



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т
С О Ю З А С С Р

**КИСЛОТА ФТОРИСТОВОДОРОДНАЯ
ТЕХНИЧЕСКАЯ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 2567—89

Издание официальное

Е3 11-95

**ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
М о с к в а**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**КИСЛОТА ФТОРИСТОВОДОРОДНАЯ
ТЕХНИЧЕСКАЯ**

Техническая условия

**ГОСТ
2567—89**Technical hydrofluoric acid.
Specifications

ОКП 21 2220 0000

Дата введения 01.07.90

Настоящий стандарт распространяется на техническую фтористоводородную кислоту, получаемую растворением в воде газообразного фтористого водорода, который образуется при взаимодействии плавикового шпата и серной кислоты, а также при термическом разложении бифторида аммония серной кислотой.

Формула: HF.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Техническая фтористоводородная кислота должна изготавливаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. Характеристики

1.2.1. Фтористоводородную кислоту изготавливают двух марок: А и Б.

Техническая фтористоводородная кислота предназначается для химической, металлургической, электронной (марка А, марка Б 1-го сорта), нефтегазодобывающей (марка Б 2-го сорта) промышленности, промышленности строительных материалов для химической полировки хрустальных изделий (марка А).

1.2.2. По физико-химическим показателям техническая фтористоводородная кислота должна соответствовать нормам, указанным в таблице.

Издание официальное**Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1989
© ИПК Издательство стандартов, 1997

полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержащиеся в градуировочных растворах массы двуокиси кремния в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

3.5.4. Проведение анализа

2 см³ продукта с помощью полизиленовой пипетки помещают в предварительно взвешенный полизиленовый стаканчик, содержащий 10 см³ воды, закрывают крышкой и взвешивают (результат взвешивания записывают до четвертого десятичного знака).

Навеску кислоты количественно переносят водой во фторопластовую или платиновую чашку, приливают 5 см³ раствора хлористого натрия и выпаривают содержимое чаши на водяной бане досуха. К сухому остатку приливают 10 см³ раствора борной кислоты, 20 см³ воды и нагревают на водяной бане до растворения солей.

Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем до метки водой и перемешивают.

10 см³ полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 0,5—1 см³ раствора серной кислоты концентрации 0,15 моль/дм³ до слабо-красной окраски бумаги «конго», опущенной в раствор, и далее поступают так же, как при построении градуировочного графика.

3.5.5. Обработка результатов

Массовую долю кремнефтористоводородной кислоты (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 2,4 \cdot 100}{m \cdot 10 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса SiO₂, найденная по градуировочному графику, мг;

2,4 — коэффициент пересчета SiO₂ на H₂SiF₆;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,006 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.6. Определение массовой доли кремнефтористоводородной кислоты марки Б (2-го сорта)

3.6.1. Метод основан на титровании гидроокисью натрия холодного и горячего растворов фтористоводородной, кремнефтористоводородной и серной кислот в присутствии хлористого калия и фенолфталеина.

3.6.2. Реактивы и растворы — в соответствии с п. 3.4.2.

3.6.3. Проведение анализа — в соответствии с п. 3.4.3.

3.6.4. Обработка результатов

Массовую долю кремнефтористоводородной кислоты (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_2 \cdot 0,01801 \cdot 100}{m},$$

где V_2 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на второе титрование в соответствии с п. 3.4.3, см³;

$0,01801$ — масса кремнефтористоводородной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³, г;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.7. Определение массовой доли серной кислоты во фтористоводородной кислоте марки А и марки Б (1-го сорта) визуально-нефелометрическим методом

3.7.1. Метод основан на визуальном сравнении интенсивности опалесценции сульфата бария анализируемого и образцового растворов.

3.7.2. Реактивы и растворы

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 20 %, отфильтрованный через фильтр «синяя лента».

Кислота борная по ГОСТ 9656, раствор с массовой долей 3 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 10 %.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1 %, отфильтрованный через фильтр «синяя лента».

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, образцовый раствор концентрации 1 мг/см³ сульфатов (SO₄), готовят по ГОСТ 4212 (раствор А).

Образцовый раствор концентрации 0,01 мг/см³ сульфатов (SO₄), готовят разбавлением раствора А в 100 раз (раствор Б). Раствор Б используют свежеприготовленным.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор с массовой долей 1 %.

3.7.3. Проведение анализа

Навеску пробы фтористоводородной кислоты массой 1 г (марка А) и 0,4 г (марка Б 1-го сорта), отобранные с помощью полиэтиленовой пипетки, помещают в предварительно взвешенный полиэтиленовый стаканчик, закрывают крышкой и взвешивают (результат взвешивания записывают до третьего десятичного знака).

Навеску кислоты количественно переносят водой во фторопластовую или платиновую чашку, прибавляют 0,2 см³ раствора углекислого натрия и выпаривают на водяной бане досуха. К сухому остатку прибавляют 2 см³ борной кислоты, 4 см³ соляной кислоты, 20 см³ воды, перемешивают и, если нужно, слегка подогревают до полного растворения осадка. Раствор количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем водой до метки и перемешивают.

25 см³ полученного раствора помещают в стакан вместимостью 100 см³, прибавляют 0,6 см³ раствора соляной кислоты, 3 см³ раствора крахмала, перемешивают, прибавляют 3 см³ раствора хлористого бария и снова перемешивают. Продукт считают соответствующим требованиям, предъявляемым к продукту марки А и марки Б (1-го сорта), если наблюдаемая через 20 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции образцового раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в том же объеме 5 см³ раствора Б, 0,2 см³ раствора борной кислоты, 1 см³ раствора соляной кислоты, 3 см³ раствора крахмала и 3 см³ раствора хлористого бария.

При температуре воздуха менее 20 °С перед добавлением хлористого бария раствор следует подогреть на водяной бане температурой 30—35 °С в течение 15 мин.

3.8. Определение массовой доли серной кислоты во фтористоводородной кислоте марки Б (2-го сорта) титrimетрическим методом

3.8.1. Метод основан на титровании гидроокисью натрия серной кислоты после удаления фтористоводородной и кремнефтористоводородной кислот в присутствии фенолфталеина.

3.8.2. Реактивы и растворы

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3 (0,1 \text{ н.})$.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

3.8.3. Проведение анализа

1 см³ продукта с помощью полиэтиленовой пипетки помещают в предварительно взвешенный полиэтиленовый стаканчик, содержащий 10 см³ воды, закрывают крышкой и взвешивают (результат взвешивания записывают до третьего десятичного знака).

Навеску кислоты количественно переносят во фторопластовую или платиновую чашку, которую помещают на водяную баню и нагревают до полного удаления фтористоводородной и кремнефтористоводородной кислот, периодически контролируя кислотность

раствора по влажной лакмусовой бумаге (индикаторная бумага не должна окрашиваться в красный цвет при действии паров раствора).

Для проверки полноты удаления кислот стенки чашки смывают небольшими порциями воды и операцию выпаривания и контроля повторяют. Остаток в чашке, полученный после полного удаления фтористоводородной и кремнефтористоводородной кислот, растворяют в горячей воде и количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³. Далее к раствору прибавляют 2—3 капли фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски раствора.

3.8.4. Обработка результатов

Массовую долю серной кислоты (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,004904 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см³;

0,004904 — масса серной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Фтористоводородную кислоту транспортируют в железнодорожных стальных гуммированных цистернах.

Цистерны должны заполняться до полного использования их вместимости с учетом объемного расширения продукта при возможных перепадах температур в пути следования.

Продукт, упакованный в полиэтиленовые баллоны и бочки, транспортируют в крытых железнодорожных вагонах повагонными отправками или автомобильным транспортом.

Транспортирование фтористоводородной кислоты осуществляется в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.2. Фтористоводородную кислоту хранят в закрытом, хорошо проветриваемом складском помещении или в резервуарах-хранилищах в условиях, обеспечивающих сохранность продукта.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

Изготовитель гарантирует соответствие фтористоводородной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

Гарантийный срок хранения — один год с момента изготовления.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А.А. Коршук, В.И. Родин, П.М. Зайцев, В.М. Отрешко

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.06.89 № 2227

3. Срок проверки — 1993 г.

Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 2567—73 и ТУ 113—08—523—82

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	1.3.2; 1.3.7
ГОСТ 12.1.007—76	1.3.1
ГОСТ 12.3.009—76	1.3.10
ГОСТ 12.4.010—75	1.3.4
ГОСТ 12.4.021—75	1.3.7
ГОСТ 12.4.028—76	1.3.4
ГОСТ 83—79	3.7.2
ГОСТ 1770—74	3.2.1
ГОСТ 2991—85	1.6.1
ГОСТ 3118—77	3.7.2
ГОСТ 3765—78	3.5.2
ГОСТ 4108—72	3.7.2

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 4166-76	3.7.2
ГОСТ 4204-77	3.5.2
ГОСТ 4212-76	3.5.2; 3.7.2
ГОСТ 4233-77	3.5.2
ГОСТ 4234-77	3.3.2; 3.4.2
ГОСТ 4328-77	3.3.2; 3.4.2; 3.8.2
ГОСТ 4517-87	3.3.2
ГОСТ 4919.1-77	3.3.2; 3.4.2; 3.8.2
ГОСТ 6563-75	3.2.1
ГОСТ 6709-72	3.2.2
ГОСТ 9656-75	3.5.2; 3.7.2
ГОСТ 10163-76	3.7.2
ГОСТ 14192-77	1.5.1
ГОСТ 18300-87	3.3.2; 3.4.2
ГОСТ 18573-86	1.6.1
ГОСТ 19433-88	1.5.1; 2.1
ГОСТ 20010-93	1.3.4
ГОСТ 24104-88	3.2.1
ГОСТ 25336-82	3.2.1
ГОСТ 25794.1-83	3.4.2

6. Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4-94)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Февраль 1997 г.

Редактор Л.И. Нахимова
 Технический редактор В.Н. Прусакова
 Корректор М.С. Кабашова
 Компьютерная верстка А.С. Юфина

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 26.03.97. Подписано в печать 14.04.97.
 Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,91. Тираж 140 экз. С 435. Зак. 303.

ИПК Издательство стандартов
 107076, Москва, Коломенский пер., 14
 Набрано в Издательстве на ПЭВМ
 Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
 Москва, Лядин пер., 6

Наименование показателя	Норма для марки		
	A	Б	
	ОКП 21 2221 0100	первого сорта ОКП 21 2221 0230	второго сорта ОКП 21 2221 0240
1. Массовая доля фтористого водорода (HF), %, не менее	40,0	30,0	30,0
2. Массовая доля кремнефтористоводородной кислоты (H_2SiF_6), %, не более	0,02	0,05	8,0
3. Массовая доля серной кислоты (H_2SO_4), %, не более	0,02	0,05	2,5

П р и м е ч а н и е. По требованию потребителя продукт марки А должен изготавляться с массовой долей фтористого водорода не менее 42,0 %.

1.3. Требования безопасности

1.3.1. Техническая фтористоводородная кислота пожаро- и взрывобезопасна, токсична и по степени воздействия на организм человека относится к веществам 1-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007.

1.3.2. Предельно допустимая концентрация (ПДК) фтористого водорода в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 0,5/0,1 мг/м³ (максимальная разовая/среднесменная) в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

Содержание фтористого водорода определяют по методикам, утвержденным Минздравом СССР.

1.3.3. В организм человека фтористоводородная кислота поступает при вдыхании в виде паров и аэрозоля и действует раздражающее на верхние дыхательные пути, глаза и слизистую оболочку носа. При длительном воздействии на организм фтористоводородная кислота оказывает общетоксическое действие, вызывая заболевание сердечно-сосудистой системы, поражение зубов, развитие остеосклероза.

Фтористоводородная кислота обладает способностью проникать через неповрежденную кожу. Попадая на кожу, она вызывает сильные ожоги с образованием пузырьковых дерматитов и трудно заживающих язв.

1.3.4. Лица, работающие с фтористоводородной кислотой, должны быть обеспечены специальной одеждой и средствами индивидуальной защиты по типовым отраслевым нормам: респираторами типа ШБ-1, «Лепесток-5» и «К-2К» по ГОСТ 12.4.028 для защиты органов дыхания, герметичными защитными очками для защиты лица и глаз,

резиновыми перчатками по ГОСТ 20010 или специальными рукавицами по ГОСТ 12.4.010.

1.3.5. Лица, работающие с фтористоводородной кислотой, должны быть обеспечены бытовыми помещениями согласно нормам и правилам, утвержденным Госстроем СССР.

1.3.6. В целях коллективной защиты должна быть предусмотрена герметизация оборудования и коммуникаций. Необходимо максимально механизировать и автоматизировать технологический процесс.

1.3.7. Производственные и лабораторные помещения, в которых проводится работа с фтористоводородной кислотой, должны быть обеспечены приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021, обеспечивающей состояние воздуха в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

Места возможного выделения газообразного фтористого водорода или паров кислоты должны быть снабжены местной вытяжной вентиляцией.

1.3.8. В помещении, где проводится работа с фтористоводородной кислотой, не допускается прием пищи и хранение продуктов. После окончания работы с фтористоводородной кислотой необходимо принять душ.

1.3.9. При остром отравлении фтористоводородной кислотой пострадавшего следует вывести на свежий воздух.

При попадании кислоты в глаза их следует промыть водой (в течение получаса), затем ввести 2—3 капли 0,5 %-ного раствора диканна. При попадании кислоты на кожу пораженные участки необходимо обильно промыть водой в течение 10 мин, затем обработать марлей, смоченной в 10 %-ном растворе аммиака, и снова промыть водой.

Более эффективно погружение на 30 мин (или наложение компрессов, которые меняют через 2 мин в течение 30 мин) в сильно охлажденный раствор сернокислого магния ($MgSO_4$) или 70 %-ный этиловый спирт. Затем следует наложить магнезиальную мазь (одна часть MgO , две части медицинского вазелина и глицерина). После оказания первой помощи пострадавший должен немедленно обратиться к врачу.

1.3.10. При погрузке и выгрузке кислоты должны соблюдаться требования безопасности по ГОСТ 12.3.009.

1.4. Охрана природы

1.4.1. Воздух, выбрасываемый в атмосферу в процессе производства фтористоводородной кислоты, должен проходить санитарную очистку в орошаемых скрубберах. Растворы кислот из скрубберов и сточные воды, образующиеся в результате смызов, влажной уборки и т.п., следует собирать в приемник и направлять для обезвреживания

на станцию нейтрализации или использовать в технологическом процессе.

1.4.2. Разлитую фтористоводородную кислоту смывают водой и обезвреживают содой.

1.4.3. Контроль за состоянием воздушной среды следует проводить силами ведомственной лаборатории по плану, согласованному с органами санитарного надзора.

1.4.4. В воздушной среде и сточных водах под влиянием внешних воздействий или с другими веществами фтористоводородная кислота токсичных соединений не образует.

1.5. Маркировка

1.5.1. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Верх, не кантовать», знаков опасности по ГОСТ 19433, черт. 8 и ба (классификационный шифр 8162, серийный номер ООН — 1790).

Дополнительно наносят следующие обозначения, характеризующие продукцию:

наименование, марку, сорт продукта;

номер партии;

дату изготовления;

обозначение настоящего стандарта.

На цистерны наносят по трафарету надписи «Опасно», «Фтористоводородная кислота», а также адрес приписки.

1.6. Упаковка

1.6.1. Фтористоводородную техническую кислоту упаковывают в полиэтиленовые баллоны (банки, флаконы, склянки и бутыли) для химической продукции вместимостью не более 10 дм³ и по согласованию с потребителем — в полиэтиленовые бочки для химической продукции вместимостью не более 50 дм³.

Баллоны и бочки изготавливают по нормативной документации.

Баллоны помещают в неразборные дощатые ящики по ГОСТ 2991, бочки — в деревянные ящики по ГОСТ 18573.

2. ПРИЕМКА

2.1. Техническую фтористоводородную кислоту принимают партиями. Партией считают продукт, однородный по своим показателям качества, массой не более 10 т при транспортировании в баллонах и бочках и не более грузоподъемности цистерны — при транспортировании в стальных гуммированных цистернах, сопровождаемый одним документом о качестве.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
наименование, марку, сорт продукта;
массу нетто, брутто;
номер партии;
количество мест в партии;
подтверждение о нанесении на упаковку знаков опасности по ГОСТ 19433;
результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта;
обозначение настоящего стандарта.

2.2. Для контроля качества технической фтористоводородной кислоты пробы отбирают от каждой цистерны или от 20 % единиц продукции при транспортировании в баллонах и бочках.

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ проб, отобранных от удвоенного количества единиц продукции той же партии.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб

3.1.1. Точечные пробы из цистерн отбирают винилластовым цилиндром, на ложное дно которого помещен свинцовый груз, или свинцовым цилиндром с узким горлышком. Цилиндры укреплены на фторопластовом шнуре.

Объем отобранный из каждой цистерны пробы должен быть не менее 1 дм³.

3.1.2. Точечные пробы от продукта, поставляемого в полиэтиленовых бочках и баллонах, отбирают винилластовым или полиэтиленовым пробоотборником вместимостью 100 см³ с отверстием на расстоянии 150 мм от дна цилиндра или пипеткой с резиновой группой на конце вместимостью 20 см³.

Объем точечной пробы от каждой бочки или баллона должен быть не менее 0,02 дм³.

3.1.3. Отобранные точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают и от полученной объединенной пробы отбирают среднюю пробу не менее 1,0 дм³.

3.1.4. Среднюю пробу помещают в чистую сухую полиэтиленовую банку с завинчивающейся крышкой. На банку наклеивают этикетку с указанием наименования продукта, номера партии, даты отбора пробы, надписи «Берегись ожога».

Не допускается контакт кислоты со стеклянной посудой.

3.2. Общие требования

- 3.2.1. Для проведения анализов применяют:
- мерную лабораторную стеклянную посуду (цилиндры, колбы) по ГОСТ 1770;
 - бюretки, пипетки;
 - посуду и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336;
 - чашки, тигли из платины по ГОСТ 6563;
 - посуду из фторопласта (тигли, чашки, стаканы) и посуду из полиэтилена (стаканы, пипетки некалибранные);
 - весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го и 4-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 200 и 500 г соответственно;
 - термометры химические шкальные;
 - секундомер механический 2-го класса;
 - баню водянью.

3.2.2. Для приготовления растворов применяют реагенты квалификации не ниже, чем «чистый для анализа» и дистиллиированную воду по ГОСТ 6709.

3.3. Определение массовой доли фтористого водорода во фтористоводородной кислоте марки А и марки Б (1-го сорта)

3.3.1. Метод основан на титровании гидроокисью натрия фтористоводородной кислоты в присутствии хлористого калия и фенолфталеина.

3.3.2. Реактивы и растворы

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации с (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), не содержащий карбонатов; готовят по ГОСТ 4517.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

3.3.3. Проведение анализа

1 см³ продукта с помощью полиэтиленовой пипетки помещают в предварительно взвешенный стаканчик из полиэтилена, содержащий 5 см³ воды, закрывают крышкой и взвешивают (результат взвешивания записывают до четвертого десятичного знака).

Навеску кислоты количественно переносят водой в фторопластовый стакан (или в платиновую чашку). К полученному раствору прибавляют 2,5 г хлористого калия, 3—4 капли фенолфталеина и титруют из бюretки при перемешивании эbonитовой или платиновой

С. 7 ГОСТ 2567—89

палочкой раствором гидроокиси натрия до устойчивой в течение 30 с розовой окраски.

3.3.4. Обработка результатов

Массовую долю фтористого водорода (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,01 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см^3 ;

0,01 — масса фтористоводородной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³, г;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3 % при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.4. Определение массовой доли фтористого водорода во фтористоводородной кислоте марки Б (2-го сорта)

3.4.1. Метод основан на титровании гидроокисью натрия фтористоводородной, кремнефтористоводородной и серной кислот в присутствии хлористого калия и фенолфталеина.

3.4.2. Реактивы и растворы

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(\text{NaOH})=0,5$ моль/дм³ (0,5 н.), готовят по ГОСТ 25794.1.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

3.4.3. Проведение анализа

1 см^3 продукта с помощью полиэтиленовой пипетки помещают в предварительно взвешенный стаканчик из полиэтилена, содержащий 5 см^3 воды, закрывают крышкой и взвешивают (результат взвешивания записывают до четвертого десятичного знака).

Навеску кислоты количественно переносят водой во фторопластовый стакан (или платиновую чашку). К полученному раствору прибавляют 5 г хлористого калия, 3—4 капли фенолфталеина и титруют при перемешивании эbonитовой или платиновой палочкой раствором гидроокиси натрия до устойчивой в течение 30 с розовой окраски (V_1). Затем раствор нагревают до 80—90 °С (розовая окраска

при этом исчезает) и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с (V_2).

3.4.4. Обработка результатов

Массовую долю фтористого водорода (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot 0,01 \cdot 100}{m} - (0,2776 \cdot X_1 + 0,4079 \cdot X_2),$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на первое титрование, см³;

0,01 — масса фтористоводородной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³, г;

0,2776 — коэффициент пересчета H₂SiF₆ на HF;

0,4079 — коэффициент пересчета H₂SO₄ на HF;

X_1 — массовая доля кремнефтористоводородной кислоты, определенная в соответствии с п. 3.6.4, %;

X_2 — массовая доля серной кислоты, определенная в соответствии с п. 3.8.4, %;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.5. Определение массовой доли кремнефтористоводородной кислоты марки А и марки Б (1-го сорта)

3.5.1. Метод основан на фотометрическом измерении оптической плотности образовавшегося синего комплекса кремнемолибденовой гетерополикислоты, восстановленной аскорбиновой кислотой.

3.5.2. Средства измерений, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типа КФК, ФЭК 56-М или другой аналогичный прибор.

Электропечь сопротивления лабораторная или другая, обеспечивающая температуру нагрева (1000±25) °С.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 10 % (годен в течение суток).

Бумага индикаторная «конго».

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 1 % (годен в течение суток).

Кислота борная по ГОСТ 9656, раствор с массовой долей 3 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,15 \text{ моль/дм}^3$ (0,15 н.) и $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 8 \text{ моль/дм}^3$ (8 н.).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор с массовой долей 2 %.

Натрий кремнекислый мета-9-водный или кремния двуокись, ос.ч.

Раствор кремнекислого натрия, содержащий 1 мг/см³ двуокиси кремния, готовят по ГОСТ 4212 и хранят в полиэтиленовой банке (раствор А).

Раствор, содержащий 0,01 мг/см³ двуокиси кремния, готовят следующим образом: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят водой до метки и перемешивают (раствор Б).

Раствор двуокиси кремния, содержащий 0,25 мг/см³, готовят следующим образом: 0,2500 г тонко растертой и предварительно прокаленной в течение 1 ч при 1000 °С двуокиси кремния помещают в платиновый тигель, перемешивают с 4 г безводного углекислого натрия и сплавляют при 900 °С в течение 15 мин. Плав выщелачивают водой при нагревании в платиновой, серебряной или никелевой чашке, тигель тщательно промывают. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде (раствор А¹).

Раствор, содержащий 0,01 мг/см³ двуокиси кремния, готовят разбавлением раствора А¹ перед употреблением: 20 см³ раствора А¹ переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают (раствор Б¹).

3.5.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят градуировочные растворы: в мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 см³ раствора Б или Б¹.

Объемы растворов доводят водой примерно до 10 см³, последовательно приливают 35 см³ раствора серной кислоты концентрации 0,15 моль/дм³, 5 см³ молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют на 5 мин. Затем приливают 15 см³ раствора серной кислоты концентрации 8 моль/дм³ и 10 см³ раствора аскорбиновой кислоты.

Объемы растворов доводят водой до метки и перемешивают.

Полученные градуировочные растворы содержат соответственно 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,07; 0,08 мг двуокиси кремния. Одновременно готовят раствор сравнения, в который приливают все реактивы, кроме раствора Б (или Б¹). Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность градуировочных растворов по отношению к раствору сравнения, пользуясь красным светофильтром ($\lambda = 650—700 \text{ нм}$) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. По