

HB

中华人民共和国航空工业部部标准

HB5361-86

镉-钛电镀工艺分析方法

1986-04-14发布

1986-10-01实施

中华人民共和国航空工业部

批准

镉-钛电镀工艺分析方法

本标准适用于镉钛电镀工艺中镀层钛含量的检查，镀液配制中对清洗水的检查，以及镀液维护时对镀液中各成份的测定。

1 镉钛镀层中钛的分析方法

1.1 方法要点

在1.5~3.5N的硫酸溶液中，四价钛与过氧化氢生成稳定的黄色络合物，用比色法测定钛量。

1.2 试剂

1.2.1 硝酸铵：10%水溶液

1.2.2 硫酸：1:9（体积比）水溶液

1.2.3 硫酸：比重1.84

1.2.4 硝酸：比重1.42

1.2.5 磷酸：比重1.70

1.2.6 乙醇：化学纯

1.2.7 过氧化氢：3%溶液

1.2.8 钛标准溶液：含钛0.1mg/ml

1.3 分析程序

1.3.1 将镀镉钛的试样清洗干净后，放入120℃烘箱内烘30分钟，取出放入干燥器中冷却至室温、称重。置试样于150ml烧杯中，加10%硝酸铵溶液20ml，待镉钛镀层溶解后，用套有皮头的玻璃棒将试片表面附着物擦洗在烧杯中，取出试片用水冲洗干净，并用乙醇脱水，再放入120℃烘箱内烘30分钟，取出放入干燥器中冷至室温，称重。两次重量的差即为待测镉钛镀层的重量。

1.3.2 往150ml烧杯中加硝酸1~2ml，硫酸5ml，加热至冒白色浓烟，冷却后用少量水溶解其盐类，然后移至50ml容量瓶中，加磷酸1~2ml，3%过氧化氢2ml，发色后用水稀至刻度摇匀。（以全部试剂，按以上分析程序为空白试样。）用2cm比色皿，波长460微米下进行比色，测出消光值，在标准曲线上查得相应的钛含量。

1.3.3 钛标准曲线的绘制：分别取钛标准溶液0、1、2、3、4、5ml于数个50ml容量瓶中，各加1:9硫酸溶液20ml，磷酸1~2ml，3%过氧化氢2ml发色，然后各以1:9硫酸溶液加至刻度，摇匀。用2cm比色皿，波长460微米下进行比色测出消光值，并绘制成标准曲线。

1.4 计算

$$\text{Ti}\% = \frac{G_1}{G} \times 100$$

式中：G₁——从标准曲线上查得的钛的重量（毫克）。

G——比色测定时所取镀层的重量（毫克）。

注：①本方法要求试样基体为钢材，尺寸为30×25×1mm为宜。取下镀层的重量在0.05~0.1g之间。

② 试样表面光洁度为▽7，取样时一定要把附着物刮洗干净。

2 镉钛电镀溶液分析方法

溶液成分	含量 (g/l)
钛	2~5
镉	15~25
乙二胺四乙酸	30~40
氨三乙酸	100~130
氯化铵	100~130

2.1 镉的测定

2.1.1 方法要点

将溶液调至微氨性，以铜试剂分离镉，用硝酸溶解沉淀，在pH=10的条件下，以铬黑T为指示剂，EDTA络合滴定。

2.1.2 试剂

2.1.2.1 氨水：比重0.9

2.1.2.2 硝酸：1:1

2.1.2.3 铜试剂：10%水溶液

2.1.2.4 pH=10氨性缓冲溶液

2.1.2.5 铬黑T指示剂 1%

2.1.2.6 EDTA标准溶液 0.05M

2.1.2.7 EDTA-锌溶液

2.1.3 分析程序

2.1.3.1 准确吸取镀液10ml于250ml烧杯中，用氨水调至微氨性，加10%铜试剂10ml，生成白色沉淀，用中速滤纸过滤，将滤液收集于250ml烧杯中（留用测定EDTA、NTA）。用水冲洗沉淀三次以上，把沉淀移至原烧杯中，用水将滤纸上的沉淀冲洗干净后，再用1:1硝酸15ml冲洗滤纸，加热溶解沉淀，冷却后移至100ml容量瓶中，加水至刻度摇匀备用。

2.1.3.2 取以上溶液10ml于250ml锥形瓶中，用氨水调至氨性，加pH=10氨性缓冲溶液10ml，铬黑T指示剂适量，用0.05M EDTA标准溶液滴定至溶液由紫红色变为纯兰色为终点。

2.1.4 计算

$$\text{Cd g/L} = \frac{M \times V \times 112.4}{V_0}$$