

镀铬溶液分析

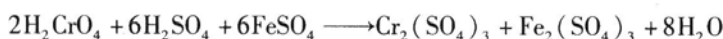
一、普通镀铬溶液分析

(一) 铬酐的测定

方法一(亚铁滴定法)

1. 方法摘要

六价铬在酸性介质中可被亚铁还原为三价铬，可用苯基代邻氨基苯甲酸作指示剂，用标准硫酸亚铁链溶液进行滴定。



2. 试剂

①1:1 硫酸溶液。②磷酸，相对密度 1.7。③苯基代邻氨基苯甲酸指示剂，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。

3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 5mL，置于 100 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管吸此稀释液 10mL，于 250mL 锥形瓶中(含原液 0.5mL)，加水 80mL，1:1 硫酸 10mL，磷酸 1mL，冷却，加苯基代邻氨基苯甲酸指示剂数滴，溶液呈紫红色，以 0.1 mol 标准硫酸亚铁铵溶液滴定至由紫红色变绿色为终点。

4. 计算

含铬酐

$$\text{CrO}_3(\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 0.033 \times 1000}{0.5}$$

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

0.033 为 $\frac{\text{CrO}_3 \text{ 的相对分子质量}}{3000}$ 。

方法二(密度法)分析步骤

取冷却的镀铬液放在 500mL 量筒中，液面离口缘约 30mm，用密度计测量溶液密度，然后按表 11—1—1 查得铬酐的浓度。

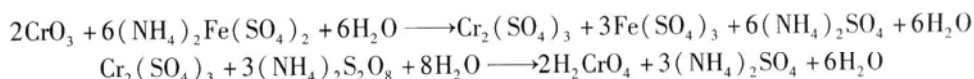
在室温条件下测量更为准确。

表 11—1—1 铬酐浓度与溶液密度的关系

密度	CrO ₃ /g · L ⁻¹	密度	CrO ₃ /g · L ⁻¹	密度	CrO ₃ /g · L ⁻¹	密度	CrO ₃ /g · L ⁻¹
1.01	15	1.10	143	1.19	272	1.28	406
1.02	29	1.11	157	1.20	286	1.29	422
1.03	43	1.12	171	1.21	300	1.30	438
1.04	57	1.13	185	1.22	316	1.31	455
1.05	71	1.14	200	1.23	330	1.32	468
1.06	85	1.15	215	1.24	345	1.33	485
1.07	100	1.16	229	1.25	360	1.34	500
1.08	114	1.17	243	1.26	375	1.35	515
1.09	129	1.18	257	1.27	390		

(二) 三价铬的测定方法一(亚铁滴定法)1. 方法摘要

三价铬在酸性介质中以硝酸银作触媒，用过硫酸铵氧化成六价铬。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作指示剂，用标准硫酸亚铁铵溶液进行滴定六价铬总量，其总量减去原有六价铬含量，即为三价铬含量，三价铁对测定有干扰，可用磷酸掩蔽。



2. 试剂

①1:1 硫酸溶液。②磷酸, 相对密度 1.7g/cm^3 。③1%硝酸银溶液。④过硫酸铵(固体)。⑤苯基代邻氨基苯甲酸指示剂, 见本篇附二 F2. I1。⑥0.1mol 标准硫酸亚铁铵溶液, 见本篇附一 F1. 7。

3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 5mL, 置于 100mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 摇匀。用移液管吸此稀释液 10mL, 置于 250mL 锥形瓶中, 加水 80mL, 1:1 硫酸 10mL, 磷 1mL, 1%硝酸银溶液 10mL 及过硫酸铵 2g, 加热至冒大气泡再沸腾 2min~3min, 冷却, 加苯基代邻氨基苯甲酸指示剂 4 滴, 溶液显紫红色, 以 0.1 mol 标准硫酸亚铁铵溶液滴定至紫红色转亮绿色为终点。

4 计算

含三价铬

$$\text{Cr}^{3+}(\text{g/L}) = \frac{(V_2 - V_1) \times c \times 0.0173 \times 1000}{0.5}$$

式中: V_1 为分析铬酐时耗用标准硫酸亚铁铵溶液的体积(mL); V_2 为本实验耗用标准硫酸亚铁铵溶液的体积(mL); c 为标准硫酸亚铁溶液的摩尔浓度; 0.0173 为 $\frac{\text{Cr 的相对分子质量}}{3000}$ 。

5. 附注

①本分析方法误差较大, 只适用于一般日常分析, 不适用于精确分析。

②可利用亚铁滴定法测定铬酐之后的溶液中, 加入硝酸银及过硫酸铵等试剂, 按本方法作下去, 可同时测量 CrO_3 和 Cr^{3+} 的结果。可不另件取样。

方法二(沉淀分离-氧化还原法)

1. 方法摘要

三价铬在弱碱性溶液中, 生成氢氧化铬沉淀, 而六价铬则绝大部分成铬酸盐留存于溶液中, 分离后的沉淀用稀硫酸溶解, 分别测定其中总铬量和残存的六价铬, 差额即为三价铬含量。铁、铝等和三价铬一起沉淀。但不影响三价铬的测定。

其他原理同亚铁滴定法。

2. 试剂

①氨水, 相对密度 0.8g。②1:3 硫酸溶液。③1%硝酸银溶液。④过硫酸铵(固体)。⑤苯基代邻氨基苯甲酸指示剂, 见本篇附二 F2. I1。⑥0.1mol 标准硫酸亚铁铵溶液, 见本篇附一 F1. 7。

3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 10mL, 置于 400mL 烧杯中, 加水至 200mL, 煮沸, 加入稍过量的氨水使三价铬沉淀完全, 放置 5min, 用中密滤纸过滤, 以热水洗涤至洗液无黄色, 弃去滤液及洗液。

取 200mL 量瓶 1 只, 置于漏斗下, 以热的 1:3 硫酸 40mL, 将沉淀自滤纸上溶解, 并以水洗涤滤纸数次, 冷却后以水稀释至刻度, 摇匀, 用移液管吸此稀释液 50mL, 置于 300mL 锥形瓶中, 加水 100mL 及 1:3 硫酸 25mL, 苯基代邻氨基苯甲酸指示剂数滴, 以 0.1mol 标准硫酸亚铁铵溶液滴定至紫红色消失为终点(记录耗用量为 BmL)。

用移液管自量瓶中再吸取溶液 50mL, 置于另一只 300mL 锥形瓶中, 加水 100mL, 1:3 硫酸 25mL 1%硝酸银溶液 5mL 及过硫酸铵 2g, 加热至沸, 沸腾 5min, 冷却。加苯基代邻氨基苯甲酸指示剂数滴, 以 0.1mol 标准硫酸亚铁铵溶液滴定至紫红色消失为终点(记录耗用量为 AmL)。

4. 计算

含三价铬

$$\text{Cr}^{3+} (\text{g/L}) = \frac{(A - B) \times c \times 0.0173 \times 1000}{2.5}$$

式中：c 为标准硫酸亚铁铵溶液的摩尔浓度；0.0173 为 $\frac{\text{Cr 的相对分子质量}}{3000}$ 。

5. 附注

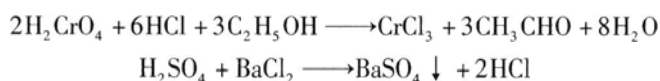
亦可在测定铬酐后的溶液中，接着加硝酸即和过硫酸铵等按上法测总铬量，不必另取溶液。即、滴定 BmL 后加入 1% 硝酸银溶液 5mL……按上法操作，得 AmL。

(三) 硫酸的测定

方法一(硫酸钡重量法)

1. 方法摘要

硫酸根和氯化钡生成不溶于水的硫酸钡沉淀，可定量的测定硫酸根。但铬酸根也和钡生成不溶于水的铬酸钡沉淀，干扰测定。本法用乙醇先将铬酸根还原成三价铬，然后加入氯化钡使硫酸根沉淀，以重量法测定。



2. 试剂

①乙醇混合液(乙醇：盐酸：冰醋酸=1：1：1)。②10%氯化钡溶液。

3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 10mL，置于 400mL 烧杯中，加水 100mL(如有沉淀应过滤)。加入乙醇混合液 45mL，沸腾 10min，趁热慢慢加入氯化钡溶液 10mL，并不断搅拌。再煮 1min，静置于温暖处 1h，以紧密无灰滤纸过滤，以经过盐酸酸化的热水洗涤沉淀数次，将滤纸及沉淀移置于已知恒重的瓷坩埚中，干燥，灰化，在 800℃~900℃灼烧(防止温度过高，以防硫酸钡分解)，在干燥器内冷却后称重。

4. 计算

含硫酸

$$\text{H}_2\text{SO}_4 (\text{g/L}) = \frac{G \times 0.420 \times 1000}{10}$$

含硫酸根

$$\text{SO}_4^{2-} (\text{g/L}) = \frac{G \times 0.412 \times 1000}{10}$$

式中：G 为沉淀的质量(g)；0.420 为 $\frac{\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ 的相对分子质量}}{\text{BaSO}_4 \text{ 的相对分子质量}} = \frac{98}{233.34} = 0.420$ ；0.412 为 $\frac{\text{SO}_4^{2-}}{\text{BaSO}_4} = \frac{96}{233.34} = 0.412$ 。

5. 附注

①加氯化钡后，如沉淀带有黄色，系 Cr^{+6} 浓度太高，未经完全还原，而生成铬酸钡沉淀。此时应另行取试样重作，并减少试样毫升数，酌量增加乙醇混合液，以利 Cr^{+6} 还原完全。

②如无高温炉设备，可用烘重法，即在加入氯化钡之前，当溶液煮沸后，加无硫酸的苦味酸 5mL，再加氯化钡继续煮沸，稍静置一会儿，用 4 号砂芯玻璃漏斗过滤，再用 1% 盐酸和热水洗数次，在 120℃烘重。

方法二(硫酸钡沉淀—EDTA 容量法)

1. 方法摘要

氯化钡与硫酸根生成硫酸钡沉淀，再加入过量 EDTA 溶液，使沉淀中钡离子与其络合，然后用氯化锌或氧化锌回滴过量的 EDTA，根据 EDTA 和标准锌溶液的用量即可计算出硫酸的含量。

铬酸根和氯化钡可生成不溶于水的铬酸钡沉淀干扰测定,所以用乙醇先将铬酸根还原成三价铬,消除六价铬的干扰。

2. 试剂

①乙醇混合液(乙醇:盐酸:冰醋酸=1:1:1)。②10%氯化钡。③5%盐酸溶液。④氨水,相对密度 0.891g/cm³。⑤铬黑 T 指示剂,见本篇附二 F2.16。⑥0.05mol 标准 EDTA 溶液,见本篇附一 F1.14。⑦0.05mol 标准锌溶液,见本篇附一 F1.15。

3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 10mL,置于 400mL 烧杯中,加水 100mL,乙醇混合液 45mL,沸腾 15min,置手温处 1h,以定量滤纸过滤,以经过 5%盐酸酸化的热水将烧杯及沉淀洗至无钡离子(用硫酸试)。将沉淀及滤纸放回原烧杯中,加水 100mL、氨水 10mL,用移液管加入 0.05mol 标准 EDTA 溶液 25mL,加热至 60℃~70℃,搅拌,使沉淀溶解完全。冷却,再加入氨水 5mL 及铬黑 T 指示剂数滴,以 0.05mol 标准锌溶液滴定至由蓝色转红为终点。

4. 计算

含硫酸

$$\text{H}_2\text{SO}_4 (\text{g/L}) = \frac{(c_1 \times V_1 - c_2 \times V_2) \times 0.098 \times 1000}{10}$$

含硫酸根

$$\text{SO}_4^{2-} (\text{g/L}) = \frac{(c_1 \times V_1 - c_2 \times V_2) \times 0.096 \times 1000}{10}$$

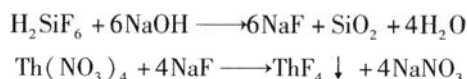
式中: c₁ 为标准 EDTA 溶液的摩尔浓度; K 为耗用标准 EDTA 溶液的体积(mL); c: 为标准锌溶液的摩尔浓度; K 为耗用标准锌溶液的体积(mL); 0.098 为 $\frac{\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ 的相对分子质量}}{1000}$ 0.096 为 $\frac{\text{SO}_4^{2-} \text{ 的相对原子质量}}{1000}$

5. 附注

如试液中 SO₄²⁻ 较高,取样要少些,否则硫酸钡很难溶。(四)氟硅酸的测定

1. 方法摘要

加氢氧化钠于铬镀液中后,三价铬和大部分金属杂质生成氢氧化物(铝、锌不完全沉淀),再加入硝酸银与六价铬生成铬酸银沉淀,氟硅酸和氢氧化钠生成氟离子而留存于溶液中,然后调整酸度至 pH2.9~3.4,用茜素磺酸钠指示,以硝酸钍滴定至终点,此时过量的硝酸钍和指示剂生成红色沉淀色素。



2. 试剂

①1mol 标准氢氧化钠溶液,见本篇附一 F1.4。②0.5mol 标准硝酸银溶液,见本篇附一 F1.10。③1%茜素磺酸钠指示剂(茜素红 s)。④1:50 硝酸溶液。⑤氯乙酸缓冲液。⑥0.01mol 标准硝酸钍溶液。

3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 4mL,置于 400mL 烧杯中,加水 50mL,参考表 11—1—2 根据镀液中铬酐的含量。不断搅拌下加入适量的 1mol 氢氧化钠溶液,使 pH=7~8,然后按表加入适量的 0.5mol 硝酸银溶液,此时 pH=4—5。溶液为无色,否则应再调整 pH 值。

将上述溶液移入 200mL 容量瓶中,稀释至刻度,干纸过滤。

吸取滤液 50mL,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 0.1%茜素磺酸钠指示剂数滴,此时溶液应为红色(若为黄色,应加少量氢氧化钠溶液),逐滴加入 1:50 硝酸至显黄色。加氯乙

酸缓冲液 2. 5mL, 用 0. 01mol 标准硝酸钍溶液滴定至红色 (不带黄色) 为终点。

4. 计算

含氟根

$$F^{-}(\text{g/L}) = 4 \times c \times V \times 0.019 \times 1000$$

含氟硅酸

$$H_2SiF_6(\text{g/L}) = 4 \times c \times V \times 0.024 \times 1000$$

含氟硅酸钠

$$Na_2SiF_6(\text{g/L}) = 4 \times c \times V \times 0.0313 \times 1000$$

含氟硅酸钾

$$K_2SiF_6(\text{g/L}) = 4 \times c \times V \times 0.0366 \times 1000$$

式中: c 为标准硝酸钍溶液的摩尔浓度; V 为耗用标准硝酸钍溶液的体积 (mL); 0. 019 为

$$\frac{F \text{ 的相对分子质量}}{1000}$$

; 0. 024 为

$$\frac{H_2SiF_6 \text{ 的相对分子质量}}{6000}$$

0. 0313 为

$$\frac{Na_2SiF_6 \text{ 的相对分子质量}}{6000}$$

0. 0366

$$\text{为 } \frac{K_2SiF_6 \text{ 的相对分子质量}}{6000}。$$

5. 附注

(1) 加入硝酸银时, 溶液的 $pH=7\sim8$ 较好, $pH<7$ 时, 铬分离不完全, $pH>8$ 时, 结果偏低。

(2) 若氟硅酸含量超过 10g, 为了保证 SiF_6^{2-} 转化为 F^{-} , 溶液在加入硝酸银之前, 应稍加温至 $30^{\circ}C\sim40^{\circ}C$, 以免结果偏低。

(3) 缓冲液不加, 则结果稍偏低。

(4) 缓冲液配制后放置时间过长, 加入溶液后会浑浊, 影响测定。

(5) 过滤出来的红色铬酸银, 可积起来回收。

本方法适用于含氟量大于 0. 5g / L 的镀液。

当取样为 4mL 时, 硝酸银, 氢氧化钠用量参考表, 如表 11—1—2 所列。

表 11—1—2 参考表

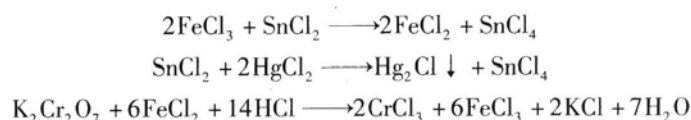
溶液中 CrO_3 含量	需用 1mol NaOH 的 毫升数	需用 0. 5mol $AgNO_3$ 的 毫升数	溶液中 CrO_3 含量	需用 1mol NaOH 的 毫升数	需用 0. 5mol $AgNO_3$ 的 毫升数
50	7	20	300	26	60
100	10	28	350	30	68
150	14	36	400	34	76
200	18	44	450	38	84
250	22	52	500	42	92

(五) 杂质分析

1. 铁的测定 (重铬酸钾滴定法)

(1) 方法摘要

于试液中加入过量氨水与铁生成氢氧化铁沉淀分离,将氢氧化铁溶解于盐酸,以氯化亚锡还原高价铁为亚铁,过量的氯化亚锡以氯化汞除去,然后用重铬酸钾滴定亚铁,以二苯胺磺酸钠指示终点。



(2) 试剂

①氨水,相对密度 0.89。②30%过氧化氢溶液。③1:1 盐酸溶液。④6%氯化亚锡溶液。⑤氯化汞饱和溶液。⑥1:1 硫酸溶液。⑦磷酸,相对密度 1.7。⑧二苯胺磺酸钠指示剂,见本篇附二 F2.10。⑨0.05mol 标准重铬酸钾溶液,见本篇附一 F1.6。

(3) 分析步骤。

用移液管吸取镀液 5mL,置于 600mL 烧杯中,加水 400mL,加热至 80℃,加入氨水至溶液对石蕊试纸显碱性,在不断搅拌下缓缓加入 30%过氧化氢 10mL,加热至沸,静置片刻,使沉淀下沉,趁热以快速滤纸过滤,以热水洗 3 次~4 次,弃去滤液及洗液。

用热的 1:1 盐酸将沉淀溶于原烧杯中,浓缩至 20mL,加盐酸 5mL,加热至近沸,逐滴加入 6%氯化亚锡至黄色消失再多加 1 滴~2 滴,冷却,加入氯化汞饱和溶液 5mL,(摇动后应有少许白色沉淀物产生,如无沉淀呈灰黑色则试验应重做)。加水 100mL,1:1 硫酸 5mL,磷酸 5mL,冷却,加二苯胺磺酸钠指示剂数滴,以 0.05mol 标准重铬酸钾溶液滴定至溶液显紫蓝色为终点。

(4) 计算

含铁

$$\text{Fe(g/L)} = \frac{6 \times c \times V \times 0.0559 \times 1000}{5}$$

式中: c 为标准重铬酸钾溶液的摩尔浓度; V 为耗用标准重铬酸钾溶液的体积(mL); 0.0559 为 $\frac{\text{Fe 的相对分子质量}}{1000}$ 。

(5) 附注。

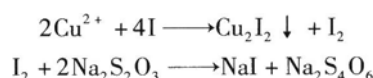
①加入氯化汞后如无白色 Hg_2Cl_2 沉淀生成,说明氯化亚锡加得不够,铁还原不完全,An.z,氯化汞后如果生成的沉淀显灰黑色,说明氯化亚锡加得过多,汞被还原成金属汞,这两种情况发生都必须重做。

②在日常分析工作中,也可省略第二次沉淀铁的手续,将第一次沉淀的氢氧化铁以热水洗数次,经 1:1 盐酸溶解后,按上述方法调节酸度后进行滴定。

③含镁的镀铬液在第一次加氨水之前,先加入 5g 氯化铵,以防止镁盐水解和铁一起沉淀。

2. 铜的测定

(1) 方法摘要。在酸性溶液中,以过氧化氢还原三氧化铬,以锌还原 Cu^{2+} 为金属铜,用硝酸溶解,再以硫酸冒白烟以去硝酸,调整酸度至弱酸性,加入碘化钾, Cu^{2+} 与碘化钾作用,释放出与铜量相当的碘,用淀粉指示,以硫代硫酸钠滴定。



(2) 试剂: ①硫酸,相对密度 1.84。②30%过氧化氢溶液。③1:1 硝酸溶液。④氨水,相对密度 0.89。⑤冰醋酸。⑥20%碘化钾溶液。⑦0.05mol 标准硫代硫酸钠溶液,见本篇附一 F1.8。⑧淀粉指示剂,见本篇附二 F2.15。

(3) 分析步骤。

用移液管吸取镀液 50mL，置于 300mL 烧杯中，加浓硫酸 5mL，滴加 30% 过氧化氢使三氧化铬还原完全(溶液为绿色)，加水 50mL，煮沸 3min，加入金属锌数小块，加热 15min~20min，此时铜应完全析出，用定性滤纸过滤(为了避免铜的氧化，可在滤纸上预先放几片金属锌)，用冷水洗涤去掉 Cr^{3+} 。然后滴加热的 1:1 硝酸，将滤纸上的铜溶解(锌溶解少许也无妨)，溶液收集于原烧杯中，加浓硫酸 10mL，加热至冒白烟，冷却，小心加水 30mL，加氨水使呈暗蓝色 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ 的颜色，滴加冰醋酸使暗蓝色褪去，过量 1mL，冷却，加 20% 碘化钾溶液 10mL，稍放置一下，用 0.05mol 标准硫代硫酸钠溶液滴定至淡黄色时，加淀粉溶液 5mL，继续滴定至蓝色消失为终点。

(4) 计算

含铜

$$\text{Cu}(\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 0.0636 \times 1000}{50}$$

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 $\frac{\text{Cu 的相对分子质量}}{1000}$ 。

(5) 附注

无锌片也可用铝片代替锌片还原 Cu^{2+} 。

3. 氯离子的测定

方法一(容量法)

(1) 方法摘要。在镀铬溶液中加入固体碳酸钡，使之生成铬酸钡沉淀，过滤后使溶液呈微酸性，加入饱和铬酸钾溶液，用硝酸银滴定，使之生成红色铬酸银沉淀，反应到终点。



(2) 试剂：①铬酸钾饱和溶液。②0.1mol 标准硝酸银溶液。

(3) 分析步骤。用移液管吸取镀液 50mL，置于 100mL 容量瓶中，加入过量的碳酸钡，使镀液为无色，然后用水稀释至刻度，用滤纸过滤，取滤液 20mL，加水 80mL(此时 pH 值应在 4~7)，加饱和铬酸钾溶液 3 滴~5 滴，用硝酸银标准溶液滴定至白色沉淀，并略带淡红色为终点。

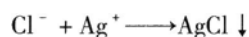
(4) 计算。

含氯离子

$$\text{Cl}^- = \frac{c \times V \times 35.5}{50 \times \frac{20}{100}}$$

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)；35.5 为 Cl^- 的相对原子质量。

方法二(重量法) (1) 方法摘要。本法用硝酸银和氯离子生成氯化银沉淀，以重量法测定。



溶液保持较高的硝酸浓度和较低的银离子浓度，以防止铬酸生成铬酸银沉淀，在强酸性溶液中， CrO_4^{2-} 生成离解度较小的 HCrO_4^- ，可阻止铬酸银沉淀。

(2) 试剂：①硝酸，相对密度 1.42。②1% 硝酸银溶液。

(3) 分析步骤。用移液管吸取镀液 20mL 于 600mL 烧杯中，加水 400mL，硝酸 30mL 及 1% 硝酸银 25mL。将溶液煮沸数 min 冷却，静置一会儿，用已知恒重的玻璃砂芯漏斗过滤，小心将沉淀移至漏斗中，用水洗净，在 130℃~150℃ 温度下烘至恒重。称沉淀氯化银的重

量。

(4) 计算。

含氯根

$$\text{Cl}^- (\text{g/L}) = \frac{G \times 0.247 \times 1000}{20}$$

式中：G 为沉淀重(g)。

二、镀黑铬溶液分析

(一) 铬酐的测定

按普通镀铬液中铬酐的测定方法进行测定。

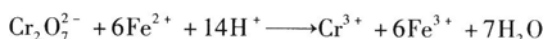
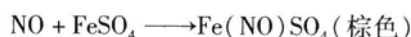
(二) 三价铬的测定

按普通镀铬液中三价铬的测定方法进行测定。

(三) 硝酸钠的测定

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，在此溶液中，加入定量的亚铁溶液与硝酸根作用，多余的亚铁用重铬酸钾溶液回滴。由于消耗于与硝酸根作用的亚铁溶液，可计算出硝酸的含量。



2. 试剂

①20%氯化钡溶液。②20%氢氧化钠溶液。③1:1 硫酸溶液。④0.25mol 标准硫酸亚铁铵溶液，见本篇附一 F1.7。⑤硫酸，相对密度 1.84。⑥氯化钠(固体)。⑦苯基代邻氨基苯甲酸，见本篇附二 F2.11。⑧0.02mol 标准重铬酸钾溶液，见本篇附一 F1.6。

3. 分析步骤

用移液管吸取镀液 5mL，置于 200mL 容量瓶中，加水 100mL，加热至近沸，用滴定管缓缓加 20%氯化钡溶液(约 25mL)，然后滴加 20%氢氧化钠溶液使 pH=9 左右(检查 CrO_4^{2-} 是否已沉淀完全，若已沉淀完全溶液应呈无色)。用流水冷至室温，稀释至 200mL。

干纸过滤。用移液管吸取滤液 100mL，置于 250mL 锥形瓶中，加 1:1 硫酸 2mL，将多余的 Ba^{2+} 沉淀后，过滤于 250mL 锥形瓶中，以热水洗涤数次，再以 20%氢氧化钠调整至溶液的 pH 值至呈弱碱性，加热使体积浓缩至 20mL 左右(体积不能过大，以防下面反应不能进行)。

准确加入 15mL 0.25mol 标准硫酸亚铁铵溶液，在不断摇动下加入 20mL 硫酸和 0.5g 固体氯化钠，将溶液煮沸 5min(溶液呈黄色)。冷却，加水 50mL，加入苯基代邻氨基苯甲酸指示剂数滴，用 0.02mol 标准重铬酸钾溶液滴定至紫红色为终点。

4. 计算

含硝酸钠

$$\text{NaNO}_3 (\text{g/L}) = \frac{85}{3} \times \frac{1}{2.5} \times (c_1 \times V_1 - 6c_2 \times V_2) = 11.33 \times (c_1 \times V_1 - 6 \times c_2 \times V_2)$$

式中： c_1 为标准硫酸亚铁铵溶液的摩尔浓度； V_1 为耗用标准硫酸亚铁铵溶液的体积(mL)； c_2 为标准重铬酸钾溶液的摩尔浓度； V_2 为耗用标准重铬酸钾溶液的体积(mL)；85 为 NaNO_3 的相对分子质量；3 为氮原子价的改变数，(从 5 价至 2 价)；2.5 为取试液体积(mL)。

5. 附注

(1) 氯化钠的加入作为接触剂。

(2) 过滤之后应在 30min~60min 之内进行分析，放置时间过长，结果偏高。