

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

工业二氟氢化钾

Potassium hydrogen difluoride for industrial use

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

工业二氟氢化钾

警告：按 GB 12268—2012 第 6 章的规定，本产品属于第 8 类腐蚀性物质和第 6.1 类毒性物质，操作时应小心谨慎。使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了工业二氟氢化钾（又名工业氟化氢钾）的要求、试验方法、检验规则、标志、标签和随行文件、包装、运输、贮存。

本文件适用于工业二氟氢化钾（又名工业氟化氢钾）。

注：该产品主要用作电解制氟的原料，还可用于制造光学玻璃、玻璃蚀刻剂、焊接助溶剂、木材防腐剂、苯烷基化的催化剂等。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 12268—2012 危险货物物品名表

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 1 部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 2 部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 3 部分：制剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式：KHF₂
相对分子质量：78.11（按2022年国际相对原子质量）

5 要求

- 5.1 外观：无色或白色晶体。
- 5.2 工业二氟氢化钾按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

| 项目 | 指标 | |
|-------------------------------|-----------|------|
| | 一等品 | 合格品 |
| 二氟氢化钾（KHF ₂ ）w/% | ≥ 99.0 | 98.5 |
| 总酸度（以 HF 计）w/% | 25.0~26.0 | |
| 氟硅酸盐（以 SiF ₆ 计）w/% | ≤ 0.2 | 0.3 |
| 氯化物（以 Cl 计）w/% | ≤ 0.01 | 0.03 |
| 硫酸盐（以 SO ₄ 计）w/% | ≤ 0.03 | 0.05 |
| 干燥减量 w/% | ≤ 0.1 | 0.3 |
| 铁（Fe）w/% | ≤ 0.01 | 0.02 |
| 钠（Na）w/% | ≤ 0.1 | 0.2 |
| 重金属（以 Pb 计）w/% | ≤ 0.005 | 0.01 |

6 试验方法

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中表 1 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，在没有注明其它规定时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.3 的规定制备。

6.2 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.3 二氟氢化钾含量的测定

6.3.1 原理

在接近0℃的条件下，硝酸钾饱和溶液消除试样中氟硅酸盐的干扰。二氟氢化钾在水中发生离解反应，定量生成氢氟酸，以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定氢氟酸，计算得到二氟氢化钾的含量。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 硝酸钾饱和溶液。

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

6.3.2.3 酚酞指示液：10 g/L。

6.3.2.4 碎冰：用蒸馏水或去离子水制成。

6.3.3 试验步骤

称取1.0 g~1.3 g试样（精确至0.000 2 g），置于100 mL塑料烧杯中，加30 mL水溶解试样，加入20 mL硝酸钾饱和溶液和约30 g碎冰，摇匀。滴加2滴~3滴酚酞指示剂，立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅粉红色且15 s不褪色即为终点。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与试验溶液相同。

6.3.4 试验数据处理

二氟氢化钾以二氟氢化钾（ KHF_2 ）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{[(V_1 - V_0)/1000]cM}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，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 ——二氟氢化钾（ KHF_2 ）摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=78.11$ ）；

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0.2%。

6.4 总酸度的测定

6.4.1 原理

以酚酞为指示剂，以氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样在水中离解的氢离子，根据中和反应计算总酸度。

6.4.2 试剂或材料

6.4.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$ 。

6.4.2.2 酚酞指示液：10 g/L。

6.4.3 试验步骤

称取1.0 g~1.3 g试样（精确至0.000 2 g），置于100 mL塑料烧杯中，加50 mL水溶解试样，加入2滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅粉红色且15 s不褪色即为终点。

6.4.4 试验数据处理

总酸度以氟化氢（HF）的质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{[V/1000]cM}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

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）；

V_2 ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

M ——氟化氢（HF）摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=20.01$ ）；

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0.15 %。

6.5 氟硅酸盐含量的测定

6.5.1 原理

在酸性介质中，硅酸与钼酸铵形成硅钼黄络合物，用还原剂将硅钼黄络合物还原成硅钼蓝络合物，使用分光光度计，在815 nm波长处测量其吸光度。

6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 硫酸溶液：1+3。

6.5.2.2 盐酸溶液：1+2。

6.5.2.3 氟化钠溶液：20 g/L。

6.5.2.4 硼酸溶液：40 g/L。

6.5.2.5 钼酸铵溶液：100 g/L。

称取 100 g 钼酸铵，用约 60 °C 热水溶解，冷却至室温，用水稀释至 1000 mL，摇匀。贮存在塑料瓶中。

6.5.2.6 草酸溶液：100 g/L。

6.5.2.7 抗坏血酸溶液：20 g/L。有效期为 7 天。

6.5.2.8 硅标准溶液：1 mL 溶液含硅（Si）10 μg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硅标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

6.5.3 仪器设备

分光光度计：配有2 cm比色皿。

6.5.4 试验步骤

6.5.4.1 工作曲线的绘制

在6个100 mL塑料容量瓶中分别加入0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL的硅标准溶液，硅的质量分别为0 μg、5 μg、10 μg、20 μg、40 μg、60 μg。加4 mL盐酸溶液、1.0 mL氟化钠溶液，加20.0 mL硼酸溶液，摇匀并放置5 min。加10.0 mL钼酸铵溶液，摇匀并放置10 min。加5.0 mL草酸溶液，摇匀并放置5 min。加30 mL硫酸溶液，摇匀，加2 mL抗坏血酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

显色10 min后30 min内完成后续测定，于分光光度计上，使用2 cm比色皿，以试剂空白溶液调零，在815 nm波长处分别测量各溶液的吸光度。以硅的质量（μg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

6.5.4.2 试验

称取约0.5 g试样（精确至0.001 g），置于100 mL塑料容量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管移取10 mL上述溶液，置于100 mL塑料容量瓶中，以下按6.5.4.1从“加4 mL盐酸溶液……”开始操作，至“……用水稀释至刻度，摇匀”为止。

显色10 min后30 min内完成后续测定，于分光光度计上，使用2 cm比色皿，以试剂空白溶液调零，在815 nm波长处测量试验溶液的吸光度。根据吸光度从工作曲线上查出硅的质量（μg）。

6.5.5 试验数据处理

氟硅酸盐含量以六氟硅酸根（SiF₆）的质量分数 w_3 计，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m(10/100)} \times 5.059 \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得硅的质量的数值，单位为微克（μg）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

5.059——由硅（Si）换算为六氟硅酸根（SiF₆）的系数。

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0.02 %。

6.6 氯化物含量的测定

6.6.1 原理

在硝酸介质中，加入硝酸银使试样中的氯化物形成氯化银悬浊液，用目视法判别。

6.6.2 试剂或材料

6.6.2.1 硼酸溶液：40 g/L。

6.6.2.2 硝酸溶液：1+3。

6.6.2.3 硝酸银溶液：17 g/L。

6.6.2.4 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯化物（以 Cl 计）0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准贮备液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.6.3 仪器设备

比色管：25 mL。

6.6.4 试验步骤

试验溶液的制备：称取 $0.20\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于预先加有 10 mL 硼酸溶液的比色管中，轻轻摇动至试样溶解，放置 5 min。加 2 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液，摇匀。用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min。

标准比浊溶液的制备：用移液管移取一定量氯化物标准溶液（一等品移取 2.00 mL，合格品移取 6.00 mL），置于比色管中，加 2 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液，摇匀。用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min。

以黑色为衬底，打开比色管塞，从轴向比较试验溶液和标准比浊溶液的浊度。如果试验溶液所产生的浊度深于标准比浊溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。

6.7 硫酸盐含量的测定

6.7.1 原理

在酸性溶液中，试样中的硫酸盐离子与钡离子生成均匀微小的硫酸钡颗粒并悬浮在溶液中，用目视法判别。

6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 盐酸。

6.7.2.2 盐酸溶液：1+1。

6.7.2.3 硫酸钾乙醇溶液：0.2 g/L。

6.7.2.4 氯化钡溶液：250 g/L。

6.7.2.5 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（ SO_4 ）0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准贮备液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.7.3 仪器设备

比色管：25 mL。

6.7.4 试验步骤

试验溶液的制备：称取 $0.20\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于铂皿中，加入 5 mL 盐酸，在水浴上蒸干，再重复上述步骤 2 次，残渣用少量水溶解，转移至比色管中，加 0.5 mL 盐酸溶液。取 0.25 mL 硫酸钾乙醇溶液与 1 mL 氯化钡溶液，混合后放置 1 min，加入上述比色管中，摇匀。用水稀释至刻度，摇匀，放置 5 min。

标准比浊溶液的制备：用移液管移取一定量硫酸盐标准溶液（一等品移取 6.00 mL，合格品移取 10.00 mL），置于比色管中，加 0.5 mL 盐酸溶液。取 0.25 mL 硫酸钾乙醇溶液与 1 mL 氯化钡溶液，混合后放置 1 min，加入上述比色管中，摇匀。用水稀释至刻度，摇匀，放置 5 min。

以黑色为衬底，打开比色管塞，从轴向比较试验溶液和标准比浊溶液的浊度。如果试验溶液所产生的浊度深于标准比浊溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。

6.8 干燥减量的测定

6.8.1 原理

试样在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中进行干燥，测量干燥前后试样的质量，利用质量差计算干燥减量。

6.8.2 仪器设备

6.8.2.1 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.8.2.2 镍坩埚：容积约 20 mL。

6.8.3 试验步骤

称取约 5 g 试样（精确至 0.0002 g ），置于已在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的镍坩埚中。将带试样的坩埚放入电热恒温干燥箱内，在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.8.4 试验数据处理

干燥减量以质量分数 w_4 计，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m_2 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_2 ——坩埚与试料的总质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——干燥后坩埚与试料的总质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——空坩埚的质量的数值，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 0.01 %。

6.9 铁含量的测定

6.9.1 原理

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.9.2 试剂或材料

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.9.3 仪器设备

同 GB/T 3049—2006 第 5 章。

6.9.4 试验步骤

6.9.4.1 试验溶液的制备

称取约 3 g 试样（精确至 0.01 g），置于 100 mL 塑料容量瓶中，加适量水溶解，用水稀释至刻度，摇匀。

6.9.4.2 空白试验溶液的制备

量取 15 mL 硼酸溶液，置于 100 mL 容量瓶中，备用。

6.9.4.3 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铁标准溶液 [1 mL 溶液含铁 (Fe) 20 μg]，分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中，以下按 GB/T 3049—2006 的 6.3 进行操作，从“用水稀释至约 60 mL ……”开始，使用 3 cm 比色皿绘制工作曲线。

6.9.4.4 试验

用移液管移取 10 mL 试验溶液，置于 100 mL 塑料烧杯中，加 15 mL 硼酸溶液，摇匀并放置 5 min，转移至 100 mL 容量瓶中。以下与空白试验溶液一并操作，用盐酸溶液（1+3）调节至 pH 约为 2（用精密 pH 试纸检验），以下按 GB/T 3049—2006 的 6.4 进行操作，从“将试液定量转移至 100 mL 的容量瓶内……”开始，至“……测定两个试液（6.4.1）的吸光度”为止。

用试验溶液的吸光度减去空白试验溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的铁的质量（mg）。

6.9.5 试验数据处理

铁含量以铁 (Fe) 的质量分数 w_5 计，按公式（5）计算：

$$w_5 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times (10/100)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得铁的质量的数值，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，平行测定结果的绝对差值不大于 0.001 %。

6.10 钠含量的测定

6.10.1 原理

使用火焰光度计测量试样中钠所发射的特征电磁辐射强度，通过工作曲线法测定钠含量。

6.10.2 试剂或材料

钠标准溶液：1 mL 溶液含钠（Na）1 mg。

6.10.3 仪器设备

火焰光度计（或带火焰发射的原子吸收分光光度计）。

6.10.4 试验步骤

6.10.4.1 工作曲线的绘制

在 6 个 100 mL 容量瓶中，用移液管分别加入 0.00 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.20 mL、1.60 mL、2.00 mL 钠标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。在火焰光度计上，调节仪器的灵敏度，以水调零点，用工作曲线最高点标准溶液调节刻度为 100，依次测量各溶液的辐射强度。

以钠的质量（mg）为横坐标，对应的辐射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

6.10.4.2 试验

称取约 0.5 g 试样（精确至 0.0002 g），置于塑料容量瓶中，加适量水溶解试样，用水稀释至刻度，摇匀。在火焰光度计上，调节仪器的灵敏度，以水调零点，用工作曲线最高点标准溶液调节刻度为 100，测量试验溶液的辐射强度。根据辐射强度从工作曲线上查得钠的质量（mg）。

6.10.5 试验数据处理

钠含量以钠（Na）质量分数 w_6 计，按公式（6）计算。

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

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得钠的质量的数值，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 0.01 %。

6.11 重金属含量的测定

6.11.1 试剂或材料

6.11.1.1 硼酸溶液：40 g/L。

6.11.1.2 乙酸溶液：30 %。

量取 298 mL 冰乙酸，用水稀释至 1000 mL。

6.11.1.3 硫化钠丙三醇溶液。

称取 5 g 硫化钠，溶于 10 mL 水中，加 30 mL 丙三醇，混匀。

6.11.1.4 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.01 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准贮备液，置于 100 mL 容量瓶中，加 1 mL 硝酸溶液（1+9），用水稀释至刻度，摇匀。

6.11.2 仪器设备

比色管：50 mL。

6.11.3 试验步骤

试验溶液的制备：称取约 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于预先加有 20 mL 硼酸溶液的塑料烧杯中，搅拌至试样溶解，放置 5 min。转移至比色管中，加 0.5 mL 乙酸溶液、1 mL 硫化钠丙三醇溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min。

标准比色溶液的制备：移取一定量铅标准溶液（一等品移取 5.00 mL，合格品移取 10.00 mL），置于比色管中，加 0.5 mL 乙酸溶液、0.1 mL 硫化钠丙三醇溶液，摇匀，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min。

以白色为衬底，打开比色管塞，从轴向比较试验溶液和标准比色溶液的颜色。如果试验溶液所产生的暗色深于标准比色溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。

7 检验规则

7.1 要求中规定的所有指标为出厂检验项目，应逐批检验。

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工业二氟氢化钾为一批。每批产品不超过 15 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时将采样器自包装袋的上方垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。每袋所取试样不少于 50 g；将所采的样品混匀，用四分法缩分至约 500 g，分装入两个干燥、清洁的广口瓶或塑料袋中，密封，粘贴标签，注明产品名称、等级、批号和采样日期、采样者姓名等。一瓶（袋）用于检验，另一瓶（袋）保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。

7.4 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本文件。

7.5 检验结果如有一项指标不符合本文件要求时，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文件的要求时，则整批产品为不合格。

8 标志、标签和随行文件

8.1 工业二氟氢化钾包装上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号、GB 190 规定的“腐蚀性物质”“毒性物质”标签以及 GB/T 191—2008 规定的“怕晒”“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的工业二氟氢化钾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、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业二氟氢化钾内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用铝箔袋或塑料编织袋。内袋采用维尼龙绳或其它质量相当的绳两层分别扎紧，或用与其相当的其它方式封口；外包装应牢固封口。每件净含量 25 kg。

9.2 如需特殊包装，供需双方另行协商，其包装类别应符合 GB 12268—2012 中表 1 的规定，包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的要求。

9.3 工业二氟氢化钾运输过程中应有遮盖物，防止包装破损，防止雨淋、受潮和暴晒。

9.4 工业二氟氢化钾应贮存于通风、干燥的库房内，防止受潮、受热或暴晒。
