

## 镀金溶液分析

### 一、氰化镀金溶液分析

#### (一)金的测定

##### 方法一(重量法)

##### 1. 方法摘要

用硫酸及过氧化氢分解氰化物，金被还原成金属状态析出，经分离后以重量法测定。

##### 2. 试剂

①硫酸，相对密度 1.84。②30%过氧化氢溶液。

##### 3. 分析步骤

用移液管吸取试液 10mL，置于 250mL 烧杯中，加硫酸 10mL 及 30%过氧化氢 5mL(在通风橱内进行)，加热至冒三氧化硫白烟，如烧杯壁附有沉淀物，冷却后以水冲洗一次，再蒸发至冒三氧化硫白烟，继续冒烟 3min~5min，此时全被还原成金属状态析出，静置冷却，加水 100mL，煮沸 2min，以无灰滤纸将沉淀过滤，以热水洗净，将沉淀及滤纸移置已知恒重的瓷坩埚中，干燥、灰化，600%灼烧 30min，在干燥器中冷却后称重。

##### 4. 计算

含金

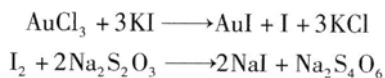
$$\text{Au(g/L)} = \frac{G \times 1000}{10}$$

式中：G 为灼烧后沉淀的质量(g)。

方法二(不适用于含银、铜的镀液)

##### 1. 方法摘要

用盐酸破坏氰化物，加王水使金全部转化为三氯化金，与碘化钾作用析出定量的游离碘，再以标准硫代硫酸钠溶液滴定游离碘，以测定金的含量。其反应如下：



##### 2. 试剂

①盐酸，相对密度 1.19。②王水(由三份体积盐酸和一份体积硝酸配成。)③1:3 盐酸溶液。④10%碘化钾溶液。(淀粉指示剂，见本篇附二 F2.15。⑤0.05mol 标准硫代硫酸钠溶液，见本篇附一 F1.8。

##### 3. 分析步骤

用移液管吸取试液 5mL，置于 300mL 锥形瓶中，加 20mL 浓盐酸在电炉上蒸发至于(在通风橱内进行)，然后再加王水 5mL~7mL 溶解，在温度为 70℃~80℃，缓慢蒸发到浆状为止(切勿蒸干)，再以热水约 80mL 溶解并洗涤瓶壁，冷却后加 1:3 盐酸 10mL 及 10%碘化钾溶液 2mL~3mL，在暗处放置 2min，以 5mL 淀粉溶液为指示剂，用标准 0.05mol 硫代硫酸钠溶液滴定至蓝色消失为终点。

##### 4. 计算

含金

$$\text{Au(g/L)} = \frac{1/2(c \times V) \times 0.197 \times 1000}{5}$$

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)；

0.197 为  $\frac{\text{Au 的相对分子质量}}{1000}$ 。

##### 5. 附注

(1)在蒸发除去硝酸过程中,不可将溶液全蒸干或局部蒸干,以免金盐分解。如果已生成不溶解的沉淀,需加入少量盐酸及硝酸溶解,再重新蒸发。

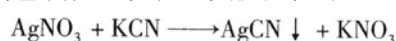
(2)也可用下列方法测定。

取 10mL 试液,加 15mL 浓盐酸,加热煮沸(在通风橱内进行),滴加 30%过氧化氢至沉淀溶解,并过量 2 滴,煮沸 1min~2min,冷却,此水稀释至 70mL 左右,加 2g 碘化钾,溶完后以标准 0.1mol 硫代硫酸钠溶液滴定至淡黄色,加入 5mL 1%淀粉溶液,继续以硫代硫酸钠溶液滴定至蓝色消失为终点。计算同上。

## (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。滴定时以碘化钾作指示剂,当反应完全后,微过量的硝酸银和碘化钾生成黄色碘化银沉淀。其反应如下:



### 2. 试剂

①10%碘化钾溶液。(0.1mol 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 5mL,置于 250mL 锥形瓶中,加水 50mL 及 10%碘化钾溶液 2mL,立即用 0.1mol 标准硝酸银溶液滴定至微黄色为终点。

### 4. 计算

含氰化钾

$$\text{KCN}(\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 0.130 \times 1000}{5}$$

含氰化钠

$$\text{NaCN}(\text{g/L}) = \frac{c \times V \times 0.098 \times 1000}{5}$$

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); 0.130 为  $\frac{2 \times \text{KCN 的相对分子质量}}{1000}$ ; 0.098 为  $\frac{2 \times \text{NaCN 的相对分子质量}}{1000}$ 。

## 二、柠檬酸盐镀金溶液分析

### (一)金的测定

按氰化镀金液中金的测定方法一质量法进行测定。

### (二)酒石酸锑钾的测定

#### 1. 方法摘要

在酸性溶液中,三价锑与过量的碘化钾作用,生成锑和碘氢酸黄色络合物,以此进行变色测定。

#### 2. 试剂

①1: 5 硫酸溶液。②碘化钾-抗坏血酸混合液。③酒石酸锑钾标准溶液。

#### 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,于 150mL 容量瓶中,加 1: 5 硫酸 10mL,碘化钾-抗坏血酸混合液 25mL,再以 1: 5 硫酸稀释至刻度,摇匀,放置 5min,用 3cm 比色皿,波长 430nm,以空白液为参比,进行比色,测得其消光值,从标准曲线查得酒石酸锑钾含量。

空白液配制:

吸取上面稀释液 10mL，置于 50mL 容量瓶中，加 1: 5 硫酸 15mL，以水稀释至刻度。标准曲线的绘制：

分别吸取酒石酸锶钾标准溶液(1mL 含 0. 1mg)0mL、1mL、3mL、5mL、7mL、9mL 于 50mL 容量瓶中，加 1: 5 硫酸 1mL，以下操作按上述方法同样进行，测出消光值，绘制曲线。

### (三)柠檬酸铵的测定

#### 1. 试剂

①酚酞指示剂，见本篇附二 F2. 3。②0. 1mol 标准氢氧化钠溶液，见本篇附一 F1. 4。

#### 2. 分析步骤

用移液管吸取试液 5mL，置于 250mL 锥形瓶中，加水 50mL，酚酞指示剂 4 滴，用 0. 1mol 标准氢氧化钠溶液滴定至恰呈粉红色为终点。

#### 3. 计算

含柠檬酸铵

$$(\text{NH}_4)_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7(\text{g/L}) = \frac{1/3c \times V \times 0. 243 \times 1000}{5}$$

式中：c 为标准氢氧化钠溶液的摩尔浓度；V 为耗用标准氢氧化钠溶液的体积(mL)；0. 243

为  $\frac{(\text{NH}_4)_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \text{ 的相对分子质量}}{1000}$ 。