

工业偏硅酸钠

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业偏硅酸钠的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业偏硅酸钠。该产品主要用作洗涤剂 and 金属清洗剂的助剂,还用于人造沸石、纸张漂白、棉纱蒸煮等方面。

2 引用标准

GB 191 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法

GB/T 5950 建筑材料与非金属矿产品白度试验方法通则

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

GB 8946 塑料编织袋

GB 8947 复合塑料编织袋

3 产品分类

工业偏硅酸钠分为二类:

I类:五水偏硅酸钠

分子式: $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量:212.14(按1989年国际相对原子质量)

II类:九水偏硅酸钠

分子式: $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量:284.20(按1989年国际相对原子质量)

4 技术要求

4.1 外观:白色结晶颗粒或粉末。

4.2 工业偏硅酸钠应符合下表要求。

%(m/m)

项 目	指 标			
	I 类			II 类
	优等品	一等品	合格品	
总碱量(以 Na ₂ O 计)	28.5~30.0	28.0~30.5		20.0~22.0
二氧化硅(以 SiO ₂ 计)含量	27.3~29.2	27.0~29.0		19.0~22.0
铁(Fe)含量 ≤	0.03	0.05	0.08	0.05
水不溶物含量 ≤	0.20	0.30	—	0.30
白度 ≥	75	70	—	70

5 试验方法

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 中规定的三级水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、试剂和制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

5.1 总碱量的测定

5.1.1 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量。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 盐酸(GB/T 622)标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约 0.2 mol/L。

5.1.2.1.1 配制:量取 18 mL 盐酸,注入 1 000 mL 水中,摇匀。

5.1.2.1.2 标定:称取约 0.4 g 于 270~300℃ 灼烧至恒重的基准无水碳酸钠(GB/T 1255),称准至 0.000 1 g。溶于 50 mL 水中,加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液,用配制好的盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色,煮沸 2 min,冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。同时作空白试验。

5.1.2.1.3 计算

盐酸标准滴定溶液浓度 c 按式(1)计算:

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.05299} \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——无水碳酸钠的质量, g;

V_1 ——滴定消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

0.05299——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的无水碳酸钠的质量。

5.1.2.2 甲基红(HG/T 3-958)乙醇溶液: 1 g/L。

5.1.3 分析步骤

5.1.3.1 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样(I类产品)或约 8 g 试样(II类产品),(精确至 0.000 2 g)。置于 250 mL 烧杯中,加 200 mL 水溶解。全部转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A。

5.1.3.2 测定

用移液管移取 50 mL 试验溶液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,加 8~12 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,保留此溶液为试验溶液 B,供测定二氧化硅含量用。

5.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的总碱量(以 Na₂O 计)X₁ 按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{c \cdot V \times 0.03099}{m \times \frac{50}{500}} \times 100$$

$$= \frac{30.99 \times c \cdot V}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: c——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V——滴定消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

m——试料的质量, g;

0.03099——与 1.00mL 盐酸标准滴定溶液 [c(HCl)=1.000mol/L] 相当的以克表示的氧化钠的质量。

5.1.5 允许差

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 0.1%。

5.2 二氧化硅含量的测定

5.2.1 方法提要

在已测定总碱量后的溶液中, 加入过量氟化钠, 生成定量的氢氧化钠。加入过量盐酸溶液, 再用氢氧化钠标准滴定溶液反滴定。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 盐酸(GB/T 622)标准滴定溶液: c(HCl) 约 0.5mol/L;

5.2.2.2 氢氧化钠(GB/T 629)标准滴定溶液: c(NaOH) 约 0.5mol/L;

5.2.2.3 氟化钠(GB/T 1264);

5.2.2.4 甲基红(HG/T 3-958)乙醇溶液: 1g/L。

5.2.3 分析步骤

在测定总碱量后的试验溶液 B 中, 加入 1.5±0.1g 氟化钠, 摇动使其溶解, 此时溶液又变为黄色, 立即用盐酸标准滴定溶液滴定至微红色不变, 再过量 2~3mL, 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 250mL 锥形瓶中, 加约 50mL 水、8~12 滴甲基红指示液, 加入 1.5±0.1g 氟化钠, 摇动使其溶解, 立即用盐酸标准滴定溶液滴定至微红色, 再过量 2~3mL, 准确记录盐酸标准滴定溶液的的总体积。然后用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至黄色为终点。

5.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的二氧化硅(SiO₂)含量 X₂ 按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{[(c_1V_1 - c_2V_2) - (c_1V_3 - c_2V_4)] \times 0.01502}{m \times \frac{50}{500}} \times 100$$

$$= \frac{15.02[(c_1V_1 - c_2V_2) - (c_1V_3 - c_2V_4)]}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中: c₁——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

c₂——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V₁——滴定消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V₂——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V₃——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V₄——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m——5.1.3.2 条测定总碱量的试料的质量, g;

0.01502——与 1.00mL 盐酸标准滴定溶液 [c(HCl)=1.000mol/L] 相当的以克表示的二氧化硅的质

量。

5.2.5 允许差

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0.2%。

5.3 铁含量的测定

5.3.1 方法提要

同GB/T 3049第2条。

5.3.2 试剂和材料

同GB/T 3049第3条。

5.3.3 仪器、设备

同GB/T 3049第4条。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 工作曲线的绘制

按GB/T 3049第5.3条规定,使用3cm吸收池及相应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

5.3.4.2 试验溶液的制备

称取约5g试样(精确至0.01g)。置于400mL烧杯中,加入150mL水溶解,滴加15mL 1+1盐酸溶液,煮沸3~5min,冷却,必要时过滤。全部转移到250mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.3.4.3 空白试验溶液的制备

在250mL容量瓶中加入200mL水、15mL 1+1盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

5.3.4.4 测定

用移液管分别移取10mL试验溶液及10mL空白试验溶液,分别置于100mL容量瓶中,用1+9氨水调节pH值接近2(用精密pH试纸检验)。加入2.5mL抗坏血酸溶液、10mL缓冲溶液、5mL邻菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

使用3cm的吸收池,按GB/T 3049第5.4.2条的规定测量吸光度。

5.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量 X_3 按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-3}}{m \frac{10}{250}} \times 100$$

$$= \frac{2.5(m_1 - m_2)}{m} \dots \dots \dots (4)$$

式中: m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度,从工作曲线上查出铁的质量,mg;

m_2 ——根据测得的空白试验溶液吸光度,从工作曲线上查出铁的质量,mg;

m ——试样质量,g。

5.3.6 允许差

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0.005%。

5.4 水不溶物含量的测定

5.4.1 试剂和材料

5.4.1.1 盐酸(GB/T 622)溶液:1+3;

5.4.1.2 氢氧化钠(GB/T 629)溶液:50g/L;

5.4.1.3 酚酞(GB/T 10729)乙醇溶液:10g/L;

5.4.1.4 酸洗石棉(HG/T 3-1062);

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

调成稀糊状,备用。

5.4.2 仪器、设备

古氏坩埚:容量 30mL。

将古氏坩埚置于抽滤瓶上,在筛板上下各均匀地铺上厚约 2mm 处理过的酸洗石棉,用热水洗至滤液中不含石棉毛为止。取下坩埚于 $110 \pm 5^\circ\text{C}$ 干燥,冷却后称量;再用热水洗涤,于 $110 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘干,冷却后称量;如此重复,直至坩埚恒重为止。

5.4.3 分析步骤

称取约 5g 试样(精确至 0.01g),置于 500mL 烧杯中,加入 300mL 热水溶解。用已于 $110 \pm 5^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的铺有酸洗石棉的古氏坩埚过滤,用热水洗涤至中性为止(用酚酞指示液检验)。于 $110 \pm 5^\circ\text{C}$ 干燥至恒重。

5.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量 X_4 按式(5)计算:

$$X_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中: m_1 ——古氏坩埚的质量, g;

m_2 ——水不溶物和古氏坩埚的质量, g;

m ——试样质量, g。

5.4.5 允许差

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 0.02%。

5.5 白度的测定

5.5.1 仪器、设备

5.5.1.1 白度仪:同 GB/T 5950 第 3 条的规定;

5.5.1.2 标准白板:GB/T 5950 第 4 条规定的氧化镁标准白板;

5.5.1.3 工作白板:同 GB/T 5950 第 5 条规定。

5.5.2 分析步骤

按 GB/T 5950 第 6 条规定进行。

5.5.3 分析结果的表述

按 GB/T 5950 第 7 条规定进行。

5.5.4 允许差

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 1%。

6 检验规则

6.1 工业偏硅酸钠应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。每批出厂的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、类别、等级、净重、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和标准编号。

6.2 使用单位有权按照本标准的规定对收到的工业偏硅酸钠进行验收。验收应在货到之日算起一个月内进行。

6.3 每批产品不超过 100t。

6.4 按照 GB/T 6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的中心线垂直插入至料层深度的 3/4 处采样,将所采样品充分混合,用四分法缩分至约 500g,立即装入两个清洁、干燥的广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、类别、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存一个月备查。

6.5 检验结果如有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装中采样核验,核验结果即使

只有一项指标不符合本标准要求,整批产品不能验收。

6.6 当供需双方对产品质量发生异议时,按《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

6.7 采用 GB 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 工业偏硅酸钠包装袋上应有牢固、清晰的标志,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、类别、等级、净重、批号或生产日期、本标准编号及 GB 191 规定的“怕湿”标志。

7.2 工业偏硅酸钠采用双层包装,内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不小于 0.07mm,内袋包装容积应大于外袋;外包装采用塑料编织袋或复合塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB 8946、GB 8947 的规定。每袋净重 25、40、50kg。

包装的内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,外包装采用缝包机缝口,缝线应整齐,针距均匀,无漏缝和跳线现象。

7.3 工业偏硅酸钠在运输过程中应避免雨淋、受潮和曝晒。

7.4 工业偏硅酸钠应贮存在通风干燥的库房内。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院、天津碱厂、青岛泡花碱厂、天津东方红化工厂负责起草。

本标准主要起草人姜俊华、吴洪发、王本茂、刘宗昌、苏凯瑛。

本标准参照采用英国标准 BS 3984—1982《五水合偏硅酸钠》和日本标准 JIS K 1408—1985《固态硅酸钠》。