

ICS 71.060.50
G 12
备案号:30103—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4131—2010

工业硅酸钾

Potassium silicate for industrial use

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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。

本标准主要起草单位：上虞华宝化工有限公司、青岛东岳泡花碱有限公司、上海江桥焊条辅料厂有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：弓创周、罗茂祥、林凤梅、刘云芳。

本标准为首次发布。

工业硅酸钾

1 范围

本标准规定了工业硅酸钾的分类、分型、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于工业液体硅酸钾和工业固体硅酸钾。该产品主要用作染料、防火剂、电焊条粘合剂及无机涂料粘结剂,还可用于肥皂、医药、耐火材料的生产等。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780 : 1997)

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696 : 1987)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示方法和判定

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 分子式

分子式: $K_2O \cdot nSiO_2$

4 分类、分型

工业硅酸钾分为两类。

I类:液体硅酸钾。II类:固体硅酸钾。

液体硅酸钾按照模数不同分I型(2.4 M)、II型(3.4 M)两种型号,每个型号再分为一等品、合格品两个等级。

5 要求

5.1 外观:液体硅酸钾为无色、略带色的透明或半透明黏稠状液体;固体硅酸钾为略带色的透明或半透明玻璃状固体。

5.2 工业硅酸钾应符合表1要求。

表 1 要求

项 目	指 标				
	I 类(液体)				II 类 (固体)
	I 型		II 型		
	一等品	合格品	一等品	合格品	
密度(20℃)/(g/cm ³)	1.394~1.450		1.355~1.408		—
氧化钾(K ₂ O)w/%	≥	15.5	11.5		31.0
二氧化硅(SiO ₂)w/%	≥	24.0	25.0		65.5
模数	2.20~2.50		3.10~3.40		3.10~3.40
可溶固体 w/%	≥	—	—	—	98.5
硫(S)w/%	≤	0.03	0.05	0.03	0.05
磷(P)w/%	≤	0.03	0.05	0.03	0.05
水不溶物 w/%	≤	0.05	0.10	0.10	0.30
黏度(20℃)/Pa·s	协议				—

6 试验方法

6.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。部分试剂具有挥发性,必要时,需在通风橱中进行。

6.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、制剂和制品,在没有注明其他规定时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 外观判别

在自然光下,用目视法判定外观。

6.4 密度(液体产品)

6.4.1 方法提要

密度计在被测液体中达到平稳状态时与弯液面相切的刻度为该液体的密度。

6.4.2 仪器、设备

6.4.2.1 浮子式玻璃密度计:分度值为 0.001 g/cm³;

6.4.2.2 恒温水浴:温度波动范围小于 0.5℃;

6.4.2.3 量筒:250 mL;

6.4.2.4 温度计:0℃~100℃,分度值为 0.1℃。

6.4.3 分析步骤

将待测试样注入清洁、干燥的量筒内,不得有气泡,将量筒置于 20℃±0.5℃的恒温水浴中。待温度恒定后,将清洁、干燥的密度计缓缓地放入试样中。其下端应离筒底 2 cm 以上,不能与筒壁接触,密度计的上端露在液面外的部分所沾液体不得超过分度。待密度计在试样中稳定后,读出与弯液面相切的刻度为密度的数值。

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 g/cm³。

6.5 氧化钾含量的测定

6.5.1 方法提要

以甲基红为指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定总碱度,来测定氧化钾的含量。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl}) \approx 0.2 \text{ mol/L}$ 。

a) 配制:量取 18 mL 盐酸,注入 1 000 mL 水中,摇匀。

b) 标定:称取约 0.4 g 于 $270^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定的基准无水碳酸钠,精确至 0.000 2 g,溶于 50 mL 水中,其余参考 HG/T 3696.1 中“4.2 盐酸标准滴定溶液”。

6.5.2.2 甲基红指示液:1 g/L。

6.5.3 仪器、设备

6.5.3.1 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 、 $180^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$;

6.5.3.2 玛瑙研钵;

6.5.3.3 压力溶弹:50 mL。

6.5.4 试验溶液的制备

6.5.4.1 液体硅酸钾试验溶液的制备

称取约 5 g 液体硅酸钾试样,精确至 0.000 2 g,移入 250 mL 容量瓶中,用水溶解,稀释至刻度,摇匀。

6.5.4.2 固体硅酸钾试验溶液的制备

将待测试样置于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中烘干 1 h,用玛瑙研钵研细至无颗粒感为止,置于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 电热恒温干燥箱内干燥至质量恒定。称取约 1.0 g~1.1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于压力溶弹内,加入约 2 mL 水,盖紧溶弹盖,置于电热恒温干燥箱中,使温度升至 $180^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$,保持 2 h。取出溶弹,温度降到 40°C 时,用 80°C 以上的水将试样溶解,转移至 250 mL 容量瓶中,冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于固体中氧化钾、二氧化硅、硫含量的测定。

6.5.5 测定

用移液管移取 50 mL 试验溶液置于 250 mL 锥形瓶内,加 10 滴甲基红指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为微红色即为终点。滴定后的溶液为试验溶液 B,保留此溶液用于测定二氧化硅含量。

6.5.6 结果计算

氧化钾含量以氧化钾(K_2O)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\,000)cM/2}{m(50/250)} \times 100 \quad (1)$$

式中:

V——滴定所消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m——试样质量的数值,单位为克(g);

M——氧化钾(K_2O)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=94.20$)。

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 0.1%。

6.6 二氧化硅含量的测定

6.6.1 方法提要

在已测定氧化钾含量后的溶液中,加入过量氟化钠,生成定量的氢氧化钠,再加入过量盐酸溶液中和,然后用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 氟化钠;

6.6.2.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl}) \approx 0.5 \text{ mol/L}$;

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

6.6.2.4 甲基红指示液:1 g/L。

6.6.3 分析步骤

在测定氧化钾含量后的试验溶液 B(6.5.5)中,加入 $3.0 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$ 氟化钠,摇动使其溶解,此时溶液又变成黄色,立即用盐酸标准滴定溶液滴定至红色不变,再过量 $2 \text{ mL} \sim 3 \text{ mL}$,准确记录盐酸标准滴定溶液的总体积,然后用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至黄色为终点。

同时做空白试验,在 250 mL 锥形瓶中,加约 50 mL 水、10 滴甲基红指示液,加入 $3 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$ 氟化钠,立即用盐酸标准滴定溶液滴定至红色不变,再过量 $2 \text{ mL} \sim 3 \text{ mL}$,准确记录盐酸标准滴定溶液的总 体 积,然后 用 氢 氧 化 钠 标 准 滴 定 溶 液 滴 定 至 黄 色 为 终 点。

6.6.4 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,液体样品、固体样品分别按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{[(c_1 V_1 - c_2 V_2) - (c_1 V_3 - c_2 V_4)] M / 4}{m \times 1000 \times (50 / 250)} \times 100 \quad (2)$$

式中:

c_1 ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

c_2 ——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_1 ——滴定中所消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定中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_3 ——空白试验消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_4 ——空白试验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 ——二氧化硅(SiO_2)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=60.08$);

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 0.2% 。

6.7 可溶固体含量的计算(固体)

6.7.1 方法提要

固体试样溶解后,测得的氧化钾的质量分数与二氧化硅的质量分数之和即为可溶固体总含量。

6.7.2 结果计算

可溶固体含量以可溶固体的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = w_1 + w_2 \quad (3)$$

式中:

w_1 ——按 6.5 测得固体试样的氧化钾(K_2O)的质量分数,数值以%表示;

w_2 ——按 6.6 测得固体试样的二氧化硅(SiO_2)的质量分数,数值以%表示。

6.8 模数的计算

模数以二氧化硅摩尔数与氧化钾摩尔数的比值 M 计,按式(4)计算:

$$M = \frac{1.568 w_2}{w_1} \quad (4)$$

式中:

w_1 ——按 6.5 测得氧化钾(K_2O)的质量分数,数值以%表示;

w_2 ——按 6.6 测得二氧化硅(SiO_2)的质量分数,数值以%表示;

1.568——氧化钾相对分子质量与二氧化硅相对分子质量的比值。

6.9 硫含量的测定

6.9.1 方法提要

在酸性介质中钡离子与硫酸根离子生成白色硫酸钡沉淀,与标准比浊溶液比对。

6.9.2 试剂

6.9.2.1 盐酸溶液:1+5。

6.9.2.2 氯化钡溶液:100 g/L。

6.9.2.3 硫标准溶液:1 mL 溶液含有硫(S)0.1 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的硫(S)标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.9.2.4 酚酞指示液:10 g/L。

6.9.3 仪器、设备

恒温水浴箱:温度能控制在 $45\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.9.4 分析步骤

称取 $0.50\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 液体试样;对于固体产品,准确移取 25 mL 试验溶液 A(6.5.4.2),置于 50 mL 比色管中,加 10 mL 水溶解。加 1 滴酚酞指示液,用盐酸溶液中和至刚由红色变为无色,再加入 5 mL 盐酸溶液、2 mL 氯化钡溶液,加水至刻度,摇匀。置于 $45\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴中,10 min 后比较,其浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是用移液管按产品规格分别移取,Ⅰ类液体产品的一等品和合格品分别移取 1.50 mL 和 2.50 mL 硫标准溶液;Ⅱ类(固体)产品移取 1.10 mL 硫标准溶液。置于 50 mL 比色管中,与试样同时同样处理。

6.10 磷含量的测定

6.10.1 方法提要

用氢氟酸处理试样除去二氧化硅,加入磷试剂甲和磷试剂乙与试样中的磷显色,与标准比色溶液比较。

6.10.2 试剂

6.10.2.1 氢氟酸。

6.10.2.2 硫酸。

6.10.2.3 硫酸溶液:1+6。

6.10.2.4 氢氧化钠溶液:20 g/L。

6.10.2.5 磷试剂甲。

6.10.2.6 磷试剂乙。

6.10.2.7 磷标准溶液:1 mL 溶液含有磷(P)0.1 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的磷(P)标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.10.2.8 饱和 2,4-二硝基酚指示液。

6.10.3 仪器、设备

6.10.3.1 铂坩埚:容积 30 mL;

6.10.3.2 恒温水浴箱:温度能控制在 $60\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.10.4 分析步骤

称取 $0.50\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 30 mL 铂坩埚中,加入 8 滴~10 滴硫酸、15 mL 氢氟酸,小火加热,待蒸发近干冒硫酸的浓烟时,取下冷却。残渣用 10 mL~20 mL 水分数次加热溶解并全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 20 mL 试验溶液于 50 mL 比色管中,加入 1 滴~2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液,用氢氧化钠溶液中和至由淡黄色变为无色,加水至 25 mL,加入 4 mL 硫酸溶液、1 mL 磷试剂甲和 1 mL 磷试剂乙,摇匀。置于 $60\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴中保温 15 min,所呈颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是一等品、合格品分别移取 0.3 mL、0.5 mL 磷标准溶液,置于 50 mL 比色管中,与试样同时同样处理。

6.11 水不溶物含量的测定

6.11.1 试剂和材料

6.11.1.1 酚酞指示液:10 g/L;

6.11.1.2 酸洗石棉。

取适量酸洗石棉,浸泡在1+3盐酸溶液中,煮沸20 min,用布氏漏斗过滤并用水洗涤至中性。再用50 g/L氢氧化钠溶液浸泡并煮沸20 min,用布氏漏斗过滤并用水洗涤至中性(用酚酞指示液检查)。用水调成稀糊状,备用。

6.11.2 仪器、设备

古氏坩埚:容量30 mL。

将古氏坩埚置于抽滤瓶上,在筛板上下各均匀地铺上厚约3 mm处理过的酸洗石棉,用70℃~80℃的水洗至滤液中不含石棉毛为止。取下坩埚于105℃±2℃干燥,冷却后称量。再用热水洗涤,于105℃±2℃干燥,冷却后称量。如此重复,直至坩埚质量恒定为止。

6.11.3 分析步骤

称取约5 g试样,精确至0.01 g,置于400 mL烧杯中,用约300 mL 60℃~80℃的水溶解,用已于105℃±2℃干燥至质量恒定的古氏坩埚过滤,用60℃~80℃的水洗涤残渣至无碱性反应(用酚酞指示液检查)为止。将坩埚和残渣于105℃±2℃干燥至质量恒定。

6.11.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad (5)$$

式中:

m_1 ——古氏坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——水不溶物和古氏坩埚质量的数值,单位为克(g);

m ——试样质量的数值,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%。

6.12 黏度的测定

6.12.1 方法提要

测定硅酸钾与转子作相对运动的阻力,表示硅酸钾的黏度。

6.12.2 仪器

6.12.2.1 恒温水浴:温度波动范围小于0.5℃;

6.12.2.2 温度计:分度值0.1℃;

6.12.2.3 旋转黏度计:测量误差小于±0.5%;

6.12.2.4 容器:直径6 cm~7 cm,高度不低于11 cm;

6.12.2.5 秒表:精度0.2 s。

6.12.3 分析步骤

根据试样黏度大小,由所用仪器的量程表中选择适宜的转子及转速。将试样和转子恒温至20℃±0.5℃,并保持试样温度均匀,待数值稳定后读出旋转黏度计的指示数值。

6.12.4 结果计算

以Pa·s表示的20℃时试样的绝对黏度(η),按式(6)计算:

$$\eta = K a \times 10^{-3} \quad (6)$$

式中:

K ——由所用仪器的系数表中查得的换算系数;

a ——指针所指读数。

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 $0.1 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 。

7 检验规则

7.1 本标准要求的指标项目为出厂检验项目,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同一级别的产品为一批。液体硅酸钾每批产品不超过 80 t,固体硅酸钾每批产品不超过 80 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。桶装采样时,将桶内产品混匀,用塑料采样器插入至桶内 $3/4$ 处,待样品充满后将上端封闭,取出。每桶所取量不得少于 100 mL,采样总量不得少于 1 000 mL。槽车或贮槽装运时,用采样瓶从深度不同的上、中、下三处取出等量试样,混匀,总样量不少于 1 000 g。将所采样品分装于两个清洁、干燥的具塞塑料瓶中,密封。固体硅酸钾的采样方法:按确定的采样单元数,随机取样。每袋所取样品不少于 50 g。将所取样品充分混合,用四分法缩分至约 500 g,立即装入两个清洁、干燥的广口塑料瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、类别、型号、级别、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

7.4 生产厂应保证每批生产的工业硅酸钾产品都符合本标准的要求。

7.5 检验结果中如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样(槽车或贮槽则重新取两倍量的样品)进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

7.6 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判断检验结果是否符合本标准。

8 标志、标签

8.1 工业硅酸钾包装上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、型号、级别、净含量、批号(或生产日期)、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”、“怕晒”标志。

8.2 每批出厂的工业硅酸钾都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、型号、级别、净含量、批号(或生产日期)、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业液体硅酸钾采用清洁的铁桶、塑料桶或槽车密封包装,采用压边、抱箍或螺旋方式封口,每桶净重为 150 kg、250 kg 或 300 kg。工业固体硅酸钾采用塑料编织袋包装,采用缝合,也可以用维尼龙绳或其他质量相当的绳封口,每袋净含量 50 kg,也可根据用户要求的规格进行包装。

9.2 工业硅酸钾在运输过程中应轻装轻卸,防止容器破损,防止雨淋、受潮和曝晒。

9.3 工业硅酸钾应贮存于通风、干燥的仓库内。

中华人民共和国

化工行业标准

工业硅酸钾

HG/T 4131—2010

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)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数16千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0874

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