

HG/T 3594—2010

www.docin.com

中华人民共和国
化工行业标准
工业焦磷酸

HG/T 3594—2010

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张34 字数16千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0872

购书咨询:010-64518888

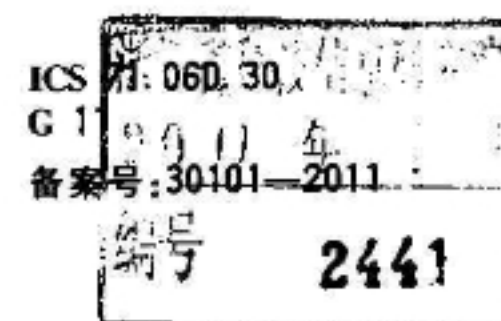
售后服务:010-64518899

网址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:12.00元

版权所有 违者必究



HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3594—2010

代替 HG/T 3594—1999

工业焦磷酸

Pyrophosphoric acid for industrial use

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前言

本标准代替 HG/T 3594—1999《电镀用焦磷酸》。

本标准与 HG/T 3594—1999 的主要技术差异如下：

——为扩大使用范围，将电镀用焦磷酸改为工业焦磷酸。

——将产品分为两种类型：I 型为固体焦磷酸，一般工业用；II 型为焦磷酸溶液，主要用于电镀行业。本标准将 II 型焦磷酸分为优等品和一等品，原标准焦磷酸溶液不分等级（1999 年版的 3.2，本版的 5.2）。

——II 型优等品增加了氯化物含量、砷含量和氟含量指标及相应的试验方法（本版的 5.2，6.7，6.8，6.9）。

本标准的附录 A 是规范性附录

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会（SAC/TC63/SC1）归口。

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院。

本标准起草人：张静娟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——HG/T 3594—1999。

www.docin.com

工业标准

工业焦磷酸

1 范围

本标准规定了工业焦磷酸的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输以及贮存。

本标准适用于工业焦磷酸。该产品主要用于电镀工业,用来调节电镀溶液的 pH 值,作催化剂,还用于制有机磷酸酯。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780 : 1997)

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法(idt ISO 6685 : 1982)

GB/T 4472—2002 化工产品密度、相对密度测定通则

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(mod ISO 3696 : 1987)

GB/T 7686—2008 无机化工产品中砷含量测定的通用方法 砷斑法

GB/T 8170 修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 21057—2007 无机化工产品中氟含量测定的通用方法 离子选择性电极法

GB/T 23945—2009 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 目视比浊法

GB/T 23946—2009 无机化工产品中铅含量测定的通用方法 原子吸收光谱法

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: $\text{H}_4\text{P}_2\text{O}_7$

相对分子质量: 177.97(按 2007 年国际相对原子质量)

4 分类

工业焦磷酸分为两类。

I 类: 固体焦磷酸, 一般工业用。

II 类: 焦磷酸溶液, 主要为电镀用。

5 要求

5.1 外观: 固体焦磷酸为透明结晶。焦磷酸溶液为无色或淡黄色黏稠液体或有结晶析出。

5.2 工业焦磷酸应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目		指 标		
		I 类	II 类	
			优等品	一等品
焦磷酸($\text{H}_4\text{P}_2\text{O}_7$) $w/\%$	\geq	95.0	50.0	50.0
铁(Fe) $w/\%$	\leq	0.005	0.001	0.005
铅(Pb) $w/\%$	\leq	0.002	0.000 1	0.002
氯化物(以 Cl 计) $w/\%$	\leq		0.000 3	
砷(As) $w/\%$	\leq		0.001 5	
氟(F) $w/\%$	\leq		0.000 5	
密度(25℃)/(g/cm ³)	\geq		2.04	2.04

6 试验方法

6.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

6.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,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。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、试剂和制品,在没有注明其他规定时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

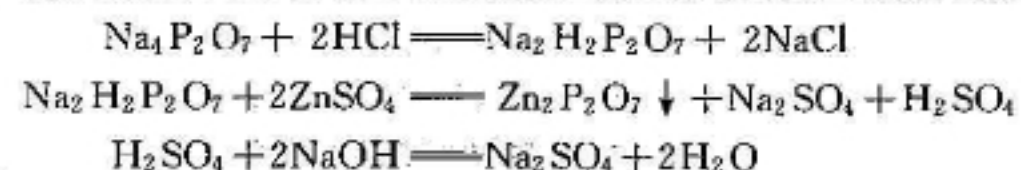
6.3 外观的判别

在自然光下,用目视法判别外观。

6.4 焦磷酸含量测定

6.4.1 方法提要

用氢氧化钠溶液中和焦磷酸,转换成焦磷酸钠。焦磷酸钠与盐酸反应生成焦磷酸二氢二钠。加入硫酸锌,产生焦磷酸锌沉淀和定量的硫酸,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定生成的硫酸。反应式如下:



6.4.2 试剂

6.4.2.1 盐酸溶液:1+20。

6.4.2.2 盐酸溶液:1+100。

6.4.2.3 氢氧化钠溶液:100 g/L。

6.4.2.4 硫酸锌溶液:125 g/L。

称取 125 g 硫酸锌,置于 1 000 mL 烧杯中,加水溶解,并稀释至 1 000 mL,在酸度计上用硫酸溶液(1+500)或氢氧化钠溶液[$c(\text{NaOH}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$]调节溶液 pH 值至 3.80,保存备用。

6.4.2.5 无水焦磷酸钠:将焦磷酸钠在水中重结晶三次(制备方法见附录 A),置于铂皿中干燥。

6.4.2.6 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

标定:称取约 0.5 g 在 400℃干燥至质量恒定的无水焦磷酸钠,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 90 mL 水溶解。于酸度计上,在搅拌下慢慢加入盐酸溶液(开始用 1+20 盐酸,在 pH 值接近 3.8 时改用 1+100 的盐酸)直至溶液 pH 值为 3.80,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 时,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 3.80,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无水焦磷酸钠的质量(g)按式(1)计算:

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

式中:

m ——称取无水焦磷酸钠质量的数值,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)。

6.4.3 仪器、设备

6.4.3.1 酸度计:分度值为 0.02 pH,配有饱和甘汞电极和玻璃电极或复合电极;

6.4.3.2 电磁搅拌器。

6.4.4 分析步骤

6.4.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水,用氢氧化钠溶液调节溶液的 pH 为 10(用 pH 试纸检验),转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于焦磷酸含量、铁含量和砷含量的测定。

6.4.4.2 测定

用移液管移取 50 mL 试验溶液 A,置于 250 mL 烧杯中,以下按 6.4.2.6 从“于酸度计上,在搅拌下慢慢加入盐酸溶液……”开始进行操作。

6.4.5 结果计算

焦磷酸含量以焦磷酸($\text{H}_4\text{P}_2\text{O}_7$)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{\rho V \times 0.669 3}{m \times \frac{50}{250}} \times 100 \quad (2)$$

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);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

0.669 3——无水焦磷酸钠换算为焦磷酸的系数。

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 0.2%。

6.5 铁含量的测定

6.5.1 方法提要

在酸性介质中,加热使焦磷酸根转化为正磷酸根,消除焦磷酸根的干扰。以下同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.5.2 试剂

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.5.3 仪器

同 GB/T 3049—2006 第 5 章。

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定,使用 4 cm 或 5 cm 的吸收池,按试液中含铁量在 10 μg ~100 μg 选择铁标准溶液,绘制工作曲线。

6.5.4.2 测定

用移液管移取 50 mL 试验溶液 A(6.4.4.1),置于 100 mL 烧杯中,加水约至 60 mL,加 2.00 mL 铁标准溶液,用盐酸溶液或氨水调至 pH 为 2(用精密 pH 试纸检验),加 1 mL 抗坏血酸溶液、20 mL 缓冲

溶液,在水浴上加热至 50℃~60℃,加 10 mL 1,10-菲罗啉溶液,冷却至室温,将溶液转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。放置 15 min 以上,测吸光度。

空白试验溶液:取 2.00 mL 铁标准溶液,置于 100 mL 烧杯中,加水约至 60 mL,从“用盐酸溶液或氨水调至 pH 为 2……”开始,以下操作同试样溶液。

使用 4 cm 或 5 cm 的吸收池,按 GB/T 3049—2006 中 6.3.3 的规定测量吸光度,从工作曲线上查出相应铁的含量。

6.5.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6}}{m \times \frac{50}{250}} \times 100 \quad (3)$$

式中:

m_1 ——按试验溶液吸光度从工作曲线上查得的铁的质量的数值,单位为微克(μg);

m_0 ——按空白试验溶液吸光度从工作曲线上查得的铁的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——6.4.4.1 中称取试料的质量的数值,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绝对差值不大于 0.0005%。

6.6 铅含量的测定

6.6.1 方法提要

同 GB/T 23946—2009 中的 5.1 条。

6.6.2 试剂

同 GB/T 23946—2009 中的 5.2 条。

水:GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

6.6.3 仪器、设备

同 GB/T 23946—2009 中的 5.3 条。

6.6.4 分析步骤

6.6.4.1 试验溶液 B 的制备

称取 50 g ± 0.01 g 试样,置于 250 mL 烧杯中,加 80 mL 水,加 20 mL 硝酸溶液,加热并煮沸 2 min,冷却至室温,转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 B。该溶液用于铅含量、氯化物含量和氟含量的测定。

6.6.4.2 测定

用移液管分别移取四份 25 mL 试验溶液 B,置于 4 个 100 mL 容量瓶中,各加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL 和 3.00 mL 铅标准溶液(Ⅱ类优等品焦磷酸使用铅标准溶液Ⅱ;Ⅰ类和Ⅱ类一等品焦磷酸使用铅标准溶液Ⅰ),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,选择最佳条件,在波长 283.3 nm 处,用水调零,测量上述溶液的吸光度。

以加入铅标准溶液的质量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为待测铅元素的质量。

6.6.5 结果计算

铅含量以铅(Pb)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 \quad (4)$$

式中:

m_1 ——用作图外延法求出的试验溶液中铅的质量,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:Ⅱ类优等品不大于 0.00005%,Ⅰ类和Ⅱ类一等品不大于 0.001%。

6.7 氯化物含量的测定

6.7.1 目视比浊法

6.7.1.1 方法提要

在酸性介质中,加热使焦磷酸根转化为正磷酸根,消除焦磷酸根的干扰,以下同 GB/T 23945—2009 的第 3 章。

6.7.1.2 试剂

同 GB/T 23945—2009 的第 6 章。

6.7.1.3 分析步骤

用移液管移取 25 mL 试验溶液 B(6.6.4.1),置于 50 mL 比色管中,加水约至 40 mL,加 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀,静置 10 min。所产生的白色浑浊不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是移取 1.50 mL 氯化物标准溶液[1 mL 溶液含氯(Cl)0.01 mg],加 1 mL 硝酸溶液(1+4),从“加 1 mL 硝酸银溶液……”开始与试验溶液同时同样处理。

6.8 砷含量的测定

6.8.1 方法提要

同 GB/T 7686—2008 第 3.3 条。

6.8.2 试剂

同 GB/T 7686—2008 第 3.4 条。

6.8.3 仪器、设备

同 GB/T 7686—2008 第 3.5 条。

6.8.4 分析步骤

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A(6.4.4.1),置于测砷装置的锥形瓶中,加约 25 mL 水,以下同 GB/T 7686—2008 第 3.6 条操作。

标准比色溶液是用移液管移取 3 mL 砷标准溶液[1 mL 溶液含砷(As)1 μg],与试样同时同样处理。

6.9 氟含量的测定

6.9.1 方法提要

同 GB/T 21057—2007 第 3 章。

6.9.2 试剂

同 GB/T 21057—2007 第 4 章。

6.9.3 仪器、设备

同 GB/T 21057—2007 第 5 章。

6.9.4 分析步骤

6.9.4.1 标准曲线的绘制

同 GB/T 21057—2007 第 6.3 条(可以只移取氟标准溶液Ⅱ和Ⅲ)。

6.9.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 B(6.6.4.1),置于 50 mL 容量瓶中,加水约至 40 mL,从“加入 3 滴溴甲萘酚绿指示液……”开始与标准曲线的绘制同样操作,测定其电位值。

试剂空白溶液:与测定试样同时,加入与试样溶液相同的试剂和相同的用量,测定其电位值。

6.9.5 结果计算

氟含量以氟(F)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{A \times 10^{-6}}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 \quad (5)$$

式中:

A——从工作曲线上查得的氟的质量的数值,单位为微克(μg);

m——6.6.4.1中称取试料的质量的数值,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绝对差值不大于0.0001%。

6.10 密度的测定

6.10.1 方法提要

同 GB/T 4472—2002 第 2.3.3.1 条。

6.10.2 仪器

同 GB/T 4472—2002 第 2.3.3.2 条。

6.10.3 分析步骤

同 GB/T 4472—2002 第 2.3.3.3 条。

6.10.4 结果计算

同 GB/T 4472—2002 第 2.3.3.4 条。

7 检验规则

7.1 本标准规定的项目为出厂检验项目。

7.2 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工业焦磷酸为一批,每批产品不大于10t。

7.3 采样时,先将桶内产品混匀,用采样管插入桶内的3/4处,待样品充满后将上端封闭,取出,所采样品不得少于500g。当样品结晶为固体时,将包装桶放入到90℃~95℃热水中浸泡,待样品变为液体后,按上述方法采样。将采得样品混匀后分装于两个清洁干燥的塑料瓶中,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。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存备查,保存时间根据生产企业的需要确定。

7.4 生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

7.5 试验结果如有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,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品降等级或为不合格。

7.6 采用 GB/T 8170 规定的数值修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

8.1 工业焦磷酸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、类别、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号和 GB 190—2009 中规定的“腐蚀性物质”标志和 GB/T 191—2008 所规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的工业焦磷酸都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业焦磷酸采用塑料桶包装,包装时将包装桶内盖盖严,外盖旋紧。每桶净含量5kg或与客户商定。

9.2 工业焦磷酸在运输过程中应轻提轻放,要有遮盖物,防止雨淋、日晒和撞击,不得与碱性物质、有毒物品及其他易腐蚀物品混运。

9.3 工业焦磷酸应贮存在阴凉干燥处,防止雨淋、日晒;不得与碱性物质、有毒物品及其他易腐蚀物品混贮。

9.4 工业焦磷酸在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下,自出厂之日起保质期不少于1年。

附录 A

(规范性附录)

三次结晶焦磷酸钠的制备方法

第一次结晶:称量30g工业无水焦磷酸钠,置于400mL烧杯中,加100mL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,用少量水洗涤结晶两次。

第二次结晶:将第一次结晶用少量的水加热溶解,在冷水浴中冷却,析出结晶,倾出溶液。

第三次结晶:按第二次结晶方法再结晶一次,将结晶置于铂皿中干燥。

如果使用试剂十水焦磷酸钠时,则称量80g,按第一次结晶和第二次结晶方法操作。