

备案号:2772—1999

HG/T 3586—1999

## 前 言

本标准非等效采用日本工业标准 JIS K 1407:1978(1988)《氟化氢铵》。

本标准与日本工业标准主要技术差异如下:

日本工业标准只有一个等级;本标准根据我国实际情况将产品划分为两个等级。优等品指标优于日本工业标准,一等品指标根据我国国情设置。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由化工部无机盐产品标准化技术归口单位归口。

本标准起草单位:化工部天津化工研究院、山东省淄博东岳氟化学有限公司、江苏省射阳氟化工总厂、中化河北集团雄县化工总厂。

本标准主要起草人:姚锦娟、郭凤欣、张武成、于广辉、王杏田。

本标准委托化工部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3586—1999

## 工业氟化氢铵

Ammonium bifluoride for industrial use

### 1 范围

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

本标准适用于以工业无水氟化氢与液氨在液相条件下中和反应而制得的工业氟化氢铵。该产品主要用于石油开采解堵剂,精细陶瓷填加剂,玻璃工艺品制作腐蚀剂等。

分子式: $\text{NH}_4\text{HF}_2$

相对分子质量:57.04(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 190—1990 危险货物包装标志

GB 191—1990 包装储运图示标志

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 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 8946—1988 塑料编织袋

### 3 要求

3.1 外观:无色菱形或片状结晶。

3.2 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
氟化氢铵( $\text{NH}_4\text{HF}_2$ )含量(以干基计)	$\geq$	97.0	95.0
干燥减量	$\leq$	3.0	5.0
灼烧残渣含量	$\leq$	0.2	0.2
硫酸盐(以 $\text{SO}_4$ 计)含量	$\leq$	0.1	0.1
氟硅酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6]$ 含量	$\leq$	2.0	4.0

国家石油和化学工业局 1999-04-20 批准

2000-04-01 实施

## 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:**氟化氢铵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。如果与皮肤接触了,应马上用大量水冲洗。

### 4.1 氟化氢铵含量的测定

#### 4.1.1 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。

#### 4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 碎冰:用蒸馏水或去离子水制成;

4.1.2.2 硝酸钾饱和溶液;

4.1.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$  约为 0.5 mol/L;

4.1.2.4 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。

#### 4.1.3 分析步骤

称取约 0.8 g 已于硅胶干燥器中干燥至恒重的试样(精确至 0.000 2 g),用少量冷水将样品转移至预先盛有 20 mL 硝酸钾饱和溶液和 50 g 碎冰的聚乙烯烧杯中,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(此测定后溶液留于氟硅酸铵含量的测定)。

#### 4.1.4 分析结果的表述

以质量分数表示的氟化氢铵( $\text{NH}_4\text{HF}_2$ )含量  $X_1$  按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{cV \times 0.057\ 04}{m} \times 100 = \frac{cV \times 5.704}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V$ ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

$m$ ——试料的质量, g;

0.057 04——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH}) = 1.000$  mol/L] 相当的以克表示的氟化氢铵的质量。

#### 4.1.5 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 0.2%。

### 4.2 干燥减量的测定

#### 4.2.1 方法提要

将试样于硅胶干燥器中干燥至恒重,由所剩试样的质量计算出干燥减量。

#### 4.2.2 仪器和设备

4.2.2.1 铂(或银)坩埚;

4.2.2.2 硅胶干燥器。

#### 4.2.3 分析步骤

称取 1 g 试样(精确至 0.001 g),置于已于硅胶干燥器中干燥至恒重的带盖的铂(或银)坩埚中,放入硅胶干燥器中,打开盖子进行干燥,放置 4 h 后进行第一次称量,以后每 2 h 称量一次,直到先后两次称量之差不大于 0.000 2 g。

#### 4.2.4 分析结果的表述

以质量分数表示的干燥减量  $X_2$  按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $m_1$ ——干燥前试料和坩埚的质量, g;

$m_2$ ——干燥后试料和坩埚的质量, g;

$m$ ——试料的质量, g。

#### 4.2.5 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 0.1%。

### 4.3 灼烧残渣含量的测定

#### 4.3.1 方法提要

将试样于高温炉中灼烧至恒重,由所剩残渣的质量计算出灼烧残渣含量。

#### 4.3.2 仪器和设备

##### 4.3.2.1 铂皿;

##### 4.3.2.2 高温炉;温度能控制在 $(700 \pm 25)^\circ\text{C}$ 。

#### 4.3.3 分析步骤

称取 5 g 试样(精确至 0.001 g),置于已于  $(700 \pm 25)^\circ\text{C}$  下灼烧至恒重的铂皿中,在通风橱中,低温加热至挥发物完全挥发,将铂皿置于  $(700 \pm 25)^\circ\text{C}$  的高温炉中灼烧至恒重。

#### 4.3.4 分析结果的表述

以质量分数表示的灼烧残渣含量  $X_3$  按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:  $m_1$ ——灼烧后残渣和铂皿的质量, g;

$m_2$ ——空铂皿的质量, g;

$m$ ——试料的质量, g。

#### 4.3.5 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 0.05%。

### 4.4 硫酸盐含量的测定

**安全提示:**本操作过程中有腐蚀性气体逸出,必须在通风橱中进行,并小心操作,避免溅在皮肤上。

#### 4.4.1 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。

#### 4.4.2 试剂和材料

##### 4.4.2.1 95%乙醇;

##### 4.4.2.2 盐酸溶液:2+1;

##### 4.4.2.3 碳酸钠溶液:100 g/L;

##### 4.4.2.4 氯化钡溶液:100 g/L;

##### 4.4.2.5 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含 0.1 mgSO<sub>4</sub>。

#### 4.4.3 分析步骤

称取约  $(0.50 \pm 0.01)$  g 试样,置于铂皿中,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。其浊度不得深于标准。

标准比浊溶液的制备:在瓷蒸发皿中加入 0.1 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。

#### 4.5 氟硅酸铵含量的测定

安全提示:本试验方法用到的氢氧化钠为强碱,使用时应注意安全。

##### 4.5.1 方法提要

将测定完氟化氢铵含量的溶液边冷却边抽滤。在 80℃ 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。

##### 4.5.2 试剂和材料

###### 4.5.2.1 氯化钾-乙醇溶液:

称取约 2 g 氯化钾溶于 100 mL 50% 的乙醇中;

###### 4.5.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约为 0.1 mol/L;

###### 4.5.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

##### 4.5.3 仪器和设备

###### 4.5.3.1 聚乙烯漏斗;

###### 4.5.3.2 聚乙烯烧杯。

##### 4.5.4 分析步骤

用聚乙烯漏斗过滤 4.1 测定后的溶液,边冷却边抽滤(此时温度应保持在 0℃ 左右)。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 100 mL 温水和 5 滴酚酞指示液,在水浴上加热至 80℃ 溶解。用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡红色。

##### 4.5.5 分析结果的表述

以质量分数表示的氟硅酸铵含量  $X_4$  按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{V_c \times 0.044\ 54}{m} \times 100 = \frac{V_c \times 4.454}{m} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:  $V$ ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

$c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$m$ ——4.1 中试料的质量, g;

0.044 54——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=1.000$  mol/L] 相当的以克表示的氟硅酸铵的质量。

##### 4.5.6 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 0.05%。

## 5 检验规则

### 5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验。

### 5.2 每批产品不超过 20 t。

5.3 按 GB/T 6678—1986 中 6.6 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,另一瓶保存三个月备查。

5.4 工业氟化氢铵应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求。试验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应自两倍量的包装中重新采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

5.5 按 GB/T 1250—1989 中 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、包装、运输、贮存

6.1 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、商标、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 190 规定的“有毒品”标志、GB 191 规定的“怕热”标志和“怕湿”标志。

6.2 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、商标、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。

6.3 工业氟化氢铵采用双层包装。内包装采用两层聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不小于 0.05 mm;外包装采用塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 中 A 型的规定。每袋净含量 10 kg 或 25 kg。

6.4 工业氟化氢铵包装,两层内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳四次扎口,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。

6.5 工业氟化氢铵在运输过程中应有遮盖物,温度不得高于 50℃,防止雨淋,受潮;不得与碱性物质混运。

6.6 工业氟化氢铵应贮存在阴凉干燥处,温度不得高于 50℃,防止雨淋,受潮;不得与碱性物质混贮。

## 7 安全要求

工业氟化氢铵在搬运时,应防止外泄和直接接触皮肤,如果接触到皮肤,应立即用大量水冲洗。

---