

前 言

本行业标准依据国内主要企业标准制定,并根据实际生产情况和用户要求,划分为两个等级。

与现有企标区别如下:

- 1 本行业标准中主含量和硫酸镁含量一等品指标优于目前企业标准水平。
- 2 部分企业标准中规定了氟化镁和二氧化硅含量两项指标,经分析,这两项指标已包含在水不溶物中,而且用户对此不作要求,因而,本行业标准未规定这两项指标。

试验方法均采用经多年使用验证的经典方法。

本标准的附录 A 是标准的附录。

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、江苏省射阳县化工建材厂、四川省重庆市前进化工厂。

本标准主要起草人:王琪、陈殿生、仇健、刘传贵、鲜思淑、曹曙光。

工业氟硅酸镁

1 范围

本标准规定了工业氟硅酸镁的要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于由氟硅酸与氧化镁反应制得的工业氟硅酸镁。该产品主要用作改善混凝土硬度和强度的硬化剂和防水剂,也用于硅石建筑物表面的氟风化处理、陶瓷的制造、织物防虫等。

分子式: $\text{MgSiF}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量:274.47(按1991年国际相对原子质量)

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 191—1990 包装储运图示标志

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 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)

GB/T 8946—1988 塑料编织袋

3 要求

3.1 外观,白色结晶体。

3.2 工业氟硅酸镁应符合表1要求。

表1 要求

%

项 目	指 标	
	一等品	合格品
氟硅酸镁($\text{MgSiF}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)含量 $\geq$	98.5	97.0
硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)含量 $\leq$	0.3	0.5
氟硅酸(H_2SiF_6)含量 $\leq$	0.5	0.6
水分 $\leq$	0.5	1.0
水不溶物含量 $\leq$	0.2	0.3

4 采样

4.1 每批产品不超过36 t。

4.2 按照GB/T 6678中6.6的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插至料层

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 500 g,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、等级、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。

4.3 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核验,核验结果即使有一项指标不符合本标准要求时,整批产品为不合格。

5 试验方法

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

5.2 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。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备。

5.3 氟硅酸镁含量的测定

5.3.1 方法提要

用水溶解试料,以盐酸羟胺、酒石酸、氰化钾掩蔽干扰离子。在氨性溶液中,以铬黑 T 为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 硼酸溶液:50 g/L;

5.3.2.2 盐酸羟胺溶液:100 g/L;

5.3.2.3 酒石酸溶液:100 g/L;

5.3.2.4 氰化钾溶液:100 g/L;

5.3.2.5 氨-氯化铵缓冲溶液甲:pH≈10;

5.3.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2)$ 约 0.02 mol/L;

5.3.2.7 铬黑 T 指示剂。

5.3.3 分析步骤

称取约 1.5 g 试样(精确至 0.000 2 g),加水溶解后,加 20 mL 硼酸溶液,转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL 试验溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加水至约 80 mL,加入 5 mL 盐酸羟胺溶液、5 mL 酒石酸溶液、4 mL 氰化钾溶液,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至近终点(比实际用量少 0.5 mL~1 mL),加入 20 mL 氨-氯化铵缓冲溶液和少量铬黑 T 指示剂。用 EDTA 标准滴定溶液继续滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点。同时作空白试验。

收集试验溶液,按附录 A 方法进行处理。

5.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氟硅酸镁($\text{MgSiF}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V - V_0)c \times 0.2745}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 - X_2 \times 1.114$$

$$= \frac{(V - V_0)c \times 274.5}{m} - X_2 \times 1.114 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V ——滴定试验溶液消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白试验溶液消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

c ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

0.274 5——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氟硅酸镁的质量;

X_2 ——按 5.4 测得的硫酸镁的质量百分数;

m ——试料的质量, g;

1.114——硫酸镁换算为氟硅酸镁的系数。

5.3.5 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%。

5.4 硫酸镁含量的测定

5.4.1 方法提要

用乙醇溶液溶解试料,加硝酸铅生成硫酸铅沉淀,在乙酸-乙酸钠缓冲溶液存在下,以二甲酚橙作指示液,用EDTA标准滴定溶液滴定硫酸铅,计算出硫酸镁含量。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 95%乙醇溶液:1+3;

5.4.2.2 盐酸溶液:1+6;

5.4.2.3 氨水溶液:1+5;

5.4.2.4 硝酸铅溶液:50 g/L;

5.4.2.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH≈5.5;

将150 g乙酸钠溶于水中,加入50 mL冰乙酸,用水稀释至100 mL,摇匀。

5.4.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2)$ 约0.02 mol/L;

5.4.2.7 二甲酚橙指示液:2 g/L。

5.4.3 仪器、设备

微量滴定管:分度值为0.02 mL或0.05 mL。

5.4.4 分析步骤

称取约3 g试样(精确至0.000 2 g),置于150 mL烧杯中,加入20 mL乙醇溶液溶解,用快速滤纸过滤,每次用8 mL~9 mL乙醇溶液洗涤不溶物5~6次;滤液和洗涤液收集于150 mL烧杯中。用盐酸或氨水溶液调节pH值约为3(用精密pH试纸检查),加入5 mL硝酸铅溶液,并快速搅拌5 min;放置1.5 h。用慢速滤纸过滤,每次用8 mL~9 mL乙醇溶液洗涤沉淀8~9次。将滤纸连同沉淀放回原烧杯中,加入15 mL缓冲溶液,煮沸1~2 min,冷却至室温。加60 mL水和3滴二甲酚橙指示液,使用微量滴定管,用EDTA标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为亮黄色为止。

5.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{Vc \times 0.2465}{m} \times 100$$

$$= \frac{Vc \times 24.65}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: V ——滴定试验溶液消耗EDTA标准滴定溶液的体积,mL;

c ——EDTA标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

0.2465——与1.00 mL EDTA标准滴定溶液[$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2) = 1.000 \text{ mol/L}$]相当的以克表示的硫酸镁的质量;

m ——试料的质量,g。

5.4.6 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0.02%。

5.5 氟硅酸含量的测定

5.5.1 方法提要

用乙醇溶出氟硅酸,以酚酞作指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 95%乙醇中性溶液;

在约200 mL乙醇中,加入2滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至粉红色。

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

5.5.2.3 酚酞指示液: 10 g/L。

5.5.3 分析步骤

称取约 5 g 试样(精确至 0.000 2 g), 置于 250 mL 碘量瓶中, 加入 50 mL 乙醇, 盖上塞子, 剧烈振摇 5 min。过滤并用乙醇洗涤三次, 滤液和洗涤液收集于 250 mL 锥形瓶中, 加 2 滴酚酞指示液, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液变为粉红色并保持 15 s 为止。

5.5.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氟硅酸(H_2SiF_6)含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{Vc \times 0.072\ 04}{m} \times 100$$

$$= \frac{Vc \times 7.204}{m} \dots\dots\dots(3)$$

式中: V ——滴定试验溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

0.072 04——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000\text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氟硅酸的质量;

m ——试料的质量, g。

5.5.5 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 0.05%。

5.6 水分的测定

5.6.1 仪器、设备

5.6.1.1 称量瓶: d 50 mm $\times$ 30 mm;

5.6.1.2 硫酸干燥器。

5.6.2 分析步骤

称取约 2 g 试样(精确至 0.000 2 g), 置于已在硫酸干燥器中干燥至恒重的称量瓶中。放入硫酸干燥器中, 放置 48 h, 取出称量; 再放入硫酸干燥器中, 放置 4 h, 取出称量, 直至恒重。

5.6.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——试料和称量瓶干燥前的质量, g;

m_2 ——试料和称量瓶干燥后的质量, g;

m ——试料的质量, g。

5.6.4 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 0.05%。

5.7 水不溶物含量的测定

5.7.1 仪器、设备

玻璃砂坩埚: 滤板孔径 5 μm ~15 μm 。

5.7.2 分析步骤

称取约 10 g 试样(精确至 0.000 2 g), 置于 250 mL 烧杯中, 加入 50 mL 水溶解。用已于 105℃~110℃干燥至恒重的玻璃砂坩埚过滤, 用水洗涤 5~6 次, 于 105℃~110℃干燥至恒重。

5.7.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物(X_5)按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中： m_1 ——玻璃砂坩埚和水不溶物的质量，g；

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量，g；

m ——试料的质量，g。

5.7.4 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 0.02%。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业氟硅酸镁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、等级、净重、批号或生产日期、和本标准编号及 GB 191 中规定的“怕热”标志和“怕湿”标志。

6.2 每批出厂的工业氟硅酸镁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、等级、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。

6.3 工业氟硅酸镁采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，厚度不得小于 0.05 mm；外包装采用塑料编织袋。其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 中 A 型的规定。每袋净重 25 kg。

6.4 工业氟硅酸镁包装，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；外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边，在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。针距 7 mm~12 mm，缝线整齐，针距均匀。无漏缝和跳线现象。

6.5 工业氟硅酸镁在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋，受潮。

6.6 工业氟硅酸镁应贮存在阴凉干燥处，防止雨淋、受潮。

附 录 A
(标准的附录)
含氰废液的处理方法

为了防止含氰废液的污染,每次分析后的含氰废液均应进行处理后方可排放。

A1 方法提要

在碱性条件下,以次氯酸根为氧化剂,使氰离子氧化分解为无毒的氮气和二氧化碳。



A2 操作步骤

将废液收集于 500 mL 烧杯中,置于通风橱内,加入 25 g 漂白粉,充分搅拌,放置 12 h 后排放。
上述操作中所用试剂均为工业级。
