

ICS 71.060.50
G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3252—2000

工业氟硅酸钠

Sodium hexafluorosilicate for industrial use

2000-05-23 发布

2000-12-01 实施

国家石油和化学工业局 发布

备案号:7252—2000

HG/T 3252—2000

前 言

本标准是非等效采用日本工业标准 JIS K 1452—1962(88)《氟硅酸钠》对化工行业标准 HG/T 3252—1989(1999)《工业氟硅酸钠》进行修订而成。

本标准与 JIS K 1452—1962(88)的主要差异为:

JIS K 1452—1962(88)设一个级别,三项指标:氟硅酸钠含量、氯化物含量和硫酸盐含量。本标准设优等品、一等品和合格品三个级别,七项指标:氟硅酸钠含量、105℃干燥失量、游离酸含量、氯化物含量、硫酸盐含量、铁含量和细度。

本标准与 HG/T 3252—1989(1999)的主要差异为:

删除了水不溶物含量和铅含量两项指标,增设了硫酸盐含量和氯化物含量两项指标。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3252—1989(1999)。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会归口。

本标准起草单位:化学工业部天津化工研究设计院、铜陵铜化集团公司、南京化学工业公司磷肥厂、广东湛化企业集团公司、云南红河磷肥厂。

本标准主要起草人:苏培基、陈又军、姚笃章、张静平、谈述论、姚锦娟。

本标准于 1989 年首次发布,1999 年转化为化工行业标准。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

工业氟硅酸钠

代替 HG/T 3252—1989(1999)

Sodium hexafluorosilicate for industrial use

1 范围

本标准规定了工业氟硅酸钠的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业氟硅酸钠。主要用于搪瓷助熔剂、玻璃乳白剂、耐酸胶泥和耐酸混凝土的凝固剂，也可用作木材防腐剂。

分子式： Na_2SiF_6

相对分子质量：188.06(按 1997 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/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 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛

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(neq ISO 3696 : 1987)

3 要求

3.1 外观：白色结晶。

3.2 工业氟硅酸钠应符合表 1 要求。

表 1 要求

%

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
氟硅酸钠含量 $\geq$	99.0	98.5	97.0
105℃干燥失量 $\leq$	0.30	0.40	0.60
游离酸(以 HCl 计)含量 $\leq$	0.10	0.15	0.20
氯化物(以 Cl 计)含量 $\leq$	0.15	—	—
硫酸盐(以 SO_4 计)含量 $\leq$	0.25	—	—
铁(Fe)含量 $\leq$	0.02	—	—
细度(通过 250 μm 试验筛) $\geq$	90	90	90

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:试验中所用氢氟酸、盐酸、高氯酸、氢氧化钠均为腐蚀品,操作时应小心!挥发性酸应在通风橱中操作,一旦接触皮肤应立即用大量水冲洗,严重者应立即治疗(接触到氢氟酸必须治疗)。

4.1 氟硅酸钠含量的测定

4.1.1 方法提要

在沸水中使氟硅酸钠溶解,以溴百里香酚蓝作指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,测得氟硅酸钠的含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.5 mol/L。

4.1.2.2 溴百里香酚蓝指示液:1 g/L 乙醇溶液。

4.1.2.3 溴百里香酚蓝和酚红混合指示液。

制备:

a) 1 g/L 溴百里香酚蓝溶液。

称取 0.1 g 溴百里香酚蓝,溶于约 1.6 mL 氢氧化钠标准滴定溶液中,待全部溶解后用水稀释至 100 mL。

b) 1 g/L 酚红溶液。

称取 1 g 酚红溶于 2.8 mL 氢氧化钠标准滴定溶液中,待全部溶解后用水稀释至 100 mL。

c) 将上述 a) 溶液和 b) 溶液等体积混合。

4.1.3 分析步骤

称取 1 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 烧杯中,加入煮沸的蒸馏水 100 mL,加 10 滴溴百里香酚蓝指示液,并加入所需加入量的 90%~95% 的氢氧化钠标准滴定溶液,加热至沸使试样完全溶解,立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈稳定的蓝色即为终点。

注:也可采用溴百里香酚蓝和酚红混合指示液代替溴百里香酚蓝指示液,加入量为 10 滴,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈深紫色即为终点。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氟硅酸钠含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{cV \times 0.047\ 02 \times 100}{m} - 1.29\ X_3 = \frac{4.702\ cV}{m} - 1.29\ X_3 \quad \dots\dots\dots (1)$$

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 ——试样质量, g;

0.047 02——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000\ \text{mol/L}$] 相当的以克表示的氟硅酸钠的质量;

1.29——游离酸(以 HCl 计)换算为氟硅酸钠的系数;

X_3 ——按 4.3 测定游离酸(以 HCl 计)的含量, %。

4.1.5 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 0.25%。

4.2 105℃干燥失量的测定

4.2.1 方法提要

于 105℃ 烘干,测定工业氟硅酸钠干燥失量(该方法适用于在 105℃ 失量不少于 0.008% 的产品)。

4.2.2 仪器、设备

4.2.2.1 电热干燥箱:温度可控制在(105±2)℃。

4.2.2.2 称量瓶:φ60 mm×30 mm。

4.2.3 分析步骤

称取约 10 g 试样(精确至 0.001 g),置于预先在电热干燥箱中干燥并恒重的称量瓶中,放入电热干燥箱中,在(105±2)℃ 干燥 2 h。放入干燥器中冷却至室温,称量(精确至 0.001 g)。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的 105℃ 干燥失量(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 ——干燥前试样和称量瓶的质量,g;

m_2 ——干燥后试样和称量瓶的质量,g;

m ——试样质量,g。

4.3 游离酸含量的测定

4.3.1 方法提要

在有氯化钾存在和 0℃ 条件下,以溴百里香酚蓝作指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,测得游离酸含量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 氯化钾。

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

4.3.2.3 溴百里香酚蓝指示液:1 g/L 乙醇溶液。

4.3.2.4 蒸馏水:不含二氧化碳。

4.3.3 分析步骤

在 100 mL 烧杯中,加入 25 mL 不含二氧化碳的蒸馏水和 7 g 氯化钾,摇匀,放入冰箱中冷却至 0℃ (约 30 min)。加入 2.5 g 试样(称准至 0.01 g)和 4 滴溴百里香酚蓝指示液,搅拌后迅速用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈蓝色,30 s 不褪即为终点。

4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的游离酸(以 HCl 计)含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{cV \times 0.0365}{m} \times 100 = \frac{3.65 cV}{m} \quad \dots\dots\dots (3)$$

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;

0.0365——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的游离酸(以 HCl 计)的质量;

m ——试样质量,g。

4.3.5 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 0.01%。

4.4 氯化物含量的测定

4.4.1 方法提要

在酸性介质中加入过量硝酸银溶液,与氯离子生成白色悬浮微粒,与标准比浊溶液比较。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 硝酸溶液:1+2。

4.4.2.2 硝酸银溶液:20 g/L。

4.4.2.3 硼酸溶液:40 g/L。

4.4.2.4 氯化物标准溶液:1 mL 含 0.01 mg Cl。

移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4.3 分析步骤

移取 (1.00 ± 0.01) g 试样,置于 250 mL 烧杯中,加水 100 mL,煮沸溶解,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。静置 30 min 后进行干过滤,弃去前 10 mL 滤液,用移液管移取 10 mL 滤液,置于 50 mL 比色管中,加 10 mL 硼酸溶液和 5 mL 硝酸溶液,再加 1 mL 硝酸银溶液,15 min 后试验溶液浊度不得超过氯化物标准比浊溶液的浊度。

标准比浊溶液是取 6 mL 氯化物标准溶液与所取的 10 mL 滤液同样处理。

4.5 硫酸盐含量的测定

4.5.1 方法提要

在酸性介质中钡离子与硫酸根离子生成白色硫酸钡悬浮微粒,与标准比浊溶液比较。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 高氯酸。

4.5.2.2 95%乙醇。

4.5.2.3 盐酸溶液:2+1。

4.5.2.4 氯化钡溶液:100 g/L。

4.5.2.5 碳酸钠溶液:100 g/L。

4.5.2.6 硫酸盐标准溶液:1 mL 含 0.01 mg SO_4 。

移取 10 mL 按 GB/T 602 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。

4.5.3 仪器、设备

4.5.3.1 铂坩埚:30 mL。

4.5.3.2 砂浴。

4.5.4 分析步骤

称取 (0.50 ± 0.01) g 试样,置于铂坩埚中,加 5 mL 高氯酸,在砂浴上慢慢加热至干。加 5 mL 盐酸溶液,加适量水温热溶液,过滤,洗涤,将滤液和洗液移入 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

用移液管移取 25 mL 溶液,置于 50 mL 比色管中,加 95%乙醇 3 mL 和 2 mL 氯化钡溶液,加水至刻度,混匀。30 min 后试验溶液的浊度不得超过标准比浊溶液的浊度。

标准比浊溶液是取 0.4 mL 高氯酸,加 2 滴碳酸钠溶液,在砂浴上蒸发至干。加入 0.3 mL 盐酸溶液和少量水,将其溶液移入 50 mL 比色管中,再加 12.5 mL 硫酸盐标准溶液,和所取试液同时同样处理。

4.6 铁含量的测定

4.6.1 方法提要

试样经氢氟酸和硫酸蒸发除去二氧化硅,用盐酸溶解残渣,再用盐酸羟胺还原三价铁为二价铁。在 pH 值为 2~9 条件下,二价铁离子和邻菲罗啉形成稳定的橙红色络合物,在波长 510 nm 下进行吸光度测量。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 硫酸。

4.6.2.2 氢氟酸。

4.6.2.3 盐酸溶液:1+5。

4.6.2.4 氨水溶液:1+3。

4.6.2.5 乙酸铵溶液:200 g/L。

用水溶解 200 g 乙酸铵,稀释至约 900 mL,加一定量的盐酸溶液或氨水溶液,调整溶液的 pH 值为 5.8~6.0,最后稀释到 1 000 mL,摇匀。

4.6.2.6 柠檬酸钠溶液:100 g/L。**4.6.2.7 盐酸羟胺溶液:100 g/L。****4.6.2.8 邻菲罗啉溶液:2 g/L。****4.6.2.9 铁标准溶液:1 mL 含 0.020 mg Fe。**

用移液管移取 50 mL 按 GB/T 602 配制的铁标准溶液,用水稀释至 250 mL,用时现配。

4.6.2.10 酚酞指示液:10 g/L 乙醇溶液。**4.6.3 仪器、设备****4.6.3.1 分光光度计:带有厚度为 3 cm 吸收池。****4.6.3.2 铂蒸发皿:30 mL。****4.6.4 分析步骤****4.6.4.1 工作曲线的绘制**

在 100 mL 系列容量瓶中,分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铁标准溶液,加水至 40 mL,加 3 滴酚酞溶液,用氨水中和,再用盐酸溶液调整溶液的 pH 值接近 2(用广范 pH 试纸检查)。加入 1 mL 盐酸羟胺溶液,静置 3 min,加入 10 mL 柠檬酸钠溶液和 5 mL 邻菲罗啉溶液,每次加入后均需摇匀。加 10 mL 乙酸铵溶液,稀释至刻度,摇匀,静置 15 min。在波长 510 nm 处,以水为参比溶液,用 3 cm 吸收池在分光光度计上测量其吸光度。

由每一个标准参比溶液的吸光度减去空白溶液的吸光度,并以 100 mL 标准参比溶液中所含的铁的毫克数为横坐标,以相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.6.4.2 测定

称取 4 g 试样(精确至 0.01 g),置于铂蒸发皿中,加入 10 mL 氢氟酸和 1 mL 硫酸,将铂皿置于通风橱内的电热板上缓缓加热(避免过激加热,以保证试样混合物不沸腾),每隔 10 min 轻微摇动一次铂皿,当混合物表面无气泡时,取下冷却至室温。再加入 5 mL 氢氟酸,加热除去氢氟酸,最后强热,直至大部分白烟冒出,冷至室温。加 15 mL 盐酸溶液,低温加热溶解残渣,冷至室温,转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,进行干过滤。

用移液管移取 10 mL 试验溶液,置于 100 mL 容量瓶中,以下操作按 4.6.4.1 所述,自“加水至 40 mL……”开始,至“……测量其吸光度”为止。

在测定的同时进行空白试验。

从试验溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,由工作曲线上查出相应的铁含量。

4.6.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{100}} \times 100 = \frac{m_1}{m} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: m_1 ——由标准曲线上查得试样中铁的量,mg;

m ——试样的质量,g。

4.6.6 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 0.003%。

4.7 细度的测定**4.7.1 仪器、设备****4.7.1.1 试验筛:GB/T 6003.1,R40/3 系列,250 μ m。**

4.7.1.2 震筛机。

4.7.2 分析步骤

称取 50 g 试样[预先在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下干燥 2 h](精确至 0.01 g), 放入震筛机上的试验筛中, 并加盖, 震筛 5 min 或人工筛分。将接受器中试样转移至已恒重的表面皿上, 称量(精确至 0.01 g)。

4.7.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的细度(通过 250 μm)(X_6)按式(5)计算:

$$X_6 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: m_1 ——通过试验筛的试样质量, g;

m ——试样的质量, g。

4.7.4 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 1%。

5 验收规则

5.1 本标准采用型式检验和常规检验两种方式。

5.1.1 要求中的所有七项指标项目为型式检验项目, 在正常情况下, 三个月至少进行一次检验。

5.1.2 氟硅酸钠含量、游离酸含量、氯化物含量和细度为出厂检验项目, 应逐批检验。

5.2 每批产品不超过 60 t。

5.3 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、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验, 另一瓶保存三个月备查。

5.4 工业氟硅酸钠应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验, 生产厂应保证所有出厂的工业氟硅酸钠都符合本标准的要求。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业氟硅酸钠产品进行验收, 验收时间在到货一个月内进行。

5.6 检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复验, 复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。

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

6 标志、标签

6.1 工业氟硅酸钠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、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 190 中“有害品”标志。

6.2 每批出厂的工业氟硅酸钠产品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、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。

7 包装、运输、贮存

7.1 工业氟硅酸钠内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋, 厚度不得小于 0.05 mm。外包装采用塑料编织袋, 其性能和检验方法应符合有关规定。每袋净含量 25 kg 或 50 kg。

内袋采用尼龙绳两次扎紧, 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。

7.2 工业氟硅酸钠在运输过程中应有遮盖物, 防止雨淋、受潮, 避免和酸类、饲料、食物混运。装卸时应

轻拿轻放,禁止拖拉冲击,放置稳固,防止包装袋破损。

发现产品有漏失现象,即迅速用沙土或锯末打扫干净,清理物深埋地下。

7.3 工业氟硅酸钠应贮存在阴凉干燥处,避免露天存放,严禁人畜入内,并与酸类、饲料、食物隔离。

8 安全要求

氟硅酸钠有毒,不燃烧和不易爆炸,应避免吸入粉尘,防止与眼睛和皮肤接触。操作人员在开始工作时,应穿上工作服,戴上口罩和护目镜,经常注意排风机工作状态和设备管道的气密性;工作结束后进行淋浴。
