

ICS 71.060.30
G 11



中华人民共和国国家标准

GB 7746—2011
代替 GB 7746—1997

工业无水氟化氢



Anhydrous hydrogen fluoride for industrial use

尚澜能源
SHANGLAN ENERGY

2011-07-20 发布

2012-05-01 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

前 言

本标准的第7章、第8章、第9章和第10章为强制性,其余为推荐性。

本标准修改采用俄罗斯国家标准ГОСТ 14022:1988《无水氟化氢技术条件》(俄文版)。

本标准根据俄罗斯国家标准ГОСТ 14022:1988《无水氟化氢技术条件》重新起草。

考虑到我国国情,在采用俄罗斯标准ГОСТ 14022:1988时,本标准做了一些修改。有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。在附录A及附录B中给出了这些技术性差异、结构性差异及其原因的一览表以供参考。

本标准代替GB 7746—1997《工业无水氟化氢》。

本标准与GB 7746—1997的主要技术差异如下:

——根据使用要求分为两类(本版第4章)。

——提高了各项指标的要求(1997年版3.2,本版5.2)。

——在附录中给出了砷含量的测定方法(本版的附录C)。

本标准的附录A、附录B和附录C为资料性附录。

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、浙江莹光化工有限公司、浙江三美化工有限公司、浙江鹰鹏化工有限公司、福建永飞化工有限公司、山东东岳化工股份有限公司、贵州宏福实业开发有限总公司、山东兴氟新材料有限公司、河北雄威三利化工有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:李世江、王大镔、徐一洪、谢汛友、方群平、张武承、王景峰、曹建磊、杨玉峰、郭凤鑫。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 7746—1987、GB 7746—1997。

工业无水氟化氢

1 范围

本标准规定了工业无水氟化氢的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于工业无水氟化氢。该产品主要用于制取电子级氢氟酸、氟化剂、氟卤烷烃和试剂氢氟酸及其他含氟产品等。

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—2008 包装储运图示标志(ISO 780:1997,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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(ISO 3696:1987,MOD)

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

《气瓶安全监察规定》(国家质量监督检验检疫总局令第46号,2003年)

《铁路危险货物运输管理规则》(中国铁道出版社,2007年)

3 分子式和相对分子质量

分子式:HF

相对分子质量:20.01(按2005年国际相对原子质量)

4 分类

工业无水氟化氢分为两类:

I类:用于生产电子级氢氟酸的原料。

II类:主要用于制取氟化物、氟卤烷烃和试剂氢氟酸及其他含氟产品。

5 要求

5.1 外观:在低温或在一定压力下是一种无色透明的液体,具有强烈的刺激气味,在空气中发烟。

5.2 工业无水氟化氢应符合表1要求。

表 1 要求

%

项 目		指标, %			
		I 类	II 类		
			优等品	一等品	合格品
氟化氢	≥	99.98	99.96	99.92	99.8
水分	≤	0.005	0.02	0.04	0.06
氟硅酸	≤	0.005	0.008	0.015	0.050
二氧化硫	≤	0.003	0.005	0.010	0.030
不挥发酸(以 H ₂ SO ₄ 计)	≤	0.005	0.005	0.010	0.050

6 试验方法

6.1 安全提示

本试验方法中所采取的样品和使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,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。

6.2 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。试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、试剂及制品,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。

6.3 试验室样品的制备

将带塑料螺帽的接头与钢瓶或槽罐的液相管连接好,打开钢瓶或槽罐的液相阀门,用液态氟化氢冲洗管道 1 min~2 min,关上钢瓶或槽罐的液相阀门,然后将塑料管插入已知质量的冰水混合物的塑料瓶中,打开钢瓶或槽罐的液相阀门,使液态氟化氢慢慢通入冰水中(边通边搅),不要使氟化氢气体冒出,通至试样含量(质量分数)达 20%~25%时(每瓶取试样不少于 100 g),关闭钢瓶或槽罐的液相阀门,再称量取样塑料瓶总质量,精确至 0.1 g,同一批试验室样品混合后测定。

注:本条款的冰用蒸馏水制作。

试验室样品中氟化氢的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m}{m_1 + m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m ——引入的试样总质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——冰水的总质量的数值,单位为克(g)。

6.4 外观判定

在测定水分时,当样品通过电导池前的聚乙烯管时,在自然光下用目视法判定外观。

6.5 氟化氢含量结果计算

氟化氢含量以氟化氢(HF)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = 100 - (w_3 + w_4 + w_5 + w_6) \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

w_3 ——水分质量分数的数值,以%表示;

w_4 ——氟硅酸质量分数的数值,以%表示;

w_5 ——二氧化硫质量分数的数值,以%表示;

w_6 ——不挥发酸(以 H₂SO₄ 计)质量分数的数值,以%表示。

6.6 水分的测定

6.6.1 方法提要

使用封闭流动式电导池,测得无水氟化氢的电导率,再从测定无水氟化氢水分的工作曲线上查得相应的水分。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 氯化钾标准溶液: $c(\text{KCl})=0.1000\text{ mol/L}$;

称取在 $500\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒重的 7.455 g 氯化钾,溶于水,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

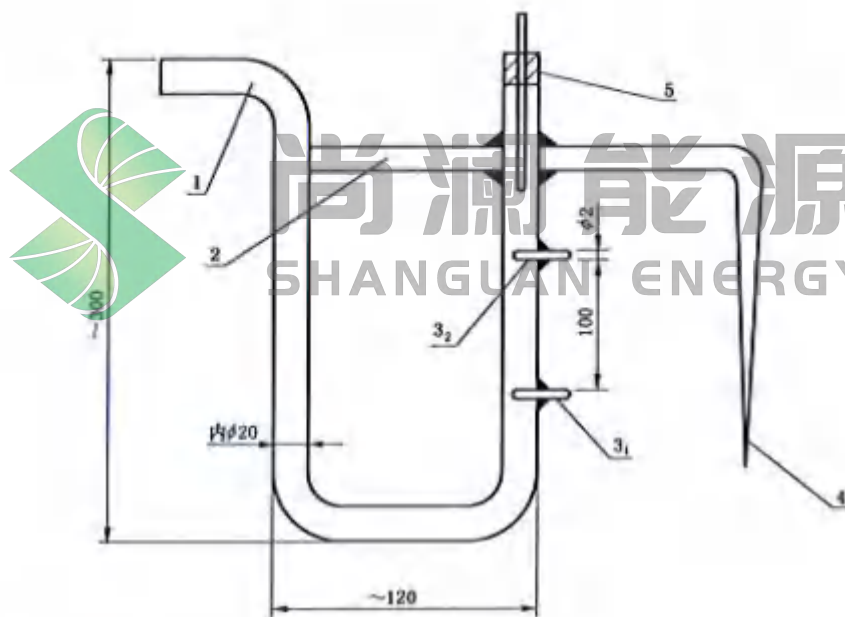
6.6.2.2 氯化钾标准溶液: $c(\text{KCl})=0.0100\text{ mol/L}$;

移取 100 mL 氯化钾标准溶液(6.6.2.1),置于 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液临用时制备。

6.6.3 仪器、设备

6.6.3.1 电导池,用内径 20 mm 聚乙烯管或聚四氟乙烯管制作,在管中装有两个光滑的棒状金或铂电极,间距为 100 mm ,直径为 2.0 mm (见图1)。

单位为毫米



- 1——试样入口;
- 2——塑料焊接支撑;
- 3₁、3₂——塑料焊接固定铂电极;
- 4——塑料焊接试样出口毛细管;
- 5——带聚乙烯套管的温度计。

图1 电导池

6.6.3.2 电导仪:测量范围 $0\text{ mS/cm}\sim 100\text{ mS/cm}$ 。

6.6.3.3 聚乙烯瓶,容积 500 mL ,带有气液相管。

6.6.3.4 温度计:分度值 $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$,测量范围: $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。温度计安装在聚乙烯套管中,以防氟化氢的腐蚀。

6.6.3.5 注射针头:4号或5号医用针头。

6.6.4 电导池常数的测定

用干燥的热气流吹扫电导池使其完全干燥,再注入所需浓度的氯化钾标准溶液(先冲洗 $2\sim 3$ 次),

然后把电导池电极与电导仪相连接,电导池上口插入水银温度计,同时测量电导池内溶液的电导值及温度,重复测量 5 次以上,取测量平均值作为氯化钾标准溶液的电导值及温度,并由表 2 查出上述温度下氯化钾标准溶液的电导率。

表 2 氯化钾标准溶液的电导率

单位为西门子每厘米

温度/℃	浓 度	
	$c(\text{KCl})=0.1000 \text{ mol/L}$	$c(\text{KCl})=0.0100 \text{ mol/L}$
10	0.009 33	0.001 020
11	0.009 56	0.001 045
12	0.009 79	0.001 070
13	0.010 02	0.001 095
14	0.010 25	0.001 121
15	0.010 48	0.001 147
16	0.010 72	0.001 173
17	0.010 95	0.001 199
18	0.011 19	0.001 225
19	0.011 43	0.001 251
20	0.011 67	0.001 278
21	0.011 91	0.001 305
22	0.012 15	0.001 332
23	0.012 39	0.001 359
24	0.012 64	0.001 386
25	0.012 88	0.001 413
26	0.013 13	0.001 440
27	0.013 37	0.001 468
28	0.013 62	0.001 496
29	0.013 87	0.001 524
30	0.014 12	0.001 552

电导池常数 Q ,按式(3)计算:

$$Q = \frac{K}{G} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

K ——在给定温度下氯化钾标准溶液的电导率,单位为西门子每厘米(S/cm);

G ——测得氯化钾标准溶液的电导值,单位为西门子(S)。

电导池常数三个月检查一次。

6.6.5 分析步骤

6.6.5.1 本底样本的选取

选取水分低及杂质较少的瓶装无水氟化氢作为本底样本。

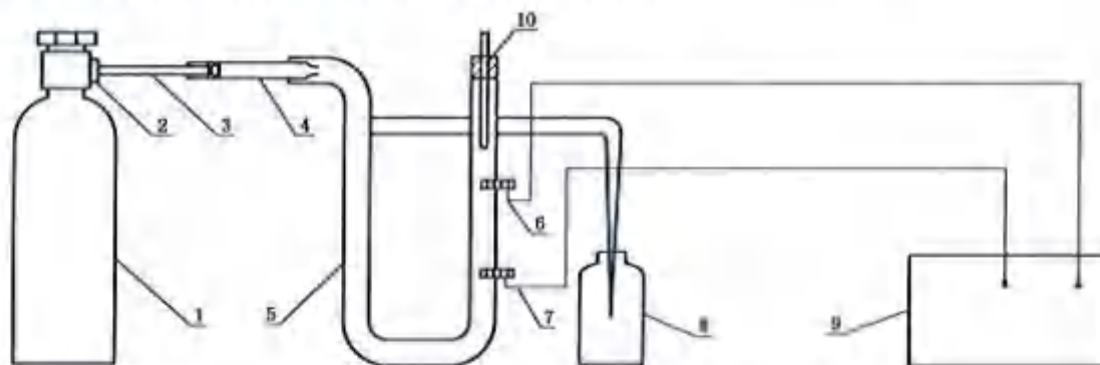
6.6.5.2 工作曲线的绘制

向已知电导值的本底样本中,添加准确计量的水,制备成水分为 0.005%~0.06%的无水氟化氢系

列标样,在规定温度下(推荐 10℃)测其电导值。用外推法推定无水氟化氢本底样本中水分的质量分数。以本底样本和各次定量添加水的总质量分数为横坐标,相应的电导率为纵坐标,绘制工作曲线。

6.6.5.3 测定

将清洁干燥的电导池固定在通风橱内或通风良好的场所的固定架上,用带聚乙烯管的螺帽接头,将钢瓶或槽罐的液相管与电导池连接好;同时把温度计和电导池连接好,而后小心缓慢地打开钢瓶或槽罐的液相阀门,使试样冲洗测定系统至稳定,关闭阀门。测定装置示意图见图 2。待温度升到与工作曲线绘制时的相同温度(误差不超过 $\pm 0.5^\circ\text{C}$)时测量其电导值,该电导值乘以电导池常数即为该试样的电导率。由工作曲线上查出被检样品的水分质量分数(w_2)。



- 1—试样钢瓶;
2—螺帽接头;
3—连接铜管;
4—连接聚乙烯管;
5—电导池;
6,7—测定导线;
8—冲洗管道系统废酸收集瓶;
9—电导仪;
10—带聚乙烯套管的温度计。

尚澜能源
SHANGLAN ENERGY

图 2 电导法测定水分流程示意图

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 I 类产品不大于 0.002%, II 类产品不大于 0.003%。

6.7 氟硅酸含量的测定

6.7.1 方法提要

用氯化钠与样品中氟硅酸反应生成不挥发氟硅酸钠,然后蒸发除去氟化氢。在弱酸性介质中,加适量硼酸抑制氟的干扰,加入钼酸铵与硅酸盐反应形成硅钼杂多酸(黄色),再加硫酸溶液和草酸溶液消除磷酸盐的干扰,随后,将硅钼杂多酸选择还原。在波长 795 nm 处测量蓝色络合物的吸光度。

6.7.2 试剂

- 6.7.2.1 氯化钠溶液:10 g/L;
6.7.2.2 硫酸溶液:1+3;
6.7.2.3 盐酸溶液:1+5;
6.7.2.4 硼酸溶液:40 g/L;
6.7.2.5 草酸溶液:100 g/L;
6.7.2.6 钼酸铵溶液:100 g/L(当溶液出现沉淀时需重新配制);
6.7.2.7 还原液;
6.7.2.7.1 将 7 g 无水亚硫酸钠溶于 50 mL 水中,加 1.5 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸溶解;

6.7.2.7.2 将 90 g 偏重亚硫酸钠溶于 900 mL 水中;

6.7.2.7.3 混合 6.7.2.7.1 和 6.7.2.7.2 两种溶液,并稀释至 1 000 mL,必要时过滤,将此溶液置于阴凉避光处保存,使用期不超过 20 d。

6.7.2.8 二氧化硅标准溶液:1 mL 溶液含氟硅酸(H₂SiF₆)1.000 mg;

称取 0.417 g 于 1 000 ℃ 灼烧至质量恒定的二氧化硅,置于铂坩埚中,加 5 g 无水碳酸钠,充分搅匀,置于 1 000 ℃ 的高温炉中使其慢慢熔融,放置冷却。加入热水溶解,冷却后全部移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。立即转移到聚乙烯瓶中。使用期不超过 30 d。

6.7.2.9 二氧化硅标准溶液:1 mL 溶液含氟硅酸(H₂SiF₆)0.050 mg;

移取 5 mL 二氧化硅标准溶液(6.7.2.8),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液即用即配。

6.7.3 仪器

6.7.3.1 分光光度计,配有 2 cm 吸收池;

6.7.3.2 铂皿,容积约 100 mL。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 工作曲线的绘制

在一系列 100 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 和 10.00 mL 二氧化硅标准溶液(6.7.2.9),加水至约 10 mL,加 10 mL 氯化钠溶液,在搅拌下加 4 mL 盐酸溶液,35 mL 硼酸溶液,放置 5 min。加 10 mL 钼酸铵溶液,摇匀,放置 15 min。在搅拌下分别加 5 mL 草酸溶液,20 mL 硫酸溶液,摇匀后再加 2 mL 还原液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 20 min。

将分光光度计波长调整至 795 nm 处,使用 2 cm 吸收池,以水为参比,测定每个标准溶液的吸光度。

从每个标准溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以氟硅酸的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.7.4.2 测定

在铂皿中加入 10 mL 氯化钠溶液,称量,精确至 0.01 g,加入实验室样品(6.3)10 g~15 g(含试样约 2 g~3 g),再次称量,精确至 0.01 g,以便计算所取实验室样品的质量。置于水浴上蒸干,加 10 mL 水,35 mL 硼酸溶液,放置 5 min。加 4 mL 盐酸溶液,10 mL 钼酸铵溶液,混匀,将溶液全部移入 100 mL 容量瓶中。以下按 6.7.4.1 从“放置 15 min……”开始,进行操作。

取 5 mL 水和 10 mL 氯化钠溶液作为空白试验溶液,与试样同时同样处理。

根据测得的吸光度,从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中氟硅酸的质量。

6.7.5 结果计算

氟硅酸含量以氟硅酸(H₂SiF₆)的质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(4)计算,

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{w_1 m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中,

m_1 ——由工作曲线上查得的试验溶液中氟硅酸质量的数值,单位为毫克(mg);

m_2 ——由工作曲线上查得的空白试验溶液中氟硅酸质量的数值,单位为毫克(mg);

w_1 ——实验室样品中氯化氢的质量分数,数值以 % 表示;

m ——实验室样品质量的数值,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 0.002 %。

6.8 二氧化硫含量的测定

6.8.1 方法提要

在样品中准确加入已知过量的碘标准滴定溶液,用碘代硫酸钠标准滴定溶液返滴定过量的碘,然后根据碘的消耗量计算出二氧化硫含量。

6.8.2 试剂

6.8.2.1 碘化钾溶液:100 g/L;

6.8.2.2 碘标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{2}I_2\right)\approx 0.01\text{ mol/L}$;

用移液管移取按 HG/T 3696.1 配制的 $c\left(\frac{1}{2}I_2\right)\approx 0.1\text{ mol/L}$ 标准滴定溶液 100 mL,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。该溶液现用现配。

6.8.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液, $c(Na_2S_2O_3)\approx 0.01\text{ mol/L}$;

用移液管移取按 HG/T 3696.1 配制的 $c(Na_2S_2O_3)\approx 0.1\text{ mol/L}$ 标准滴定溶液 100 mL,稀释至 1 000 mL,摇匀。该溶液现用现配。

6.8.2.4 淀粉指示液,10 g/L(当溶液出现浑浊时应重新配制)。

6.8.3 仪器

6.8.3.1 微量滴定管,分度值 0.02 mL,容积 5 mL 或 10 mL。

6.8.3.2 带盖聚乙烯烧杯,容积约 250 mL。

6.8.4 分析步骤

取 100 mL 水置于带盖聚乙烯烧杯中,准确加入 5.00 mL 碘标准滴定溶液,加 1 mL 碘化钾溶液,称量,精确至 0.1 g。加入约 26 g~28 g 试验室样品(6.3),再次称量,精确至 0.1 g,以便计算所取试验室样品的质量。静置 5 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加 1 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失。

同时以同样条件和同样试剂量,但不加试验室样品进行空白试验。

6.8.5 结果计算

二氧化硫含量以二氧化硫(SO_2)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(5)计算,

$$w_2 = \frac{[(V_0 - V_1) / 1000] cM}{w_1 m} \times 100 \quad (5)$$

式中:

V_0 ——滴定空白试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定试验溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

w_1 ——试验室样品中氟化氢的质量分数,数值以%表示;

m ——试验室样品质量的数值,单位为克(g);

M ——二氧化硫($\frac{1}{2}SO_2$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=32.03$)。

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 I 类产品不大于 0.001%, II 类产品不大于 0.002%。

6.9 不挥发酸含量的测定

6.9.1 方法提要

通过蒸发除去挥发性酸后,以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定不挥发酸。

6.9.2 试剂

6.9.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液, $c(NaOH)\approx 0.01\text{ mol/L}$;

取按 HG/T 3696.1 配制的 $c(NaOH)\approx 0.1\text{ mol/L}$ 标准滴定溶液 100 mL,用不含二氧化碳的水稀释至 1 000 mL,摇匀。该溶液即用即配。

6.9.2.2 酚酞指示液:10 g/L;

将 1 g 酚酞溶于 100 mL 95% 的乙醇中,滴加氢氧化钠标准滴定溶液直至出现浅粉红色。

6.9.3 仪器

6.9.3.1 铂皿,容积约 150 mL。

6.9.3.2 聚乙烯滴管,容积 2 mL。

6.9.4 测定步骤

称取 50 g 试验室样品(6.3),精确至 0.1 g,置于铂皿中,在通风橱内的沸水浴上蒸发至近干。加 5 mL 水蒸发(重复 2 次)。加约 10 mL 不含二氧化碳的水于铂皿中,加 3 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至浅粉红色。

6.9.5 结果计算

不挥发酸含量以硫酸(H_2SO_4)的质量分数 w_3 计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_3 = \frac{(V/1000)cM}{w_1 m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

V ——滴定时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的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

w_1 ——试验室样品中氟化氢的质量分数,数值以 % 表示;

m ——试验室样品质量的数值,单位为克(g);

M ——硫酸($\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=49.04$)。

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 0.002%。

7 检验规则

7.1 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。

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同一级别的工业无水氟化氢为一批。工业无水氟化氢每批产品不超过 100 t。

7.3 采样

7.3.1 采样比例

瓶装时,应从每批 5% 的包装容器中取样,小批量时,取样容器件数不得少于 2 瓶,槽罐灌装时,每槽罐为一批。

7.3.2 采样方法见 6.3。

7.4 工业无水氟化氢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的产品都符合本标准的要求。

7.5 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单元中采样进行复验,槽罐包装的应重新取两倍量的样品进行复验。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。

7.6 采用 GB/T 8170 规定的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 工业无水氟化氢包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、厂址、类别、等级、净含量、批号(或生产日期)、本标准编号以及 GB 190—1990 中的“有毒品”标志和“腐蚀品”标志以及 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”标志。并应符合《气瓶安全监察规定》的规定。

8.2 每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、产品名称、厂址、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、本标准编号。

9 包装、运输和贮存

9.1 工业无水氟化氢包装于清洁、干燥的专用槽车或钢瓶中,包装容器具有气液相进出口,充装系数为0.83 kg/L,钢瓶涂以灰漆和带黑字并带有安全帽和防震胶圈。

9.2 工业无水氟化氢的运输应符合《气瓶安全监察规定》和《铁路危险货物运输管理规则》的规定。运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。严禁与碱类、活性金属粉末、玻璃制品、食用化学品等混装混运。运输时运输车辆应配备泄漏应急处理设备。运输途中应防曝晒、雨淋,防高温。公路运输时要按规定路线行驶,勿在居民区和人口稠密区停留。

9.3 工业无水氟化氢钢瓶应贮存在罩棚或库房中,严禁曝晒,严禁与易燃、易爆物品混放。

10 安全

10.1 无水氟化氢是强腐蚀性液体,有刺激性和毒性,对皮肤和眼睛有强烈腐蚀作用,能产生严重和痛苦的灼伤,因而现场应配备适用有效的药品。

10.2 采样和使用时必须在通风良好的场所或通风橱内进行。穿戴好大小合适的耐氟的手套,长统靴和防护服及面罩。

10.3 如果发生接触或怀疑接触了无水氟化氢,需用大量水冲洗并立即治疗。

10.4 如发生泄漏,立即撒上固体氢氧化钙(或氧化钙,氢氧化铝)中和。



尚澜能源
SHANGLAN ENERGY

附 录 A
(资料性附录)

本标准与俄罗斯标准技术性差异及其原因一览表

表 A.1 给出了本标准与俄罗斯国家标准 ГOCT 14022:1988《无水氟化氢技术条件》(俄文版)技术性差异及其原因。

表 A.1 本标准与俄罗斯国家标准 ГOCT 14022:1988 技术性差异及原因一览表

本标准的章条编号	技术性差异	原 因
4	本标准根据用途不同对产品进行了分类,分类用途与俄罗斯标准不同。	根据国内用户的要求进行设置。
5.2	I类和II类的优等品指标均优于或等同于俄罗斯标准。	根据目前国内生产的实际情况。
6.7	本标准氟硅酸含量测定中选用了1-氨基-2-萘酸-4-磺酸作还原剂。俄罗斯标准使用硫酸亚铁铵作还原剂。	本标准规定的方法经生产厂多年使用,测定结果准确可靠。
6.9	本标准不挥发酸含量测定采用酸碱滴定法,俄罗斯标准采用氯化钡比浊法。	酸碱滴定法较比浊法测定结果更准确。



尚澜能源
SHANGLAN ENERGY

附录 B
(资料性附录)

本标准与俄罗斯标准的结构性差异一览表

表 B.1 给出了本标准与俄罗斯国家标准 ГOCT 14022:1988《无水氟化氢技术条件》(俄文版)的结构性差异。

表 B.1 本标准与俄罗斯国家标准 ГOCT 14022:1988 的结构性差异一览表

本 标 准		ГОСТ 14022:1988《无水氟化氢技术条件》	
章节	内 容	章节	内 容
前言	前言	—	—
1	范围	—	范围
2	规范性引用文件	—	—
3	分子式和相对分子质量	—	—
4	分类	—	—
5	要求	1	技术要求
5.2	工业无水氟化氢符合表 1 要求	1.2.2	无水氟化氢的物化指标应符合表 1 的规定
—	—	2.3	安全要求
—	—	2	验收规则
6	试验方法	3	分析方法
7	检验规则	—	—
8	标志、标签	—	—
9	包装、运输和贮存	4	包装、标志、运输和贮存
10	安全	5	生产厂的保证

附录 C (资料性附录)

砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

C.1 方法提要

在酸性介质中,用碘化钾和氯化亚锡将 As(V)还原为 As(III)。金属锌粒与酸反应产生新生态氢,使 As(III)进一步反应为砷化氢气体,经乙酸铅棉花除去硫化氢干扰后,用二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液吸收,生成紫红色络合物,用分光光度计进行测定。

C.2 试剂

C.2.1 硫酸。

C.2.2 硝酸。

C.2.3 盐酸。

C.2.4 无砷金属锌,粒径 1 mm~3 mm。

C.2.5 二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液:5 g/L;

该溶液应保存在密闭棕色玻璃瓶中,有效期为两周(以下简称为 AgDDTC-吡啶溶液)。

C.2.6 乙酸铅棉花:

将脱脂棉浸于乙酸铅溶液(100 g/L)中,2 h 后取出在室温下晾干,保存在密闭容器中。

C.2.7 碘化钾溶液:150 g/L。

C.2.8 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

溶解 40 g 氯化亚锡于 100 mL 盐酸溶液(3+1)中,必要时加热溶解。

C.2.9 砷标准溶液:1 mL 溶液含砷(As)0.100 mg;

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的砷标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

C.2.10 砷标准溶液:1 mL 溶液含量砷(As)0.002 mg;

用移液管移取 5.00 mL 砷标准溶液(C.2.9),置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用前配制。

C.3 仪器、设备

C.3.1 分光光度计,配有 1 cm 吸收池;

C.3.2 定砷仪(包括锥形瓶、5 mL 吸收管)。

C.4 分析步骤

C.4.1 工作曲线的绘制

取 6 个瓷蒸发皿,分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 砷标准溶液(C.2.10),加入 0.5 mL 硝酸、0.2 mL 碘化钾溶液,摇匀,再加 3 mL 硫酸,在可调温电炉(或沙浴)上加热至冒硫酸烟(加热时应缓慢升温,防止试样爆沸溅出)。取下冷却至室温,用约 5 mL 蒸馏水冲洗蒸发皿壁,再在电炉(或沙浴)上加热至冒白烟并保持 1 min(重复两次)。蒸发完后蒸发皿中的剩余硫酸约 1.5 mL。冷却至室温后小心移入定砷仪中,用水稀释至约 40 mL,加入 8 mL 盐酸。再加入 2 mL 碘化钾溶液,摇匀,加入 2 mL 氯化亚锡盐酸溶液,摇匀,放置 15 min 后连接装置,塞上乙酸铅棉花,检验定砷仪的气密性。在吸收管中加入 5 mL AgDDTC-吡啶溶液,在定砷仪锥形瓶中加入 5 g 无砷金属锌粒(定

砷仪锥形瓶应放入冰水溶液中以降低反应速度),放置 45 min。

在 540 nm 波长处,以水调零,使用 1 cm 吸收池测定吸收液的吸光度。从每个标准溶液的吸光度值减去试剂空白溶液的吸光度值,以砷的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线。

注:每换一批无砷金属锌或新配制一次 AgDDTC-吡啶溶液,必须重新制作工作曲线。

C.4.2 测定

称取无水氟化氢试样约 2 g(6.3),精确至 0.01 g。(当试样中砷含量太低时,可增加试样量),置于 50 mL 铂蒸发皿中,以下操作按 C.4.1,从“加入 0.5 mL 硝酸……”开始,至“……使用 1 cm 吸收池测定吸收液的吸光度”为止。从工作曲线查出试验溶液中砷的质量。

注 1:若无水氟化氢试样中含二氧化硫较多,应预先加入高锰酸钾溶液(10 g/L)数滴至呈现红色;若铁离子的质量分数高于 0.01%时,应加入 10 mL 酒石酸溶液(500 g/L)掩蔽。

注 2:吸收液的颜色在暗处可稳定 2 h,必须在此期间进行测量。

C.5 结果计算

砷含量以砷(As)的质量分数 w_0 计,数值以%表示,按式(C.1)计算:

$$w_0 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{mw_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(C.1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中砷的质量的数值,单位为毫克(mg);

w_1 ——试样中氟化氢的质量分数,数值以%表示;

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见表 C.1。

表 C.1

砷的质量分数/%	绝对差/%
>0.005	≤0.0005
0.005~0.0001	≤0.0002
<0.0001	≤0.00005



尚澜能源

SHANGLAN ENERGY

中华人民共和国
国家标准
工业无水氟化氢
GB 7746—2011

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

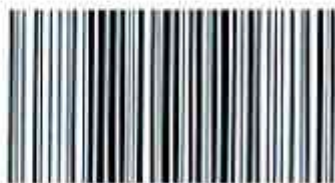
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 27 千字
2011年9月第一版 2011年9月第一次印刷

书号: 155066·1-43611 定价 21.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB 7746-2011