

备案号:2779—1999

HG/T 3591—1999

前 言

本行业标准设一个级别,六项指标:焦磷酸钾含量、铁含量、水不溶物含量、pH 值、铅含量和赫尔槽试验。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会归口。

本标准起草单位:化学工业部天津化工研究设计院、湖北省襄樊市电化学工业研究所。

本标准主要起草人:苏培基、赵成显。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

电镀用焦磷酸钾

HG/T 3591—1999

Potassium pyrophosphate for electroplating use

1 范围

本标准规定了电镀用焦磷酸钾的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于电镀用焦磷酸钾。主要用于无氰电镀。

分子式： $K_4P_2O_7$

相对分子质量：330.33(按 1995 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(eqv ISO 6685:1982)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 9723—1988 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

3 要求

3.1 外观:白色粉末或块状。

3.2 电镀用焦磷酸钾应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标
焦磷酸钾($K_4P_2O_7$)含量/%	≥ 98.0
铁(Fe)含量/%	≤ 0.01
水不溶物含量/%	≤ 0.10
pH 值(10 g/L 水溶液)	10.5 ± 0.5
铅(Pb)含量/%	≤ 0.003
赫尔槽试验($D_k \geq 10$ A/dm ² 下电镀)	合格

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

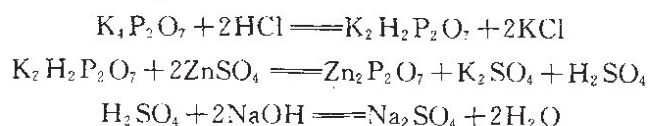
试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

安全提示:试验中所用盐酸、氢氧化钠均为腐蚀品,操作时应小心!

4.1 焦磷酸钾含量的测定

4.1.1 方法提要

焦磷酸钾与盐酸反应生成焦磷酸二氢二钾,加入硫酸锌,生成焦磷酸锌沉淀和硫酸,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定生成的硫酸。反应式如下:



4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 盐酸溶液:1+20。

4.1.2.2 盐酸溶液:1+100。

4.1.2.3 硫酸锌溶液:125 g/L。

称取 125 g 硫酸锌,溶解于水并稀释至 1 000 mL,在酸度计上用硫酸溶液(1+500)或氢氧化钠标准滴定溶液(4.1.2.4)将溶液 pH 值调至 3.8。

4.1.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液。

配制:按 GB/T 601 [$c(\text{NaOH})$ 约 0.1 mol/L] 进行配制。

标定:称取约 0.5 g(精确至 0.000 2 g)在 400℃ 干燥至恒重的无水焦磷酸钠(将焦磷酸钠在水中重结晶三次,置于铂皿中干燥),置于 250 mL 烧杯中,加入 90 mL 水溶解。在酸度计上,在搅拌下慢慢加入适当浓度盐酸溶液直至溶液 pH 值为 3.8,加入 50 mL 硫酸锌溶液,搅拌 5 min。在搅拌下用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液 pH 值接近 3.6。停止滴定,搅拌 2 min 使溶液达到平衡,继续滴定至溶液 pH 值为 3.8。此时每加一滴溶液后要搅拌 30 s。

每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于焦磷酸钠的克数(T)按式(1)计算:

$$T = \frac{m}{V} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m ——称取无水焦磷酸钠的质量, g;

V ——滴定中消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL。

4.1.3 仪器、设备

4.1.3.1 酸度计:分度值为 0.02pH,配有饱和甘汞电极和玻璃电极;

4.1.3.2 磁力搅拌器。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解,转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.1.4.2 测定

用移液管移取 50 mL 试验溶液(4.1.4.1),置于 250 mL 烧杯中,加 40 mL 水,以下按 4.1.2.3 条从“在搅拌下慢慢加入适当浓度盐酸溶液直至溶液 pH 为 3.8……”开始,到“……,此时每加一滴溶液后要搅拌 30 s。”为止进行操作。

4.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的焦磷酸钠($K_4P_2O_7$)含量(X_1)按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{TV \times 1.242}{m \times \frac{50}{500}} \times 100 = \frac{1.242 \times TV}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中: T ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于无水焦磷酸钠的克数;

V ——滴定试验溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

1.242——无水焦磷酸钠换算为焦磷酸钾的系数。

4.1.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

4.2 铁含量的测定

4.2.1 方法提要

同 GB/T 3049—1986 第 2 章。

4.2.2 试剂和材料

同 GB/T 3049—1986 第 3 章。

4.2.3 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为 3 cm 吸收池。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 标准曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 中 5.3 规定,选用厚度为 3 cm 吸收池及其对应的铁标准溶液用量,绘制标准曲线。

4.2.4.2 试验溶液的制备

称取 10 g 试样(精确至 0.1 g),置于烧杯中,加 50 mL 水溶解,加 10 mL (1+1) 盐酸溶液,加热并煮沸 2 min,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

4.2.4.3 空白试验溶液的制备

按 4.2.4.2 规定的方法制备,只是不加试样。

4.2.4.4 测定

用移液管分别移取 20 mL 试验溶液和空白试验溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中,各加水至 40 mL,以下按 GB/T 3049—1986 中 5.4 规定,从“用氨水或盐酸溶液调整 pH 为 2,……”开始,至“……测量其吸光度”进行操作。

从试验溶液的吸光度中减去空白试验溶液的吸光度,由标准曲线上查出相应的铁含量。

4.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_2)按(3)式计算:

$$X_2 = \frac{m_1}{m \times \frac{20}{250} \times 1000} \times 100 = \frac{1.25 \times m_1}{m} \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_1 ——由标准曲线上查出的铁的质量, mg;

m ——试料质量, g。

4.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.003%。

4.3 水不溶物含量的测定

4.3.1 方法提要

试样溶于热水中,将不溶物过滤、洗涤、干燥并称量。

4.3.2 仪器、设备

玻璃砂坩埚:孔径 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

4.3.3 分析步骤

称取约 20 g 试样(精确至 0.1 g),置于 500 mL 烧杯中,加 400 mL 热水溶解,用在 $105^{\circ}\text{C}\sim 110^{\circ}\text{C}$ 下恒重的玻璃砂坩埚过滤,用热水洗涤残渣至中性(用 pH 试纸检查),将玻璃砂坩埚置于 $105^{\circ}\text{C}\sim 110^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中烘至恒重。

4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量(X_3)按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——玻璃砂坩埚的质量, g;

m_2 ——玻璃砂坩埚和水不溶物的质量, g;

m ——试料的质量, g。

4.3.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

4.4 pH 值的测定

4.4.1 仪器和设备

酸度计:分度值为 0.02 pH 单位,并配有饱和甘汞电极和玻璃电极。

4.4.2 分析步骤

称取 (1.00 ± 0.01) g 试样,溶解于 100 mL 水中,用酸度计测定 pH 值。

4.4.3 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.1 pH。

4.5 铅含量的测定

4.5.1 方法提要

同 GB/T 9723—1988 第 3 条。

4.5.2 试剂和材料

铅标准溶液:1 mL 溶液含 0.1 mg Pb。

4.5.3 仪器、设备

4.5.3.1 原子吸收分光光度计;

4.5.3.2 光源:铅空心阴极灯。

4.5.4 分析步骤

称取 25 g 试样(精确至 0.01 g),加水使试样溶解,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

用移液管分别移取 25 mL 试验溶液,置于 4 个 100 mL 容量瓶中,再用移液管分别加入 0 mL, 1 mL, 2 mL, 3 mL 铅标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收分光光度计上,用空气-乙炔火焰,于波长 283.3 nm 处,用水调零,测量上述溶液的吸光度。

以加入标准铅的浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横轴相交,交点处铅的浓度即为试验溶液中铅的浓度。

4.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铅(Pb)含量(X_4)按(5)式计算:

$$X_4 = \frac{c \times 100}{m \times \frac{25}{250} \times 10^6} \times 100 = \frac{0.1c}{m} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: c ——由曲线上查得的试验溶液铅的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

m ——试料质量, g。

4.5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.001%。

4.6 赫尔槽试验

4.6.1 试剂和材料

4.6.1.1 焦磷酸铜；

4.6.1.2 焦磷酸；

4.6.1.3 氢氧化钾溶液：6 g/L。

4.6.2 仪器、设备

4.6.2.1 赫尔槽：250 mL，赫尔槽试验装置如图 1；

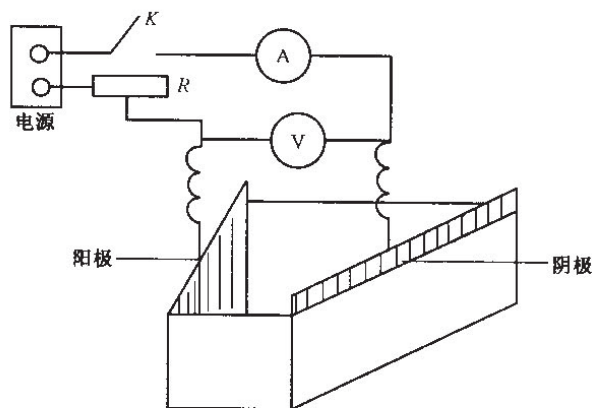


图 1 赫尔槽试验装置图

4.6.2.2 电镀试验电源：单相半波 10 A/12 V；

4.6.2.3 钢板：(1~2) mm×70 mm×100 mm 除油除锈，表面光滑平整；

4.6.2.4 纯铜板：(1~2) mm×70 mm×63 mm 除油除锈，表面光滑平整；

4.6.2.5 恒温水浴。

4.6.3 试验条件

4.6.3.1 温度：(48±2)℃；

4.6.3.2 电镀液的 pH 值：8.8±0.2。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 电镀试验溶液的配制

称取 400 g 焦磷酸钾试样(精确至 0.1 g)，溶解于水中，再向该溶液中加入 100 g 焦磷酸铜(精确至 0.1 g)，然后加水至 1 000 mL，用焦磷酸或氢氧化钾溶液调整溶液的 pH 至 8.8±0.2(用精密 pH 试纸或 pH 计检验)。

4.6.4.2 测定

取 500 mL 电镀试验溶液，加热至 50℃，取 250 mL 置于赫尔槽中，槽放于恒温水浴中，控制温度为 (48±2)℃，用钢板作阴极，纯铜板作阳极，开始电镀，电流为 2 A，时间为 2 min，到时间后关闭电源，取出阴极板，用纯水洗净，干燥，测量不良镀层的宽度(即良好镀层最大电流密度点距近阳极边缘的距离)，取镀层高度的二分之一处。

电流密度 D_k 按式(6)计算：

$$D_k = I(5.10 - 5.24 \lg L) \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中： D_k ——赫尔槽试验中阴极板上良好镀层区最大电流密度，A/dm²；

I ——试验中电流表指示的电流强度，A；

L ——赫尔槽试验中阴极板近阳极端的边缘距良好镀层边缘的距离，cm。

如果电流密度 $D_k \geq 10$ A/dm² 时，且镀层良好，则可认为该产品符合本标准的要求。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为常规试验项目。

5.2 每批产品不超过 5 t。

5.3 按 GB/T 6678—1986 的 6.6 规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。

5.4 电镀用焦磷酸钾应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的电镀用焦磷酸钾都符合本标准的要求。

5.5 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

5.6 采用 GB/T 1250—1989 的 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

6 标志、标签

6.1 电镀用焦磷酸钾包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期、保存期、本标准编号。

6.2 每批出厂的电镀用焦磷酸钾产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期、保存期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7 包装、运输、贮存

7.1 电镀用焦磷酸钾内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不得小于 0.05 mm。外包装采用塑料编织袋,其性能和检验方法应符合有关规定。每袋净含量 25 kg。

内袋采用尼龙绳两次扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边,在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。

7.2 电镀用焦磷酸钾在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋,受潮。

7.3 电镀用焦磷酸钾应贮存在阴凉干燥处,防止雨淋,受潮。

7.4 产品在符合本标准包装、运输和贮存条件下,自生产之日起保存期为六个月。逾期应重新检验是否符合本标准要求。
