前　言

本标准中液体产品优等品等同采用日本标准 JIS K1408—1966(85 年确认)《工业硅酸钠》,液体一等品非等效采用 JIS K1408—1966。本标准是对 GB/T 4209—84《硅酸钠》的修订。

本标准与日本标准 JIS K1408—1966(85 年确认)《工业硅酸钠》的主要技术差异。

(1) 日本标准 JIS K1408—1966(85 年确认)《工业硅酸钠》只包括液体硅酸钠,本标准增加了固体硅酸钠。

(2) 根据我国实际情况,本标准的指标项目比日本标准增加了一项"模数"。

本标准与 GB/T 4209—84《硅酸钠》的主要技术内容改变情况。

(1) GB/T 4209—84 只适用于以碳酸钠为原料制得的工业液体硅酸钠,本标准增加了以硫酸钠或氢氧化钠为原料制得的工业硅酸钠。

(2) 本标准增加了固体硅酸钠。分为液体硅酸钠和固体硅酸钠两类,增加了固体硅酸钠一类。固体硅酸钠主要用于制造液体硅酸钠,根据用途不同,固体硅酸钠分为四种型号,每种型号分为二个级别,指标项目、参数依据企业标准及相应的液体硅酸钠而定。

(3) 由于本标准扩大了适用范围,因此,液体硅酸钠每种型号分为三个级别,比 GB/T 4209—84 增加一个级别。

(4) GB/T 4209—84 以 20℃、波美度表示比重,本标准改为 20℃、密度。测定方法改为用密度计测定。

(5) 固体硅酸钠的溶样方法采用压力溶弹溶样。

从本标准自生效之日起,代替 GB/T 4209—84。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

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:天津化工研究院、青岛泡花碱厂、石家庄市化工五厂

本标准主要起草人:姜俊华、田毓琪、范国强、张月花、邢建锁。

中华人民共和国国家标准

GB/T 4209—1996

工 业 硅 酸 钠

GB/T 4209—84

Sodium silicate for industrial use

1 范围

本标准规定了工业硅酸钠的分类、型号、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钠、硫酸钠或氢氧化钠与石英砂为原料制得的工业固体硅酸钠和工业液体硅酸钠。液体硅酸钠主要用作化工原料、填料、粘结剂、助剂、防腐剂等。固体硅酸钠主要用于制造液体硅酸钠。

分子式　　$Na_2O \cdot nSiO_2$

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的最新版本的可能性。

GB 191—90　包装储运图示标志

GB/T 601—88　化学试剂　滴定分析(容量分析)标准溶液的制备

GB/T 602—88　化学试剂　杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—88　化学试剂　试验方法中所用制剂和制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—89　极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—86　化工产品中铁含量测定的通用方法　邻菲啰啉分光光度法(neq ISO 6685:1982)

GB/T 6678—86　化工产品采样总则

GB/T 6682—92　分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 8946—88　塑料编织袋

3 产品分类、型号

工业硅酸钠分为二类：

Ⅰ类：液体硅酸钠。Ⅱ类：固体硅酸钠。

液体硅酸钠分为五种型号：液-1、液-2、液-3、液-4、液-5。

固体硅酸钠分为四种型号：固-1、固-2、固-3、固-4。

液-1、液-2、液-4、固-1、固-2、固-4 型产品主要用作粘结剂、填充料和化工原料等。液-3、固-3 型产品主要用于建材业等，液-5、固-4 型产品用于铸造业等。

4 要求

4.1　外观：液体硅酸钠为无色、略带色的透明或半透明粘稠状液体。固体硅酸钠为无色、略带色的透明或半透明玻璃块状体。

国家技术监督局1996-12-02批准　　1997-05-01实施

4.2 工业硅酸钠应符合表1和表2要求。

表1 工业液体硅酸钠技术指标

指标项目 \ 型号级别	液-1			液-2			液-3			液-4			液-5		
	优等品	1等品	合格品	优等品	1等品	合格品	优等品	1等品	合格品	优等品	1等品	合格品	优等品	1等品	合格品
铁(Fe)含量,% ≤	0.02	0.05	—	0.02	0.05	—	0.02	0.05	—	0.02	0.05	—	0.02	0.05	—
水不溶物含量,% ≤	0.20	0.40	0.50	0.20	0.40	0.50	0.20	0.60	0.80	0.20	0.40	0.50	0.20	0.80	1.00
密度(20℃),g/cm³	1.318～1.342			1.368～1.394			1.436～1.465			1.368～1.394			1.526～1.599		
氧化钠(Na_2O)含量,% ≥	7.0			8.2			10.2			9.5			12.8		
二氧化硅(SiO_2)含量,% ≥	24.6			26.0			25.7			22.1			29.2		
模数(M)	3.5～3.7			3.1～3.4			2.6～2.9			2.2～2.5			2.2～2.5		

表2 工业固体硅酸钠技术指标

指标项目 \ 型号级别	固-1		固-2		固-3		固-4	
	1等品	合格品	1等品	合格品	1等品	合格品	1等品	合格品
可溶固体总含量,% ≥	97.0	95.0	97.0	95.0	97.0	95.0	97.0	95.0
铁(Fe)含量,% ≤	0.12	—	0.12	—	0.12	—	0.10	—
模数(M)	3.5～3.7		3.1～3.4		2.6～2.9		2.2～2.5	

5 采样

5.1 每批产品不超过200 t。

5.2 按GB/T 6678—86的6.6的规定确定采样单元数。液体硅酸钠的采样方法:从混合均匀的成品液体硅酸钠容器中采样,取不少于500 g的平均试样,立即装入两个清洁、干燥、带有盖子的塑料瓶中,密封。固体硅酸钠的采样方法: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、干燥的广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、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,另一瓶液体硅酸钠保存一个月、固体硅酸钠保存三个月备查。

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,整批产品为不合格。

6 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—92规定的三级水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他要求时,均按GB/T 601—88、GB/T 602—88、GB/T 603—88之规定制备。

采用GB/T 1250—89的5.2规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6.1 铁含量的测定

6.1.1 方法提要

按GB/T 3049—86第2章。

6.1.2 试剂和材料

按GB/T 3049—86第3章。

6.1.2.1 甲基橙:1 g/L溶液。

6.1.2.2 盐酸:1+3溶液。

6.1.2.3 溴水:室温饱和溶液。

6.1.3 仪器、设备

按GB/T 3049—86第4章。

6.1.3.1 电热干燥箱:可控制在200℃。

6.1.3.2 玛瑙研钵。

6.1.3.3 50 mL压力溶弹。

6.1.4 分析步骤

6.1.4.1 工作曲线的绘制

按GB/T 3049—86的5.3的规定,使用3 cm的吸收池及相应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

6.1.4.2 试验溶液的制备

a) 液体硅酸钠试验溶液的制备

称取5 g试样,称准至0.01 g,置于500 mL烧杯中,加150 mL水,加2滴甲基橙指示液,滴加1+3盐酸溶液中和,再过量10 mL,然后加5 mL溴水,煮沸5 min,冷却至室温,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。

b) 固体硅酸钠试验溶液的制备

将待测试样烘干,用玛瑙研钵研细至无颗粒感为止,置于105～110℃干燥箱内烘至恒重。称取约1 g此样,称准至0.000 2 g,置于压力溶弹内,加入约2 mL水,盖紧溶弹盖,置于烘箱中当温度升至180℃时,继续在180℃恒温2 h。取出溶弹,温度降到40℃时,用80℃以上的水将试样溶解,全部移入400 mL烧杯中,加2滴甲基橙指示液,用1+3盐酸溶液中和并过量10 mL,然后加5 mL溴水,煮沸5 min,冷却至室温,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B。

6.1.4.3 空白试验溶液的制备

在500 mL烧杯中,加150 mL水,加2滴甲基橙指示液,加入15 mL 1+3盐酸溶液、5 mL溴水,煮沸5 min,冷却至室温,全部移入250 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.1.4.4 测量

用移液管移取试验溶液(6.1.4.2):液体硅酸钠优等品取10 mL、一等品取5 mL试验溶液A,固体硅酸钠取10 mL试验溶液B,分别置于100 mL容量瓶中。另外,用移液管分别取10 mL、5 mL空白试验溶液(6.1.4.3),分别置于100 mL容量瓶中。以下按GB/T 3049—86的5.3.2,从"加水至约60 mL……"开始进行操作。

6.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m \times \frac{V}{250} \times 1\,000} \times 100 = \frac{25 \times (m_1 - m_2)}{mV} \qquad \cdots\cdots\cdots\cdots(1)$$

式中:m_1——根据测得的试验溶液的吸光度从工作曲线上查出的铁的量,mg;

m_2——根据测得的空白试验溶液的吸光度从工作曲线上查出的铁的量,mg;

V——移取的试验溶液(6.1.4.2)的体积,mL;

m——制备试验溶液(6.1.4.2)时称取的试料的质量,g。

6.1.6 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液体硅酸钠不大于0.005%，固体硅酸钠不大于0.01%。

6.2 水不溶物含量的测定

6.2.1 试剂和材料

6.2.1.1 盐酸：1+3溶液。

6.2.1.2 氢氧化钠：50 g/L溶液。

6.2.1.3 酚酞：10 g/L乙醇溶液。

6.2.1.4 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。

6.2.2 仪器、设备

6.2.2.1 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。

6.2.3 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。

6.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量(X_2)按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

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。

6.2.5 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0.02%。

6.3 密度的测定

6.3.1 方法提要

由密度计在被测液体中达到平衡状态时所浸没的深度读出该液体的密度。

6.3.2 仪器、设备

6.3.2.1 密度计：分度值为0.001 g/cm³；

6.3.2.2 恒温水浴：温度控制在20±0.5℃；

6.3.2.3 250 mL直形量筒；

6.3.2.4 温度计：分度值为1℃。

6.3.3 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2～3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。

6.3.4 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 0.001 g/cm³。

6.4 氧化钠含量的测定

6.4.1 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。

6.4.2 试剂和材料

6.4.2.1 盐酸：c(HCl)约 0.2 mol/L 标准滴定溶液。

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 270～300℃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。

c) 计算：以 mol/L 计的盐酸标准滴定溶液的实际浓度 c 按式(3)计算。

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.052\ 99} \qquad \cdots\cdots(3)$$

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_2——空白试验消耗的盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

0.052 99——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液〔c(HCl)=1.000 mol/L〕相当的，以克表示的无水碳酸钠的质量。

6.4.2.2 甲基红：1 g/L 乙醇溶液。

6.4.3 仪器设备

6.4.3.1 电热干燥箱：可控制在 200℃。

6.4.3.2 玛瑙研钵。

6.4.3.3 50 mL 压力溶弹。

6.4.4 分析步骤

6.4.4.1 试验溶液的制备

a) 液体硅酸钠试验溶液的制备：称取约 5 g 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，此溶液为试验溶液 C。

b) 固体硅酸钠试验溶液的制备：将待测试样烘干，用玛瑙研钵研细至无颗粒感为止，置于 105～110℃干燥箱内烘至恒重。称取约 1 g 试样，称准至 0.000 2 g，置于压力溶弹内，加入约 2 mL 水，盖紧溶弹盖，置于烘箱中当温度升至 180℃时，继续在 180℃恒温 2 h。取出溶弹，温度降到 40℃时，用 80℃以上的水将试样溶解，冷却至室温，全部移入 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，此溶液为试验溶液 D。

6.4.4.2 测定

用移液管移取 50 mL 试验溶液 C 或 D(6.4.3.1)置于 300 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 E，保留此溶液供测定二氧化硅含量用。

6.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化钠(Na_2O)含量(X_3)按式(4)计算：

$$X_3 = \frac{c \cdot V \times 0.030\ 99}{m \times \frac{50}{250}} \times 100 = \frac{c \cdot V \times 15.50}{m} \qquad \cdots\cdots(4)$$

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；

0.030 99——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液〔c(HCl)=1.000 mol/L〕相当的以克表示的氧化钠的质量。

6.4.6 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 0.1%。

6.5 二氧化硅含量的测定

6.5.1 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。

6.5.2 试剂和材料

6.5.2.1 盐酸：c(HCl)约 0.5 mol/L 标准滴定溶液。

6.5.2.2 氢氧化钠：c(NaOH)约 0.5 mol/L 标准滴定溶液。

6.5.2.3 氟化钠。

6.5.2.4 甲基红：1 g/L 乙醇溶液。

6.5.3 分析步骤

在测定氧化钠含量后的试验溶液 E(6.4.4.2)中，加入 3±0.1 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 2～3 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±0.1 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 2～3 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。

6.5.4 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_4)按式(5)计算：

$$X_4 = \frac{[(c_1V_1 - c_2V_2) - (c_1V_3 - c_2V_4)] \times 0.015\,02}{m \times 50/250} \times 100$$

$$= \frac{[(c_1V_1 - c_2V_2) - (c_1V_3 - c_2V_4)] \times 7.510}{m} \quad \cdots\cdots(5)$$

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——6.4.4.1 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(HCl)=1.000 mol/L〕相当的，以克表示的二氧化硅的质量。

6.5.5 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 0.2%。

6.6 模数(M)的计算

模数(M)为产品中二氧化硅摩尔数与氧化钠摩尔数的比值，按式(6)计算：

$$M = \frac{X_4}{X_3} \times 1.032 \quad \cdots\cdots(6)$$

式中：X_3——氧化钠(Na_2O)的百分含量(6.4.5)；

X_4——二氧化硅(SiO_2)的百分含量(6.5.4)；

1.032——氧化钠相对分子质量与二氧化硅的比值。

6.7 可溶固体总含量的计算

6.7.1 方法提要

试样溶解后，测其氧化钠含量与二氧化硅含量，氧化钠的百分含量与二氧化硅的百分含量之和即为可溶固体总含量。

6.7.2 可溶固体总含量的计算

以质量百分数表示的可溶固体总含量(X_5)按式(7)计算：

$$X_5 = X_3 + X_4 \qquad \cdots\cdots(7)$$

式中：X_3——氧化钠的百分含量(6.4.5)；

X_4——二氧化硅的百分含量(6.5.4)。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 工业硅酸钠的包装上应有牢固、清晰的标志注明：生产厂名、厂址、产品名称、型号、级别、商标、净重、批号或生产日期、本标准编号。

7.2 每批出厂的产品都应有质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、等级、商标、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 工业液体硅酸钠采用清洁的铁桶、塑料桶或槽车密封包装。工业固体硅酸钠采用塑料编织袋包装。每袋产品净重 50 kg，桶、槽车包装的产品净重自定。

7.4 包装的塑料编制袋按 GB/T 8946—88 的规定选择相应型号，采用缝合，也可以用维尼龙绳或其他质量相当的绳封口。铁桶、塑料桶、槽车采用压边、抱箍或螺旋方式封口。

7.5 工业硅酸钠在运输过程中应避免容器破损。

7.6 工业硅酸钠应贮存在通风干燥、无腐蚀的库房内。