



中华人民共和国国家标准

GB 28655—2012

工业氟化氢铵

Ammonium bifluoride 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 28655-2012。

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 28655—2012

前 言

本标准的第7章、第8章的8.1、8.3、8.4、8.5、第9章为强制性的,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:多氟多化工股份有限公司、福建邵武永飞化工有限责任公司、浙江莹光化工有限公司、浙江三美化工股份有限公司、浙江鹰鹏化工有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:杨华春、万群平、郭黎明、徐一洪、谢汛友、何征平、刘幽若、郭凤鑫。

工业氟化氢铵

1 范围

本标准规定了工业氟化氢铵的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于工业氢氟酸与液氨在液相条件下中和反应制得的,主要作为石油开采解堵剂,精细陶瓷填充剂,金属表面处理、玻璃工艺品腐蚀剂等的工业氟化氢铵。

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: NH_4HF_2

相对分子质量:57.04(按 2007 年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:白色晶体。

4.2 工业氟化氢铵应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
氟化氢铵(NH_4HF_2)(以干基计) $w/\%$	≥ 98.0	97.0	96.0
氟硅酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6]w/\%$	≤ 0.5	1.5	3.0
干燥减量 $w/\%$	≤ 1.5	3.0	4.0
灼烧残渣 $w/\%$	≤ 0.1	0.2	—
硫酸盐(以 SO_4 计) $w/\%$	≤ 0.1	0.1	—

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中所采取的氟化氢铵样品具有毒性,在空气中易潮解且水溶液呈强酸性,在操作过程中应尽量不要与皮肤直接接触。所使用的部分试剂具有腐蚀性,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

在自然光下用目视法判定外观。

5.4 氟化氢铵含量的测定

5.4.1 方法提要

在近 0℃ 的条件下,加入硝酸钾饱和溶液,以消除试料中氟硅酸铵的干扰,以溴百里酚蓝-中性红为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 硝酸钾饱和溶液。

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 溴百里酚蓝-中性红混合指示液:

称取 0.1 g 溴百里酚蓝和 0.1 g 中性红,溶解于 200 mL 95% 的乙醇中。

5.4.2.4 碎冰:用蒸馏水或去离子水制成。

5.4.3 分析步骤

称取约 0.8 g 按 5.6 干燥后的试样,精确至 0.000 2 g,用少量冷水将试样转移至预先盛有 20 mL 硝酸钾饱和溶液和 50 g 碎冰的聚乙烯烧杯中,并搅拌至试样溶解。加入 5 滴溴百里酚蓝-中性红混合指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至深绿色为终点。保持滴定后溶液处于冰水混合状态,立即用于氟硅酸铵含量的测定。

5.4.4 结果计算

氟化氢铵含量以氟化氢铵(NH_4HF_2)质量分数 w_1 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

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 ——氟化氢铵(NH_4HF_2)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=57.04$)。

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 氟硅酸铵含量的测定

5.5.1 方法提要

将测定完氟化氢铵含量的溶液在冷却状态下进行抽滤。在80℃条件下,使氟硅酸钾沉淀溶解,以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 氯化钾乙醇溶液:

称取约2g氯化钾溶于100mL 50%的乙醇中。

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

5.5.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

5.5.3 仪器、设备

5.5.3.1 聚乙烯漏斗。

5.5.3.2 聚乙烯烧杯。

5.5.3.3 恒温水浴:能控制温度为80℃~85℃。

5.5.4 分析步骤

用聚乙烯漏斗和慢速定量滤纸过滤5.4.3测定后的溶液,保持在接近0℃状态下进行抽滤。用预先冷却的氯化钾乙醇溶液充分洗涤沉淀,把沉淀连同滤纸一并移入原来的烧杯中。加入约100mL温水,在恒温水浴上加热至80℃,加5滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡红色。

5.5.5 结果计算

氟硅酸铵含量以氟硅酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6]$ 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 ——氟硅酸铵 $[\frac{1}{4}(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6]$ 摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=44.54$)。

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0.1%。

5.6 干燥减量的测定

5.6.1 方法提要

将试样于硅胶干燥器中干燥,根据试样干燥前后的减量确定干燥减量。

5.6.2 仪器、设备

5.6.2.1 铂(或聚四氟乙烯)坩埚。

5.6.2.2 硅胶干燥器:使用硅胶指示剂为干燥剂。

5.6.3 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于已于硅胶干燥器中干燥至质量恒定的带盖的铂(或聚四氟乙烯)坩埚中,置于硅胶干燥器中,打开坩埚盖子进行干燥,放置 8 h 立即称量,干燥后的样品用于氟化氢铵含量的测定。

5.6.4 结果计算

干燥减量以质量分数 w_3 计,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——干燥前试料和坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试料和坩埚质量的数值,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 0.2%。

5.7 灼烧残渣含量的测定

5.7.1 方法提要

将试样于高温炉中灼烧至质量恒定,根据灼烧前后的减量确定灼烧残渣含量。

5.7.2 仪器、设备

5.7.2.1 铂皿。

5.7.2.2 高温炉:能控制温度 $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.7.3 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于已于 $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定的铂皿中,在通风良好的通风橱中,缓慢加热至挥发物完全挥发。将铂皿置于 $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧至质量恒定。

5.7.4 结果计算

灼烧残渣以质量分数 w_4 计,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——灼烧后残渣和铂皿质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——空铂皿质量的数值,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%。

5.8 硫酸盐含量的测定

5.8.1 方法提要

在试样中加入盐酸和少量碳酸钠溶液,于水浴上反复蒸干。将残渣溶解后加入氯化钡溶液,使硫酸

盐沉淀为硫酸钡,与标准进行比浊。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 95%乙醇。

5.8.2.2 盐酸溶液:2+1。

5.8.2.3 碳酸钠溶液:100 g/L。

5.8.2.4 氯化钡溶液:100 g/L。

5.8.2.5 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 GB/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.8.3 分析步骤

称取 $0.50 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于铂皿中,以下操作在通风良好的通风橱内进行,加入 0.5 mL 碳酸钠溶液,10 mL 盐酸溶液,在水浴上蒸发至干。重复以上操作三次后,用 1 mL 盐酸溶液和约 20 mL 水溶解残渣,将溶液转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 20 mL 上述溶液(必要时过滤),置于 50 mL 比色管中,加水至 25 mL,加入 3 mL 95%乙醇和 2 mL 氯化钡溶液,放置 1 h 后比浊,其浊度不应深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备:在瓷蒸发皿中加入 0.3 mL 碳酸钠溶液、6 mL 盐酸溶液,在水浴上蒸发至干。用 0.2 mL 盐酸溶液和少量水溶解残渣,将溶液转移至 50 mL 比色管中,加入 1.00 mL 硫酸盐标准溶液,以下从“加水至 25 mL……”开始,与试样同时同样处理。

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氢铵为一批。每批产品不超过 30 t。

6.3 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。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 工业氟化氢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氢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、运输和贮存

- 8.1 工业氟化氢铵采用两层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋；外包装采用塑料编织袋。
- 8.2 每袋净含量 25 kg,或根据用户要求协商确定净含量。
- 8.3 工业氟化氢铵包装,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。
- 8.4 工业氟化氢铵在运输过程中应有遮盖物,温度不应高于 50 ℃,防止日晒、雨淋,受潮;不应与酸、碱混运。
- 8.5 工业氟化氢铵应贮存在阴凉的危险化学品专用仓库,温度不应高于 50 ℃,防止日晒、雨淋,受潮;不应与酸、碱混贮。

9 安全

- 9.1 氟化氢铵在空气中易潮解,极易溶于水,水溶液呈酸性。受热分解放出有毒的氨和氟化氢气体。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 氟化氢铵对皮肤、黏膜有刺激性。与皮肤接触会产生严重烧伤,吸入对呼吸道产生刺激。操作人员应配戴安全防护眼镜、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 氟化氢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 氟化氢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。
-