

**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 приготавливается 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 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 <sup>3</sup>	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
<b>Примечание.</b> 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/см<sup>3</sup>, 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/см<sup>3</sup>.

## 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 дм<sup>3</sup>.

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 дм<sup>3</sup>.

3.1.2. От цистерны отбирают из трех мест пробы равных объемов не менее 2 дм<sup>3</sup>. 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 дм<sup>3</sup>.

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 дм<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup> добавляют при помешивании стеклянной палочкой 2 - 3 капли метилового оранжевого и соляную кислоту до покраснения раствора и избыток 3 - 4 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты и, прикрыв чашку часовым стеклом, выдерживают 15 - 20 мин и приливают в чашку 70 - 75 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> аммиачного буферного раствора, добавляют 20 см<sup>3</sup> этилового спирта и перемешивают.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174, 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Цинк по ГОСТ 3640.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Трилон Б (динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652, 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Ацетатный буферный раствор с pH 5,2 - 5,8; готовят следующим образом: 100 г уксуснокислого аммония растворяют в 300 - 400 см<sup>3</sup> воды (для лучшего растворения раствор подогревают), фильтруют, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты, разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Аммиачный буферный раствор с pH 9,5 - 10,0; готовят следующим образом: 54 г хлористого аммония растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды, к полученному раствору прибавляют 350 см<sup>3</sup> 25%-ного раствора аммиака и доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>.

**(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).**

3.5.3. Приготовление титрованных растворов - по ГОСТ 10398.

0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б готовят следующим образом: 9,31 г трилона Б растворяют в воде и доводят объем водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Раствор хранят в полиэтиленовых или стеклянных, парафинированных изнутри сосудах.

Точно 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора соли цинка (для установки поправки к концентрации раствора трилона Б); готовят следующим образом: 1,6345 г цинка, свежеччищенного 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 см<sup>3</sup> воды и 15 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, накрыв чашку часовым стеклом, затем тщательно смывают стекло водой, собирая ее в ту же чашку, и упаривают раствор до 3 - 4 см<sup>3</sup>. Остаток из чашки количественно переносят, смывая стенки чашки водой, в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят объем раствора до метки; раствор годен в течение одного месяца.

Поправку к концентрации 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б определяют по раствору соли цинка следующим образом: к 25 см<sup>3</sup> точно 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора соли цинка прибавляют 5 см<sup>3</sup> буферного аммиачного раствора, 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т или 10 - 12 капель раствора кислотного хрома темно-синего и 70 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б (K) вычисляют по формуле

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

где V - объем 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора сернокислого цинка; готовят следующим образом: 7,2 г сернокислого цинка растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Поправку к концентрации раствора определяют следующим образом: 25 см<sup>3</sup> раствора сернокислого цинка помещают в колбу для титрования, прибавляют 70 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> аммиачного буферного раствора, 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т и титруют 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски в синюю.

Поправку к концентрации 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора сернокислого цинка (K<sub>1</sub>) вычисляют по формуле

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

где V - объем 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

K - поправка к концентрации 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б.

Поправку к концентрации раствора трилона Б при его использовании для алюминия находят следующим образом: 10 см<sup>3</sup> трилона Б помещают в колбу для титрования, подкисляют несколькими каплями соляной кислоты, прибавляют 70 см<sup>3</sup> воды и нагревают до 50°С. Опускают в раствор бумагу конго и прибавляют водный аммиак по каплям до покраснения бумаги. Затем добавляют 20 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора, нагревают до кипения, прибавляют 10 капель раствора ксиленолового оранжевого и титруют 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствором сернистого цинка до перехода желтой окраски раствора в фиолетово-красную.

Поправку к концентрации (K<sub>2</sub>) 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б вычисляют по формуле

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

где V<sub>1</sub> – объем 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора сернистого цинка, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

K<sub>1</sub> – поправка к концентрации 0,025 моль/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды, добавляют 2 см<sup>3</sup> серной кислоты, 7 - 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды, 3 - 4 см<sup>3</sup> соляной кислоты, и, помешивая стеклянной палочкой, полностью растворяют остаток солей при осторожном нагревании на водяной бане. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п.3.5.4, переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 15 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, опускают бумажку конго, добавляют 30 - 35 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора, 10 см<sup>3</sup> 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 (X<sub>2</sub>) 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/дм<sup>3</sup> раствора сернокислого цинка, израсходованный на обратное титрование, см<sup>3</sup>;  
 $V_2$  – объем 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора сернокислого цинка, израсходованный на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>;  
 $K$  – поправка к концентрации 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора сернокислого цинка;  
 $V_4$  – объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;  
0,001275 – количество оксида алюминия, соответствующее 1 см<sup>3</sup> точно 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, г;  
 $V_3$  – общий объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;  
 $m$  – 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.

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

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, 1 моль/дм<sup>3</sup> раствор; готовят следующим образом: 53,50 г хлористого аммония растворяют в 1 дм<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup> Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; готовят следующим образом: 6,0397 г железоммонийных квасцов растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, подкисленной 9 см<sup>3</sup> соляной кислоты, и разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup>. Титр раствора устанавливают весовым методом.

Для этого в три стакана вместимостью 300 см<sup>3</sup> отмеряют из бюретки 10, 20, 30 см<sup>3</sup> стандартного раствора, разбавляют до 120 - 150 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>.

Раствор Б, содержащий 0,1 мг/см<sup>3</sup> Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, готовят разбавлением водой 100 см<sup>3</sup> раствора А в мерной колбе до 1 дм<sup>3</sup>.

Раствор В, содержащий 0,01 мг/см<sup>3</sup> Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, готовят разбавлением водой 100 см<sup>3</sup> раствора Б в мерной колбе до 1 дм<sup>3</sup>.

### 3.6.3. Построение градуировочной кривой

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

Одновременно готовят нулевой раствор, не содержащий Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Вторая градуировочная кривая строится аналогично первой, но при этом берут раствор В, содержащий 0,01 мг/см<sup>3</sup> Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

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 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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 см<sup>3</sup> переносят 25 см<sup>3</sup> испытуемого раствора, приготовленного по п.3.5.4, приливают 10 см<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, 15 см<sup>3</sup> 20%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и аммиака сначала до устойчивого желтого окрашивания и сверх того 3 см<sup>3</sup>, после чего разбавляют водой до метки. Одновременно готовят нулевой раствор, не содержащий Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

### 3.6.5. Обработка результатов

По полученной величине оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят содержание Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, найденное по градуировочному графику, мг;  
 $m$  – масса навески, г;  
 $V$  – общий объем раствора, см<sup>3</sup>;  
 $V_1$  – объем аликвотной части раствора, взятый для фотоколориметрирования, см<sup>3</sup>.

При необходимости в результат 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 гидроксид (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/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора сахара, добавляют воды до объема 85 - 90 см<sup>3</sup>, опускают индикаторную бумажку "конго", нейтрализуют 2 моль/дм<sup>3</sup> раствором гидроксида натрия до покраснения бумажки, добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора сульфида натрия, перемешивают, дают 5 см<sup>3</sup> 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 (X<sub>4</sub>) 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/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

K – поправка к концентрации 0,025 моль/дм<sup>3</sup> трилона Б;

V<sub>2</sub> – объем 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, израсходованный на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

0,0014 – количество СаО, соответствующее 1 см<sup>3</sup> точно 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, г;

V<sub>3</sub> – общий объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

V<sub>4</sub> – объем аликвотной части анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

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/дм<sup>3</sup> раствор.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 2 моль/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> горячей воды в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> горячей воды в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$m$  – масса навески жидкого стекла, г;

0,0031 – количество оксида натрия, соответствующее 1 см<sup>3</sup> точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Колба мерная вместимостью 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Цилиндр мерный вместимостью 100 и 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Капельница лабораторная стеклянная вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Воронка стеклянная диаметром 56-100 мм по ГОСТ 25336.

Бюретка вместимостью 2 или 5 см<sup>3</sup> по НТД.

Пипетка вместимостью 2 см<sup>3</sup> по НТД.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 0,5 моль/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись (гидроксид) по ГОСТ 4328, раствор 0,5 моль/дм<sup>3</sup>.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, ч.д.а.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, ч.д.а.

Смешанный кислотно-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 см<sup>3</sup> и добавляют из мерного цилиндра 1000 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> вводят пипеткой от 5 до 7 капель исследуемого раствора жидкого стекла и добавляют из мерного цилиндра 70 - 80 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 5 - 7 капель раствора смешанного кислотного индикатора. Исследуемый раствор титруют раствором соляной кислоты 0,5 моль/дм<sup>3</sup> с применением бюретки с ценой деления 0,01 см<sup>3</sup> вместимостью 2 и 5 см<sup>3</sup> до изменения зеленовато-голубой окраски в фиолетовую (V).

Затем добавляют из мерного цилиндра 50 см<sup>3</sup> раствора смеси фтористого натрия и хлористого калия, после чего добавляют из бюретки с ценой деления 0,1 см<sup>3</sup> вместимостью 25 см<sup>3</sup> раствор соляной кислоты 0,5 моль/дм<sup>3</sup> до изменения зеленовато-голубой окраски в устойчивую фиолетовую (V<sub>1</sub>).

Избыток кислоты оттитровывают 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствором гидроксида натрия до перехода фиолетового цвета в зеленовато-голубой (V<sub>2</sub>).

**(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, см<sup>3</sup>;

V<sub>1</sub> – объем добавленного раствора соляной кислоты, см<sup>3</sup>;

1

V<sub>2</sub> – объем раствора гидроксида натрия, использованный при титровании, см<sup>3</sup>.

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/см<sup>3</sup> с погрешностью не более 0,001 г/см<sup>3</sup>.

Термометр 3-Б2 по ГОСТ 28498.

Цилиндр вместимостью 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

**(Измененная редакция, Изм. N 1).**

3.11.2. Проведение испытания

Пробу жидкого стекла объемом около 500 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>.

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 ( $\rho_0$ ) в г/см<sup>3</sup> 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;

$\rho_0$  – плотность воды при температуре 20°C, равная 0,9982 г/см<sup>3</sup>.

1

Погрешность измерения не должна превышать 0,001 г/см<sup>3</sup>.

## 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 см<sup>3</sup> и растворяют при перемешивании в 300 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m_8},$$

где  $m_8$  - 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 дм<sup>3</sup> и металлические банки I и II типов вместимостью от 0,5 до 6 дм<sup>3</sup> 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 дм<sup>3</sup> 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.