



中华人民共和国国家标准

GB 28653—2012

工业氟化铵

Ammonium fluoride for industrial use

自2017年3月23日起，本标准转为推荐性标准，编号改为GB/T 28653-2012。

2012-09-03 发布

2013-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

根据中华人民共和国国家标准公告(2017年第7号)和强制性标准整合精简结论,本标准自2017年3月23日起,转为推荐性标准,不再强制执行。

GB 28653—2012

前 言

本标准的第7章、第8章中8.1、8.3、8.4和第9章内容为强制性的,其余为推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:佛山市质量计量监督检测中心、福建省邵武市永飞化工有限公司、浙江三美化工股份有限公司、浙江莹光化工有限公司、山东兴氟新材料有限公司、中海油天津化工研究设计院、浙江省化工研究院有限公司、多氟多化工股份有限公司、浙江鹰鹏化工有限公司。

本标准主要起草人:张兆芝、郭凤鑫、万群平、徐一洪、何征平、周鹏鹏、施建忠、薛旭金、谢讯友。

工 业 氟 化 铵

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了工业氟化铵的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全。
本标准适用于主要作为玻璃蚀刻剂、金属表面化学抛光剂等的工业氟化铵。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

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

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第3部分：试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式： NH_4F

相对分子质量：37.04(按2007年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观：白色结晶。

4.2 工业氟化铵按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	一等品	合格品
氟化铵 $w/\%$	≥ 95.0	93.0
游离酸(以 HF 计) $w/\%$	≤ 1.0	1.0
氟硅酸盐[以 $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ 计] $w/\%$	≤ 0.5	1.0

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中所采取的氟化铵样品具有毒性,在空气中易潮解且水溶液呈强酸性,所使用的部分试剂也具有腐蚀性,操作者应小心谨慎,避免与皮肤接触;如接触到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

5.2 一般规定

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—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/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观检验

在自然光下,置于白塑料板上用目视法判定外观。

5.4 氟化铵含量的测定

5.4.1 方法提要

用水溶解试样,加甲醛与铵离子反应生成六次甲基四胺,并释放出酸,以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,结果中减去游离酸和氟硅酸盐含量,得出氟化铵含量。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 中性甲醛溶液:1+1。等体积的甲醛和水混合,加 2 滴酚酞指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至淡粉色。

5.4.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})\approx 0.5\text{ mol/L}$ 。

5.4.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

5.4.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于塑料杯中,加 20 mL 水溶解,加 40 mL 中性甲醛溶液,摇匀,放置 30 min。加 2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s 不褪色即为终点。

5.4.4 结果计算

氟化铵含量以氟化铵(NH_4F)的质量分数 w_1 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100\% - 1.851w_2 - 0.415\,8w_3 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

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

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氟化铵(NH_4F)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=37.04$);

w_2 ——按 5.5 测定的游离酸含量的数值;

w_3 ——按 5.6 测定的氟硅酸盐含量的数值;

1.851 ——氟化氢换算为氟化铵的系数;

0.415 8 ——氟硅酸铵换算为氟化铵的系数。

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%。

5.5 游离酸含量的测定

5.5.1 方法提要

试样溶于水,以溴甲酚紫为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定。

5.5.2 仪器、设备

微量滴定管:分度值为 0.02 mL。

5.5.3 试剂和材料

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

5.5.3.2 溴甲酚紫指示液:1 g/L。称取 0.10 g 溴甲酚紫,溶于 100 mL 95%乙醇。

5.5.3.3 不含二氧化碳的水。

5.5.4 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.001 g,置于塑料杯中,加 50 mL 不含二氧化碳的水溶解,加 2 滴溴甲酚紫指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈紫色为终点。

5.5.5 结果计算

游离酸含量以氟化氢(HF)质量分数 w_2 计,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

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

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氟化氢(HF)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=20.01$)。

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 0.15%。

5.6 氟硅酸盐含量的测定

5.6.1 方法提要

试样经水溶解后,加入硼酸与氟离子络合消除氟的干扰。再加入钼酸铵与硅酸定量反应,生成硅钼杂多酸(硅钼黄),在草酸存在下,加入氯化亚锡将硅钼黄还原为硅钼蓝,用分光光计进行测定。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 硼酸溶液:40 g/L。

5.6.2.2 硫酸溶液:1+34。

5.6.2.3 钼酸铵溶液:100 g/L。

5.6.2.4 草酸溶液:50 g/L。

5.6.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:20 g/L。

5.6.2.6 二氧化硅标准溶液:1 mL 溶液含二氧化硅(SiO_2)0.02 mg。用移液管移取 2 mL 按 HG/T 3696.2 配制的二氧化硅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

5.6.2.7 饱和 2,4-二硝基酚指示液。

5.6.3 仪器、设备

紫外可见分光光度计:配有 1 cm 比色皿。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于塑料烧杯中,加 40 mL 硼酸溶液溶解试样。转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.4.2 标准曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 二氧化硅标准溶液,分别置于 50 mL 容量瓶中,加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液,滴加硫酸溶液至溶液黄色刚刚消失,用水稀释至 10 mL,加 4.5 mL 硫酸溶液。加 2 mL 钼酸铵溶液,放置 20 min。加 5 mL 草酸溶液,放置 5 min。加 0.2 mL 氯化亚锡盐酸溶液,摇匀。用水稀释至刻度,摇匀。用紫外可见分光光度计,在 795 nm 波长下,使用 1 cm 比色皿,以水调零,测量其吸光度。

从每个标准溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以二氧化硅质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.6.4.3 测定

用移液管移取一定量的试验溶液(一等品取 5 mL,合格品取 2 mL),置于 50 mL 容量瓶中,以下按 5.6.4.2 从“加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液……”开始,至“……测量其吸光度”为止。空白试验是取一定量的硼酸溶液(一等品取 4 mL,合格品取 0.8 mL),置于 50 mL 容量瓶中,以下与试验溶液同时同样处理。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中二氧化硅的质量。

5.6.5 结果计算

氟硅酸盐含量以氟硅酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6]$ 的质量分数 w_3 计,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3} \times 2.965}{m(V/100)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中二氧化硅质量的数值,单位为毫克(mg);
- m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中二氧化硅质量的数值,单位为毫克(mg);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g);
- V ——试验时移取的试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- 2.965——二氧化硅换算为氟硅酸铵的系数。

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0.02%。

6 检验规则

- 6.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目,应逐批检验。
- 6.2 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氟化铵为一批。每批产品不超过10 t。
- 6.3 按GB/T 6678规定的采样技术确定采样单元数。采样时,将硬塑料管采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的3/4处采样。将采得的样品置于密闭容器中混匀,缩分至不少于500 g,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、等级、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,保存时间由生产厂根据实际情况确定。
- 6.4 检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时,则整批产品为不合格。
- 6.5 按GB/T 8170规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

7 标志、标签

- 7.1 工业氟化铵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、等级、净含量、批号(或生产日期)、本标准编号以及GB 190—2009规定的“毒性物质”标签,GB/T 191—2008规定的“怕晒”、“怕雨”标志。
- 7.2 每批出厂的工业氟化铵都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号(或生产日期)和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

- 8.1 工业氟化铵采用两层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋;外包装采用塑料编织袋。内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工四次扎口,或用与其相当的其他方式封口;外包装牢固缝合,不应有漏缝和跳线现象。
- 8.2 工业氟化铵每袋净含量10 kg、20 kg或25 kg。
- 8.3 工业氟化铵在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋,受潮;不应与酸、碱混运。
- 8.4 工业氟化铵应贮存在阴凉、通风的危险化学品专用仓库,防止日晒、雨淋,受潮;不应与酸、碱混贮。

9 安全

9.1 氟化铵在空气中易潮解,极易溶于水,水溶液呈酸性。遇酸分解放出腐蚀性的氟化氢,遇碱放出有刺激性的氨,受热分解放出氨和氟化氢气体。生产过程宜密闭操作,加强通风。工作场所应配备安全淋浴和洗眼设备。

9.2 氟化铵对皮肤、粘膜有刺激性。与皮肤接触会产生灼伤,吸入对呼吸道产生刺激。操作人员应佩戴安全防护眼镜、穿戴防护工作服和防护手套。紧急事态抢救或撤离时,应佩戴过滤式防毒口罩或自给式空气呼吸器。

9.3 氟化铵在搬运时应轻装轻卸,防止包装及容器破损。避免产生粉尘,不应与酸、碱接触。

9.4 氟化铵不应直接接触皮肤。如果接触到皮肤,应立即用大量水冲洗,严重者应立即就医。
