

Межгосударственный стандарт ГОСТ 13078-81
"Стекло натриевое жидкое. Технические условия"
(утв. постановлением Госстандарта СССР от 29 апреля 1981 г. N 1868)

Дата введения 1 января 1982 г.

Взамен ГОСТ 13078-67

1. Технические требования
2. Правила приемки
3. Методы испытаний
4. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение
5. Гарантии изготовителя

Настоящий стандарт распространяется на жидкое натриевое стекло, применяемое в мыловаренной, жировой, химической, машиностроительной, текстильной, бумажной промышленности, в том числе для производства картонной тары, в черной металлургии, для производства сварочных материалов, в качестве связующего материала при изготовлении форм и стержней в литейном производстве, в качестве флотационного реагента при обогащении полезных ископаемых и других целей.

1. Технические требования

1.1. Натриевое жидкое стекло должно изготавливаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта и по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. Раствор готовится автоклавным и безавтоклавным растворением стекловидных силикатов натрия.

1.3. (Исключен, Изм. N 2).

1.4. По физико-химическим показателям жидкое стекло должно соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для жидкого стекла							
	А	В	для литейного производства, замазок	для катализаторов, адсорбентов, электродов	для СМС и химических производств	для строительства и флотации	для клеев, пропиток	для бумажного производства
1. Внешний вид	Густая жидкость желтого или серого цвета без механических примесей и включений, видимых невооруженным глазом		Густая жидкость желтого или серого цвета без механических включений и примесей, видимых невооруженным глазом		Густая жидкость желтого или серого цвета			

2. Массовая доля диоксида кремния, %	22,7 - 29,6	24,3 - 31,9	29,5 - 36,0	24,8 - 34,3	24,1 - 35,0	24,8 - 36,7	24,8 - 34,0	27,2 - 29,3
3. Массовая доля оксида железа и оксида алюминия, %, не более	0,25	0,25	0,25	0,25	0,20	0,90	0,30	0,25
в том числе оксида железа	Не регламентируется			-	0,05	Не регламентируется		
4. Массовая доля оксида кальция, %, не более	0,20	0,20	0,20	0,12	0,05	0,20	0,20	0,20
5. Массовая доля серного ангидрида, %, не более	0,15	0,15	0,15	0,07	0,07	0,15	0,15	0,15
6. Массовая доля оксида натрия, %	9,3 - 12,8	8,7 - 12,2	10,9 - 13,8	9,0 - 12,9	8,7 - 13,3	8,1 - 13,3	8,0 - 12,2	7,9 - 8,8
7. Силикатный модуль	2,3 - 2,6	2,6 - 3,0	2,6 - 3,0	2,7 - 2,9	2,6 - 3,0	2,7 - 3,3	2,7 - 3,4	3,4 - 3,6
8. Плотность, г/см ³	1,36 - 1,45	1,36 - 1,45	1,47 - 1,52	1,36 - 1,50	1,36 - 1,50	1,36 - 1,50	1,36 - 1,45	1,35 - 1,40
Примечание. Допускается выпадение осадка при хранении.								

(Измененная редакция, Изм. N 2).

1.5. Массовая доля нерастворимых в воде веществ для СМС не должна превышать 0,2%.

1.6. По требованию потребителя допускается изготавливать жидкое стекло для литейного производства с силикатным модулем 2,31 - 2,60 и плотностью 1,47 - 1,52 г/см³, для электродного производства - с силикатным модулем 2,8 - 3,0.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

1.7. Для производства сварочных материалов плотность жидкого стекла должна быть 1,47 - 1,52 г/см³.

2. Правила приемки

2.1. Жидкое стекло принимают партиями. Партией считают любое количество однородного по своим качественным показателям продукта, оформленное одним документом о качестве, содержащим:

- наименование предприятия-изготовителя, его товарный знак;
- наименование продукта и его вид;
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу брутто и нетто;
- результаты проведенных испытаний;
- обозначение настоящего стандарта.

Каждую железнодорожную цистерну считают партией. **(Измененная редакция, Изм. N 1).**

2.2. В каждой партии жидкого стекла определяют плотность, массовую долю диоксида кремния и оксида натрия, силикатный модуль. Определение остальных показателей изготовитель проводит периодически по требованию потребителя.

2.3. Для проверки качества жидкого стекла на соответствие требованиям настоящего стандарта проводят приемосдаточные и периодические испытания, для чего отбирают из разных мест партии 10% бочек, но не менее трех бочек, а от каждой цистерны отбирают объединенную пробу не менее 2 дм³.

2.4. При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей проводят повторные испытания на удвоенной выборке или объединенной пробе, взятых от той же партии.

Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.

3. Методы испытаний

3.1. Отбор проб

3.1.1. Для проведения испытаний, за исключением определения нерастворимых в воде веществ, из каждой бочки, отобранной по п.2.3, при помощи чистых сухих латунных, медных или стеклянных трубок диаметром 15 - 20 мм, или с помощью пробоотборников, изготовленных из материала, не реагирующего с данным продуктом, отбирают из верхнего, среднего и нижнего уровней три точечные пробы и соединяют в объединенную пробу объемом не менее 2 дм³.

3.1.2. От цистерны отбирают из трех мест пробы равных объемов не менее 2 дм³. Пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают.

3.1.3. Объединенную пробу делят на две части и помещают в чистые сухие банки с плотно закрывающимися крышками. На банки наклеивают этикетки с указанием наименования продукта, номера партии и даты отбора проб. Одну банку используют для проведения анализа, вторую сохраняют не менее 3 мес. Проба для анализа должна составлять 1 дм³.

3.1.4. Определение нерастворимых в воде веществ для синтетических моющих средств проводят на двух пробах, взятых из верхнего и среднего слоев емкости после отстаивания в течение 24 ч, объемом не менее 1 дм³.

3.2. Внешний вид стекла определяют визуально.

3.3. Определение массовой доли двуокиси кремния (весовой метод)

3.3.1. Сущность метода

Метод основан на разложении жидкого стекла растворением в горячей воде, двойном обезвоживании кремниевой кислоты в солянокислой среде, выделении и прокаливании осадка, отгонке кремниевой кислоты в воде четырехфтористого кремния.

3.3.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Печь муфельная лабораторная с температурой 1000 - 1100°С.

Тигли с крышками платиновые по ГОСТ 6563, тигли N 100-7 или N 100-8, крышки N 101-7 или N 101-8.

Чашки фарфоровые по ГОСТ 9147, N 4.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч. разбавленная (1:1).

Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484, х.ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х.ч.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, 1%-ный раствор.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Метиловый оранжевый по нормативно-технической документации (НТД); приготовление раствора по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.3.3. Проведение испытания

Навеску жидкого стекла массой 1,5 - 2 г помещают на часовое стекло или в бюкс и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Навеску многократно смывают горячей водой в фарфоровую чашку. В полученный раствор объемом 100 - 120 см³ добавляют при помешивании стеклянной палочкой 2 - 3 капли метилового оранжевого и соляную кислоту до покраснения раствора и избыток 3 - 4 см³. Чашку помещают на кипящую водяную баню и выпаривают при помешивании почти досуха. Образовавшийся твердый остаток солей осторожно растирают стеклянной палочкой до порошкообразного состояния. Нагревают на водяной бане до полного исчезновения запаха хлористого водорода. Полноту удаления хлористого водорода можно проверить также с помощью палочки, смоченной раствором аммиака. Для более полного обезвоживания кремниевой кислоты чашку держат на водяной бане еще 2 ч.

Высушенный и охлажденный осадок смачивают 3 - 4 см³ соляной кислоты и, прикрыв чашку часовым стеклом, выдерживают 15 - 20 мин и приливают в чашку 70 - 75 см³ горячей воды. Раствор вместе с осадком перемешивают стеклянной палочкой, дают осадку в чашке раствориться (не более 10 мин). Затем жидкость декантируют на фильтр "белая лента". Осадок промывают три-четыре раза декантацией небольшими порциями горячей воды, переносят его на фильтр и продолжают промывание до полного удаления в промывных водах иона хлора (проба с азотнокислым серебром).

Кремниевую кислоту выделяют вторично, выпаривая полученный фильтрат вместе с промывными водами в той же фарфоровой чашке на кипящей водяной бане почти досуха, и повторяют при этом все предыдущие операции, за исключением промывания декантацией.

Оба фильтра с осадками кремниевой кислоты подсушивают до слегка влажного состояния, осторожно заворачивают внутрь края фильтра, закрывая им осадок, и плотно укладывают конусом вверх в предварительно прокаленный и взвешенный тигель.

Содержимое тигля осторожно озоляют и прокаливают в лаборатории электропечи при температуре 1000 - 1100°С. Охлажденный в эксикаторе тигель с осадком взвешивают и повторяют прокаливание до постоянной массы.

Прокаленный осадок обрабатывают несколькими каплями разбавленной серной кислоты и 5 - 7 см³ фтористоводородной кислоты. Полученную смесь выпаривают на воздушной бане досуха. Затем сухой остаток солей прокаливают при постепенном повышении температуры до 1000 - 1100°С в муфельной печи в течение 15 - 20 мин. После охлаждения в эксикаторе тигель с остатком взвешивают.

3.3.4. Обработка результатов

Массовую долю диоксида кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m},$$

где m_1 - масса тигля с осадком диоксида кремния до испытания на чистоту, г;

m - масса тигля с остатком после испытания на чистоту, г;

m – масса навески жидкого стекла, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

3.4. Определение массовой доли диоксида кремния (ускоренный метод).

Массовую долю диоксида кремния X_1 вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{M \times X_6}{K},$$

где M – силикатный модуль;

X_6 – массовая доля оксида натрия, %;

K

– отношение молекулярного веса щелочного оксида к молекулярному весу диоксида кремния, равное для натриевого жидкого стекла 1,0323.

При возникновении разногласий применяют метод по п.3.3.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.4.1. (Исключен, Изм. N 1).

3.5. Определение массовой доли оксида железа и оксида алюминия

3.5.1. Сущность метода

Метод основан на образовании трилонатов железа и алюминия в условиях избытка трилона Б. Избыток трилона Б оттитровывают раствором сернокислого цинка в присутствии ацетатного буферного раствора с индикатором ксиленоловым оранжевым.

3.5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Чашки платиновые по ГОСТ 6563, N 118-3.

Шпатели платиновые по ГОСТ 6563, N 209-11.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, х.ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х.ч., 25 и 10%-ные растворы.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, 10%-ный раствор.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Индикаторы: конго красный по НТД, эриохром черный Т, приготовление раствора - по ГОСТ 4919.1;

ксиленоловый оранжевый; приготовление раствора - по ГОСТ 4919.1.

Кислотный хром темно-синий, готовят следующим образом: 0,15 г индикатора растворяют в 5 см³ аммиачного буферного раствора, добавляют 20 см³ этилового спирта и перемешивают.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174, 0,025 моль/дм³ раствор.

Цинк по ГОСТ 3640.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Трилон Б (динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652, 0,025 моль/дм³ раствор.

Ацетатный буферный раствор с pH 5,2 - 5,8; готовят следующим образом: 100 г уксуснокислого аммония растворяют в 300 - 400 см³ воды (для лучшего растворения раствор подогревают), фильтруют, добавляют 10 см³ раствора уксусной кислоты, разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают.

Аммиачный буферный раствор с pH 9,5 - 10,0; готовят следующим образом: 54 г хлористого аммония растворяют в 200 см³ воды, к полученному раствору прибавляют 350 см³ 25%-ного раствора аммиака и доводят объем раствора водой до 1 дм³.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.5.3. Приготовление титрованных растворов - по ГОСТ 10398.

0,025 моль/дм³ раствора трилона Б готовят следующим образом: 9,31 г трилона Б растворяют в воде и доводят объем водой до 1 дм³.

Раствор хранят в полиэтиленовых или стеклянных, парафинированных изнутри сосудах.

Точно 0,025 моль/дм³ раствора соли цинка (для установки поправки к концентрации раствора трилона Б); готовят следующим образом: 1,6345 г цинка, свежеочищенного стальным ножом от оксида, сразу же взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в фарфоровую чашку и растворяют при нагревании на водяной бане в смеси 100 см³ воды и 15 см³ концентрированной азотной кислоты, накрыв чашку часовым стеклом, затем тщательно смывают стекло водой, собирая ее в ту же чашку, и упаривают раствор до 3 - 4 см³. Остаток из чашки количественно переносят, смывая стенки чашки водой, в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем раствора до метки; раствор годен в течение одного месяца.

Поправку к концентрации 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б определяют по раствору соли цинка следующим образом: к 25 см³ точно 0,025 моль/дм³ раствора соли цинка прибавляют 5 см³ буферного аммиачного раствора, 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т или 10 - 12 капель раствора кислотного хрома темно-синего и 70 см³ воды.

Раствор перемешивают и титруют из бюретки раствором трилона Б до перехода фиолетово-красной окраски в синюю (при применении эриохрома черного Т) или малиновой в неизменяющуюся синюю (при применении кислотного хрома темно-синего).

Поправку к концентрации 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{25}{V},$$

где V - объем 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

0,025 моль/дм³ раствора сернокислого цинка; готовят следующим образом: 7,2 г сернокислого цинка растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1 дм³.

Поправку к концентрации раствора определяют следующим образом: 25 см³ раствора сернокислого цинка помещают в колбу для титрования, прибавляют 70 см³ воды, 5 см³ аммиачного буферного раствора, 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т и титруют 0,025 моль/дм³ раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски в синюю.

Поправку к концентрации 0,025 моль/дм³ раствора сернокислого цинка (K₁) вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{V \times K}{1 \quad 25},$$

где V - объем 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

K - поправка к концентрации 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б.

Поправку к концентрации раствора трилона Б при его использовании для алюминия находят следующим образом: 10 см³ трилона Б помещают в колбу для титрования, подкисляют несколькими каплями соляной кислоты, прибавляют 70 см³ воды и нагревают до 50°С. Опускают в раствор бумагу конго и прибавляют водный аммиак по каплям до покраснения бумаги. Затем добавляют 20 см³ ацетатного буферного раствора, нагревают до кипения, прибавляют 10 капель раствора ксиленолового оранжевого и титруют 0,025 моль/дм³ раствором сернистого цинка до перехода желтой окраски раствора в фиолетово-красную.

Поправку к концентрации (K₂) 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б вычисляют по формуле

$$K_2 = \frac{V_1 \times K_1}{10},$$

где V₁ – объем 0,025 моль/дм³ раствора сернистого цинка, израсходованный на титрование, см³;

K₁ – поправка к концентрации 0,025 моль/дм³ раствора сернистого цинка.

3.5.4. Приготовление испытуемого раствора

Около 4 г жидкого стекла взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в платиновой чашке. Параллельно проводят контрольный опыт на чистоту реактивов. Навеску смачивают 1 - 2 см³ воды, добавляют 2 см³ серной кислоты, 7 - 10 см³ фтористоводородной кислоты и проводят тщательное перемешивание. Смесь выпаривают сначала на водяной бане до полного удаления фтористоводородной кислоты, затем переносят на воздушную баню и нагревают до обильного выделения паров серной кислоты. Когда содержимое чашки превратится в сиропобразную массу, застывающую при охлаждении, нагревание прекращают. После этого в чашку наливают 10 - 15 см³ воды, 3 - 4 см³ соляной кислоты, и, помешивая стеклянной палочкой, полностью растворяют остаток солей при осторожном нагревании на водяной бане. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, ополаскивают чашку не менее трех раз горячей водой, сливая воду каждый раз в ту же колбу. Затем колбу с содержимым охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки и перемешивают.

3.5.3, 3.5.4. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.5.5. Проведение испытания

50 см³ раствора, приготовленного по п.3.5.4, переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 15 см³ раствора трилона Б, опускают бумажку конго, добавляют 30 - 35 см³ воды, нагревают до 50°С, прибавляют по каплям 25 %-ный водный аммиак до покраснения бумажки, а затем 10%-ный раствор водного аммиака до ярко-красного цвета бумажки. Затем прибавляют 20 см³ ацетатного буферного раствора, 10 см³ раствора сернистого цинка с индикатором ксиленоловым оранжевым, 10 капель которого предварительно добавляют в раствор. Титрование продолжают до перехода желтой окраски раствора в фиолетово-красную. Отмечают объем раствора сернистого цинка, израсходованный на титрование. При обработке результатов учитывают результат контрольного опыта.

3.5.6. Обработка результатов

Массовую долю суммы оксида железа и оксида алюминия (X₂) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_1) \times K \times 0,001275 \times V_3 \times 100}{V_4 \times m},$$

где V_1 – объем 0,025 моль/дм³ раствора сернокислого цинка, израсходованный на обратное титрование, см³;
 V_2 – объем 0,025 моль/дм³ раствора сернокислого цинка, израсходованный на титрование контрольного опыта, см³;
 K – поправка к концентрации 0,025 моль/дм³ раствора сернокислого цинка;
 V_4 – объем аликвотной части раствора, см³;
0,001275 – количество оксида алюминия, соответствующее 1 см³ точно 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б, г;
 V_3 – общий объем анализируемого раствора, см³;
 m – масса навески, г.

За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05%.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.6. Определение массовой доли оксида железа

3.6.1. Сущность метода

Метод основан на образовании сульфосалицилата железа, окрашенного в аммиачной среде в желтый цвет (рН 8 - 11,5), и последующем определении его фотоколориметрическим методом.

3.6.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Фотоколориметр любого типа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, 10%-ный раствор.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, 20%-ный раствор.

Метилловый красный по нормативно-технической документации, приготовление раствора - по ГОСТ 4919.1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, 1 моль/дм³ раствор; готовят следующим образом: 53,50 г хлористого аммония растворяют в 1 дм³ воды и, если необходимо, фильтруют.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, 2%-ный раствор.

Квасцы железоммонийные по ТУ 6-09-5359.

Приготовление стандартных растворов железоммонийных квасцов.

Раствор А, содержащий 1 мг/см³ Fe₂O₃; готовят следующим образом: 6,0397 г железоммонийных квасцов растворяют в 100 см³ дистиллированной воды, подкисленной 9 см³ соляной кислоты, и разбавляют водой до 1 дм³. Титр раствора устанавливают весовым методом.

Для этого в три стакана вместимостью 300 см³ отмеряют из бюретки 10, 20, 30 см³ стандартного раствора, разбавляют до 120 - 150 см³ водой, нагревают до кипения и осаждают гидроксид железа аммиаком в присутствии метилового красного. Полученный осадок фильтруют через фильтр белая лента, промывают горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония, в который добавлено несколько капель аммиака. Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель, озоляют и прокаливают до постоянной массы при 800°С. Охлажденный в эксикаторе тигель с прокаленным осадком взвешивают и вычисляют эмпирический титр ($T_{\text{эмп}}$) раствора по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m – масса прокаленного оксида железа, мг;
 V – объем раствора, взятый для осаждения, см³.

Раствор Б, содержащий 0,1 мг/см³ Fe₂O₃, готовят разбавлением водой 100 см³ раствора А в мерной колбе до 1 дм³.
 Раствор В, содержащий 0,01 мг/см³ Fe₂O₃, готовят разбавлением водой 100 см³ раствора Б в мерной колбе до 1 дм³.

3.6.3. Построение градуировочной кривой

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью 100 см³ отмеряют бюреткой 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 см³ раствора Б. В каждую колбу добавляют 10 см³ 1 н. раствора хлористого аммония, 15 см³ 20%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и доливают по каплям 10%-ный раствор аммиака до появления устойчивой желтой окраски и сверх того 3 см³. Растворы перемешивают и доводят объем водой до метки.

Одновременно готовят нулевой раствор, не содержащий Fe₂O₃. Вторая градуировочная кривая строится аналогично первой, но при этом берут раствор В, содержащий 0,01 мг/см³ Fe₂O₃.

Величину оптической плотности растворов сравнения измеряют на фотоэлектроколориметре, пользуясь синим светофильтром (длина волны 450 нм), в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм. По полученным данным строят градуировочный график.

Величину оптической плотности откладывают по оси ординат, а соответствующие этим величинам количества Fe₂O₃ в мг - по оси абсцисс.

Для построения каждой точки градуировочного графика вычисляют среднеарифметическое значение оптической плотности трех параллельных определений.

Градуировочный график проверяют не реже одного раза в 3 мес, а также при замене реактивов или фотоэлектроколориметра.

3.6.4. Проведение анализа

В мерную колбу вместимостью 100 см³ переносят 25 см³ испытуемого раствора, приготовленного по п.3.5.4, приливают 10 см³ 1 моль/дм³ раствора хлористого аммония, 15 см³ 20%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и аммиака сначала до устойчивого желтого окрашивания и сверх того 3 см³, после чего разбавляют водой до метки. Одновременно готовят нулевой раствор, не содержащий Fe₂O₃.

3.6.5. Обработка результатов

По полученной величине оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят содержание Fe₂O₃ в испытуемом растворе.

Массовую долю оксида железа (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \times V_1 \times 100}{m \times 1000 \times V_1},$$

где m_1 – содержание Fe₂O₃, найденное по градуировочному графику, мг;
 m – масса навески, г;
 V – общий объем раствора, см³;
 V_1 – объем аликвотной части раствора, взятый для фотоколориметрирования, см³.

При необходимости в результате определения вносят поправку на содержание оксида железа, определяемое контрольным опытом.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01%.

3.7. Определение массовой доли оксида кальция комплексометрическим методом

3.7.1. Сущность метода

Метод основан на прямом титровании трилоном Б катиона кальция в щелочной среде при pH 12 с индикатором хромом темно-синим.

3.7.2. Реактивы и растворы

Натрий сернистый (сульфид) по ГОСТ 2053, 2%-ный раствор (свежеприготовленный).

Натрия гидроокись (гидроксид) по ГОСТ 4328, 2 н. раствор.

Сахар-рафинад по ГОСТ 22, 2%-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Индикатор конго красный по НТД.

Кислотный хром темно-синий; готовят по п.3.5.2.

Трилон Б, 0,025 моль/дм³ раствор; готовят по п.3.5.3. Поправку к концентрации трилона Б для оксида кальция определяют по п.3.5.3.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.7.3. Проведение испытания

Приготовление раствора для определения оксида кальция проводят по п.3.5.4. Полученный раствор переносят количественно в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 2 см³ раствора сахара, добавляют воды до объема 85 - 90 см³, опускают индикаторную бумажку "конго", нейтрализуют 2 моль/дм³ раствором гидроксида натрия до покраснения бумажки, добавляют 2 см³ раствора сульфида натрия, перемешивают, дают 5 см³ раствора гидроксида натрия, выдерживают раствор 1 - 2 мин, добавляют 8 - 10 капель раствора кислотного хром темно-синего и титруют (при непрерывном перемешивании) раствором трилона Б до перехода малиновой окраски раствора в неизменяющуюся синюю.

3.7.4. Обработка результатов

Массовую долю оксида кальция (X₄) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(V_2 - V_3) \times K \times 0,0014 \times V_3 \times 100}{m \times V_4},$$

где V – объем 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

K – поправка к концентрации 0,025 моль/дм³ трилона Б;

V₂ – объем 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б, израсходованный на титрование контрольного опыта, см³;

0,0014 – количество СаО, соответствующее 1 см³ точно 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б, г;

V₃ – общий объем анализируемого раствора, см³;

V₄ – объем аликвотной части анализируемого раствора, см³;

4

m – масса навески, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05%.

3.8. Определение массовой доли серного ангидрида весовым методом

3.8.1. Сущность метода

Метод основан на весовом определении общего количества серного ангидрида в виде сернокислого бария.

3.8.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Тигли платиновые с крышками по ГОСТ 6563 N 100-8 и N 101-8.

Печь муфельная лабораторная с температурой 900 - 950°C.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, 0,5 моль/дм³ раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная (1:1).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 2 моль/дм³ раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, 1%-ный водный раствор.

Метиловый оранжевый по НТД; приготовление раствора по ГОСТ 4919.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.8.3. Приготовление испытуемого раствора

Способ 1.

Используют фильтрат от выделенной кремниевой кислоты по п.3.3.3.

Способ 2.

Около 1 г жидкого стекла помещают на часовое стекло и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Навеску смывают 75 - 100 см³ горячей воды в стакан вместимостью 250 см³ и кипятят 10 мин. Затем добавляют 3 - 4 капли метилового оранжевого и подкисляют соляной кислотой до перехода желтого цвета раствора в ярко-розовый. Содержимое стакана кипятят 10 - 15 мин, после чего образовавшийся осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр "синяя лента".

Осадок промывают горячей водой до полного удаления в промывных водах иона хлора (проба с азотнокислым серебром).

3.8.4. Проведение испытания

Раствор, полученный способом 1 или 2, нагревают до кипения и приливают к нему 4 - 5 капель соляной кислоты и при помешивании 20 см³ горячего раствора хлористого бария. Раствор с осадком оставляют на кипящей водяной бане на 2 ч (прикрыв стакан часовым стеклом) и на 12 ч при комнатной температуре. Осадок сернокислого бария отфильтровывают через двойной фильтр "синяя лента" и промывают горячей водой до полного удаления в промывных водах иона хлора (проба с азотнокислым серебром). Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель, осторожно подсушивают, озоляют, прокаливают в муфельной печи 30 - 40 мин при температуре 800 - 850°C и после охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы.

Для проверки чистоты полученного осадка (если раствор был подготовлен по способу 2) его обрабатывают 1 - 2 каплями раствора серной кислоты и 5 - 6 каплями фтористоводородной кислоты. Полученную смесь выпаривают на воздушной бане досуха. Сухой остаток прокаливают снова в муфельной печи 30 - 40 мин при температуре 800 - 850°C и после охлаждения в эксикаторе тигель с осадком сернокислого бария взвешивают.

3.8.5. Обработка результатов

Массовую долю серного ангидрида (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \times 0,343 \times 100}{\dots},$$

где m – масса навески жидкого стекла, г;

m_1 – масса осадка сернокислого бария, г;

0,343 – коэффициент пересчета массы сернокислого бария на серный ангидрид.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05%.

3.9. Определение массовой доли оксида натрия ацидиметрическим методом

3.9.1. Сущность метода

Метод основан на ацидиметрическом титровании раствора с применением метилового оранжевого.

3.9.2. Реактивы, растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 0,1 моль/дм³ раствор.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Метилоранжевый по НТД; приготовление раствора - по ГОСТ 4919.1.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.9.3. Проведение испытания

Навеску жидкого стекла массой около 0,5 г помещают на часовое стекло и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Навеску смывают 75 - 100 см³ горячей воды в коническую колбу вместимостью 250 см³ и кипятят при помешивании в течение 20 мин. Раствор охлаждают и титруют раствором соляной кислоты в присутствии 3 - 4 капель метилового оранжевого до перехода желтой окраски в бледно-розовую.

3.9.4. Обработка результатов

Массовую долю оксида натрия (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{V \times 0,0031 \times 100}{m},$$

где V – объем точно 0,1 моль/дм³ раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см³;

m – масса навески жидкого стекла, г;

0,0031 – количество оксида натрия, соответствующее 1 см³ точно 0,1 моль/дм³ раствора соляной кислоты, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,4%.

3.10. Определение силикатного модуля

Силикатный модуль - отношение числа грамм-молекул диоксида кремния к числу грамм-молекул оксида натрия.

Силикатный модуль (X_7) вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{X_6}{1,0323} \times 1,0323,$$

где X_1 – массовая доля диоксида кремния по пп.3.3, 3.4;

X_6

– массовая доля оксида натрия по п.3.9;

$1,0323$

– отношение молекулярной массы оксида натрия к молекулярной массе диоксида кремния.

3.10.1. Определение силикатного модуля ускоренным методом

Метод основан на последовательном титровании раствором соляной кислоты жидкого натриевого стекла и раствором гидроксида натрия до получения бесцветного раствора.

3.10.1.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104*.

Колбы конические вместимостью 250 и 2000 см³ по ГОСТ 1770.

Колба мерная вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Цилиндр мерный вместимостью 100 и 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Капельница лабораторная стеклянная вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336.

Воронка стеклянная диаметром 56-100 мм по ГОСТ 25336.

Бюретка вместимостью 2 или 5 см³ по НТД.

Пипетка вместимостью 2 см³ по НТД.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 0,5 моль/дм³.

Натрия гидроокись (гидроксид) по ГОСТ 4328, раствор 0,5 моль/дм³.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, ч.д.а.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, ч.д.а.

Смешанный кислотнo-основной индикатор, полученный смешиванием равных объемов 0,2%-ного спиртового раствора метилового красного и 0,1%-ного спиртового раствора метиленового голубого, приготовленного при слабом нагревании (ГОСТ 4919.1, ГОСТ 4919.2).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.10.1.2. Приготовление растворов фтористого натрия и хлористого калия

60 г фтористого натрия и 100 г хлористого калия взвешивают с погрешностью не более 0,5 г, переносят в коническую колбу вместимостью 2000 см³ и добавляют из мерного цилиндра 1000 см³ дистиллированной воды. После суточного отстаивания раствор фильтруют.

3.10.1.1, 3.10.1.2. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.10.1.3. Проведение испытания

В коническую колбу вместимостью 250 см³ вводят пипеткой от 5 до 7 капель исследуемого раствора жидкого стекла и добавляют из мерного цилиндра 70 - 80 см³ дистиллированной воды и 5 - 7 капель раствора смешанного кислотнo-основного индикатора. Исследуемый раствор титруют раствором соляной кислоты 0,5 моль/дм³ с применением бюретки с ценой деления 0,01 см³ вместимостью 2 и 5 см³ до изменения зеленовато-голубой окраски в фиолетовую (V).

Затем добавляют из мерного цилиндра 50 см³ раствора смеси фтористого натрия и хлористого калия, после чего добавляют из бюретки с ценой деления 0,1 см³ вместимостью 25 см³ раствор соляной кислоты 0,5 моль/дм³ до изменения зеленовато-голубой окраски в устойчивую фиолетовую (V₁).

Избыток кислоты оттитровывают 0,5 моль/дм³ раствором гидроксида натрия до перехода фиолетового цвета в зеленовато-голубой (V₂).

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.10.1.4. Обработка результатов

Силикатный модуль (M) вычисляют по формуле

$$M = \frac{(V_1 - V_2)}{2V},$$

где V – объем раствора соляной кислоты, использованный при титровании, см³;

V₁ – объем добавленного раствора соляной кислоты, см³;

1

V₂ – объем раствора гидроксида натрия, использованный при титровании, см³.

Проводят не менее двух параллельных испытаний.

За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 1%.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

3.11. Определение плотности ареометром

3.11.1. Аппаратура

Набор ареометров плотностью от 0,70 до 1,84 г/см³ с погрешностью не более 0,001 г/см³.

Термометр 3-Б2 по ГОСТ 28498.

Цилиндр вместимостью 500 см³ по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.11.2. Проведение испытания

Пробу жидкого стекла объемом около 500 см³ доводят до температуры (20 ± 0,5)°С. Выливают в мерный цилиндр с термометром. Медленно погружают в раствор выбранный из набора ареометр. Проверяют, чтобы температура жидкого стекла была от 19,5 до 20,5°С, и удаляют термометр. Когда ареометр достигнет положения равновесия, слегка нажимают на него и ждут его возвращения в положение равновесия. Ареометр, погруженный в жидкость, не должен касаться стенок цилиндра, для чего диаметр цилиндра должен быть на 3 - 4 см больше диаметра ареометра.

Плотность определяют по шкале ареометра по верхнему мениску жидкости.

3.12. Определение плотности пикнометром

3.12.1. Аппаратура, реактивы

Пикнометр по ГОСТ 22524, вместимостью 50 см³.

Водяная баня или термостат.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.12.2. Проведение испытания

Пикнометр с пробкой промывают водой, обмывают внутренние стенки спиртом или ацетоном, дают просохнуть и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Открывают пробку, заполняют пикнометр до метки по верхнему мениску свежeproкипяченной водой до температуры (20 ± 0,5)°C помещают в водяную баню или термостат, отрегулированные на температуру (20 ± 0,5)°C, выдерживают не менее 10 мин, чтобы температура достигла равновесия и вынимают пикнометр, держа его за верхнюю часть. Выравнивают объем воды точно до метки, закрывают пробкой, обтирают снаружи и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Освобождают пикнометр от содержимого, ополаскивают спиртом или ацетоном, дают просохнуть и заполняют до метки по верхнему мениску жидким стеклом, предварительно доведенным до температуры (20 ± 0,5)°C, не допуская воздушных пузырьков, особенно, когда раствор имеет высокую вязкость. Помещают пикнометр с испытуемой пробой в водяную баню или термостат, отрегулированные на температуру (20 ± 0,5)°C, выдерживают не менее 10 мин, вынимают, обтирают снаружи, выравнивают объем жидкого стекла точно по метке по верхнему мениску, плотно закрывают пробкой и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

3.12.3. Обработка результатов

Плотность жидкого стекла (ρ_0) в г/см³ вычисляют по формуле

$$\rho_0 = \frac{(m_2 - m_1) \times \rho_0}{m_1 - m_1},$$

где m_2 – масса пикнометра с жидким стеклом, г;

2

m_1 – масса пикнометра с водой, г;

1

m_1 – масса пустого пикнометра, г;

ρ_0 – плотность воды при температуре 20°C, равная 0,9982 г/см³.

1

Погрешность измерения не должна превышать 0,001 г/см³.

3.13. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.13.1. Аппаратура, реактивы

Сушильный шкаф.

Насос водоструйный.

Тигли фильтрующие по ГОСТ 25336.

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

3.13.2. Проведение испытаний

Навеску жидкого стекла массой 20 г взвешивают с погрешностью не более 0,01 г в стакане на 500 см³ и растворяют при перемешивании в 300 см³ воды при нагревании. Раствор фильтруют, используя водоструйный насос через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г. Нерастворимый остаток на фильтре промывают 50 см³ теплой воды и сушат в сушильном шкафу при 105 - 110°C до постоянной массы взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г после охлаждения в эксикаторе.

3.13.3. Обработка результатов

Массовую долю нерастворимых в воде веществ (X_8) определяют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{8m},$$

где m – масса испытуемой пробы, г;

m_1 – масса тигля с остатком, г;

1

m_2 – масса пустого тигля, г.

2

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05%.

4. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

4.1. Жидкое стекло разливают в стальные бочки I и II типов по ГОСТ 6247 вместимостью 250 дм³ и металлические банки I и II типов вместимостью от 0,5 до 6 дм³ по ГОСТ 6128.

Банки с жидким стеклом массой нетто 5 кг и менее упаковывают в деревянные ящики по ГОСТ 2991, ГОСТ 13358 или в фанерные ящики по ГОСТ 5959.

По согласованию с потребителем допускается упаковка в деревянные бочки по ГОСТ 8777 вместимостью 100 - 150 дм³ и в железнодорожные и автомобильные цистерны.

4.2. Транспортная маркировка - по ГОСТ 14192 с нанесением данных, характеризующих продукцию:

- наименования предприятия-изготовителя, его товарного знака;
- наименования продукта и его вида;
- номера партии;
- даты изготовления;
- массы брутто и нетто;
- обозначения настоящего стандарта.

4.3. Жидкое стекло перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

По железной дороге жидкое стекло транспортируют наливом в железнодорожных цистернах.

При транспортировании бочки должны быть установлены так, чтобы исключить возможность их перемещения и качения.

4.1 - 4.3. (Измененная редакция, Изм. N 1).

4.4. Жидкое стекло должно храниться в плотно закрытой таре, в закрытых помещениях.

При транспортировании и хранении жидкого стекла при отрицательной температуре перед применением его температуру доводят до температуры производственного помещения.

При хранении бочки устанавливают только в один ярус.

5. Гарантии изготовителя

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие жидкого стекла требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения жидкого стекла - один год со дня изготовления. По истечении гарантийного срока хранения продукт перед использованием должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104-2001.