

镀锡溶液典型分析方法

一、碱性镀锡溶液

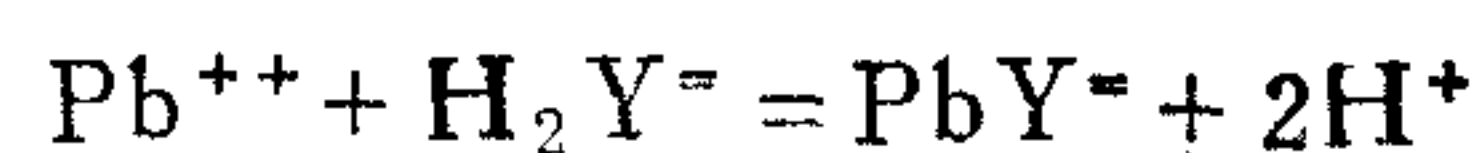
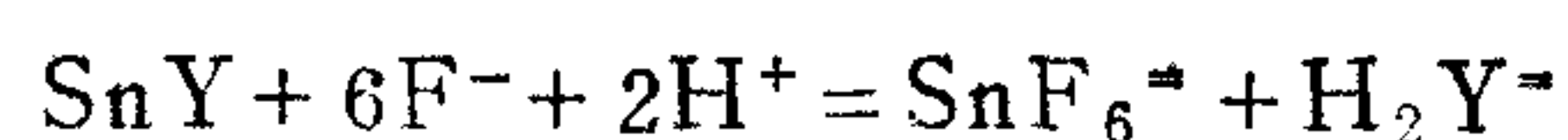
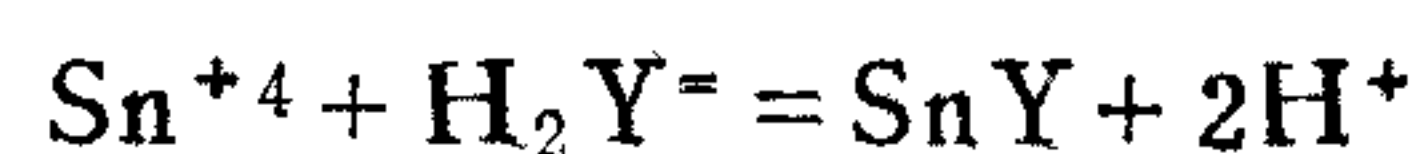
配方:

锡酸钠	$\text{Na}_2\text{SnO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	90~110克/升
醋酸钠	$\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	20~25克/升
双氧水	H_2O_2	2~4毫升/升
氢氧化钠	NaOH	10~15克/升

(一) 总锡酸钠的测定

1. 方法要点:

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 $\text{PH}=5.5$ 时, 加入过量的 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, 以二甲苯酚橙为指示剂。



2. 试剂:

- | | |
|---------------|---------------|
| (1) 氟化铵: | 固体 |
| (2) 过氧化氢: | 30% |
| (3) 盐酸: | 比重1.19 |
| (4) 六次甲基四胺溶液: | 30% |
| (5) 二甲苯酚橙指示剂: | 0.1% (见试剂111) |

(6) EDTA 标准溶液: 0.05M (见试剂11)

(7) 硝酸铅标准溶液: 0.05M (见试剂13)

3. 分析方法:

吸取镀液 2 毫升于 250 毫升三角瓶中, 加浓盐酸 10 毫升, 加 30% 过氧化氢数滴, 加热煮沸 2 分钟, 加水 50 毫升, 0.05M EDTA 标准溶液 25 毫升, 加热煮沸, 然后取下, 冷却, 加入 30% 六次甲基四胺溶液 30 毫升, 调节 $\text{PH} = 5.5$, 加二甲苯酚橙指示剂数滴, 此时溶液呈黄色, 用 0.05M 硝酸铅标准溶液滴定至溶液呈红色 (不计用量), 再加入氟化铵 3~4 克, 摇匀, 使其溶解, 加热至 40°C 再用 0.05M 硝酸铅标准溶液滴定至溶液呈红色为终点。

4. 计算:

$$\text{总 } \text{Na}_2\text{SnO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} \text{ 克/升} = \frac{M \cdot V \cdot 0.2667}{2} \times 1000$$

式中:

M——硝酸铅标准溶液的克分子浓度。

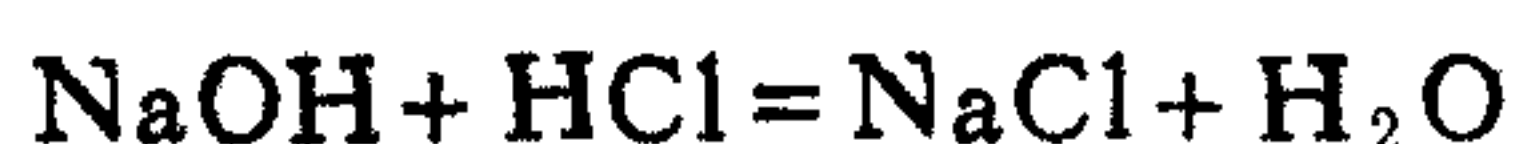
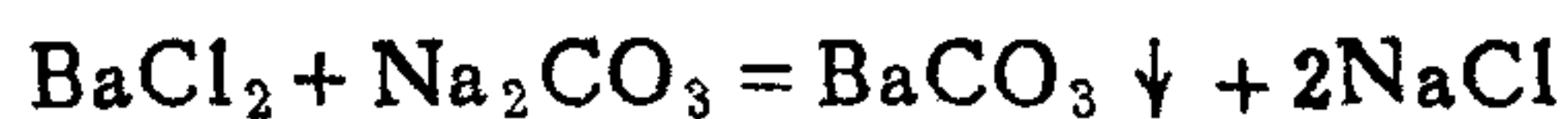
V——滴定消耗硝酸铅标准溶液的毫升数。

0.2667——锡酸钠的毫克分子量。

(二) 氢氧化钠的测定

1. 方法要点:

用二氯化钡使 CO_3^{2-} , SnO_3^{2-} , 形成 BaCO_3 、 BaSnO_3 沉淀, 以除去 CO_3^{2-} , SnO_3^{2-} 的干扰, 然后以酚酞作指示剂, 用盐酸标准溶液滴定。



2. 试剂:

(1) 氯化钡溶液: 10%

(2) 酚酞指示剂: 1% (见试剂103)

(3) 盐酸标准溶液: 0.1N (见试剂2)

3. 分析方法:

吸取镀液 2 毫升于 250 毫升三角瓶中, 加入水 60 毫升, 10% 氯化钡溶液 30 毫升, 摇匀, 再加入 1% 酚酞指示剂数滴; 用 0.1N 盐酸标准溶液滴定至溶液红色消失为终点。

4. 计算:

$$\text{NaOH 克/升} = \frac{N \cdot V \cdot 0.040}{2} \times 1000$$

式中:

N——盐酸标准溶液的当量浓度。

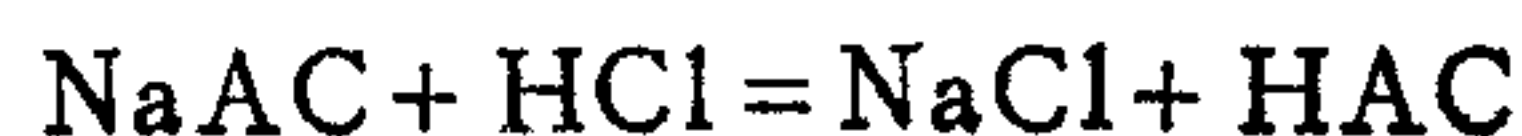
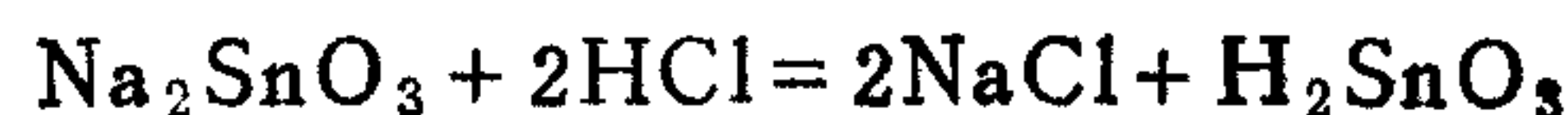
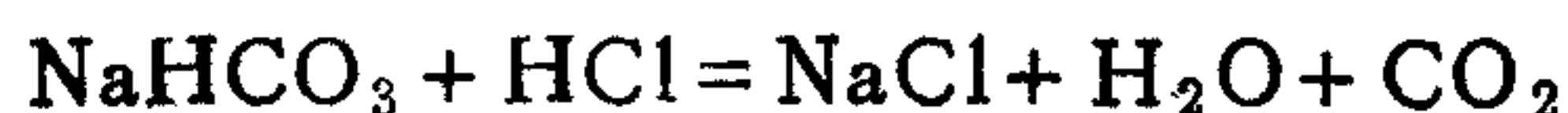
V——滴定消耗盐酸标准溶液的毫升数。

0.040——氢氧化钠的毫克当量。

(三) 醋酸钠的测定

1. 方法要点:

溶液中所有成份都呈碱性, 用酸直接滴定不能滴出醋酸钠的含量, 所以用逆滴定法, 以标准的碱液滴定。



2. 试剂:

- | | |
|---------------|---------------|
| (1) 酚酞指示剂: | 1% (见试剂103) |
| (2) 甲基橙指示剂: | 0.1% (见试剂101) |
| (3) 盐酸标准溶液: | 0.1 (见试剂 2) |
| (4) 氢氧化钠标准溶液: | 0.1N (见试剂 3) |

3. 分析方法:

吸取镀液 2 毫升于 250 毫升三角瓶中, 加水 50 毫升, 0.1% 甲基橙指示剂 2 滴, 用 0.1N 盐酸标准溶液中和到溶液由黄色变橙色 (不计毫升数), 煮沸一分钟冷却后, 滴加酚酞指示剂 5 滴, 用 0.1N 氢氧化

钠标准溶液滴定至溶液呈红色为终点。

4. 计算:

$$\text{NaAC} \cdot 3\text{H}_2\text{O} \text{ 克/升} = \frac{N \cdot V \cdot 0.136}{2} \times 1000$$

式中:

N——氢氧化钠标准溶液的当量浓度。

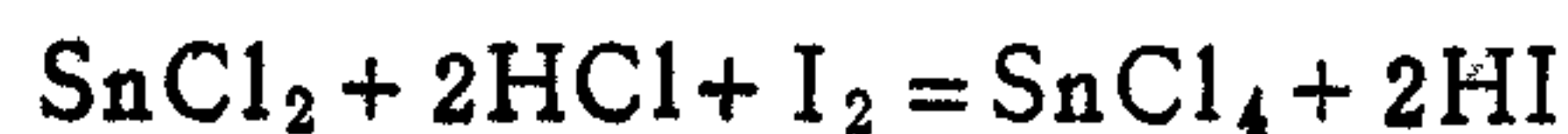
V——滴定消耗氢氧化钠标准溶液的毫升数。

0.136——醋酸钠的毫克当量。

(四) 二价锡的测定

1. 方法要点:

二价锡在盐酸溶液中被碘氧化成四价锡, 滴定时以淀粉为指示剂。



2. 试剂:

- | | |
|------------|--------------|
| (1) 盐酸: | 1 : 1 |
| (2) 淀粉溶液: | 1 % (见试剂107) |
| (3) 碘标准溶液: | 0.1N (见试剂6) |

3. 分析方法:

吸取镀液 50 毫升于 500 毫升三角瓶中, 加水 100 毫升, 加入 1 : 1 盐酸 70 毫升, 1 % 淀粉溶液 5 毫升, 用 0.1N 碘标准溶液滴定至溶液呈兰色 1 分钟不消失为终点。

4. 计算:

$$\text{Sn}^{+2} \text{ 克/升} = \frac{N \cdot V \cdot 0.5935}{50} \times 1000$$

式中:

N——碘标准溶液的当量浓度。

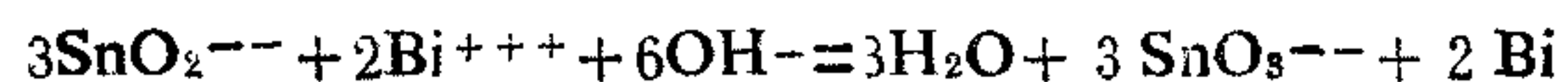
V——滴定消耗碘标准溶液的毫升数。

0.5935——锡的毫克当量。

注:

①四价锡克/升=总锡克/升-二价锡克/升

②二价锡定性检验:



称取碳酸铋 5 克于 250 毫升烧杯中, 加 25% 盐酸 100 毫升, 煮沸, 以赶走二氧化碳, 冷却, 加入氢氧化钠溶液至呈微碱性, 加水稀至 250 毫升, 吸取浑浊液 5 毫升过滤。此时, 滤纸上有氢氧化铋沉淀。另取镀液 10 毫升稍加热后, 倾于滤纸上, 如为浅灰色, 则有痕量的 SnO_2^{--} , 如为黑色则有大量的 SnO_2^{--} 。

二、酸性镀锡溶液

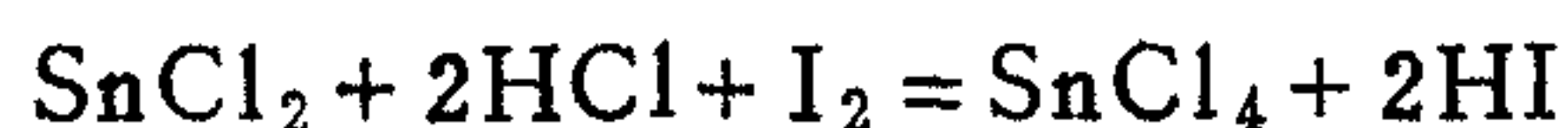
配方:

硫酸亚锡	SnSO_4	35~45克/升
硫酸	H_2SO_4	90~100克/升
硫酸钠	$\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	50~70克/升
苯酚		20~30克/升
明胶		2~3克/升

(一) 二价锡的测定

1. 方法要点:

二价锡在盐酸溶液中被碘氧化成四价锡, 滴定时以淀粉为指示剂。



2. 试剂:

- (1) 盐酸: 比重 1.19
- (2) 淀粉: 1% (见试剂 107)
- (3) 碘标准溶液: 0.1N (见试剂 6)

3. 分析方法:

吸取镀液 10 毫升于 250 毫升三角瓶中, 加水 50 毫升, 浓盐酸 20 毫升及 1 % 淀粉指示剂 5 毫升, 迅速以 0.1N 碘标准溶液滴定至兰色呈现一分钟不消失为终点。

4. 计算:

$$\text{Sn}^{++}\text{克/升} = \frac{N \cdot V \cdot 0.05935}{10} \times 1000$$

$$\text{SnSO}_4\text{克/升} = \frac{N \cdot V \cdot 0.1074}{10} \times 1000$$

式中:

N——碘标准溶液的当量浓度。

V——滴定消耗碘标准溶液的毫升数。

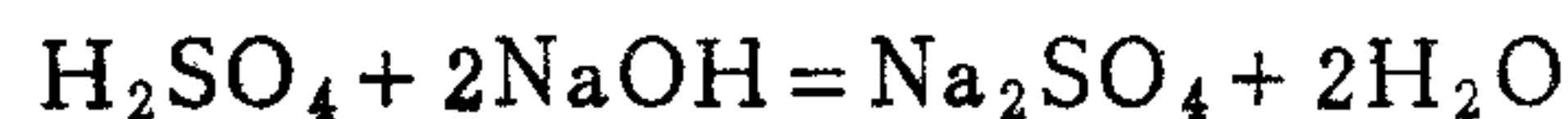
0.05935——锡的毫克当量。

0.1074——硫酸亚锡的毫克当量。

(二) 游离硫酸的测定

1. 方法要点:

在草酸铵存在下 (防止硫酸亚锡水解), 以甲基红为指示剂, 用氢氧化钠溶液滴定硫酸。



2. 试剂:

- (1) 草酸铵溶液: 4 %
- (2) 甲基红指示剂: 0.1 % (见试剂102)
- (3) 氢氧化钠标准溶液: 0.5N (见试剂3)

3. 分析方法:

吸取镀液 5 毫升于 250 毫升三角瓶中, 加 4 % 草酸铵溶液 50 毫升, 摇动数分钟后, 加水 50 毫升, 加 0.1 % 甲基红指示剂 5 - 8 滴, 用 0.5N 氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈黄色为终点。

4. 计算:

$$\text{游离 H}_2\text{SO}_4 \text{ 克/升} = \frac{N \cdot V \cdot 0.049}{5} \times 1000$$

式中:

N——氢氧化钠标准溶液的当量浓度。

V——滴定消耗氢氧化钠标准溶液的毫升数。

0.049——硫酸的毫克当量。