

ICS 71.060.50

CCS G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3591—××××

代替 HG/T 3591—2009

工业焦磷酸钾

Potassium pyrophosphate for industrial use

(征求意见稿)

20××—××—×× 发布

20××—××—×× 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替HG/T 3591—2009《电镀用焦磷酸钾》，与HG/T 3591—2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 修改了文件名称；
- 增加了分类（见第5章）；
- 删除了电镀用一等品指标，增加了其他工业用类别指标（见6.2，2009年版的4.2）；
- 增加了石墨炉原子吸收分光光度法测定铅含量，列为仲裁法（见7.9，2009年版的5.9）；
- 增加了原子荧光光度法测定砷含量，列为仲裁法（见7.10，2009年版的5.11）
- 修改了络合指数的试验方法（见7.12，2009年版的5.12）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人： 。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况：

- 1999 年首次发布，2009 年第一次修订，本次为第二次修订。

工业焦磷酸钾

1 范围

本文件规定了工业焦磷酸钾的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本文件适用于工业焦磷酸钾。

注：该产品主要用于无氰电镀，以及表面处理剂、高档洗涤剂、油漆涂料、清洁剂、分散剂、缓冲剂等。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10—菲罗啉分光光度法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 23769 无机化工产品 水溶液中 pH 值测定通用方法

GB/T 23947.2—2009 无机化工产品中 砷测定的通用方法 第 2 部分：砷斑法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 1 部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 2 部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 3 部分：制剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子量

分子式： $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$

相对分子质量：330.33（按 2018 年国际相对原子质量）

5 分类

工业焦磷酸钾按照用途分为两个类别。

工业焦磷酸钾按照用途不同分为 I 类和 II 类。I 类：电镀用焦磷酸钾；II 类：其他工业用焦磷酸钾。

6 要求

6.1 外观：白色粉末或块状。

6.2 工业焦磷酸钾按本文件规定的试验方法检测应符合钾离子的鉴别试验和表 1 的规定。

表 1

项 目		指 标		
		I 类	II 类	
			优等品	一等品
焦磷酸钾（K ₄ P ₂ O ₇ ） w/%	≥	98.0	98.0	
干燥减量 w/%	≤	1.0	1.0	—
铁（Fe） w/%	≤	0.0030	0.0030	0.010
水不溶物 w/%	≤	0.10		
pH（10g/L）		10.5±0.5		
铅（Pb） w/%	≤	0.0005	0.0005	0.0010
砷（As） w/%	≤	0.0003	0.0003	—
赫尔槽试验（D _k ≥10A/dm ² 下电镀）		合格	—	
络合指数	≥	3.0	—	

7 试验方法

警示：本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

7.1 一般规定

本文件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—2008 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 HG/T3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

7.2 外观判别

在自然光下用目视法判别。

7.3 钾离子的鉴别试验

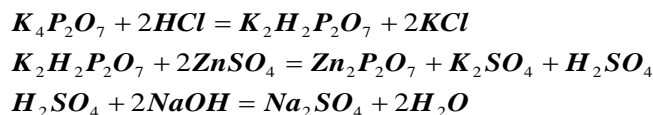
取少量试样约 0.1 g，加 10 mL 水溶解。用铂丝环蘸取盐酸，在火焰上燃烧至无色。再蘸取试液在火焰上燃烧，透过钴玻璃观察火焰，应呈现紫色。

7.4 焦磷酸钾含量的测定

7.4.1 原理

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：



7.4.2 试剂和材料

7.4.2.1 盐酸溶液：1+20。

7.4.2.2 盐酸溶液：1+200。

7.4.2.3 硫酸溶液：1+500。

7.4.2.4 硫酸锌溶液：125 g/L。称取 125 g 硫酸锌，溶解于水并稀释至 1000 mL，在酸度计上用硫酸溶液或氢氧化钠标准滴定溶液（7.4.2.6）将溶液 pH 调至 3.80 ± 0.02 。

7.4.2.5 无水焦磷酸钠，按下列方法进行制备：

- 第一次结晶：称取 30 g 工业无水焦磷酸钠或 80 g 十水焦磷酸钠，置于 400 mL 烧杯中，加 100 mL 水，加热溶解，用中速定量滤纸过滤。将滤液在冷水浴中冷却，析出结晶，倾出溶液，用少量水洗涤结晶二次；
- 第二次结晶：将第一次结晶用少量水加热溶解，再冷水浴中冷却，析出结晶，倾出溶液；
- 第三次结晶：将第二次结晶按第一次结晶方法再结晶一次；
- 将从水中重结晶三次后的焦磷酸钠置于瓷坩埚中，在电热板上干燥后，于 $400^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 下灼烧至质量恒定；

7.4.2.6 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ ，按下列方法进行标定和计算：

- 标定：用减量法迅速称取约 0.5 g 无水焦磷酸钠（见 7.3.2.5），精确至 0.0002 g，置于 250 mL 烧杯中，加入 90 mL 水溶解。在酸度计上，在搅拌下滴加盐酸溶液（7.4.2.1）或盐酸溶液（7.4.2.2），直至溶液 pH 为 3.80 ± 0.02 。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 3.60 停止滴定，搅拌 2 min 使溶液达到平衡，继续滴定至溶液 pH 为 3.80 ± 0.02 。此时每加一次溶液后均应搅拌 30s。同时进行空白试验。
- 计算：每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于焦磷酸钠的质量（g）的数值以 ρ 计，单位为克每毫升（g/mL），按公式(1)计算：

$$\rho = \frac{m}{V - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m ——称取无水焦磷酸钠的质量的数值，单位为克（g）；

V ——滴定中消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）。

V_0 ——滴定空白中消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）。

7.4.3 仪器设备

7.4.3.1 酸度计：分度值为 0.02 pH，配有饱和甘汞电极和玻璃电极或配有复合电极。

7.4.3.2 磁力搅拌器。

7.4.3.3 高温炉：温度可控制在 $400^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

7.4.4 试验步骤

7.4.4.1 试验溶液

用减量法迅速称取 5.0 g 干燥后试样（见 7.5），精确至 0.0002 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。

7.4.4.2 测定

用移液管移取 50 mL 试验溶液，置于 250 mL 烧杯中，加 40 mL 水，以下按 7.4.2.6 的 a) 中从“在酸度计上，在搅拌下滴加盐酸溶液……”开始，到“……，此时每加一次溶液后要搅拌 30s。”为止进行操作。

同时进行空白试验。

7.4.5 试验数据处理

焦磷酸钾含量以焦磷酸钾 ($\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$) 的质量分数 w_1 计，按公式 (2) 计算：

$$w_1 = \frac{\rho \times (V - V_0) \times 1.242}{m \times (50/500)} \times 100\% \quad \cdots \cdots (2)$$

式中：

ρ ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于无水焦磷酸钠的质量的数值，单位为克每毫升 (g/mL)；

V ——滴定试验溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——滴定空白中消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

m ——试料的质量，单位为克 (g)；

1.242——无水焦磷酸钠换算为焦磷酸钾的系数。

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

7.5 干燥减量的测定

7.5.1 原理

试料在 $400^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

7.5.2 仪器设备

7.5.2.1 瓷坩埚。

7.5.2.2 高温炉：温度可控制在 $400^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

7.5.3 试验步骤

用已于 $400^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥至质量恒定的瓷坩埚，称取约 5 g 试样，精确至 0.0002 g，置于高温炉中，在 $400^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥至质量恒定。

7.5.4 试验数据处理

干燥减量以质量分数 w_2 计，按公式（3）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$

式中：

m_1 ——干燥前试料和瓷坩埚质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——干燥后试料和瓷坩埚质量的数值，单位为克(g)；

m ——试料质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01 %。

7.6 铁含量的测定

7.6.1 原理

同GB/T 3049—2006中第3章。

7.6.2 试剂和材料

同GB/T 3049—2006中第4章。

7.6.3 仪器设备

分光光度计：带有厚度为4 cm或5 cm比色皿。

7.6.4 试验步骤

7.6.4.1 工作曲线的绘制

按GB /T 3049—2006中6.3规定，选用厚度为4 cm或5 cm比色皿及其对应的铁标准溶液体积，绘制工作曲线。

7.6.4.2 试验溶液 A 的制备

称取约25 g试样，精确至0.01 g，置于烧杯中，加50 mL水溶解，加5 mL盐酸溶液(1+1)，加热并微沸2 min，冷却至室温，移入250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液A，用于铁含量、铅含量、砷含量的测定。

7.6.4.3 空白试验溶液

除不加试料外，其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同，并与试料同时同样处理。

7.6.4.4 测定

用移液管移取10 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—2006中6.4.1的规定，从“用氨水或盐酸溶液调整pH为2，……”开始，及6.4.2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，由工作曲线上查出相应的铁质量。

7.6.5 试验数据处理

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_3 计，按公式（4）计算：

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times (10/250)} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.0005 %。

7.7 水不溶物含量的测定

7.7.1 仪器设备

7.7.1.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径为 5 μm～15 μm。

7.7.1.2 电热恒温干燥箱：温度可控制在 105 °C～110 °C。

7.7.2 试验步骤

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 °C～110 °C 下烘至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤，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 °C～110 °C 下烘至质量恒定。

7.7.3 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数 w_4 计，按公式（5）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

m_1 ——水不溶物及玻璃砂坩埚质量的数值，单位为克(g)；

m_0 ——玻璃砂坩埚质量的数值，单位为克(g)；

m ——试料质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 %。

7.8 pH 的测定

7.8.1 仪器设备

酸度计：分辨率为 0.01 pH。配有玻璃电极和饱和甘汞电极（或复合电极）。

7.8.2 试验步骤

称取 1.00 g±0.01 g 试样，置于 100 mL 烧杯中，加入 100 mL 水溶解，按 GB/T 23769 的规定对溶液进行测定。

7.9 铅含量的测定

7.9.1 石墨炉原子吸收分光光度法（仲裁法）

7.9.1.1 原理

试样溶液中的铅经石墨炉原子化，在283.3 nm处测定吸光度。在一定浓度范围内，铅产生的吸光度值与质量浓度成正比，采用工作曲线法测定试样中的铅含量。

7.9.1.2 试剂和材料

7.9.1.2.1 盐酸：优级纯。

7.9.1.2.2 硝酸：优级纯。

7.9.1.2.3 硝酸溶液：1+99。用优级纯配制。

7.9.1.2.4 柠檬酸二氢铵溶液：称取2 g 柠檬酸二氢铵，用水稀释至100 mL，摇匀。

7.9.1.2.5 铅（Pb）标准溶液Ⅰ：0.1 mg/mL。量取10.00 mL 按3692配制的铅（Pb）标准溶液，置于100 mL 容量瓶中，加入适量水，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

7.9.1.2.6 铅（Pb）标准溶液Ⅱ：1 μg/mL。量取1.00 mL 铅（Pb）标准溶液Ⅰ，置于100 mL 容量瓶中，加入适量水，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

7.9.1.3 仪器设备

7.9.1.3.1 高温炉：能控制温度为500 °C±10 °C。

7.9.1.3.2 石墨炉原子吸收分光光度计。

7.9.1.4 试验步骤

7.9.1.4.1 工作曲线的绘制

移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 和5.00 mL 铅（Pb）标准溶液，分别置于6只100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。将仪器调整为最佳试验条件（推荐的试验条件参见附录A），在283.3 nm 波长处，使用石墨炉原子化器，以水调零，按质量浓度由低到高的顺序将10 μL 系列标准溶液和5 μL 柠檬酸二氢铵溶液同时吸入石墨炉，测量其吸光度值，以铅的质量浓度为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7.9.1.4.2 测定

称取约0.5 g 试样，精确至0.01 g，加适量水溶解后转移至100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。在相同的试验条件下，将10 μL 试验溶液、10 μL 空白试验溶液分别和5 μL 磷酸二氢铵溶液同时吸入石墨炉，测量其吸光度。根据测得的吸光度值从工作曲线上查出铅的质量浓度。

同时制备空白试验溶液。

7.9.1.5 结果计算

铅含量以铅（Pb）的质量分数 w_5 计，按公式（6）计算：

$$w_5 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

ρ_1 ——从工作曲线查得的试验溶液中铅的质量浓度，单位为微克每升（μg/L）；

ρ_0 ——从工作曲线查得的空白试验溶液中铅的质量浓度，单位为微克每升（μg/L）；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的相对偏差不大于 30 %。

7.9.2 原子吸收分光光度法

7.9.2.1 原理

在酸性条件下，使用原子吸收分光光度计，在铅元素测定波长 283.3nm 处，采用标准加入法测定试样中的铅含量。

7.9.2.2 试剂和材料

7.9.2.2.1 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.01 mg。配制：用移液管移取 1mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.9.2.2.2 乙炔：高纯。

7.9.2.3 仪器设备

原子吸收分光光度计。配有铅空心阴极灯。

7.9.2.4 试验步骤

于 4 个 50 mL 容量瓶中，按表 2 分别移取试样溶液 A（7.5.4.2）和铅标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。用原子吸收分光光计，用空气-乙炔火焰，在波长 283.3 nm 下，用水调零，测定各溶液的吸光度，以各溶液中铅的质量浓度（mg/mL）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，将曲线反向延长至与横坐标轴相交，该交点的坐标为测量溶液中的铅质量浓度（mg/mL）。

表 2

容量瓶编号	1	2	3	4
试样溶液 A 体积（mL）	25	25	25	25
铅标准溶液体积（mL）	0	1.00	2.00	4.00
工作曲线溶液铅的浓度（mg/mL）	0	2.0×10^{-4}	4.0×10^{-4}	8.0×10^{-4}

7.9.2.5 试验数据处理

铅含量以铅（Pb）的质量分数 w_5 计，按公式（7）计算：

$$w_5 = \frac{\rho \times 50 \times 10^{-3}}{m \times (25/250)} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：
 ρ ——从工作曲线上查得测量溶液中铅的质量浓度的数值，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
 m ——7.6.4.2 条中称取试料质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的相对偏差不大于 30 %。

7.10 砷含量的测定

7.10.1 原子荧光光谱法（仲裁法）

7.10.1.1 原理

用硫脲将五价砷还原为三价砷，加入硼氢化钾使其进一步还原生成砷化氢，采用原子荧光法测定砷含量。

7.10.1.2 试剂和材料

7.10.1.2.1 盐酸溶液：1+19。

7.10.1.2.2 氢氧化钠溶液：5 g/L。

7.10.1.2.3 硼氢化钾-氢氧化钠溶液：称取约 20 g 硼氢化钾，溶于 1000 mL 氢氧化钠溶液（5 g/L）中。

7.10.1.2.4 硫脲溶液：100 g/L。

7.10.1.2.5 砷标准溶液 I：1 mL 溶液含砷（As）0.010 mg。用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的砷标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.10.1.2.6 砷标准溶液 II：1 mL 溶液含砷（As）0.5 μg。用移液管移取 5 mL 砷标准溶液 I，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.10.1.3 仪器设备

原子荧光光度计，配有砷空心阴极灯。

7.10.1.4 试验步骤

7.10.1.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 砷标准溶液 II，置于 7 个 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸溶液，20 mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 15 min，以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂，盐酸溶液为载流，使用原子荧光光度计测量上述溶液的荧光强度。从每个标准溶液的荧光强度中减去空白溶液的荧光强度，以砷的质量（μg）为横坐标，对应荧光强度为纵坐标，绘制工作曲线。

7.10.1.4.2 测定

称取约 1.0 g 试样，精确至 0.001 g，置于 100 mL 烧杯中，加水溶解后移入 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸溶液、20 mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 15 min，以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂，盐酸溶液为载流，使用原子荧光光度计测量试验溶液的荧光强度。从工作曲线中查出试验溶液中砷的质量（μg）。同时进行空白试验。

7.10.1.5 试验数据处理

砷含量以砷（As）的质量分数 w_6 计，按公式（8）计算：

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中砷的质量的数值，单位为微克（μg）；

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中砷的质量的数值，单位为微克（μg）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的相对偏差不大于 20 %。

7.10.2 砷斑法

移取 10 mL 试验溶液 A (7.6.4.2)，置于锥形瓶或广口瓶中。按 GB/T 23947.2—2009 中 8.2 的规定进行测定。取出溴化汞试纸，所呈砷斑颜色不得深于标准。

移取 3 mL 砷标准溶液，置于锥形瓶或广口瓶中，与试样同时同样处理。

7.11 赫尔槽试验

7.11.1 试剂和材料

7.11.1.1 焦磷酸铜。

7.11.1.2 焦磷酸。

7.11.1.3 氢氧化钾溶液：6 g/L。

7.11.2 仪器设备

7.11.2.1 赫尔槽：容积为 250 mL，赫尔槽试验装置如图 1。

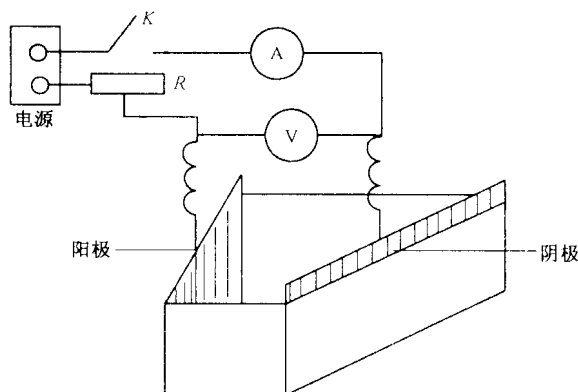


图 1 赫尔槽试验装置

7.11.2.2 电镀试验电源：单相半波 10 A/12 V。

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

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

7.11.2.5 恒温水浴：温度可控制在 48℃±2℃。

7.11.3 试验条件

7.11.3.1 温度：48℃±2℃；

7.11.3.2 电镀液的 pH 值：8.8±0.2。

7.11.4 试验步骤

7.11.4.1 电镀试验溶液的配制

称取 400 g 试样，精确至 0.1g，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 1000 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)。

7.11.4.2 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 $48\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。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，用纯净水洗净，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。

7.11.5 试验数据处理和结果的判定

电流密度 D_k 按公式 (9) 计算：

$$D_k = I(5.10 - 5.24 \lg L) \dots\dots\dots (9)$$

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，单位为安培每平方分米 (A/dm^2)；

I ——试验中电流表指示的电流强度，单位为安培 (A)；

L ——赫尔槽试验中阴极板近阳极的边缘距良好镀层边缘的距离，厘米 (cm)。

如果电流密度 $D_k \geq 10\text{ A}/\text{dm}^2$ 时，且镀层良好，则可认为该产品符合本文件的要求。

7.12 络合指数

7.12.1 原理

水溶液中，焦磷酸钾溶液滴入硝酸银生成可溶络合物，溶液保持澄清透明。当继续滴加生成过量的不能络合的焦磷酸银时，溶液变为白色混浊，确定焦磷酸钾的络合能力。

7.12.2 试剂和材料

硝酸银溶液：10.00 g/L。

7.12.3 仪器设备

7.12.3.1 微量滴定管：10 mL。0.01 mL

7.12.3.2 磁力搅拌器。

7.12.4 试验步骤

称取约 25 g 试样，精确至 0.01 g，置于烧杯中，加 50 mL 水溶解，加热并煮沸 2 min，冷却至室温，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。移取 10 mL 试验溶液至高型烧杯中，加水至约 100 mL，边搅拌边滴加硝酸银溶液，在自然光条件、黑色背板，自高型烧杯侧面观察滴下的硝酸银溶液形成的白色络合物是否迅速消退，如出现消退缓慢，则观察试验溶液所呈浊度，当浊度大于空白试验即为终点。

同时制备空白试验：移取 10 mL 试验溶液，加水至约 100 mL，用作终点比对。

以消耗硝酸银溶液体积 [以毫升 (mL) 计] 的数值为络合指数的结果。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.04。

8 检验规则

- 8.1 本文件要求中规定的所有项目均为出厂检验项目，应逐批进行检验。
- 8.2 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一类型同一等级的工业焦磷酸钾为一批，每批产品不超过 20 t。
- 8.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。每一包装为一包装单元。采样时，将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后，按四分法或使用分样器缩分至样品不少于 2 kg，分装于两个清洁干燥的瓶（袋）中，密封。瓶（袋）上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、类型、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶（袋）作为实验室样品，另一瓶（袋）保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。
- 8.4 检验结果如有一项指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的采样单元数的包装中采样复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件要求时，则整批产品为不合格品。
- 8.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

9 标志、标签

- 9.1 工业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、类型、等级、净含量、批号（或生产日期）、等级、本文件编号，GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。
- 9.2 每批出厂的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、类型、等级、净含量、批号（或生产日期）、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

10 包装、运输、贮存

- 10.1 工业焦磷酸钾采用以下包装方式：塑料编织袋包装：内包装采用厚度不小于 0.07 mm 的聚乙烯塑料薄膜袋，或采用双层厚度不小于 0.06 mm 的聚乙烯塑料薄膜袋，内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口，或用与其相当的其他方式封口；外包装采用塑料编织袋，外袋用维尼龙绳或其他质量相当的线牢固缝口。或内外袋袋口对齐，折边缝合，用维尼龙绳或其他质量相当的线牢固缝口。或采用 PE 高压聚乙烯袋：包装袋厚度不小于 0.18 mm，密封严紧。每袋净含量为 20 kg、25 kg、50 kg。或根据用户要求协商确定包装容量和方式。
- 10.2 工业焦磷酸钾在运输过程中应有遮盖物，防止日晒、雨淋、受潮。
- 10.3 工业焦磷酸钾应贮存于阴凉干燥处，防止日晒、雨淋、受潮。
- 10.4 工业焦磷酸钾在符合本文件包装、运输、贮存条件下，自生产之日起保质期不少于 18 个月。

附录 A

(资料性)

石墨炉原子吸收分光光法测定铅含量推荐试验条件

石墨炉原子吸收分光光法测定铅含量推荐的试验条件如下：

- a) 波长：283.3 nm；
 - b) 工作灯电流：2.0 mA；
 - c) 干燥温度：100 ℃；
 - d) 升温时间：5 s；
 - e) 保持时间：10 s；
 - f) 灰化温度：700 ℃；
 - g) 升温时间：5 s；
 - h) 保持时间：20 s；
 - i) 原子化温度：1800 ℃，保持 2 s；
 - j) 净化温度：1900 ℃；
 - k) 背景校正：氘灯。
-