

ГОСТ 2567-89

Группа Л12

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**  
**КИСЛОТА ФТОРИСТОВОДОРОДНАЯ ТЕХНИЧЕСКАЯ**  
**ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ**  
**TECHNICAL HYDROFLUORIC ACID. SPECIFICATIONS**

ОКП 21 2220 0000

Дата введения 1990-07-01

**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 N 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
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.

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 предназначена 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.

Наименование показателя	Норма для марки		
	А	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 ( $\text{H}_2\text{SiF}_6$ ), %, не более	0,02	0,05	8,0
3. Массовая доля серной кислоты ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), %, не более	0,02	0,05	2,5

Примечание. По требованию потребителя продукт марки А должен изготавливаться 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/м<sup>3</sup> (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 раздражающе 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 дикаина. 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 смывов, 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 6а (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 бутылки) для химической продукции вместимостью не более  $10 \text{ дм}^3$  и по согласованию с потребителем - в полиэтиленовые бочки для химической продукции вместимостью не более  $50 \text{ дм}^3$ .

Баллоны и бочки изготовляют 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 винипластовым цилиндром, на ложное дно которого помещен свинцовый груз, или свинцовым цилиндром с узким горлышком. Цилиндры укреплены на фторопластовом шнуре.

Объем отобранной из каждой цистерны пробы должен быть не менее  $1 \text{ дм}^3$ .

3.1.2. Точечные пробы от продукта, поставляемого в полиэтиленовых бочках и баллонах, отбирают винипластовым или полиэтиленовым пробоотборником вместимостью 100 см<sup>3</sup> с отверстием на расстоянии 150 мм от дна цилиндра или пипеткой с резиновой грушей на конце вместимостью 20 см<sup>3</sup>.

Объем точечной пробы от каждой бочки или баллона должен быть не менее  $0,02 \text{ дм}^3$ .

3.1.3. Отобранные точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают и от полученной объединенной пробы отбирают среднюю пробу не менее  $1,0 \text{ дм}^3$ .

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;

бюретки, 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 некалиброванные);

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 водяную.

3.2.2. Для приготовления растворов применяют реактивы квалификации не ниже чем “чистый для анализа” и дистиллированную 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  $c(\text{NaOH})=0,5$  моль/дм<sup>3</sup> (0,5 н.), не содержащий карбонатов; готовят по ГОСТ 4517.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

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

3.3.3. Проведение анализа

1 см<sup>3</sup> продукта с помощью полиэтиленовой пипетки помещают в предварительно взвешенный стаканчик из полиэтилена, содержащий 5 см<sup>3</sup> 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 бюретки при перемешивании эбонитовой или платиновой 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<sup>3</sup>;

0,01 - масса фтористоводородной кислоты, соответствующая 1 см<sup>3</sup> ( ) раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм<sup>3</sup>, 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/дм<sup>3</sup> (0,5 н.), готовят по ГОСТ 25794.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

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

#### 3.4.3. Проведение анализа

1 см<sup>3</sup> продукта с помощью полиэтиленовой пипетки помещают в предварительно взвешенный стаканчик из полиэтилена, содержащий 5 см<sup>3</sup> 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 эбонитовой 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, см<sup>3</sup>;

0,01 - масса фтористоводородной кислоты, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм<sup>3</sup>, г;

0,2776 - коэффициент пересчета  $\text{H}_2\text{SiF}_6$  на HF;

0,4079 - коэффициент пересчета  $\text{H}_2\text{SO}_4$  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 во фтористоводородной кислоте марки А и марки Б (1-го сорта)

3.5.1. Метод основан на фотометрическом измерении оптической плотности образовавшегося синего комплекса кремнемолибденовой гетерополиокислоты, 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  $(1000 \pm 25)^\circ \text{C}$ .

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  $1 \text{ мг/см}^3$  двуокиси кремния, готовят по ГОСТ 4212 и хранят в полиэтиленовой банке (раствор А).

Раствор, содержащий  $0,01 \text{ мг/см}^3$  двуокиси кремния, готовят следующим образом:  $5 \text{ см}^3$  раствора А помещают в мерную колбу вместимостью  $500 \text{ см}^3$ , доводят водой до метки и перемешивают (раствор Б).

Раствор двуокиси кремния, содержащий  $0,25 \text{ мг/см}^3$ , готовят следующим образом:  $0,2500 \text{ г}$  тонко растертой и предварительно прокаленной в течение 1 ч при  $1000^\circ \text{C}$  двуокиси кремния помещают в платиновый тигель, перемешивают с  $4 \text{ г}$  безводного углекислого натрия и сплавляют при  $900^\circ \text{C}$  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  $1 \text{ дм}^3$ , доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде (раствор А<sup>1</sup>).

Раствор, содержащий  $0,01 \text{ мг/см}^3$  двуокиси кремния, готовят разбавлением раствора А<sup>1</sup> перед употреблением:  $20 \text{ см}^3$  раствора А<sup>1</sup> переносят в мерную колбу вместимостью  $500 \text{ см}^3$ , доливают водой до метки и перемешивают

т (раствор Б<sup>1</sup>).

3.5.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят градуировочные растворы: в мерные колбы вместимостью  $100 \text{ см}^3$  помещают  $2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 \text{ см}^3$  раствора Б или Б<sup>1</sup>.

Объемы растворов доводят водой примерно до  $10 \text{ см}^3$ , последовательно приливают  $35 \text{ см}^3$  раствора серной кислоты концентрации  $0,15 \text{ моль/дм}^3$ ,  $5 \text{ см}^3$  молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют на 5 мин.



Затем приливают 15 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты концентрации 8 моль/дм<sup>3</sup> и 10 см<sup>3</sup> 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 Б<sup>1</sup>). Через 10-15 мин измеряют оптическую плотность градуировочных растворов по отношению к раствору сравнения, пользуясь красным светофильтром ( $\lambda=650-700$  нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. По 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.

ности.

#### 3.5.4. Проведение анализа

2 см<sup>3</sup> продукта с помощью полиэтиленовой пипетки помещают в предварительно взвешенный полиэтиленовый стаканчик, содержащий 10 см<sup>3</sup> воды, закрывают крышкой и взвешивают (результат взвешивания записывают до четвертого десятичного знака).

Навеску кислоты количественно переносят водой во фторопластовую или платиновую чашку, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия и выпаривают содержимое чашки на водяной бане досуха. К сухому остатку приливают 10 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты, 20 см<sup>3</sup> воды и нагревают на водяной бане до растворения солей.

Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки водой и перемешивают.

10 см<sup>3</sup> полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 0,5-1 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты концентрации 0,15 моль/дм<sup>3</sup> до слабо-красной окраски бумаги "конго", опущенной в раствор, и далее поступают так же, как при построении градуировочного графика.

ика.

#### 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 SiO<sub>2</sub>, найденная по градуировочному графику,

мг; 2,4 - коэффициент пересчета SiO<sub>2</sub> на H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>;

$m$  - 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 во фтористоводородной кислоте 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, см<sup>3</sup>;

0,01801 - масса кремнефтористоводородной кислоты, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм<sup>3</sup>, 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) визуальном-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/см<sup>3</sup> сульфатов (SO<sub>4</sub>), готовят по ГОСТ 4212 (раствор А).

Образцовый раствор концентрации 0,01 мг/см<sup>3</sup> сульфатов (SO<sub>4</sub>) 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), отобранную 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 см<sup>3</sup> раствора углекислого натрия и выпаривают на водяной бане досуха. К сухому остатку прибавляют 2 см<sup>3</sup> борной кислоты, 4 см соляной кислоты, 20 см<sup>3</sup> воды, перемешивают и, если нужно, слегка подогревают до полного

растворения осадка. Раствор количественно переводят в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доводят объем водой до метки и перемешивают.

$25 \text{ см}^3$  полученного раствора помещают в стакан вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , прибавляют  $0,6 \text{ см}^3$  раствора соляной кислоты,  $3 \text{ см}^3$  раствора крахмала, перемешивают, прибавляют  $3 \text{ см}^3$  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  $5 \text{ см}^3$  раствора Б,  $0,2 \text{ см}^3$  раствора борной кислоты,  $1 \text{ см}^3$  раствора соляной кислоты,  $3 \text{ см}^3$  раствора крахмала и  $3 \text{ см}^3$  раствора хлористого бария.

При температуре воздуха менее  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  перед добавлением хлористого бария раствор следует подогреть на водяной бане температурой  $30\text{-}35 \text{ }^\circ\text{C}$  в течени

е 15 мин.

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

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

3.8.3. Проведение анализа

$1 \text{ см}^3$  продукта с помощью полиэтиленовой пипетки помещают в предварительно взвешенный полиэтиленовый стаканчик, содержащий  $10 \text{ см}^3$  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  $250 \text{ см}^3$ . 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,  $\text{см}^3$ ;

$0,004904$  - масса серной кислоты, соответствующая  $1 \text{ см}^3$  раствора гидроксида натрия концентрации точно  $0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, г;

$t$  - 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 отправлениями 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.

Текст документа сверен по:  
официальное издание  
М.: ИПК Издательство стандартов, 1997