

ICS 71.060.50
G 12
备案号:23749—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2829—2008
代替 HG/T 2829—1997

工业无水氟化钾

Anhydrous potassium fluoride for industrial use

2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准代替 HG/T 2829—1997《工业无水氟化钾》。

本标准与 HG/T 2829—1997 的主要技术差异如下：

- 增设了优等品指标(1997 年版 3.2, 本版 4.2)；
- 增设了硫酸盐含量、氟硅酸盐含量二项指标(1997 年版 3.2, 本版 4.2)；
- 提高了各项指标的要求(1997 年版 3.2, 本版 4.2)；
- 修改了氟化物含量测定方法(1997 年版 5.4, 本版 5.5)；
- 增加了安全要求(本版第 9 章)。

本标准的附录 A 为规范性附录。

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：天津化工研究设计院、新乡市黄河精细化工有限公司、多氟多化工股份有限公司、浙江省东阳市吴宁合成化工有限公司。

本标准主要起草人：郭凤鑫、刘忠山、高云庆、薛旭金、王建萍、胡其新。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- HG/T 2829—1997。

工业无水氟化钾

1 范围

本标准规定了工业无水氟化钾的要求,试验方法,检验规则,标志、标签,包装、运输、贮存,安全要求。
本标准适用于工业无水氟化钾。该产品主要用作氟化剂、焊接助熔剂、玻璃雕刻和吸收剂。

2 规范性引用文件

下列文件的条款通过本标准中引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版本均不适用于本标准,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—1990 危险货物包装标志

GB/T 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780 : 1997)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678 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 塑料编织袋

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、相对分子质量

分子式:KF

相对分子质量:58.10(按2005年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:白色粉末。

4.2 工业无水氟化钾应符合表1要求。

表1 要求

项 目		指 标		
		优等品	一等品	合格品
氟化钾 w/%	≥	99.0	98.5	98.0
氯化物(以 Cl 计)w/%	≤	0.3	0.5	0.7
水分 w/%	≤	0.2	0.4	0.5
游离酸或 游离碱	(以 HF 计)w/%	≤	0.05	0.1
	(以 KOH 计)w/%	≤	0.05	0.1
硫酸盐(以 SO ₄ 计)w/%	≤	0.1	0.2	0.3
氟硅酸盐(以 SiO ₂ 计)w/%	≤	0.05	0.2	0.3

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

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—1992 中规定的三级水。试验中所需标准滴定溶液、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 之规定制备。

5.3 外观判别

在自然光下用目视法判定外观。

5.4 氟化钾含量的测定

5.4.1 方法提要

用水溶解试料,通过强酸性阳离子交换树脂进行交换,生成氢氟酸,以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 无二氧化碳的水。

5.4.2.2 H-732 型离子交换树脂。

5.4.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液:c(NaOH) 约为 0.5 mol/L。

5.4.2.4 酚酞指示液:10 g/L。

5.4.3 仪器、设备

离子交换柱:聚乙烯塑料管,内径 25 mm,长 500 mm,下端配有旋塞。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 离子交换柱的制备

将离子交换柱固定在架子上,关上活塞,在柱子底部填 1 cm 厚的石棉,倒入约 10 mL 水浸湿,将预处理过的树脂倒入柱内,使树脂床高为 400 mm。使用前按附录 A 的规定进行处理。

5.4.4.2 测定

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 塑料杯中,加入 50 mL 无二氧化碳的水溶解,注入离子交换柱。用无二氧化碳的水作洗脱液,控制柱流速为 5.0 mL/min~6.0 mL/min,洗涤至流出液为中性(用 pH 试纸检验),流出液收集于 500 mL 塑料杯中。加入 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 不褪为止。

5.4.5 结果计算

氟化钾含量以氟化钾(KF)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\ 000)cM}{m} \times 100 - 1.639w_2 - 2.904w_4 - 1.210w_6 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V——滴定流出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);

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);

w_2 ——按 5.5 测得的氯化物的质量分数,单位为百分数(%);

1.639——氟换算为氟化钾的系数;

w_4 ——按 5.7 测得的游离酸的质量分数,单位为百分数(%);

2.904——氢氟酸换算为氟化钾的系数;

w_6 ——按 5.8 测得的硫酸盐的质量分数,单位为百分数(%);

1.210——硫酸盐换算为氯化钾的系数;

M ——氯化钾(KF)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=58.10$)。

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 %。

5.5 氯化物含量的测定

5.5.1 方法提要

用水溶解试料,以铬酸钾作指示剂,用硝酸银标准滴定溶液滴定。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 氢氧化钠溶液:4 g/L。

5.5.2.2 硫酸溶液:1+99。

5.5.2.3 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)\approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.5.2.4 铬酸钾指示液:50 g/L。

5.5.3 仪器、设备

微量滴定管:分度值为 0.02 mL 或 0.05 mL。

5.5.4 分析步骤

称取约 4 g 试样(优等品)或 2 g 试样(一等品和合格品),精确至 0.01 g,置于 250 mL 塑料杯中,加入 50 mL 水溶解。用氢氧化钠溶液或硫酸溶液调节试验溶液的 pH 值为 7~8(用 pH 试纸检验)。加入 2 mL 铬酸钾指示液,使用微量滴定管,用硝酸银标准滴定溶液滴定至溶液由黄色转变为砖红色为终点(近终点时需剧烈摇动)。

5.5.5 结果计算

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V/1000)cM}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银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 ——氯(Cl)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

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 %。

5.6 水分的测定

5.6.1 仪器、设备

称量瓶: $\phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

5.6.2 分析步骤

使用已于 $(120 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的称量瓶称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,于 $(120 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

5.6.3 结果计算

水分以质量分数 w_3 计,数值以 % 表示,按公式(3)计算:

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

式中:

m_1 ——干燥前试料和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试料和称量瓶质量的数值,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 %。

5.7 游离酸或游离碱含量的测定

5.7.1 试剂

5.7.1.1 无二氧化碳的水。

5.7.1.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

5.7.1.3 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

5.7.1.4 酚酞指示液：10 g/L。

5.7.2 仪器、设备

微量滴定管：分度值为 0.02 mL 或 0.05 mL。

5.7.3 分析步骤

称取约 5 g 试样，精确至 0.01 g，置于 250 mL 塑料杯中，加入 50 mL 无二氧化碳的水溶解，加 2 滴酚酞指示液。

如试验溶液无色，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 不褪为止。

如试验溶液呈红色，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液恰呈无色。

5.7.4 结果计算

游离酸含量以氢氟酸(HF)的质量分数 w_4 计，数值以 % 表示，按公式(4)计算：

$$w_4 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，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 ——氢氟酸(HF)摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=20.01$)。

游离碱含量以氢氧化钾(KOH)的质量分数 w_5 计，数值以 % 表示，按公式(5)计算：

$$w_5 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c ——盐酸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 ——氢氧化钾(KOH)摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=56.11$)。

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 硫酸盐含量测定

5.8.1 方法提要

试样在盐酸介质中，加入硼酸络合其中的氟离子，然后加入过量的氯化钡溶液，使硫酸根生成硫酸钡沉淀，根据硫酸钡重量求硫酸根含量。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 硼酸。

5.8.2.2 盐酸溶液：1+3。

5.8.2.3 氯化钡溶液：100 g/L。

5.8.2.4 甲基橙指示液：1 g/L。

5.8.3 仪器设备

高温炉：能控制温度(850±50)℃。

5.8.4 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于 300 mL 烧杯中,加水约 100 mL,加入 2 g 硼酸,加 10 mL 盐酸溶液,在电炉上加热溶解后,趁热用中速定性滤纸过滤。用热水洗净烧杯,再用热水洗涤滤纸 6 次,溶液及洗液一起收集于 250 mL 烧杯中。加热煮沸,加入 10 mL 氯化钡溶液,盖上表面皿,取下静置过夜。用慢速定量滤纸过滤,用淀帚擦拭烧杯壁,用热水洗净烧杯,并洗涤沉淀,洗至不呈酸性为止(用甲基橙指示液检验滤液为黄色)。把滤纸连同沉淀一起置入已于(850±50)℃灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,在电炉上灰化后,置于(850±50)℃的高温炉中灼烧至质量恒定。

5.8.5 结果计算

硫酸盐含量以硫酸根(SO₄)的质量分数 w_6 计,数值以%表示,按公式(6)计算:

$$w_6 = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.4116}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_2 ——坩埚和沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——空坩埚的质量的数值,单位为克(g);

0.4116——硫酸钡换算成硫酸根的系数;

m ——试样质量的数值,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 0.05 %。

5.9 氟硅酸盐含量的测定

5.9.1 方法提要

试样中的氟离子与硼酸反应生成 BF₄⁻,在微酸性溶液中,硅酸与钼酸铵定量反应,生成硅钼杂多酸(硅钼黄),加入还原剂将硅钼黄还原为硅钼蓝。于 795 nm 处,用分光光度计进行测定。

5.9.2 试剂

5.9.2.1 硼酸溶液:40 g/L。

5.9.2.2 硫酸溶液:1+33。

5.9.2.3 钼酸铵溶液:100 g/L(当溶液出现沉淀时需重新配制)。

5.9.2.4 草酸溶液:50 g/L。

5.9.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:20 g/L。

5.9.2.6 二氧化硅标准溶液:1 mL 溶液含二氧化硅(SiO₂)0.01 mg。

用移液管移取 1 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。

5.9.2.7 饱和 2,4-二硝基酚指示液。

5.9.3 仪器、设备

分光光度计,配有 2 cm 比色皿。

5.9.4 分析步骤

5.9.4.1 工作曲线的绘制

移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 二氧化硅标准溶液,分别置于六个 50 mL 容量瓶中,加水至 25 mL,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,再加 4.5 mL 硫酸溶液。加 2 mL 钼酸铵溶液,室温下放置 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,用水稀释至刻度,摇匀,放置 5 min。在 795 nm 波长下,用 2 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。

5.9.4.2 测定

称取一定量的试样(优等品约 1.0 g,一等品约 0.25 g,合格品约 0.15 g),精确至 0.001 g,置于塑料烧杯中,加 20 mL 硼酸溶液溶解试样。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 10 mL 上述试验溶液,置于 50 mL 容量瓶中,以下操作按 5.9.4.1 条从“加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液”开始,至“……测量其吸光度”。空白试验是取 2 mL 硼酸溶液,与试样同时同样处理。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。

5.9.5 结果计算

氟硅酸盐含量以二氧化硅(SiO_2)的质量分数 w_7 计,数值以%表示,按公式(7)计算:

$$w_7 = \frac{(m_1 - m_0)/1000}{m(10/100)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中二氧化硅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中二氧化硅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值,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优等品不大于 0.01%,一等品和合格品不大于 0.02%。

6 检验规则

6.1 本标准要求中规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 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级别的工业无水氟化钾为一批。每批产品不超过 20 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方垂直插入至料层深度的四分之三处采样。将所采的约 500 g 样品置于密封的塑料容器中混匀,分装入两个干燥、清洁的塑料瓶(或塑料袋)中,密封,粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、批号和采样日期、采样者姓名。一瓶用于检验,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 工业无水氟化钾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的产品都符合本标准的要求。

6.5 使用单位有权按照本标准的规定对收到的工业无水氟化钾进行验收。验收应在货到之日算起的 15 天内进行。

6.6 检验结果中如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

6.7 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7.1 工业无水氟化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、等级、净含量、批号(或生产日期)、本标准编号及 GB 190—1990 中规定的“有毒品”标志、GB/T 191—2000 中规定的“怕晒”标志和“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的工业无水氟化钾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)、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业无水氟化钾采用两种包装方式。

8.1.1 编织袋包装:内包装采用两层聚乙烯塑料薄膜袋,外包装采用塑料编织袋,其性能和检验方法应

符合 GB/T 8946 的规定。每袋净重 10 kg 或 25 kg。

8.1.2 纸板桶包装：内包装采用两层聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用纸板桶。每桶净重 20 kg 或 75 kg。

8.2 工业无水氟化钾采用两种封口方式。

8.2.1 采用编织袋包装时，内层塑料袋采用热合封口，外层塑料袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳二次扎口，或用与其相当的其他方式封口；外袋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。

8.2.2 采用纸板桶包装时，内层塑料袋采用热合封口，外层塑料袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳二次扎口，或用与其相当的其他方式封口；纸板桶加盖并箍牢。

8.3 工业无水氟化钾在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋，受潮。

8.4 工业无水氟化钾应贮存阴凉干燥处，防止雨淋，受潮。

9 安全要求

9.1 工业无水氟化钾具有毒性，工作场所与休息场所应严格分开；操作工人和分析人员取样时应配戴劳动保护用品。

9.2 工业无水氟化钾与眼睛和皮肤接触后，立即用大量水冲洗至少 15 min；严重者立即就医。

9.3 工业无水氟化钾泄漏应急处理：隔离泄漏污染区，限制进入。泄漏物须立即收集至固定容器内，按环保要求集中处理。被污染的地面用水冲洗，冲洗的污水应进入污水处理系统，不应直接进入下水道。

附 录 A

(规范性附录)

H-732 型离子交换树脂的预处理和再生

A1 树脂的预处理

将树脂置于塑料容器中,用清水漂洗,直到排水清晰为止。用水浸泡树脂 12 h~24 h,使其充分膨胀。如为干树脂,应先用饱和氯化钠溶液浸泡,再逐步稀释氯化钠溶液,以免树脂突然急剧膨胀而破碎。用树脂体积 2 倍量的 1+2 盐酸溶液浸泡 2 h~4 h,并不时搅拌。也可将树脂装入柱中,用动态法使酸液以 5.0 mL/min~6.0 mL/min 的流速流过树脂层,然后用水自上而下(间以自下而上)洗涤树脂,直到流出液的 pH=4,再用 5 g/L~20 g/L 的氢氧化钠溶液处理,处理后用水洗至微碱性,再一次用 1+2 盐酸溶液处理,使树脂变为氢型。最后用水洗至中性。

A2 树脂的再生

每次样品洗脱分离完毕,用树脂体积 2 倍量的 1+2 盐酸溶液流过树脂床,使树脂再生。临用前用水先慢速洗涤树脂,然后以 5.0 mL/min~6.0 mL/min 流速洗至流出液为中性(用 pH 试纸检验),维持液面高于树脂层 1 cm,关闭交换柱,备用。
