

ICS 71.060.50
G 12
备案号:34579—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3248—2011

代替 HG/T 3248—2000

工业硅酸铅

Lead silicate for industrial use

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 3248—2000《工业硅酸铅》，与 HG/T 3248—2000 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了三氧化二铁含量，由不大于 0.015 % 调整为 0.01 % (见 4.2, 2000 年版的 3.2)；
- 修改了二氧化硅含量测定中部分试剂与操作步骤，使更完善 (见 5.5, 2000 年版的 4.2)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会 (SAC/TC63/SC1) 归口。

本标准起草单位：江苏天鹏氧化铅有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：吴国庆、龚卫国、郭凤鑫。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- ZBG 12007—1988；
- HG/T 3248—2000。

工业硅酸铅

1 范围

本标准规定了工业硅酸铅的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于主要作为电真空、光学、防辐射含铅玻璃及陶瓷等行业原料的工业硅酸铅。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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/T 191—2008 包装储运图示标志
- GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法
- GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛
- 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
- 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 分子式和相对分子质量

分子式 : $3\text{PbO} \cdot 2\text{SiO}_2$
相对分子质量:789.8(按 2007 年国际相对原子质量)

4 要求

- 4.1 外观:柠檬黄色玻璃状颗粒。
- 4.2 工业硅酸铅按本标准规定的试验方法检测应符合表 1 技术要求。

表 1 技术要求

项 目		指 标
一氧化铅(PbO)w/%		84.5~85.5
二氧化硅(SiO ₂)w/%		14.3~15.3
三氧化二铁(Fe ₂ O ₃)w/%	≤	0.01
三氧化二铝(Al ₂ O ₃)w/%	≤	0.10
水分 w/%	≤	0.1
粒度 w/%	粒径 2.36 mm 以上(筛余物)	0
	粒径 2.00 mm~0.106 mm	≥ 95.0

5 试验方法

5.1 警告

本试验方法中所使用的部分试剂具有腐蚀性,操作者应小心谨慎,避免与皮肤接触,如接触到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

5.2 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。

5.3 外观检验

在自然光下用目视法判定外观。

5.4 一氧化铅含量的测定

5.4.1 方法提要

试样经氢氟酸、高氯酸处理,硅以四氟化硅形式逸出,调节溶液 pH 值约为 5.5,以二甲酚橙为指示液,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,确定其含量。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 氢氟酸。

5.4.2.2 高氯酸。

5.4.2.3 盐酸溶液:1+1。

5.4.2.4 硝酸溶液:1+1。

5.4.2.5 氨水溶液:1+1。

5.4.2.6 三乙醇胺溶液:1+4。

5.4.2.7 六亚甲基四胺-盐酸缓冲溶液:pH≈5.5;

称取 30 g 六亚甲基四胺,溶于 50 mL 水中,加 1+1 盐酸溶液 12 mL,用水稀释至 100 mL,摇匀,用盐酸溶液调节至 pH≈5.5(用精密 pH 试纸检验)。

5.4.2.8 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})\approx 0.02\text{ mol/L}$ 。

5.4.2.9 对硝基酚指示液:1 g/L。

5.4.2.10 二甲酚橙指示液:2 g/L。

5.4.3 分析步骤

5.4.3.1 试样的制备

称取约 10 g 试样,于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥 30 min,冷却后用玛瑙研钵研细,用 0.075 mm 试验筛筛分,筛下物贮存于塑料瓶中,即为试样 A。

5.4.3.2 试验溶液 A 的制备

称取约 1 g 试样 A,精确至 0.000 2 g,置于铂坩埚中,加少量水润湿,加 10 mL 高氯酸,用塑料量杯加 10 mL 氢氟酸,在通风柜中将铂坩埚置于石英砂浴上缓慢加热,待试样溶解后。继续加热蒸发至干,冷却。再在铂坩埚中加入 5 mL 高氯酸,继续加热至不冒白烟为止。冷却后,加 5 mL 盐酸溶液,置于石英砂浴上加热蒸发至约 1 mL 为止,冷却。用热水将残液及沉淀移入烧杯中,用 20 mL 硝酸溶液冲洗铂坩埚,再用热水冲洗,洗液合并于同一烧杯中,加热使沉淀溶解,冷却后全部移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于一氧化铅含量、三氧化二铁含量及三氧化二铝含量的测定。

5.4.3.3 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A,置于 250 mL 容量瓶中,加 10 mL 三乙醇胺溶液、4 滴对硝基酚指示液,滴加氨水溶液至溶液恰呈黄色,加入 10 mL 六亚甲基四胺-盐酸缓冲溶液,用乙二胺四乙酸二钠

标准滴定溶液滴定,近终点时加 4 滴二甲酚橙指示液,继续滴定至溶液呈黄色即为终点。

5.4.4 结果计算

一氧化铅含量以一氧化铅(PbO)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\,000)cM}{m(25/250)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定时所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氧化铅(PbO)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=223.2$)。

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 0.3 %。

5.5 二氧化硅含量的测定

5.5.1 方法提要

试样用碱熔融,使二氧化硅转变为可溶性硅酸盐,加酸后生成游离硅酸,利用盐效应原理加入硝酸钾,再加过量的氟化钾,使硅酸完全生成氟硅酸钾沉淀;沉淀在沸水中完全水解产生等量的氢氟酸,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,然后换算为二氧化硅含量。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 氢氧化钾。

5.5.2.2 硝酸钾。

5.5.2.3 过氧化氢。

5.5.2.4 硝酸溶液:1+1。

5.5.2.5 氟化钾溶液:150 g/L,贮存于塑料瓶中。

5.5.2.6 硝酸钾乙醇溶液:50 g/L;

称取约 5 g 硝酸钾,置于烧杯中,加 40 mL 水溶解,再加入 95 % 乙醇 50 mL,混匀,用水稀释至 100 mL。加 3 滴酚酞指示液,滴加氢氧化钠标准滴定溶液至微红色。使用时溶液温度应低于 25 ℃。

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

5.5.2.8 溴百里酚蓝-酚红指示液;

各称取溴百里酚蓝和酚红 0.2 g,分别溶于 20 mL 无水乙醇中,各加 30 mL 热水,搅拌至完全溶解。将两份溶液混匀。

5.5.3 分析步骤

称取约 0.2 g 试样 A,精确至 0.000 2 g,置于盛有 2 g 氢氧化钾的镍坩埚中,盖上坩埚盖。置于砂浴上缓慢加热,使试样熔融完全,冷却。用沸水将熔融物洗至 400 mL 塑料烧杯中,用少量硝酸溶液和热水冲洗坩埚 2~3 次,洗液合并于同一烧杯中,加 20 mL 硝酸溶液,保持总体积不超过 40 mL。加 1 滴过氧化氢,2 g 研细的硝酸钾,用塑料棒搅拌促使其溶解,冷却至 25 ℃ 以下。加 12 mL 氟化钾溶液,搅匀后,用塑料漏斗和中速滤纸过滤,用硝酸钾乙醇溶液冲洗烧杯 3 次转移沉淀,每次约 5 mL,再用硝酸钾乙醇溶液冲洗沉淀和滤纸 3 次,每次约 5 mL,然后将滤纸连同沉淀一同移入原烧杯中,沿杯壁四周加入 10 mL 硝酸钾乙醇溶液,加 2 滴溴百里酚蓝-酚红指示液,边搅拌边滴加氢氧化钠标准滴定溶液以中和残余酸,用烧杯中滤纸反复擦洗杯壁使中和完全,直至溶液呈蓝紫色为止(不计消耗体积)。

在烧杯中加入 200 mL 沸水,再补加 2 滴溴百里酚蓝-酚红指示液,立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈蓝紫色即为终点。

同时做空白试验:在 400 mL 塑料烧杯中,加 2 g 氢氧化钾,加少量水溶解,慢慢加入 20 mL 硝酸溶液,加水至约 40 mL。以下按试样的测定方法从“加 1 滴过氧化氢……”开始进行操作。

5.5.4 结果计算

二氧化硅含量以二氧化硅(SiO_2)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{[(V - V_0)/1\,000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗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 ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——二氧化硅($1/4\text{SiO}_2$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=15.02$)。

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%。

5.6 三氧化二铁含量的测定

5.6.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第3章。

5.6.2 试剂

同 GB/T 3049—2006 第4章。

5.6.3 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为4 cm或5 cm比色皿。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中6.3条规定,使用4 cm或5 cm比色皿及对应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

5.6.4.2 空白试验溶液 B 的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液 A(5.4.3.2)的制备完全相同,并同时处理。

5.6.4.3 测定

用移液管移取50 mL试验溶液 A(5.4.3.2)和空白试验溶液 B,分别移入100 mL容量瓶中,以下按 GB/T 3049—2006 的6.4条,从“加水至60 mL……”开始进行操作。

从工作曲线中查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

5.6.5 结果计算

铁含量以三氧化二铁(Fe_2O_3)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{1.430(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m(50/250)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

1.430——铁换算为三氧化二铁的系数。

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0.002%。

5.7 三氧化二铝含量的测定

5.7.1 方法提要

制备好的试验溶液,在酸性条件下加抗坏血酸,消除铁的干扰,在 pH 4~5 的乙酸介质中,加玫红三羧酸铵与铝生成微溶的红色配合物,在530 nm波长下用分光光度法测定吸光度,计算得出三氧化二铝含量。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 盐酸溶液:1+4。

5.7.2.2 氨水溶液:1+9。

5.7.2.3 抗坏血酸溶液:20 g/L。

5.7.2.4 玫红三羧酸铵溶液:0.5 g/L。

5.7.2.5 乙酸-乙酸铵缓冲溶液:pH 4~5。

5.7.2.6 铝标准溶液:1 mL 溶液含铝(Al)0.010 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铝标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.7.3 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为 1 cm 比色皿。

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 工作曲线的绘制

在一系列 100 mL 容量瓶中,加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铝标准溶液。各加水至 60 mL,用盐酸溶液调节 pH 约为 3(用精密试纸检验),各加 1 mL 抗坏血酸溶液,摇匀。加 10 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液,摇匀。加 3 mL 玫红三羧酸铵溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 15 min。使用分光光度计,在 530 nm 波长下,用 1 cm 的比色皿,以水调零,测量吸光度。

从标准溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以铝的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.7.4.2 测定

用移液管移取 15 mL 试验溶液 A(5.4.3.2)和空白试验溶液 B(5.6.4.2),分别置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至 60 mL,用氨水溶液调节 pH 值约为 3(用精密试纸检验),以下操作按绘制工作曲线的规定,从“各加 1 mL 抗坏血酸溶液……”开始,至“……测量吸光度”为止。根据测得的吸光度,从工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中的铝质量。

5.7.5 结果计算

三氧化二铝含量以三氧化二铝(Al_2O_3)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{1.890(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m(15/250)} \times 100 \quad \text{..... (4)}$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铝的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铝的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

1.890——铝换算为三氧化二铝的系数。

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 0.01 %。

5.8 水分的测定

5.8.1 方法提要

将试样在 105 °C 干燥 1 h,比较试样干燥前后的减少量,确定水分含量。

5.8.2 仪器、设备

电热恒温干燥箱:温度可控制在 105 °C ± 2 °C。

5.8.3 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于预先在 105 °C ± 2 °C 干燥至质量恒定的称量瓶中,在电热恒温干燥箱中干燥 1 h,取出置于干燥器中,冷却至室温,称量。如此反复操作直至质量恒定。

5.8.4 结果计算

水分以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——干燥前试料和称量瓶的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试料和称量瓶的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,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 0.02 %。

5.9 粒度的测定

5.9.1 方法提要

将试样放在规定筛网的标准筛内,人工筛分后,称量筛余物。

5.9.2 仪器、设备

试验筛:R40/3 系列, $\phi 200 \times 50$ — 2.36/1.0, $\phi 200 \times 50$ — 2.00/0.9, $\phi 200 \times 50$ — 0.106/0.071 (GB/T 6003.1—1997)。

5.9.3 分析步骤

将筛底、0.106 mm 试验筛、2.00 mm 试验筛、2.36 mm 试验筛按顺序由下至上装好,称取约 100 g 试样,精确至 0.1 g,放入装好的试验筛中,盖好筛盖,按水平方向以 2 次/s 的速度摇动,直至各筛层无试样通过为止,将 2.36 mm 试验筛和 0.106 mm 试验筛上的筛余物称量,精确至 0.01 g。

5.9.4 结果计算

粒度以 2.36 mm 试验筛筛余物质量分数 w_6 计,数值以%表示,按公式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

粒度以 0.106 mm 试验筛筛余物质量分数 w_7 计,数值以%表示,按公式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——2.36 mm 试验筛筛余物质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——0.106 mm 试验筛筛余物质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,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 0.5 %。

6 检验规则

6.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 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硅酸铅为一批。每批产品不超过 60 t。

6.3 按 GB/T 6678 规定的采样技术确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 1 000 g,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶(或塑料袋)中,密封。瓶(或袋)上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶(或袋)作为实验室样品,另一瓶(或袋)保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准要求时,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标准的要求时,则整批产品为不合格。

6.5 按 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7.1 工业硅酸铅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、净含量、批号(或生产日期)、本标准编号以及 GB/T 191—2008 规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的工业硅酸铅都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号(或生产日期)和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业硅酸铅采用两种包装方式。

8.1.1 塑料编织袋包装:内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋;外包装采用塑料编织袋。每袋净含量 20 kg 或 25 kg,或根据用户要求协商确定净含量。

8.1.2 涂膜柔性集装包装:采用涂膜柔性集装袋,每袋净含量 1 000 kg。

8.2 工业硅酸铅采用塑料编织袋包装,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外包装牢固缝合,不应有漏缝和跳线现象。工业硅酸铅采用涂膜柔性集装包装,袋口用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口。

8.3 工业硅酸铅在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮;不应与酸、碱类物质混运。

8.4 工业硅酸铅应贮存于干燥、阴凉处,防止雨淋、受潮;不应与酸、碱类物质混贮。

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

工 业 硅 酸 铅

HG/T 3248 2011

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 34 字数 16 千字

2012 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号:155025·1088

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:12.00 元

版权所有 违者必究