见本篇附一 F1. 12。

### 3. 分析步骤

用移液管吸取试液 5mL,置于 250mL 锥形瓶中,在通风橱内加浓硝酸,浓硫酸各 5mL,加热至冒白烟,待黄色沉淀全部溶解后,自然冷却至室温,加水约 30mL~40mL,摇匀,冷却,加铁铵矾指示剂 2 滴~3 滴,用 0.1mol 标准硫氰酸铵溶液滴定至浅红色刚出现为终点。

### 4. 计算

含银

$$\text{Ag}(\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 0.108 \times 1000}{5}$$

含氰化银

$$\text{AgCN}(\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 0.134}{5}$$

含氯化银

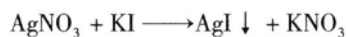
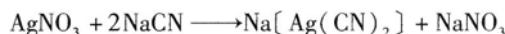
$$\text{AgCl}(\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 0.143 \times 1000}{5}$$

式中:C 为标准硫氰酸铵溶液的摩尔浓度;V 为耗用标准硫氰酸铵溶液的体积(mL);0.108 为  $\frac{\text{Ag 的相对分子质量}}{1000}$ ;0.134 为  $\frac{\text{AgCN 的相对分子质量}}{1000}$ ;0.143 为  $\frac{\text{AgCl 的相对分子质量}}{1000}$ 。

### (二)游离氰化物的测定

### 1. 方法摘要

硝酸银和游离氰化物生成稳定的银氰络合物,滴定时以碘化钾指示终点,当反应完全后,过量的硝酸银和碘化钾生成黄色碘化银沉淀。



### 2. 试剂

①10%碘化钾指示剂。②0.1mol 标准硝酸银溶液,见本篇附一 F1. 10。3. 分析步骤  
用移液管吸取试液 10mL,置于 100mL 容量瓶中,加水至刻度.摇匀,吸取此稀释液 10mL,置于 250mL 锥形瓶中,加水 50mL,加 10%碘化钾指示剂 6 滴~8 滴,用 0.1mol 标准硝酸银溶液进行滴定,滴至刚产生不消失淡黄色为终点。

### 4. 计算

含氰化钾

$$\text{KCN}(\text{g/L}) = 2(c \times V) \times 0.065 \times 1000$$

式中：C 为标准硝酸银溶液的摩尔浓度；V 为耗用标准硝酸银溶液的体积(mL)；0.065 为  $\frac{\text{KCN 的相对分子质量}}{1000}$ 。

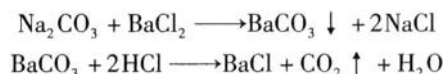
#### 5. 附注

此溶液可留作测定碳酸盐用。

#### (三) 碳酸盐的测定

##### 1. 方法摘要

碳酸钠和氯化钡作用生成碳酸钡沉淀，过滤分离后，以盐酸滴定碳酸钡，以甲基橙指示终点。



##### 2. 试剂

①酚酞指示剂，见本篇附二 F2. 3。②0.2mol 标准盐酸溶液，见本篇附一 F1. 2。3. 分析步骤

在上述测定过游离氰化钾的溶液中，加入酚酞指示剂 2 滴，然后用 0.2mol 标准盐酸溶液滴定至红色刚刚消失为终点。

##### 4 计算

含碳酸钾

$$\text{K}_2\text{CO}_3 (\text{g/L}) = c \times V \times 0.138 \times 1000$$

式中：c 为标准盐酸溶液的摩尔浓度；V 为耗用标准盐酸溶液的体积(mL)；0.138 为  $\frac{\text{K}_2\text{CO}_3 \text{ 的相对分子质量}}{1000}$ 。

#### (四) 铜的测定

##### 1. 方法摘要

本法先以硝酸和硫酸分解氰化物，然后用碘化钾测定铜。

镀液中大量银盐和碘化钾生成黄色碘化银沉淀，使滴定得不到明确的终点，故先加入氯化钠，使银生成氯化银沉淀而分离。

##### 2. 试剂

①硫酸，相对密度 1.84。②硝酸，相对密度 1.42。③饱和氯化钠溶液。④25%氢氧化钠溶液。⑤醋酸。⑥氟化氢铵(固体)。⑦碘化钾(固体)。⑧0.1mol 标准硫代硫酸钠溶液，见本篇附一 F1. 8。⑨淀粉指示剂，见本篇附二心. 15。⑩10%硫氰酸铵溶液。

##### 3. 分析步骤

用移液管吸取试液 10mL(如含量低可吸取 20mL)，置于 250mL 烧杯中，加硫酸 10mL、硝酸 10mL(在通风橱内进行)，加热至冒白烟，沉淀全部溶解为止，冷却，缓缓加水 100mL，加入饱和氯化钠溶液使银沉淀完全，以中密滤纸过滤，以水洗涤数次，弃去沉淀，滤液及洗液置于 500mL 锥形瓶中。将滤液以 25%氢氧化钠调至恰呈碱性(出现不消失的沉淀)，再以醋酸调节至酸性，加入氟化氢铵 3g，摇匀，冷却，加入碘化钾 3g，摇匀后放置 3min，以 0.1mol 标准硫代硫酸钠溶液滴定至淡黄色，加入淀粉指示剂 5mL，再滴定至蓝色近消失，加入 10%硫氰酸铵溶液 10mL，再滴定至蓝色突然消失为终点。

##### 4. 计算

含铜

$$\text{Cu} (\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 0.0636 \times 1000}{n}$$

式中：C 为标准硫代硫酸钠溶液的摩尔浓度；V 为耗用标准硫代硫酸钠溶液的体积(mL)；

0.0636 为  $\frac{\text{Cu 的相对分子质量}}{1000}$  n 为试液体积 (mL)。