

前 言

本行业标准依据国内企业标准,并根据实际生产情况和用户要求制定。

与现有企业标准区别如下:

1 对我国企业标准所包括的类别进行合理的归纳,按钾钠比分为三类,其中Ⅲ类产品依模数高低分为两型。

2 严格控制磷、硫指标,并对Ⅲ类 2 型高模数产品增加粘度指标,以满足用户要求。

3 试验方法中密度、氧化钠含量、二氧化硅含量、模数和粘度的测定等效采用 ISO 方法。

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。

本标准起草单位:化学工业部天津化工研究院、山东青岛泡花碱厂。

本标准主要起草人:姚锦娟、田毓琪、张月花。

本标准委托化学工业部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

工业硅酸钾钠

HG/T 2830—1997

Sodium potassium silicate for industrial use

1 范围

本标准规定了工业硅酸钾钠的要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以碳酸钾和碳酸钠与石英砂为原料生产的硅酸钾钠系列产品。该产品主要用于电焊条制造中作粘合剂、电视萤光体原料、精密铸造中配料、地质钻井中作防水剂等。

分子式： $xK_2O \cdot yNa_2O \cdot zSiO_2$

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

3 分类

本标准按钾钠比的不同将工业硅酸钾钠分为三类：

I类：钾钠比为1:1；

II类：钾钠比为2:1；

III类：钾钠比为4:1。

4 要求

4.1 外观：无色、略带色的透明或半透明粘稠状液体。

4.2 工业硅酸钾钠应符合表1要求。

表1 要求

项 目	指 标			
	I	II	III	
			1 型	2 型
密度(20℃)/(g/cm ³)	1.408~1.436	1.436~1.465	1.394~1.422	1.465~1.495
氧化钾(K ₂ O)含量/% \geq	5.50	8.50	10.0	10.5

中华人民共和国化学工业部 1997-02-04 批准

1997-10-01 实施

表 1(完)

项 目		指 标			
		I	II	III	
				1 型	2 型
氧化钠(Na_2O)含量/%	\geq	5.50	4.20	2.50	2.50
二氧化硅(SiO_2)含量/%	\geq	24.0	25.0	24.0	29.0
模数		2.50~2.70	2.50~2.70	2.50~2.70	2.80~3.00
硫(S)含量/%	\leq	0.05			
磷(P)含量/%	\leq	0.05			
水不溶物含量/%	\leq	0.2	0.3	0.2	0.3
粘度(20℃)/(Pa·s)	\geq	—	—	—	1.5

5 采样

5.1 每批产品不超过 80 t。

5.2 按 GB/T 6678 的 6.6 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。每桶所取重量不得少于 100 g。采样总量不得少于 1 000 g。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。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、类别、型号、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存三个月备查。

5.3 试验结果如有一项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核验,核验结果即使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 试验方法

6.1 本标准中规定的所有九项指标项目为型式试验项目,其中密度、氧化钾含量、氧化钠含量、二氧化硅含量、模数、硫含量、粘度七项为常规试验项目,应逐批试验。在正常生产情况下,三个月至少进行一次型式试验。

6.2 采用 GB/T 1250 的 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

6.3 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 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 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

6.4 密度的测定

6.4.1 方法提要

由密度计在被测液体中达到平稳状态时所浸没的深度读出该液体的密度。

6.4.2 仪器、设备

6.4.2.1 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:0~50℃,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,读出密度计弯月面下缘的刻度,即为 20℃ 试样的密度。

6.4.4 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 0.002 g/cm³。

6.5 氧化钾含量的测定

6.5.1 方法提要

用氢氟酸处理试料除去二氧化硅,再加入高氯酸生成高氯酸盐,用无水乙醇洗涤钠盐,以重量法测定氧化钾含量。

6.5.2 试剂和材料

6.5.2.1 氢氟酸;

6.5.2.2 高氯酸;

6.5.2.3 无水乙醇;

6.5.2.4 盐酸溶液:1+1。

6.5.3 仪器、设备

6.5.3.1 铂坩埚:容积 30 mL;

6.5.3.2 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm~15 μm。

6.5.4 分析步骤

称取约 1 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于铂坩埚中,加 10 mL 热水溶解,于通风橱中,加 2 滴盐酸溶液、10 mL 氢氟酸,置于电炉上加热蒸发至 10 mL 左右,加 8 mL 高氯酸继续蒸发至溶液近干,冷却至室温,加 20 mL 无水乙醇溶解,用预先于 105℃~110℃ 下干燥至恒重的玻璃砂坩埚抽滤,用约 150 mL 无水乙醇将沉淀洗入坩埚中,滤液应清澈透明,如有混浊应重新抽滤。将坩埚和沉淀于 105℃~110℃ 下干燥至恒重。

6.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化钾(K₂O)含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 0.3399 \times 100$$

$$= \frac{33.99 \times (m_1 - m_2)}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——坩埚和沉淀的质量, g;

m_2 ——坩埚的质量, g;

m ——试料的质量, g;

0.3399——高氯酸钾换算为氧化钾的系数。

6.5.6 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 0.08%。

6.6 氧化钠含量的测定

6.6.1 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。减去以氧化钠计的氧化钾含量,即为氧化钠的含量。

6.6.2 试剂和材料

6.6.2.1 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约 0.2 mol/L;

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

6.6.2.1.2 标定:称取约 0.4 g 于 270℃~300℃ 灼烧至恒重的基准无水碳酸钠(称准至 0.000 1 g),溶于 50 mL 水中,加 10 滴溴甲酚绿-甲基红指示液,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。

6.6.2.1.3 计算

以 mol/L 计的盐酸标准滴定溶液的实际浓度 c 按式(2)计算:

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_0) \times 0.05299} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m ——无水碳酸钠的质量, g;

V_1 ——滴定所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白试验消耗的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。

6.6.2.2 甲基红指示液: 1 g/L。

6.6.3 分析步骤

称取约 1 g 试样(精确至 0.0002 g),移入 250 mL 锥形瓶中,用 50 mL 水溶解,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。此溶液为试验溶液 A,保留此溶液供测定二氧化硅含量用。

6.6.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化钠(Na_2O)含量 X_2 按式(3)计算:

$$\begin{aligned} X_2 &= \frac{V_c \times 0.03099}{m} \times 100 - 0.6596 \times X_1 \\ &= \frac{V_c \times 3.099}{m} - 0.6596 \times X_1 \quad \dots\dots\dots(3) \end{aligned}$$

式中: c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定中消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

X_1 ——按 6.5 测得的以质量百分数表示的氧化钾含量;

0.6596——氧化钾换算为氧化钠的系数;

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

6.6.5 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 0.08%。

6.7 二氧化硅含量的测定

6.7.1 方法提要

在已测定氧化钠含量后的溶液中,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返滴定。

6.7.2 试剂和材料

6.7.2.1 氟化钠;

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

6.7.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.1 mol/L;

6.7.2.4 甲基红指示液: 1 g/L。

6.7.3 分析步骤

在测定氧化钠含量后的试验溶液 A(6.6.3)中,加入 $3.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 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微红色不变,再过量 2 mL~3 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 $3.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$

氟化钠,立即用盐酸标准滴定溶液滴定至微红色不变,再过量 2 mL~3 mL,准确记录盐酸标准滴定溶液的总积。然后用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至黄色为终点。

6.7.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的二氧化硅(SiO_2)含量 X_3 按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{[(c_1 V_1 - c_2 V_2) - (c_1 V_3 - c_2 V_4)] \times 0.015\ 02}{m} \times 100$$

$$= \frac{[(c_1 V_1 - c_2 V_2) - (c_1 V_3 - c_2 V_4)] \times 1.502}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中: c_1 ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定中消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定中消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_3 ——空白试验消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_4 ——空白试验消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——6.6 条测定氧化钠含量的试料的质量, g;

0.015 02——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000\text{ mol/L}$] 相当的以克表示的二氧化硅的质量。

6.7.5 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%。

6.8 模数的计算

模数(M)按式(5)计算:

$$M = \frac{X_3}{0.659\ 6 \times X_1 + X_2} \times 1.032 \dots\dots\dots (5)$$

式中: X_1 ——按 6.5 测得的以质量百分数表示的氧化钾(K_2O)含量;

X_2 ——按 6.6 测得的以质量百分数表示的氧化钠(Na_2O)含量;

X_3 ——按 6.7 测得的以质量百分数表示的二氧化硅(SiO_2)含量;

0.659 6——氧化钾换算为氧化钠的系数;

1.032——氧化钠分子量与二氧化硅分子量的比值。

6.9 硫含量的测定

6.9.1 方法提要

在微酸性介质中,用氯化钡沉淀硫酸根离子,与硫酸钡标准比浊溶液比浊。

6.9.2 试剂和材料

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 0.1 mg S;

6.9.2.4 酚酞指示液:10 g/L。

6.9.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样(精确至 0.01 g),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,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 40℃~50℃ 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移取 2.5 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

用氢氟酸处理试料除去二氧化硅,加入磷试剂甲和磷试剂乙与试料中的磷显色,与标准比色溶液

比较。

6.10.2 试剂和材料

- 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 0.1 mg P；
- 6.10.2.8 饱和 2,4-二硝基酚指示液。

6.10.3 仪器、设备

铂坩埚：容积 30 mL；

6.10.4 分析步骤

称取约 0.5 g 试样(精确至 0.01 g)，置于 30 mL 铂坩埚中，加入 15 mL 氢氟酸，8~10 滴硫酸，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。

用移液管移取 20 mL 试验溶液于 50 mL 比色管中，加入 1~2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液，用氢氧化钠溶液中和，加水至 25 mL，加入 4 mL 硫酸溶液、1 mL 磷试剂甲和磷试剂乙，摇匀。置于 60℃ 水浴中保温 15 min，所呈颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是移取 0.5 mL 磷标准溶液，置于 50 mL 比色管中，与试料同时同样处理。

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 60℃~80℃ 的水洗至滤液中不含石棉毛为止。取下坩埚于 105℃~110℃ 干燥，冷却后称量。再用热水洗涤，于 105℃~110℃ 干燥，冷却后称量。如此重复，直至坩埚恒重为止。

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℃~110℃ 干燥至恒重的古氏坩埚过滤，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℃~110℃ 干燥至恒重。

6.11.4 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(6)计算：

$$X_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

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 ——试料的质量，g。

6.11.5 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%。

6.12 粘度的测定

6.12.1 方法提要

测定硅酸钾钠与转子作相对运动的阻力,表示硅酸钾钠的粘度。

6.12.2 仪器、设备

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 旋转粘度计: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

6.12.3.1 根据试样粘度大小,由所用仪器的量程表中选择适宜的转子及转速。

6.12.3.2 将试样和转子恒温至 20℃±0.5℃,并保持试样温度均匀,读出转子旋转 60 s±2 s 时的指示数值。

6.12.4 分析结果的表述

以 Pa·s 表示的 20℃时试样的绝对粘度(η)按式(7)计算:

$$\eta = K\alpha \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:K——由所用仪器的系数表中查得的换算系数;

α ——指针所指读数。

6.12.5 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 Pa·s。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 工业硅酸钾钠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、商标、类别、型号、净重、批号或生产日期和本标准编号。

7.2 每批出厂的工业硅酸钾钠都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、类别、型号、净重、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。

7.3 工业硅酸钾钠采用铁桶包装。每桶净重为 150 kg、250 kg 或 300 kg。也可采用槽车运输。

7.4 工业硅酸钾钠包装桶用带橡胶密封垫圈的盖旋紧。

7.5 工业硅酸钾钠在运输过程中应轻装轻卸,防止容器破损。

7.6 工业硅酸钾钠应贮存于干燥而无酸碱蒸汽的地方,不得露天堆放,应避免雨淋和冬季冻结。