

前 言

本行业标准依据国内主要企业标准,并根据实际生产情况和用户要求制定,本标准划分为两个等级。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

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

本标准主要起草人:王琪、张武成、于修源、王杏田、杨贺文。

本标准委托化学工业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

工业无水氟化钾

HG/T 2829—1997

Potassium fluoride anhydrous for industrial use

1 范围

本标准规定了工业无水氟化钾的要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于工业无水氟化钾。该产品主要用作玻璃雕刻、焊接助熔剂、杀虫剂、氟化剂和吸收剂。

分子式:KF

相对分子质量:58.10(按1993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 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 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:白色粉末。

3.2 工业无水氟化钾应符合表1要求。

表1 要求

%

项 目		指 标	
		一等品	合格品
氟化钾(KF)含量	≥	98.0	96.0
氯化钾(KCl)含量	≤	1.5	3.0
水分	≤	0.5	0.5
游离酸或游离碱含量	(以HF计)	0.2	0.3
	(以KOH计)	0	0.1

4 采样

4.1 每批产品不超过10 t。

4.2 按 GB/T 6678 的 6.6 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插至料层深度的 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具塞广口瓶中,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。

4.3 试验结果如有一项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核验,核验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

4.4 用户应在收到货物之日起 15 d 内进行试验。

5 试验方法

5.1 按 GB/T 1250 的 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

5.2 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 规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备。

5.3 氟化钾含量的测定

5.3.1 方法提要

用水溶解试料,通过强酸型阳离子交换柱进行交换,生成氢氟酸,以酚酞为指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 H-732 型离子交换树脂;

5.3.2.2 盐酸溶液:1+6;

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

5.3.2.4 酚酞指示液:10 g/L。

5.3.3 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。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 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 厚的石棉毛,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。

5.3.4.2 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 水溶解,注入离子交换柱。用水作洗脱溶液,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。向流出液中加入 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。

5.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氟化钾(KF)含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{V_c \times 0.05810}{m} \times 100 - X_2 \times 0.7799 - X_4 \times 2.904$$

$$= \frac{V_c \times 5.81}{m} - X_2 \times 0.7799 - X_4 \times 2.904 \dots\dots\dots (1)$$

式中: V ——滴定流出液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

0.05810——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钾的质量;

X_2 ——按 5.4 测得的以质量百分数表示的氯化钾的含量；

0.779 9——氯化钾换算为氟化钾的系数；

X_4 ——按 5.6 测得的以质量百分数表示的游离酸的含量；

2.904——氢氟酸换算为氟化钾的系数；

m ——试料的质量，g。

5.3.6 允许差

取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%。

5.4 氯化钾含量的测定

5.4.1 方法提要

用水溶解试料，以荧光素作指示液，用硝酸银标准滴定溶液滴定。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 氢氧化钠溶液：4 g/L；

5.4.2.2 硫酸溶液：1+99；

5.4.2.3 淀粉指示液：10 g/L；

5.4.2.4 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3)$ 约 0.1 mol/L；

5.4.2.5 荧光素指示液：5 g/L。

5.4.3 仪器、设备

微量滴定管：分度值为 0.02 mL 或 0.05 mL。

5.4.4 分析步骤

称取约 2 g 试样（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 10 mL 淀粉指示液，使用微量滴定管，用硝酸银标准滴定溶液滴定，近终点时加入 3 滴荧光素指示液，继续滴定至溶液呈淡红色。

5.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化钾(KCl)含量 X_2 按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{Vc \times 0.074\ 5}{m} \times 100$$

$$= \frac{Vc \times 7.45}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中： V ——滴定试验溶液消耗硝酸银标准滴定溶液的体积，mL；

c ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——试料的质量，g；

0.074 5——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氯化钾的质量。

5.4.6 允许差

取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 0.02%。

5.5 水分的测定

5.5.1 仪器、设备

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

5.5.2 分析步骤

称取约 1 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于已于 120℃ 下干燥至恒重的称量瓶中。于 120℃ 下干燥至恒重。

5.5.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分 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 ——试料和称量瓶干燥前的质量，g；

m_2 ——试料和称量瓶干燥后的质量，g；

m ——试料的质量，g。

5.5.4 允许差

取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%。

5.6 游离酸或游离碱含量的测定

5.6.1 试剂和材料

5.6.1.1 无二氧化碳的水。

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

5.6.1.3 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})$ 约 0.1 mol/L；

5.6.1.4 酚酞指示液：10 g/L。

5.6.2 仪器、设备

微量滴定管：分度值为 0.02 mL 或 0.05 mL。

5.6.3 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。

5.6.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的游离酸（以 HF 计）含量 X_4 按式(4)计算：

$$\begin{aligned} X_4 &= \frac{Vc \times 0.020\ 01}{m} \times 100 \\ &= \frac{Vc \times 2.001}{m} \quad \dots\dots\dots (4) \end{aligned}$$

式中： V ——滴定试验溶液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 ——试料的质量，g；

0.020 01——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000$ mol/L] 相当的以克表示的氢氟酸的质量。

以质量百分数表示的游离碱（以 KOH 计）含量 X_5 按式(5)计算：

$$\begin{aligned} X_5 &= \frac{Vc \times 0.056\ 11}{m} \times 100 \\ &= \frac{Vc \times 5.611}{m} \quad \dots\dots\dots (5) \end{aligned}$$

式中： V ——滴定试验溶液消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——试料的质量，g；

0.056 11——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000$ mol/L] 相当的以克表示的氢氧化钾的质量。

5.6.5 允许差

取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 0.02%。

6 标志、包装、运输、贮存

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

6.2 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、商标、等级、净重、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 工业无水氟化钾采用两种包装方式。

6.3.1 编织袋包装: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 的 A 型的规定。每袋净重 10 kg 或 25 kg。

6.3.2 纸板桶包装:内包装采用两层聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不小于 0.05 mm;外包装采用纸板桶。每桶净重 20 kg。

6.4 工业无水氟化钾采用两种封口方式。

6.4.1 采用编织袋包装时,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。针距 7 mm~12 mm,缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。

6.4.2 采用纸板桶包装时,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;纸板桶加盖并箍牢。

6.5 工业无水氟化钾在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋,受潮。

6.6 工业无水氟化钾应贮存阴凉干燥处,防止雨淋,受潮。

附 录 A
(标准的附录)
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+6 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 2%~5% 的氢氧化钠溶液处理,处理后用水洗至微碱性,再一次用 1+6 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 400 mL 1+6 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。
