

GB 7746—1997

的灼伤,并且治疗见效较慢。

7.2 取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。

如果发生接触或疑心接触了无水氟化氢,需用大量水冲洗并立即治疗。

ICS 71.060.30
G 14



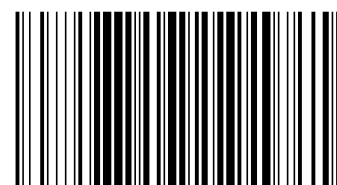
中华人民共和国国家标准

GB 7746—1997

GB 7746—1997

工业无水氟化氢

Anhydrous hydrogen
fluoride for industrial use



GB 7746-1997

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-14265

定价 10.00 元

*

标目 322-45

1997-06-24 发布

1998-01-01 实施

国家技术监督局 发布

(以 H_2SO_4 计)的质量;

X_5 ——试样在稀释样中的质量百分浓度, %;

m ——稀释样质量, g。

4.5.6 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 0.002%。

5 检验规则

5.1 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。

每批出厂的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、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。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业无水氟化氢在一个月内进行验收。

5.3 工业无水氟化氢每批产品不超过 50t。

5.4 采样

5.4.1 采样比例

按照 GB/T 6678—86 的 6.6 的规定确定采样单元数进行采样, 槽罐灌装时, 每槽罐为一批, 取一个样。

5.4.2 稀释样的制备

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, 使液态氟化氢冲洗管道 1~2min, 关上钢瓶或槽罐的液相阀门, 然后将塑料管插入已知重量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(边通边摇), 不要使氟化氢气体冒出, 通至试样含量 20%~25%时(每瓶取试样不少于 50g), 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 0.1g。同一批稀释样混合后测定。

试样在稀释样中的质量百分浓度(X_5)按式(6)计算:

$$X_5 = \frac{m}{m_1 + m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中: m ——引入的试样总质量, g;

m_1 ——冰水的总质量, g。

5.5 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单元中采样进行核验, 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。

5.6 按 GB/T 1250—89 的 5.2 的规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 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、厂址、产品名称、商标、等级、净重、批号或生产日期、本标准编号以及 GB 190—90 中的标志 14“有毒品”标志和标志 20“腐蚀品”标志。并应符合《气瓶安全监察规程》的规定。

6.2 工业无水氟化氢包装在清洁、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 0.83kg/L, 钢瓶涂以灰漆和带黑字并带有安全帽和防震胶圈。

6.3 工业无水氟化氢装运时, 应符合《气瓶安全监察规程》和《铁路危险货物运输管理规则》的规定。

6.4 工业无水氟化氢钢瓶应贮存在带棚的库房中, 严禁曝晒, 严禁与易燃、易爆物品混放。

7 安全

7.1 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

中华人民共和国
国家标准
工业无水氟化氢
GB 7746—1997

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码: 100045
电话: 68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 17 千字
1997 年 11 月第一版 1998 年 4 月第二次印刷
印数 1 001—2 500

书号: 155066·1-14265 定价 10.00 元

标目 322—45

4.4.3.1 微量滴定管:分度值 0.02mL,容积 5mL 或 10mL;

4.4.3.2 带盖聚乙烯烧杯:容积约 250mL。

4.4.4 分析步骤

取 100mL 水置于带盖聚乙烯烧杯中,准确加入 5.00mL 碘标准滴定溶液,加 1mL 碘化钾溶液,称量,精确至 0.1g,加约 25mL 稀释样(5.4.2),再次称量,精确至 0.1g,以便计算所取稀释样的质量。静置几分钟,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加 1mL 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,但不加稀释样进行空白试验。

4.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的二氧化硫含量(X_3)按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{(V_0 - V_1) \times c_1 \times 0.032}{X_5 \times m} \times 100$$

$$= \frac{(V_0 - V_1) \times c_1 \times 3.2}{X_5 \times m} \dots\dots\dots (4)$$

式中: V_0 ——空白试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 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, mL;

c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

0.032——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的二氧化硫质量;

X_5 ——试样在稀释样中的质量百分浓度, %;

m ——稀释样质量, g。

4.4.6 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 0.002%。

4.5 不挥发酸含量的测定

4.5.1 方法提要

通过蒸发除去挥发酸后,以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定不挥发酸。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.01mol/L。取按 GB 601 配制的 $c(\text{NaOH})$ 约 0.1mol/L 标准滴定溶液 100mL,用不含二氧化碳的水稀释至 1 000mL;该溶液临用时配制。

4.5.2.2 酚酞指示液: 10g/L。将 1g 酚酞溶于 100mL 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。

4.5.3 仪器、设备

4.5.3.1 铂皿:容积约 150mL;

4.5.3.2 聚乙烯滴管:容积 2mL。

4.5.4 测定步骤

称取 50g 稀释样(5.4.2),精确至 0.1g,置于铂皿中,在通风橱内的沸水浴上蒸发至近干,加 5mL 水蒸发(重复二次),加约 10mL 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。

4.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的不挥发酸(以 H_2SO_4 计)含量(X_4)按式(5)计算:

$$X_4 = \frac{V \times c_1 \times 0.049}{X_5 \times m} \times 100 = \frac{V \times c_1 \times 4.9}{X_5 \times m} \dots\dots\dots (5)$$

式中: V ——滴定时所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;

0.049——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的不挥发酸

前 言

本标准优等品和一等品技术指标等同采用俄罗斯国家标准 ГOCT 14022—88《无水氟化氢技术条件》,达到国际先进水平,试验方法中水分测定等效采用 ISO 3700:1980《工业无水氟化氢——水含量的测定——电导法》;氟硅酸含量测定等效采用 ISO 3701:1976《工业无水氟化氢——六氟硅酸含量的测定——还原硅钼酸盐光度法》;二氧化硫含量测定等效采用 ISO 3702:1976《工业无水氟化氢——二氧化硫含量的测定——碘量法》;不挥发酸含量测定等同采用 ISO 3138:1974《工业无水氟化氢——不挥发酸含量的测定——滴定法》。

与俄罗斯国家标准的主要技术差异如下:

俄罗斯国家标准 ГOCT 14022—88 设两个级别,本标准根据生产实际和用户需要设三个等级,增加了合格品等级。

本标准与原国标的主要技术差异如下:

1) 将原国标的优级改为优等品,一级改为一等品,增加合格品等级。

2) 优等品和一等品技术指标等同采用俄罗斯国家标准,合格品技术指标根据生产实际和用户需要确定。

3) 氟硅酸含量的测定,加氯化钠后蒸发除去氟干扰,其余测定步骤同 ISO 3701:1976。

本标准自生效之日起,同时代替 GB 7746—87 和 GB/T 7747.1~GB/T 7747.4—87。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

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、济南化工厂、浙江莹光化工有限公司、浙江省永康市化工总公司、江苏省射阳氟化工总厂、包头第一化工厂和上海氯碱公司电化厂。

本标准主要起草人:苏培基、齐恩辉、王大镗、朱荣忠、于九菊、仇建、陈如风。

本标准于 1987 年 5 月首次发布。

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。