



中华人民共和国国家标准

GB 23936—2009

工业氟硅酸钠

Sodium hexafluorosilicate for industrial use

2009-06-02 发布

2010-02-01 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

*

*

*

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

前 言

本标准的第7章、第8章和第9章为强制性内容,其余内容为推荐性。

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/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:中海油天津化工研究设计院、云南云天化国际化工股份有限公司。

本标准起草人:刘幽若、李英翔、张应虎、张静娟。

本标准为首次发布。

工业氟硅酸钠

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、贮存以及安全。

本标准适用于工业氟硅酸钠。该产品主要用作生产氟化工产品的原料,搪瓷助熔剂、玻璃乳白剂、耐酸胶泥和耐酸混凝土的凝固剂及木材防腐剂。

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 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 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法(ISO 6685:1982,IDT)

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛(eqv ISO 3310-1:1990)

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)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示方法和判定

GB/T 8946—1998 塑料编织袋

GB/T 8947 复合塑料编织袋

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制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: Na_2SiF_6

相对分子质量: 188.06(按 2007 年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观: 白色晶体。

4.2 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(Na_2SiF_6), $w/\%$	≥ 99.0	98.5	97.0
游离酸(以 HCl 计), $w/\%$	≤ 0.10	0.15	0.20
105℃干燥减量, $w/\%$	0.30	0.40	0.60
氯化物(以 Cl 计), $w/\%$	0.15	0.20	0.30
水不溶物, $w/\%$	≤ 0.4	0.5	—
硫酸盐(以 SO_4 计), $w/\%$	≤ 0.25	—	—
铁(Fe), $w/\%$	≤ 0.02	—	—
五氧化二磷(P_2O_5), $w/\%$	$\leq$	协商	—
细度(通过 250 μm 试验筛), $w/\%$	≥ 90	90	90

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中使用的氢氟酸、盐酸、高氯酸、氢氧化钠为腐蚀品,操作时须小心谨慎!挥发性酸应在通风橱中操作,如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗(接触到氢氟酸必须治疗)。

5.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,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。

试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他规定时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观检验

在自然光条件下,用目视方法判别。

5.4 氟硅酸钠含量的测定

5.4.1 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。

5.4.2 试剂和材料

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

5.4.2.2 溴百里香酚蓝指示液:1 g/L 乙醇溶液。

5.4.3 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中。加入 100 mL 煮沸的水,加 10 滴溴百里香酚蓝指示液。加入所需量的 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。

5.4.4 结果计算

氟硅酸钠含量以氟硅酸钠(Na_2SiF_6)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM}{m \times 1000} \times 100 - w_2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定消耗的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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——氟硅酸钠($\frac{1}{4}\text{Na}_2\text{SiF}_6$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=47.02$);

w_2 ——按 5.6 测定的游离酸含量的数值,单位为%。

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 游离酸含量的测定

5.5.1 方法提要

在 0℃和有氯化钾存在条件下,以溴百里香酚蓝作指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 氯化钾;

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

5.5.2.3 溴百里香酚蓝指示液:1 g/L 乙醇溶液。

5.5.3 分析步骤

在 100 mL 烧杯中,加 25 mL 无二氧化碳的水,7 g 氯化钾,摇匀,放入冰箱中冷却至 0℃(约 30 min)。称取约 2.5 g 试样,精确至 0.01 g。置于上述烧杯中,加 4 滴溴百里香酚蓝指示液。搅拌后,立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈蓝色,30 s 不退色为终点。

5.5.4 结果计算

游离酸含量以盐酸(HCl)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{VcM}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V ——滴定消耗的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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——盐酸(HCl)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=36.5$)。

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%。

5.6 105℃干燥减量

5.6.1 方法提要

将试样在 105℃干燥 2 h,通过试样干燥前后的减少量计算出 105℃干燥减量。

5.6.2 仪器、设备

电热恒温干燥箱:温度能控制 105℃±2℃。

5.6.3 分析步骤

使用预先在 105℃干燥至质量恒定的称量瓶称取约 10 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于电热恒温干燥箱中,烘 2 h,取出后置于干燥器中,冷却至室温,称量。

5.6.4 结果计算

105℃干燥减量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

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

式中:

m_1 ——干燥前试样和称量瓶的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试样和称量瓶的质量的数值,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 氯化物含量的测定

5.7.1 方法提要

在酸性介质中,加入硝酸银溶液与氯离子生成白色的氯化银悬浊液,以目视比浊法与同时同样处理的标准比浊溶液进行对比。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 硝酸银溶液:17 g/L;

5.7.2.2 硼酸溶液:40 g/L;

5.7.2.3 硝酸溶液:1+2;

5.7.2.4 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.010 mg

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求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。该溶液使用前制备。

5.7.3 分析步骤

称取 1.00 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,煮沸溶解。将溶液全部转移至 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。静置 30 min,干过滤,弃去前 10 mL 滤液,移取 5 mL 滤液置于 50 mL 比色管中,加 10 mL 硼酸溶液,5 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,轻轻摇匀,静置 10 min。所产生的白色混浊不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是按下列规定移取氯化物标准溶液,与试料同时同样处理。

优等品:3.00 mL;一等品:4.00 mL;合格品:6.00 mL。

5.8 硫酸盐含量的测定

5.8.1 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,以目视比浊法与同时同样处理的标准比浊溶液进行对比。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 高氯酸;

5.8.2.2 体积分数 95%乙醇;

5.8.2.3 盐酸溶液:2+1;

5.8.2.4 氯化钡溶液:100 g/L;

5.8.2.5 碳酸钠溶液:100 g/L;

5.8.2.6 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含有硫酸盐(SO_4)0.010 mg

移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 要求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。

5.8.3 仪器、设备

5.8.3.1 铂坩埚:30 mL;

5.8.3.2 砂浴。

5.8.4 分析步骤

称取 0.50 g 试样,精确至 0.01 g,置于铂坩埚中,加入 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。将滤液和洗液全部转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取 25.00 mL 溶液,置于 50 mL 比色管中,加入 3 mL 95%乙醇、2 mL 氯化钡溶液,稀释至刻度,摇匀。放置 30 min 后,所产生的白色混浊不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是取 0.5 mL 高氯酸,加 2 滴碳酸钠溶液,在砂浴上慢慢加热至干。加 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,以下从加入 3 mL 95%乙醇开始与试料同时同样处理。

5.9 铁含量的测定

5.9.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

5.9.2 试剂

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

5.9.3 仪器、设备

同 GB/T 3049—2006 第 5 章及

铂蒸发皿:30 mL。

5.9.4 分析步骤

5.9.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定,使用 5 cm 的吸收池及相应的铁标准溶液,绘制工作曲线。

5.9.4.2 测定

称取约 4 g 试样,精确至 0.01 g,置于铂蒸发皿中,加 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 5 mL 氢氟酸,加热除去氢氟酸,最后强热至大部分白烟冒出,冷却至室温,加 15 mL 盐酸溶液,低温加热溶解残渣,冷却至室温,转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。干过滤,弃去初始滤液。

用移液管移取 10 mL 试验溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加水至约 60 mL,用 85 g/L 氨水调节 pH 约为 2(用精密 pH 试纸检验)。以下按 GB/T 3049—2006 中 6.4.1 所述,从“加 1 mL 抗坏血酸溶液……”开始进行操作。同时同样处理空白试验溶液。

空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入试剂的种类和量与试样溶液相同。

使用 5 cm 的吸收池,按 GB/T 3049—2006 中 6.3.3 的规定测量吸光度。从工作曲线上查出相应铁的含量。

5.9.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m \times 1000 \times \frac{10}{100}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度从工作曲线上查得的铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——根据测得的空白试验溶液吸光度从工作曲线上查得的铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,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 0.003%。

5.10 水不溶物含量的测定

5.10.1 仪器、设备

5.10.1.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm ~15 μm ;

5.10.1.2 电热恒温干燥箱:能控制温度在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.10.2 分析步骤

称取约 3 g 预先在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定的试样,精确至 0.01 g,置于 600 mL 烧杯中,加入 500 mL 沸水,加热 30 min 使试样充分溶解。用已于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用沸水至少洗涤 6 次,每次用 25 mL 水。于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

5.10.3 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚连同不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

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 0.01 %。

5.11 五氧化二磷含量的测定

5.11.1 方法提要

在硫酸的存在下试样发生水解反应,用氢氟酸除去二氧化硅的干扰。在酸性条件下,加入钼酸铵使磷形成磷钼杂多酸,经还原成磷钼蓝后,用分光光度计于波长 662 nm 处测量其吸光度。

5.11.2 试剂

5.11.2.1 氢氟酸;

5.11.2.2 硫酸:1+1;

5.11.2.3 氢氧化钠溶液:200 g/L;

5.11.2.4 钼酸铵酸性溶液:25 g/L

称取 25 g 四水合钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_2\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$,用 200 mL 热水溶解。冷却后,用 5 mol/L 的硫酸稀释到 1 L。此溶液储存于聚乙烯瓶中。

5.11.2.5 抗坏血酸溶液:20 g/L;

5.11.2.6 五氧化二磷标准贮备溶液:1 mL 溶液含五氧化二磷(P_2O_5)0.10 mg

称取 0.191 7 g 在 110 °C 烘干的磷酸二氢钾,精确至 0.000 2 g,用水溶后移入 1 L 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.11.2.7 五氧化二磷标准溶液:1 mL 溶液含五氧化二磷(P_2O_5)0.01 mg

移取 10.00 mL 五氧化二磷标准贮备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用前配制。

5.11.2.8 酚酞指示液:10 g/L 乙醇溶液。

5.11.3 仪器、设备

分光光度计:配有 5 cm 比色皿。

5.11.4 分析步骤

5.11.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 五氧化二磷标准溶液(5.11.2.7),分别置于 5 只 100 mL 容量瓶中,加水至 25 mL。加入 3 滴酚酞溶液,滴加氢氧化钠溶液至试验溶液显微红色,加入 10 mL 钼酸铵溶液,用水稀释至 80 mL,混匀。加入 2 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,混匀。于 28 °C~30 °C 放置 30 min。使用 5 cm 比色皿,以水调零,在分光光度计上,于波长 662 nm 处测其吸光度。从每个标准比色液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以五氧化二磷的质量(mg)为横坐标,所对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.11.4.2 测定

称取约 2 g 试样,精确至 0.01 g,置于铂皿中,加 5 mL 硫酸,于电炉上先低温后高温蒸发至干,取下冷却。再加少许 1 mL 硫酸和 8 mL 氢氟酸,于电炉上继续蒸发至干,取下冷却后加水并加热使其完全溶解,冷却后转移入 100 mL 容量瓶中。以下操作按 5.11.4.1 从“加入 3 滴酚酞溶液……”开始,至“……于波长 662 nm 处测其吸光度”为止。从工作曲线上查出试验溶液中五氧化二磷的质量。

同时进行空白试验。

5.11.5 结果计算

五氧化二磷含量以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数 w_5 计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中五氧化二磷质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中五氧化二磷质量的数值,单位为毫克(mg);

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0.001%。

5.12 细度的测定

5.12.1 仪器、设备

试验筛:GB/T 6003.1—1997, R40/3 系列, $\phi 200 \text{ mm} \times 50 \text{ mm} \times 0.25 \text{ mm}$, 带有筛底和筛盖; 震筛机。

5.12.2 分析步骤

称取约50 g 预先在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 干燥2 h 试样, 精确至0.01 g, 放入试验筛中。加盖, 置于震筛机上, 震动5 min 或人工筛分。将筛下物转移至已称量的表面皿中, 称量。

5.12.3 结果计算

细度以质量分数 w_7 计, 数值以%表示, 按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——通过试验筛的试样的质量的数值, 单位为克(g);

m ——试料的质量的数值, 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1%。

6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

6.1.1 表1中的全部项目为型式检验项目, 在正常生产情况下, 每3个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时, 也应进行型式检验:

- a) 更换关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产后恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异。

6.1.2 表1中氟硅酸钠含量、游离酸含量、 $105 \text{ }^\circ\text{C}$ 干燥减量、水不溶物含量及细度为出厂检验项目, 应逐批进行检验。

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工业氟硅酸钠为一批, 每批产品不大于60 t。

6.3 按GB/T 6678中的规定确定采样单元数。将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的3/4处采样。将采出的样品混匀, 取出不少于500 g。将所采样品分装于两个清洁、干燥的容器中, 密封, 并粘贴标签, 注明生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用, 另一份保存三个月备查。

6.4 生产厂应保证每批出厂的工业氟硅酸钠都符合本标准要求。

6.5 检验结果如有一项指标不符合本标准要求, 应重新自两倍量的包装中采样进行复验, 复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时, 则整批产品降等级或不合格。

6.6 采用GB/T 8170规定的数值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 工业氟硅酸钠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、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号、GB 190 中规定的“有害品”标志和 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的工业氟硅酸钠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 工业氟硅酸钠用符合 GB/T 8947 要求的复合塑料编织袋包装,折边缝合,缝口牢固。或用内衬聚乙烯薄膜袋的塑料编织袋包装,聚乙烯薄膜袋的厚度不小于 0.05 mm,外包装材料的性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的规定。包装时,将内袋空气排净后,用维尼龙绳或质量相当的绳人工扎口;外袋应牢固缝合。每袋净重 25 kg 或与用户商定。

8.2 工业氟硅酸钠在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋,不得受潮。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,立即用沙土或锯末打扫干净,清理物深埋地下。

8.3 工业氟硅酸钠贮存于干燥通风的库房内,不宜露天堆放,严禁人畜入内,并与酸类、饲料、食物隔离。

8.4 工业氟硅酸钠在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下,自出厂之日起保质期不少于 2 年。

9 安全

氟硅酸钠有毒,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。



GB 23936-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 · 1-38650

定价: 16.00 元