

QJ

中华人民共和国航天工业部部标准

QJ/Z170—86

化学镀镍溶液分析方法

1986—06—01发布

1986—12—01实施

中华人民共和国航天工业部 批准

化学镀镍溶液分析方法

溶液配方(一)

硫酸镍 ($\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)	20~25克/升
次亚磷酸钠 ($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	15~20克/升
柠檬酸钠 ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	10~15克/升
醋酸钠 ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)	10~15克/升

溶液配方(二)

硫酸镍 ($\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)	20~25克/升
次亚磷酸钠 ($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	10~20克/升
乳酸 ($\text{CH}_3\text{CHOHCOOH}$)	20~25克/升
硼酸 (H_3BO_3)	15~20克/升

1 镍的分析

1.1 方法要点

在盐酸溶液中,用过氧化氢氧化亚铁及低价磷酸盐,将溶液蒸至近干,以除去大量盐酸及过氧化氢,然后在氨性溶液中以紫脲酸铵为指示剂,用EDTA标准溶液滴定镍,溶液中的 Fe^{3+} 用三乙醇胺掩蔽,以消除其干扰。

1.2 试剂

盐 酸: $d=1.19$;

三乙醇胺: 1:1;

过氧化氢: 30%;

紫脲酸铵: 固体;

氨性缓冲液: $\text{PH}=10$

EDTA: 0.05M标准溶液。

1.3 分析步骤

用移液管吸取镀液5毫升于250毫升锥形瓶中,加盐酸2毫升,过氧化氢2毫升,煮沸并蒸发至近干。冷却后,加水100毫升。如蒸发时有盐类析出,摇动使溶解,加三乙醇胺2毫升,氨性缓冲液10毫升紫脲酸铵少许,以EDTA标准溶液滴定至溶液由黄色转为紫红色为终点。

1.4 计算