



中华人民共和国国家标准

GB 7744—2008
代替 GB 7744—1998

工业 氢 氟 酸

Hydrofluoric acid for industrial use

2008-09-18 发布

2009-09-01 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

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准的第七章、第八章、第九章和第十章为强制性的，其余为推荐性的。

本标准修改采用日本标准 JIS K1405:1995《氢氟酸》对国家标准 GB 7744—1998《工业氢氟酸》进行修订。

在采用 JIS K1405:1995《氢氟酸》时，本标准做了一些修改，有关技术性差异及结构性差异已编入正文中，并在它们涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。附录 A 和附录 B 中给出了这些技术性差异及原因一览表以供参考。

本标准代替 GB 7744—1998《工业氢氟酸》。

本标准与 GB 7744—1998 的主要技术差异如下：

- 原国标设优级品、一等品和合格品，一等品、合格品分别设置了两个规格。本标准将产品分为两个类型，I类产品设置三个规格，II类产品设置四个规格，取消了等级设置（1998年版第3章，本版5.2）；
- I类产品中增加了氢氟酸含量为70%的规格，同时增加了灼烧残渣含量（1998年版第3章，本版5.2）；
- II类产品中增加了氢氟酸含量为30%、50%的规格（1998年版第3章，本版5.2）；
- 本标准对氟硅酸含量、不挥发酸含量指标进行调整（1998年版第3章，本版5.2）。

本标准附录 A、附录 B 是资料性附录。

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。

本标准主要起草单位：多氟多化工股份有限公司、浙江莹光化工有限公司、浙江三美化工股份有限公司、福建省邵武永飞化工有限公司、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：侯红军、薛旭金、吴益民、徐一洪、万群平、陆思伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 7744—1987、GB 7745.1～7745.4—1987、GB 7744—1998。

工业氢氟酸

1 范围

本标准规定了工业氢氟酸的分类、要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存、安全。

本标准适用于工业氢氟酸。该产品主要用于化工、冶金、玻璃、矿山、石油开采、原子能等行业。

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—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 1250 极限数值的表示方法和判定方法

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 15258—1999 化学品安全标签编写规定

GB 16483—2000 化学品安全技术说明书编写规定

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、分子量

分子式：HF

相对分子质量：20.01(按2007年国际相对原子质量)

4 分类

工业氢氟酸分为二类：

I类：主要用于生产精细氟化工类产品。

II类：主要用于化工、冶金、玻璃、矿山、石油开采及金属表面处理等。

5 要求

5.1 外观：本品为无色透明溶液。

5.2 工业氢氟酸应符合表1要求。

表 1 要求

项 目	指 标						
	I 类			II 类			
	HF-I-40	HF-I-55	HF-I-70	HF-II-30	HF-II-40	HF-II-50	HF-II-55
氟化氢(HF), w/% ≥	40.0	55.0	70.0	30.0	40.0	50.0	55.0
氟硅酸(H_2SiF_6), w/% ≤		0.05		2.5	5.0	8.0	10.0
不挥发酸(H_2SO_4), w/% ≤	0.05	0.08	0.08	1.0	1.0	2.0	2.0
灼烧残渣, w/% ≤		0.05					—

6 试验方法

6.1 安全提示

本标准试验方法中使用的试剂、试样具有毒性、腐蚀性，操作者须小心谨慎！加热时应在通风良好的通风橱中进行。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 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。氢氟酸对玻璃容器具有强腐蚀性，在制备试验溶液时应使用聚乙烯或聚四氟乙烯滴管取样。

6.3 外观的判别

在自然光下用目视法判别。

6.4 总酸度、氟硅酸(Ⅱ类产品)和氟化氢含量的测定

6.4.1 方法提要

在硝酸钾存在下，以酚酞作指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定用冰冷却的试液。然后再加热并继续滴定。第一次滴定相当于除氟硅酸以外的酸以及沉淀氟硅酸时所释放的两个摩尔的酸。第二次滴定相当于沉淀的氟硅酸钾加热水解后释放的其余四个摩尔的酸。

6.4.2 试剂和材料

6.4.2.1 硝酸钾溶液：室温下饱和的；

6.4.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(NaOH) \approx 1 \text{ mol/L}$ ；

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

6.4.2.4 酚酞指示液：10 g/L。

将 1 g 酚酞溶于 100 mL 乙醇中，滴加氢氧化钠标准滴定溶液(6.4.2.3)直至出现浅粉红色。

6.4.2.5 碎冰(蒸馏水或相应纯度的水冻制)。

6.4.3 仪器、设备

带盖(盖上带有毛细管)聚乙烯样品瓶：容积 150 mL，于 100 mL 处有刻度。

6.4.4 分析步骤

6.4.4.1 稀释样的制备

用已知质量的样品瓶称取碎冰，称准至 0.01 g。所称取的碎冰质量与试样浓度的对应关系列于表 2。

表 2 试样浓度与对应称取碎冰质量

试样浓度/%	碎冰质量/g
30~60	15
>60	35

小心地将试样加到样品瓶中, 加至刻度, 并再次称量, 称准至 0.01 g, 摆匀即得稀释样。

6.4.4.2 测定

用带盖聚乙烯样品瓶称取约 1.5 g 稀释样, 称准至 0.000 2 g, 置于 250 mL 聚乙烯烧杯中。该烧杯中已盛有 20 mL 硝酸钾溶液, 由滴定管加入约 20 mL 氢氧化钠标准滴定溶液(6.4.2.2)和碎冰。用冷却过的水冲洗称量瓶, 洗液收集于同一烧杯中。加入 3 滴酚酞指示液并保持溶液冰冷。继续用上述滴定管中的氢氧化钠标准滴定溶液滴定至接近终点, 然后用氢氧化钠标准滴定溶液(6.4.2.3)滴定至出现的浅粉红色保持 15 s 不消失为终点。将此溶液全部转移至 400 mL 玻璃烧杯中, 加热到刚沸腾, 立即用氢氧化钠标准滴定溶液(6.4.2.3)滴定至出现的浅粉红色保持 15 s 不消失为终点。

6.4.5 结果计算

6.4.5.1 总酸度

总酸度以氢氟酸(HF)的质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(c_1 V_1 + c_2 V_2 + c_3 V_3) \times M \times 100}{m \times 1000} \times \frac{m_1}{m_1 - m_2} \quad (1)$$

式中:

c_1 —— 氢氧化钠标准滴定溶液(6.4.2.2)浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

c_2 —— 氢氧化钠标准滴定溶液(6.4.2.3)浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 —— 第一次滴定所消耗氢氧化钠标准滴定溶液(6.4.2.2)的体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_2 —— 完成第一次滴定所消耗氢氧化钠标准滴定溶液(6.4.2.3)的体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_3 —— 第二次滴定所消耗氢氧化钠标准滴定溶液(6.4.2.3)的体积的数值, 单位为毫升(mL);

m —— 测定时所称取的稀释样质量的数值, 单位为克(g);

m_1 —— 所制备的稀释样总质量的数值, 单位为克(g);

m_2 —— 制备稀释样时所称取的碎冰质量的数值, 单位为克(g);

M —— 氢氟酸(HF)的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol)($M=20.01$)。

6.4.5.2 氟硅酸

氟硅酸含量以氟硅酸(H_2SiF_6)的质量分数 w_2 计, 数值以%表示, 按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c_2 V_3 M \times 100}{m \times 1000} \times \frac{m_1}{m_1 - m_2} \quad (2)$$

式中:

c_2 —— 氢氧化钠标准滴定溶液(6.4.2.3)浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 —— 第二次滴定所消耗氢氧化钠标准滴定溶液(6.4.2.3)的体积的数值, 单位为毫升(mL);

m —— 测定时所称取的稀释样质量的数值, 单位为克(g);

m_1 —— 所制备的稀释样总质量的数值, 单位为克(g);

m_2 —— 制备稀释样时所称取的碎冰质量的数值, 单位为克(g);

M —— 氟硅酸($\frac{1}{4}H_2SiF_6$)的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol)($M=36.02$)。

6.4.5.3 氟化氢

氟化氢含量以氟化氢(HF)的质量分数 w_3 计, 数值以%表示, 按式(3)计算:

$$w_3 = w_1 - 0.833 2w_2 - 0.408 0w_4 \quad (3)$$

式中:

w_1 —— 总酸度质量分数, 用%表示;

w_2 —— 6.4.5.2 或 6.5.5 中氟硅酸质量分数, 用%表示;

w_4 —— 不挥发酸质量分数, 用%表示;

0.833 2 —— 氟硅酸换算成氟化氢的系数;

0.408 0——不挥发酸($\frac{1}{2}$ H₂SO₄)换算成氟化氢的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,总酸度平行测定结果的绝对差值不大于0.4%,氟硅酸平行测定结果的绝对差值不大于0.1%。

6.5 氟硅酸含量(I类产品)的测定

6.5.1 方法提要

氟硅酸与氯化钠生成氟硅酸钠。蒸发除去氟化氢。在弱酸性介质中和能抑制氟干扰的硼酸存在下,硅酸盐与钼酸铵反应形成硅钼杂多酸(黄色)。再加硫酸溶液和草酸溶液,以排除磷酸盐的干扰,随后,将硅钼杂多酸还原。在波长795 nm处测量蓝色络合物的吸光度。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 氯化钠溶液:10 g/L;

6.5.2.2 硫酸溶液:1+3;

6.5.2.3 盐酸溶液:1+5;

6.5.2.4 硼酸溶液:40 g/L;

6.5.2.5 草酸溶液:100 g/L;

6.5.2.6 钼酸铵溶液100 g/L(当溶液出现沉淀时需重新配制);

6.5.2.7 还原液

a) 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;

b) 将90 g焦亚硫酸钠溶于900 mL水中;

c) 将a)和b)两种溶液混合,并稀释至1 000 mL,必要时过滤。置溶液于冷暗处,避免阳光直接照射,使用期限不超过20 d。

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

称取经1 000 ℃灼烧至质量恒定的二氧化硅0.417 g于铂坩埚中,加5 g无水碳酸钠,充分搅匀。置于1 000 ℃的高温炉中使其熔融,取出后放置冷却,加入热水溶解,冷却。全部移入1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,立即转移到聚乙烯瓶中。此溶液至少每月重新制备一次。

6.5.2.9 二氧化硅标准溶液II:1 mL溶液含氟硅酸(H₂SiF₆)0.050 mg。

移取50 mL二氧化硅标准溶液I(6.5.2.8),置于1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液临用时制备。

6.5.3 仪器、设备

6.5.3.1 分光光度计;

6.5.3.2 铂皿:容积约100 mL。

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 工作曲线的绘制

在一系列100 mL容量瓶中,分别加入0 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II(6.5.2.9),加水至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,以氟硅酸含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.5.4.2 空白试验溶液的制备

在铂皿中加10 mL水、10 mL氯化钠溶液,混匀。

6.5.4.3 试验溶液的制备

在铂皿中盛有10 mL氯化钠溶液,称量,精确至0.01 g。根据氟硅酸含量,加入约0.25 g~2 g试

6.7 灼烧残渣含量测定

6.7.1 方法提要

将规定量的试样置于铂皿中，在电炉上蒸干，在 $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼15 min，冷却后称量。

6.7.2 仪器、设备

6.7.2.1 铂皿:容积为 100 mL~150 mL;

6.7.2.2 高温炉:温度能控制在 $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.7.3 分析步骤

用在 $700^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定的铂皿称取 $50\text{ g} \sim 100\text{ g}$ 试样, 精确至 0.1 g 。在沸水浴上小心蒸发至干, 移入温度为 $700^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中, 灼烧 15 min 。稍冷后, 放入干燥器中冷却至室温, 称量。

6.7.4 结果计算

灼烧残渣以质量分数 w_s 计; 数值以%表示; 按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (6)$$

式中：

m_1 ——灼烧后的残渣的质量的数值,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 0.005%。

7 检验规则

7.1 本标准的检验分为出厂检验和型式检验。

7.1.1 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。

7.1.2 表1中氟化氢含量、氟硅酸含量和不挥发酸含量为出厂检验项目,应逐批进行检验;

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批产品不超过 50 t。

7.3 按照 GB/T 6678 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。取样时,用塑料取样管插至包装容器的底部提取样品。钢制容器的包装,应在每个容器上、下两部分取样。所取样品不得少于 500 g,混合均匀,装入两个清洁、干燥的塑料容器中,用蜡密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、型号、采样日期和采样者姓名,一瓶作为实验样品,另一瓶保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

7.4 工业氢氟酸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 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应自两倍量的包装单元中重新采样进行复验,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。

7.6 采用 GB/T 1250 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 工业氢氟酸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、净含量、

型号、批号或生产日期、危险化学品生产许可证号及本标准编号,以及 GB 190—1990 中的标志 14“有毒品”标志、标志 20“腐蚀品”标志和 GB/T 191—2008 中的标志 3“向上”标志、标志 4“怕晒”标志。

8.2 每批出厂的工业氢氟酸应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、型号、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。

8.3 工业氢氟酸的包装内应附有符合 GB 16483—2000 规定的“化学品安全技术说明书”,并在包装(包括外包装件)上加贴或者拴挂符合 GB 15258—1999 规定的“化学品安全标签”。

9 包装、运输和贮存

9.1 工业氢氟酸采用内衬耐腐蚀材料的钢制容器或塑料容器包装。塑料容器包装,桶厚应在 3 mm 以上,吹塑厚薄均匀,并应具有符合规定的防老化和抗冻性能及抗压、抗刺、抗摩功能。塑料桶不得以任何用过的塑料作制造材料。桶口应为小开口,用碗型盖塞紧、螺纹口、盖、垫圈等封口件配套完好、牢固旋紧、密封不漏。每件净含量不超过 50 kg。

9.2 工业氢氟酸由铁路槽车、棚车、带蓬汽车或船舶运输。由铁路槽车运输时,罐车罐体纵向中部应涂一条黑色 300 mm 水平环形色带;以塑料桶作外包装时,只限整车运输。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 工业氢氟酸应贮存于通风良好的库房里,库房内温度应保持在 30 ℃ 以下,相对湿度 85% 以下。应与碱类、活性金属粉末、玻璃制品分开存放,切忌混储。储存区应备有泄漏应急处理设备和合适的收容材料。

10 安全

10.1 氢氟酸是强腐蚀性溶液,其蒸汽有刺激性并有毒,对皮肤和眼睛有强烈腐蚀作用,能产生严重的灼伤,并且治疗见效较慢,空气中最高允许浓度为 1 mg/m³。

10.2 取用时必须在通风良好的场所或通风橱内进行。穿戴好大小合适的防护用具。

10.3 如果接触或怀疑接触了氢氟酸时,需用大量水冲洗并立即治疗。

附录 A
(资料性附录)

本标准与日本标准 JIS K1405:1995《氢氟酸》(日文版)的技术性差异及其原因一览表

表 A.1 给出了本标准中 I 类产品与 JIS K1405:1995《氢氟酸》技术性差异及其原因。

表 A.1 本标准 I 类产品与 JIS K1405:1995《氢氟酸》技术性差异及其原因一览表

本标准的章条编号	技术性差异	原 因
4	本标准只采用了日本标准中第一类氢氟酸产品的要求。	本标准中不包括无水氢氟酸的要求。
5	本标准在要求中增加了产品的规格,包括了氢氟酸质量分数为 30%、40%、50% 和 70% 的质量要求。I 类产品规定了三个规格,II 类产品规定了四个规格。	扩大产品的类型,使标准的适用于国内外不同的使用要求。
6.4.4	氢氟酸含量测定中,增加了样品的制备,修改了日本标准中在滴定前加入冰的方法。	减少了在试验溶液制备过程中产生的误差。

附录 B
(资料性附录)

本标准与日本标准 JIS K1405:1995《氢氟酸》(日文版)的结构性差异

表 B.1 给出了本标准与 JIS K1405:1995《氢氟酸》(日文版)结构性差异。

表 B.1 本标准与 JIS K1405:1995 结构性差异一览表

本 标 准		JIS K1405:1995	
章 节	内 容	章 节	内 容
前言	前言	—	—
1	范围	1	适用范围
2	规范性引用文件	—	—
3	分子式、分子量	—	—
4	分类	2	种类
5	要求	3	质量要求
		5	取样方法
6	试验方法	6	试验方法
6.1	安全提示	4	操作方面注意事项
6.2	一般规定	—	—
6.3	外观的判别	—	—
7	检验规则	8	检验
8	标志、标签	9	标志
9	包装、运输和贮存	7	容器和包装
10	安全	—	—

中华人民共和国
国家标 准
工业氯氟酸

GB 7744—2008

*

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 字数 19 千字
2009年1月第一版 2009年1月第一次印刷

*

书号：155066 · 1-35132

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 7744-2008