

ГОСТ 9546-75*

Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

АММОНИЙ ФТОРИСТЫЙ КИСЛОТ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

REAGENTS. AMMONIUM FLUORIDE (ACID). SPECIFICATIONS

ОКП 26 2116 0910 03*

* Измененная редакция, Изм. N 3.

Дата введения 1977-01-01

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета министров СССР от 7 октября 1975 г. N 2582 срок введения установлен с 01.01.1977 г.

Проверен в 1980 г. Срок действия продлен до 01.07.1986 г.

ВЗАМЕН ГОСТ 9546-60

*Переиздание, декабрь 1980 г. с Изменением N 1, утвержденным в сентябре 1980 г. (ИУС N 12, 1980 г.)

ВНЕСЕНЫ: Изменение N 2, утвержденное и введенное в действие Постановлением Госстандарта СССР от 14.06.1985 N 1673 с 01.10.1985; Изменение N 3, утвержденное и введенное в действие Постановлением Госстандарта СССР от 26.09.1990 N 2553 с 01.03.1991

Изменения N 2, 3 внесены изготовителем базы данных по тексту ИУС N 9, 1985 год; ИУС N 12, 1990 год

Настоящий стандарт распространяется на кислотный фтористый аммоний, который представляет собой бесцветные кристаллы, легко растворимые в воде; разъедает стекло.

Формула $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HF}$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) - 57,04.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Кислотный фтористый аммоний должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

1.1. По физико-химическим показателям кислотный фтористый аммоний должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.)	Чистый (ч.)
	ОКП 26 2116 0912 01	ОКП 26 2116 0911 02
1. Массовая доля кислого фтористого аммония ($\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HF}$), %, не менее	99	98
2. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,01	0,05
3. Массовая доля сульфатов (SO_4), не более	0,005	0,005
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005	0,001
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,002
6. Массовая доля суммы марганца, меди и свинца, %, не более	0,0005	0,0010

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

2А. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Кислый фтористый аммоний по степени воздействия на организм человека относится к веществам 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007-76. Предельно допустимая концентрация его (в пересчете на F) в воздухе рабочей зоны производственных помещений $1/0,2 \text{ мг/м}^3$ (числитель максимально разовая, знаменатель - среднесменная) по ГОСТ 12.1.005-88. При увеличении предельно допустимой концентрации кислый фтористый аммоний вызывает острые и хронические отравления с поражением центральной нервной системы, желудочно-кишечного тракта, нарушение обмена, раздражает кожу.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

2а.2. Определение предельно допустимой концентрации кислого фтористого аммония в воздухе основано на поглощении фтористого водорода раствором ализаринкомплексоната лантана с последующим измерением оптической плотности образовавшегося* тройного комплексного соединения синего цвета.

* Текст документа соответствует оригиналу. - Примечание изготовителя базы данных.

2а.3. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты, а также соблюдать правила личной гигиены.

Не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу.

2а.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

Раздел 2а. (Введен дополнительно, Изм. N 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885-73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа - по ГОСТ 27025-86.

При проведении взвешиваний применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г или ВЛЭ 200 г и ВЛКТ-500 г-М.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов и материалов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Введен дополнительно, Изм. N 1. Измененная редакция, Изм. N 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885-73. Масса средней пробы должна быть не менее 65 г.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.2. Определение массовой доли кислого фтористого аммония

3.2.1. Реактивы, растворы и аппаратура

вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517-87 и охлаждают до 0 °С;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ (0,5 н.), готовят по ГОСТ 25794.1-83 (хранят в банке из полиэтилена);

смешанный индикатор, состоящий из бромкрезолового пурпурового и бромтимолового синего; готовят по ГОСТ 4919.1-77, раствор хранят в бутылке из оранжевого стекла;

бюретка 1(2,3)-2-50-0,1 по ГОСТ 20292-74*;

* На территории Российской Федерации документ не действует. Действует ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29227-91 - ГОСТ 29229-91, ГОСТ 29251-91 - ГОСТ 29253-91. - Примечание изготовителя базы данных.

капельница 2-50 ХС по ГОСТ 25336-82;

стаканчик для взвешивания из фторопласта или платиновый вместимостью 2 см^3 ; чашка

платиновая изделие N 118-5 или изделие N 115-5(6), или 117(7,8) по ГОСТ 6563-75;

цилиндр 1(3)-50(100) по ГОСТ 1770-74.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.2.2. Проведение анализа

Около 1,0000 г препарата взвешивают во фторопластовом стаканчике для взвешивания, растворяют в 50 см^3 воды в платиновой чашке и титруют из бюретки при охлаждении во льду раствором гидроокиси натрия в присутствии 4-

5 капель смешанного индикатора до изменения цвета раствора от желтого в сине-фиолетовый.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

3.2.3. Обработка результатов

Массовая доля кислого фтористого аммония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,02853 \cdot 100}{m},$$

где V - объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m - масса навески препарата, г;

0,02852 - масса кислого фтористого аммония, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,5 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,4\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.3. Определение массовой доли остатка после прокаливании в виде сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 27184-86 из навески 10,00 г.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 40\%$ для препарата квалификации "чистый для анализа" и $\pm 20\%$ для препарата квалификации "чистый" при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 3).

3.4. Определение массовой доли сульфатов

При этом 1,00 г препарата в платиновой чашке (ГОСТ 6563-75) смачивают 1 см³ раствора углекислого натрия с массовой долей 1% (ГОСТ 83-79) и нагревают на электроплитке, покрытой слоем асбеста, или на песчаной бане до прекращения выделения аммонийных солей (белый дым). Остаток растворяют в 3 см³ раствора борной кислоты с массовой долей 3% (ГОСТ 9656-75) и 1 см³ раствора соляной кислоты и переносят в стакан или коническую колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят водой до 26 см³ и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом без прибавления раствора соляной кислоты.

Контрольный раствор готовят так же, как анализируемый, и с теми же количествами реактивов.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать 0,05 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 25\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.5. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7-74. При этом 2,00 г препарата в платиновой чашке (ГОСТ 6563-75) растворяют в 18 см³ воды и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 1) в объеме 25 см³ (вместо 20 см³), прибавляя 6 см³ раствора азотной кислоты (вместо 1 см³) и выдерживая раствор после прибавления раствора азотнокислого серебра в платиновой чашке в течение 10 мин.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа - 0,010 мг Cl⁻,

для препарата чистый - 0,020 мг Cl⁻,

1 см³ раствора азотной кислоты и 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

При необходимости в результат определения вносят поправку на массу хлоридов в 5 см³ раствора азотной кислоты, определяемую контрольным опытом.

3.4, 3.5. (Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.6. Определение массовой доли железа, марганца, меди и свинца

(Измененная редакция, Изм. N 1, 3).

3.6.1. Приборы, реактивы, растворы и посуда

Спектрограф кварцевый типа ИСП-28 или ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем.

Генератор дуги типа ДГ-2, питаемый переменным и постоянным током.

Спектропроектор типа СПП-2 или ПС-18.

Микрофотометр типа МФ-4 или ИФО-451.

Прибор ИС для измельчения и перемешивания веществ с комплектом контейнеров диаметром 35 мм, высотой 70 мм и шариков диаметром 10 мм из органического

стекла. Ступка и пестик из органического стекла.

Плитка электрическая закрытого типа на напряжение 220 В, мощностью 800 Вт с графитовой прокладкой. Чашки платиновые по ГОСТ 6563-75.

Фотопластинки спектральные типа СП-1 или ПФС-01 чувствительностью 3-6 относительных единиц.

Угли графитовые для спектрального анализа диаметром 6 мм, ос.ч. 7-3; электроды длиной 20 мм: верхний электрод затачивают на конус, нижний электрод - с кратером диаметром 4 мм и глубиной 7 мм. Перед анализом электроды обжигают в течение 20 с в дуге с силой переменного тока 12 А или электроды фасонные для спектрального анализа, ос.ч. 7-4 (используют без обжига).

Графит порошок ос.ч. 8-4 по ГОСТ 23463-79.

Железа (III) оксид, ос.ч. 2-4.

Марганца (III) оксид, ос.ч. 11-2.

Меди (II) оксид по ГОСТ 16539-79.

Свинец (II) оксид.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77, х.ч.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773-72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627-74.

Калий бромистый по ГОСТ 4160-74.

Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664-83.

Натрий серноватисто-кислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068-86.

Натрий сульфит 7-водный.

Натрий углекислый по ГОСТ 83-79 или натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84-76.

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом:

раствор А - 2 г метола, 10 г гидрохинона, 104 г 7-водного сульфита натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, фильтруют;

раствор Б - 40 г углекислого натрия (или 80 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, фильтруют.

Перед проявлением растворы А и Б смешивают в равных объемах.

Фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г 5-водного серноватисто-кислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, фильтруют.

Допускается применять проявитель и фиксаж состава, приведенного в нормативно-технической документации на фотопластинки.

(Введен дополнительно, Изм. N 1. Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.6.2. Подготовка к анализу

3.6.2.1. Приготовление анализируемой пробы

1,5000 г кислого фтористого аммония перемешивают в ступке с 0,5000 г порошкового графита в течение 1 мин, затем смесь помещают в платиновую чашку и ставят на электроплитку для разложения кислого фтористого аммония (до прекращения выделения белых паров). Полученный осадок продолжают выдерживать на электроплитке в течение 15 мин, затем угольный концентрат собирают калькой со стенок чашки и перемешивают в ступке с 0,0500 г хлористого натрия в течение 5 мин.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.6.2.2. Приготовление образцов для построения градуировочных графиков

Головной образец, в котором массовая доля железа составляет 1% свинца, меди и марганца по 0,3%, готовят перемешиванием 0,0715 г оксида железа (III); 0,0188 г оксида меди (II); 0,0161 г оксида свинца (II); 0,0215 г оксида марганца (III) и 4,8720 г порошкового графита. Оксиды взвешивают на листочках кальки.

Перемешивание осуществляют следующим образом: вначале в ступке в течение 15 мин перетирают оксиды и 1 г порошкового графита, затем смесь и остальной порошок графит помещают в контейнер с пятью шариками и перемешивают на приборе ИС в течение 15 мин.

Образец для построения градуировочного графика (1), в котором массовая доля железа составляет 0,1%, свинца, меди и марганца по 0,03%, готовят перемешиванием 0,2000 г головного образца и 1,8000 г порошкового графита.

Образцы для построения градуировочного графика (II, III, IV) с убывающими массовыми долями примесей готовят разбавлением образца (I) порошковым графитом в соответствии с табл.2.

Таблица 2

Номер образца	Массовая доля примесей, %				Масса разбавляемого образца I, г	Масса порошкового графита, г
	Fe	Pb	Cu	Mn		
II	0,01	0,003	0,003	0,003	0,4500	4,0500
III	0,003	0,001	0,001	0,001	0,1500	4,3500
IV	0,001	0,0003	0,0003	0,0003	0,0450	4,4550

Перемешивание осуществляют на приборе ИС в контейнерах с пятью шариками в течение 15 мин. К образцам прибавляют хлористый натрий массой 0,4500 г, после этого их дополнительно перемешивают на приборе ИС в течение 5 мин.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.6.3. Проведение анализа

Анализируемую пробу и образцы (II, III, IV) помещают в кратеры электродов, набивая каждым по три электрода. В дуге постоянного тока фотографируют на одной фотопластинке при одинаковых условиях по три параллельных спектра анализируемой пробы и образцов. Щель спектрографа открывают до зажигания дуги.

Условия съемки:

сила тока, А - 10

ширина щели спектрографа, мм - 0,015

высота диафрагмы на средней линзе конденсатора, мм - 5,0

экспозиция, с - 40.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.6.2-3.6.3. (Введены дополнительно, Изм. N 1).

3.6.4. Обработка результатов

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют в течение 3 мин, снова тщательно промывают в проточной воде и высушивают на воздухе.

Фотометрируют на микрофотометре, пользуясь логарифмической шкалой, аналитические линии определяемых элементов и соседнего с ними фона (нм):

Fe - 302,06

Pb - 283,31

Cu - 327,4

Mn - 280,1.

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений

$$\Delta S' = S_{л+ф} - S_{ф}.$$

где $S_{л+ф}$ - почернение фона + линии;

$S_{ф}$ - почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение $\Delta S'$ для каждого из образцов II, III, IV. По значениям $\Delta S'$ образцов и значениям концентраций элементов в образцах строят градуировочный график для каждого элемента, откладывая по оси абсцисс логарифмы концентраций, а по оси ординат - соответствующие им средние арифметические значения разности почернений $\Delta S'$.

По градуировочным графикам находят массовые доли каждой определяемой примеси в графитовом концентрате, последующим делением которых на коэффициент обогащения, равный 3, находят массовую долю каждой определяемой примеси в анализируемой пробе.

За результата* анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допустимое расхождение, равное 40% для железа и 60% для марганца, меди и свинца.

* Текст документа соответствует оригиналу. - Примечание изготовителя базы данных.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 15\%$ для железа и $\pm 20\%$ для марганца, меди и свинца при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Введен дополнительно, Изм. N 1. Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.7. (Исключен, Изм. N 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии ГОСТ 3885-73.

Вид и тип тары: 2-9.

Группа фасовки: IV и V, VI.

Транспортная маркировка - по ГОСТ 14192-77. На тару наносят знаки опасности по ГОСТ 19433-88 (класс 8; в подклассе 8,1, черт.8, классификационный шифр 8172) и серийный номер ООН 1727.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

4.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие кислого фтористого аммония требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата - три года со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. N 2).

Раздел 6. (Исключен, Изм. N 2).

Электронный текст документа
подготовлен ЗАО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: Издательство стандартов, 1981

Редакция документа с учетом
изменений и дополнений подготовлена
ЗАО "Кодекс"