应用报告

应用范围: 金属工业

电位滴定法测定金、银镀槽中镍含量

摘要

本方法阐述金和银镀槽中镍含量的测定。以KCN为滴定剂，金和银通过还原于滴定前除去。此方法亦可应用于合金中镍的测定。

$$Ni(II) + 4\ KCN + NH_3 + H_2O \rightarrow (NH_4)_2\ [Ni(CN)_4]$$

仪器及其附件

- Titrando 系列 809 或 808 或 835 或 836 自动电位滴定仪
- Titrino plus 系列 848 或 877 型自动电位滴定仪
- 2.801.0040 磁力搅拌滴定台
- 交换单元 或加液单元
- 6.0430.100 Ag-Titrode 银电极（带Ag_2S涂层）
- 6.2104.020 电极电缆

试剂

· 滴定剂：c(KCN) = 0.2 mol/L；
溶解 4 g KOH和13.03 KCN 于蒸馏水中，定容至 1 L.。用镍标准溶液标定。
· 镍标准溶液：c(Ni) = 0.01 mol/L
溶解2.809 g $NiSO_4 \cdot 7H_2O$于蒸馏水中，定容至1 L。
1mL = 0.5869 mg Ni
· 肼溶液：w(硫酸肼) = 2 %水溶液
· 氨水溶液：w(氨水) = 25 %水溶液
·消解酸：浓盐酸和浓硝酸

样品前处理

以下步骤必须在通风柜中进行！！！
在烧杯中加入10.0mL样品和10.0mL盐酸，加热至体积为原来的1/4。逐滴加入浓硝酸，直至沉淀溶解，然后再次加热至体积为原来的1/4。冷却后转移到50mL容量瓶中，蒸馏水定容。

分析方法

移取 10.0 mL处理后的样品溶液（相当于 2mL 样品原液）于滴定杯中，分别加入10 mL 蒸馏水，10 mL氨水溶液和5 mL肼溶液，加热至沸腾少许时间（在通风柜中进行！！），冷却后用KCN溶液，c(KCN) = 0.2 mol/L滴定。