

Общество с ограниченной ответственностью Научно-производственная
компания «СИЛЕКС»
(ООО НПК «СИЛЕКС»)

ОКПД 2: 20.13.62.130

ОКС: 71.100.01



УТВЕРЖДАЮ:

Директор

ООО НПК «СИЛЕКС»

Е.А. Елькин

« 01 » июня 2021 г.

**РАСТВОРЫ СИЛИКАТОВ НАТРИЯ, КАЛИЯ, ЛИТИЯ И ИХ СМЕСЕЙ
EASIL**

**Технические условия
20.13.62-101- 47318945-2021
(Введены впервые)**

Дата введения в действие: 2021-06-01

г. Асбест
2021

Настоящие технические условия распространяются на натриевые, калиевые и литиевые растворы силикатов (жидкие стекла), а также их смеси.

Жидкие стекла применяются в химической, металлургической, машиностроительной, текстильной, бумажной, электродной, строительной и в других отраслях промышленности.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1 Растворы силикатов должны изготавливаться в соответствии с требованиями настоящих технических условий и по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2 Продукция выпускаются следующих марок (см. таблицу 1):

Таблица 1

№ п/п	Условное обозначение вида раствора силиката	Расшифровка
1	2	3
1	EASIL-Na	Растворы силиката натрия, натриевые жидкие стекла.
2	EASIL-K	Растворы силиката калия, калиевые жидкие стекла.
3	EASIL-Li	Растворы силиката лития, литиевые жидкие стекла.
4	EASIL-NaK	Растворы натрий-калиевого силиката, натрий - калиевые жидкие стекла.
5	EASIL-KNa	Растворы калий-натриевого силиката, калий - натриевые жидкие стекла.
6	EASIL-NaLi	Растворы натрий-литиевого силиката, натрий - литиевые жидкие стекла.
7	EASIL-KLi	Растворы калий-литиевого силиката, калий - литиевые жидкие стекла.
8	EASIL-NaKLi	Растворы натрий-калий-литиевого силиката, натрий-калий-литиевые жидкие стекла.
9	EASIL-KNaLi	Растворы калий-натрий-литиевого силиката, калий - натрий- литиевые жидкие стекла.

1.4 Выпускаемые растворы силикатов должны соответствовать требованиям, представленным в Таблице 2

Таблица 2

№ п/п	Наименование параметра	Значение									Метод испытания по ТУ
		EASIL-Na	EASIL-K	EASIL-Li	EASIL-NaK	EASIL-KNa	EASIL-NaLi	EASIL-KLi	EASIL-NaKLi	EASIL-KNaLi	
МАРКА 1: СИЛИКАТЫ ДЛЯ ЭЛЕКТРОДНОГО И ФЛЮСОВОГО ПРОИЗВОДСТВА											
1.1	Внешний вид	Густая прозрачная жидкость без механических примесей и включений, видимых невооруженным глазом. Допускается оттенок желтого или серого цвета.									
1.2	Силикатный модуль	3,2-3,4		2,7-3,5	2,8-3,2	2,8-3,6				4.8	
1.3	Плотность, г/см ³	1,36-1,43		1,10-1,30	1,38-1,47	1,36-1,50				4.3	
1.4	Вязкость, сПз, t =25 °С	300-1200		40-300	70-300	300-1200				4.9	
1.5	Массовая доля двуокиси кремния, %масс	26,0-33,0	25,0-28,0	8,0-30,0	26,0-31,0	26,0-33,0	26,0-33,0	25,0-28,0	26,0-33,0	26,0-33,0	4.7
1.6	Массовая доля оксида натрия, %масс	8,0-10,5	-	-	6,0-9,0	3,5-5,0	5,0-10,5	-	6,0-9,0	3,5-5,0	4.4
1.7	Массовая доля оксида калия, %масс	-	11,0-13,5	-	3,5-5,0	6,0-9,0	-	7,0-13,5	3,5-5,0	6,0-9,0	4.5
1.8	Массовая доля оксида лития, %масс	-	-	1,5-5,0	-	-	0,1-0,8				4.6
1.9	Массовая доля содержания хлоридов, в пересчете на хлор %масс, не более	0,1									4.10
1.10	Прозрачность, см не менее	10									4.2

№ п/п	Наименование параметра	Значение								Метод испытания по ТУ
		EASIL-Na	EASIL-K	EASIL-Li	EASIL-NaK	EASIL-KNa	EASIL-NaLi	EASIL-KLi	EASIL-NaKLi	
МАРКА 2: СИЛИКАТЫ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА ЛАКОКРАСОЧНЫХ И СТРОИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ										
2.1	Внешний вид	Густая прозрачная жидкость без механических примесей и включений, видимых невооруженным глазом. Допускается оттенок желтого или серого цвета.								
2.2	Силикатный модуль	2,0-4,5		2,7-3,5	-					4.8
2.3	Плотность, г/см ³	1,10-1,50		1,10-1,30	-					4.3
2.4	Вязкость, сПз, t =25 °С	40-300			-					4.9
2.5	Массовая доля двуоксида кремния, %масс	10,0-33,0	10,0-28,0	5,0-30,0	-					4.7
2.6	Массовая доля оксида натрия, %масс	5,0-10,5	-	-	-					4.4
2.7	Массовая доля оксида калия, %масс	-	5,0-13,5	-	-					4.5
2.8	Массовая доля оксида лития, %масс	-	-	1,5-5,0	-					4.6
2.9	Прозрачность, см не менее	10			-					4.2
МАРКА 3: СИЛИКАТЫ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА МЕТАСИЛИКАТОВ НАТРИЯ, КАЛИЯ И СИНТЕТИЧЕСКИХ МОЮЩИХ СРЕДСТВ										
3.1	Внешний вид	Густая мутная или прозрачная жидкость без механических примесей и включений, видимых невооруженным глазом. Допускается оттенок желтого или серого цвета.								
3.2	Силикатный модуль	0,9-2,5		-					4.8	
3.3	Плотность, г/см ³	1,15-1,7		-					4.3	
3.4	Массовая доля двуоксида кремния, %масс	10.0-25.0	10.0-25.0	-					4.7	
3.5	Массовая доля оксида натрия, %масс	10.0-25.0	10.0-25.0	-					4.4	

№ п/п	Наименование параметра	Значение									Метод испытания по ТУ
		EASIL-Na	EASIL-K	EASIL-Li	EASIL-NaK	EASIL-KNa	EASIL-NaLi	EASIL-KLi	EASIL-NaKLi	EASIL-KNaLi	
3.6	Массовая доля оксида калия, %масс	-	5,0-13,5	-							4.5
3.7	Прозрачность, см	0-10			-						4.2
МАРКА 4: СИЛИКАТЫ ОБЩЕГО ПРИМЕНЕНИЯ											
4.1	Внешний вид	Густая прозрачная жидкость без механических примесей и включений, видимых невооруженным глазом. Допускается оттенок желтого или серого цвета.									
4.2	Силикатный модуль	0,9-4,5		2,5-3,5	0,9-4,5					4.8	
4.3	Плотность, г/см ³	1,10-1,50	1,10-1,50	1,07-1,3	10,0-33,0					4.3	
4.4	Вязкость, сПз, t =25 °С	40-3000	40-3000	40-300	40-3000					4.9	
4.5	Массовая доля двуоксида кремния, %масс	10,0-33,0	10,0-33,0	5,0-30,0	10,0-33,0					4.7	
4.6	Массовая доля оксида натрия, %масс	5,0-13,0	-	-	6,0-9,0	3,5-5,0	5,0-10,5	-	6,0-9,0	3,5-5,0	4.4
4.7	Массовая доля оксида калия, %масс	-	5,0-18,0	-	3,5-5,0	6,0-9,0	-	7,0-13,5	3,5-5,0	6,0-9,0	4.5
4.8	Массовая доля оксида лития, %масс	-	-	1,5-5,0	-	-	0,1-0,8			4.6	
4.9	Прозрачность, см не менее	0-10									

5. К фильтрованным относятся продукты с прозрачностью не менее 7 см, растворы с меньшей прозрачностью считаются не фильтрованными.

6. Химический состав требуемых силикатов и их физико-химические свойства уточняются потребителем в технических требованиях.

7. Наличие содержания хлорорганических соединений (ХОС) и хлоридов четвертичных аммониевых соединений (ЧАС) в силикатах EASIL (далее по тексту «Жидкое стекло») не допускается. Контроль содержания ХОС производится по методике, представленной в п. 4.11.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1 Жидкие стекла пожаро - и взрывобезопасны.

2.2 В растворе жидкое стекло имеет щелочную реакцию.

2.3 При вдыхании в виде мелких брызг или тумана жидкое стекло раздражает слизистую верхних дыхательных путей. При попадании в глаза вызывает химический ожог. Предельно допустимая концентрация паров жидкого стекла в пересчете на NaOH - 0,5 мг/м³.

2.4 Производственный персонал должен быть обеспечен специальной одеждой и средствами индивидуальной защиты (защитные очки, противоаэрозольный респиратор).

2.5 Производственные помещения должны быть оборудованы приточно вытяжной вентиляцией.

2.6 При разливе продукта загрязненный участок обмывают обильным количеством воды.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

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

- наименование предприятия-изготовителя, его товарный знак;
- наименование продукта;
- маркировку партии;
- силикатный модуль;
- дату изготовления;
- массу нетто, брутто;
- результаты проведенных испытаний; обозначение технических условий.

Каждую железнодорожную и автомобильную цистерну считают партией.

3.2 Маркировка партии жидкого стекла производится по следующей схеме:



3.3 Для проверки качества жидкого стекла произвольно из разных мест выбирают тару, из которой будет производиться отбор проб, в количестве не менее 10% от общего объема, а от каждой цистерны отбирают объединенную пробу не менее 1 дм³. Перед отбором пробы жидкое стекло в данной таре должно быть тщательно перемешано.

3.4 При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей, проводят повторные испытания на удвоенной выборке, взятой из этой же партии. Результаты повторных испытаний распространяют на всю партию.

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4.1 Отбор проб

4.1.1 Для проведения испытаний из каждой выбранной тары, (см. п.3.3) при помощи сухих, латунных, медных или стеклянных трубок диаметром 15-20 мм или с помощью пробоотборников, изготовленных из материала, не реагирующего с силикатами, отбирают из верхнего, среднего и нижнего уровней три точечные пробы и соединяют в объединенную пробу объемом не менее 1 дм³.

4.1.2 Из цистерны отбирают пробоотборником любой конструкции из трех мест пробы равных объемов не менее 2 дм³. Пробы соединяют вместе и тщательно перемешивают.

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

4.2 Метод измерения прозрачности

4.2.1 Назначение метода

Методика предназначена для контроля прозрачности жидкого стекла.

4.2.2 Сущность метода

Метод основан на установлении момента исчезновения видимости опускаемого в жидкое стекло кольца из проволоки с темной поверхностью.

Мерой прозрачности служит высота столба жидкости, измеренная в момент исчезновения видимости опускаемого в жидкую среду кольца определенного размера.

4.2.3 Аппаратура

- Кольцо диаметром 20 мм из проволоки диаметром 2 мм по ГОСТ 3282 с покрытием черного цвета, укрепленное на металлическом стержне в соответствии

с рисунком 1;

- Стекланный цилиндр по ГОСТ 1770 или ГОСТ 18481, высотой H не менее 350 мм, внутренним диаметром d_1 не менее 25 мм, градуированный или без градуировки с использованием приклеенной снаружи полоской миллиметровой бумаги с нанесенной сверху - вниз градуировкой. Цена деления градуировки составляет 0,5 см.

4.2.4 Порядок проведения испытаний

Испытание проводят при рассеянном дневном освещении в помещении, на расстоянии не менее 1 м от окна.

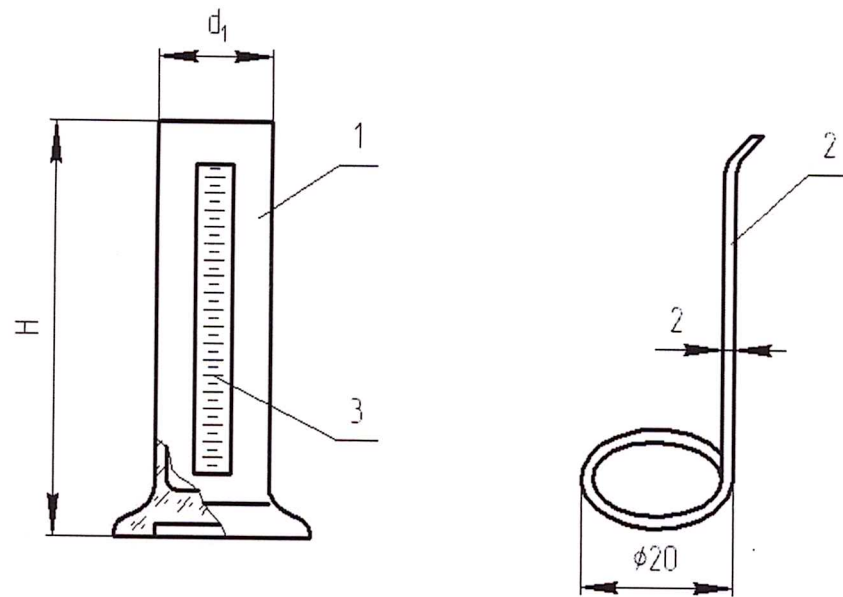
Хорошо перемешанное жидкое стекло наливают в цилиндр до верхней метки. Образовавшиеся на поверхности пузырьки воздуха удаляют стеклянной палочкой.

В жидкость погружают кольцо до тех пор, пока контуры его станут невидимыми. Глубина погружения кольца в цилиндр (в сантиметрах) соответствует значению прозрачности стекла.

4.2.5 Обработка результатов испытаний

За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, измеренных в сантиметрах.

Округление результатов испытаний осуществляют с точностью до 0,5 см.



1-цилиндр, 2-кольцо со стержнем, 3-полоска миллиметровой бумаги.

Рисунок 1 Приборы для измерения прозрачности

4.3 Определение плотности ареометром

Аппаратура

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

Термометр по ГОСТ 29224-91

Цилиндр вместимостью 500 см³ по ГОСТ 1770-74

Проведение анализа

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 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 дожидаются его возвращения в положение равновесия. Ареометр, погруженный в жидкость, не должен касаться стенок цилиндра, для чего диаметр цилиндра должен быть на 3-2см больше диаметра ареометра. Плотность определяют по шкале ареометра по верхнему мениску.

4.4 Определение массовой доли оксида натрия (Na₂O)

4.4.1 Определение массовой доли оксида натрия в натриевом жидком стекле и общей щелочности в пересчете на Na₂O:

Сущность метода заключается в определении щелочности раствора

жидкого стекла титрованием соляной кислотой.

Аппаратура, посуда, реактивы:

аналитические весы;

колба мерная измерительная емкостью 250 мл по ГОСТ 1770-74; воронка химическая лабораторная простая по ГОСТ 8613-75;

пипетка измерительная на 50 мл по ГОСТ 20292-74;

бюретка по ГОСТ 20292-74;

колба коническая плоскодонная емкостью 250 мл по ГОСТ 10394-72;

стекло часовое одиночное;

дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72;

кислота соляная по ГОСТ 3118-67, х. ч. или ч. д. а., 0,1 н раствор;

бромкрезоловый пурпуровый, 0,2%-ный спиртовой раствор.

Проведение испытания

0,5-1г раствора жидкого стекла взвешивают на часовом стекле с точностью до четвертого знака и переносят 100 мл горячей воды в колбу для титрования вместимостью 250 мл. Раствор тщательно перемешивают, охлаждают, после чего приступают к титрованию. Для этого добавляют пять капель раствора бромкрезолового пурпурового и титруют 0,1 н раствором соляной кислоты до желтой окраски.

Обработка результатов

Количество оксида натрия в процентах определяют по формуле 1:

$$X_1(X_2) = \frac{V \cdot k}{m} \cdot 100\% \quad (1)$$

где X_1 -общая щелочность, в пересчете на Na_2O , % масс, X_2 -содержание Na_2O в натриевом жидком стекле % масс,

V — количество 0,1 н раствора соляной кислоты, пошедшее на титрование, в мл;

k — постоянный фактор пересчета количества 0,1 н раствора соляной кислоты в оксид металла в мл, который для оксида натрия составляет 0,0031

m — исходная навеска жидкого натриевого стекла в г.

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

4.4.2 Определение массовой доли оксида натрия в смешанных силикатах:

Обработка результатов

Массовая доля оксида натрия в процентах определяется по формуле 2:

$$X_2 = X_1 - 0,659 \cdot X_3 - 2,066 \cdot X_4 \quad (2)$$

X_2 - содержание Na_2O в смешанном жидком стекле % масс

X_1 -общая щелочность, в пересчете на Na_2O , % масс., определенная по п. 4.4.1

X_3 -содержание оксида калия, % масс., определенное по п. 4.5.2

X_4 -содержание Li_2O в жидком стекле % масс, определенное по п. 4.6.2

4.5 Определение массовой доли оксида калия (K_2O)

4.5.1 Титриметрический метод для определения массовой доли оксида калия в калиевом жидком стекле:

Выполнение измерений

Производится определение щелочности раствора силиката по п. 4.4.1

Обработка результатов

Количество оксида калия в процентах определяют по формуле 3:

$$X_3 = \frac{V \cdot k}{m} \cdot 100\% \quad (3)$$

где X_3 -массовая доля оксида калия, % масс.

V — количество 0,1 н раствора соляной кислоты, пошедшее на титрование, в мл;

k — постоянный фактор пересчета количества 0,1 н раствора соляной кислоты в оксид металла в мл, который для оксида калия составляет - 0,0047

m — исходная навеска жидкого натриевого стекла в г.

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

4.5.2 Гравиметрический метод для определения массовой доли оксида калия в смешанных силикатах:

Определение массовой доли оксида калия (K_2O) выполняют гравиметрическим методом. Метод основан на осаждении калия из раствора кобальтинитритом натрия в виде сложного комплексного соединения.

Аппаратура, посуда, реактивы:

При выполнении измерений используют следующие средства измерения, реактивы и растворы:

Бюретки по ГОСТ 29251, класс точности 2;

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, класс точности специальный, цена деления 1 мг;

Вода, дистиллированная по ГОСТ 6709;

Кислота серная по ГОСТ 4204;

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484;

Кислота уксусная по ГОСТ 61, 15%-ный раствор;

Кобальт (II) азотнокислый 6-водный по ГОСТ 4528;

Мерный колбы, мензурки по ГОСТ 1770, класс точности 2;

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197;

• раствор № 1 - 120 г $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 240 см³ дистиллированной воды;

• раствор № 2 - 200 г NaNO_3 растворяют в 400 см³ дистиллированной воды;

• осторожно, при перемешивании, раствор № 2 приливают к раствору № 1, затем небольшими порциями добавляют 40 см³ уксусной кислоты, выстаивают двое суток;

Печь муфельная лабораторная по ТУ 16-681.139, с температурой нагрева до 1000 °С;

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336, колбы конические, стаканы;

Пипетки по ГОСТ 29227, класс точности 2;

Раствор для промывания готовят следующим образом: к 1 части этилового спирта добавляют 10 частей воды, 0,1 часть уксусной кислоты, перемешивают;

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300;

Тигли Шотта № 4, фильтрующие с пористым дном (ПОР 40) по ГОСТ 25336;

Термометр типа ТТ или ТЛ по ТУ 25-2021.010, предел измерения от 0 °С до 100 °С;

Чашки из платины по ГОСТ 6563;

Шкаф сушильный лабораторный по ТУ 16-681.032 с температурой нагрева до 450 °С;

Эксикаторы по ТУ 25.11.1024.

Выполнение измерений

При определении оксида калия выполняют следующие операции:

- Фильтрат полученный при определении содержания оксида кремния по п. 4.7.2 помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют до

метки дистиллированной водой, перемешивают, отбирают аликвоту 50 см³ в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 2-3 см³ 15 %-ного раствора уксусной кислоты и выпаривают до минимального объема раствора;

- Затем приливают 50 см³ осадителя (кобальтинитрита натрия) небольшими порциями, перемешивают и дают отстояться 10-12 час;

- Раствор с осадком фильтруют через предварительно высушенный, взвешенный тигель с пористым дном № 4 (Шотта), промывают раствором для промывания, просушивают при температуре 110 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Обработка результатов измерений

Массовую долю оксида калия (K₂O) в % вычисляют по формуле 4:

$$X_3 = \frac{m_2 \cdot 0,2074}{m} \cdot 100\% \quad (4)$$

где X₃- массовая доля оксида калия, % масс,

m₂- масса осадка после просушивания, г; m - масса навески с учетом разбавления (m = 50·0,5/ 250 = 0,1 г), г;

0,2074 - коэффициент пересчета на оксид калия.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,11 %.

4.6 Определение массовой доли оксида лития:

4.6.1 Определение массовой доли оксида лития в литиевом жидком стекле

Выполнение измерений:

Производится определение щелочности раствора силиката по п. 4.4.1

Обработка результатов:

Количество оксида лития в процентах определяют по формуле 5:

$$X_4 = \frac{V \cdot k}{m} \cdot 100\% \quad (5)$$

где X₄-содержание Li₂O в жидком стекле % масс,

V — количество 0,1 н раствора соляной кислоты, пошедшее на титрование, в мл;

k— постоянный фактор пересчета количества 0,1 н раствора соляной кислоты в оксид металла в мл, который для оксида натрия составляет 0,0015

m— исходная навеска жидкого натриевого стекла в г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов

двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,4 %.

4.6.2 Определение массовой доли оксида лития в смешанном жидком стекле:

Метод основан на растворимости хлорида лития в безводном ацетоне. Хлориды калия и натрия в этих условиях не растворимы.

Аппаратура, посуда, реактивы:

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, класс точности специальный, цена деления 1 мг;

Стекло часовое одиночное;

Мерные колбы, мензурки по ГОСТ 1770, класс точности 2;

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72;

Кислота соляная по ГОСТ 3118-67, х.ч.;

Кислота серная, х.ч., по ГОСТ 4204;

Ацетон, ч.д.а., по ГОСТ 2603-79.

Выполнение измерений:

0,5 г раствора жидкого стекла взвешивают на часовом стекле, с точностью четыре знака после запятой и переносят горячей водой, путем многократного смывания, в стакан вместимостью на 250 см³. Полученный раствор выпаривают досуха, осадок растирают стеклянной палочкой в порошок. К полученному порошку добавляют 25 см³ ацетона и 1 каплю соляной кислоты. Получившуюся суспензию отфильтровывают через фильтр, смоченный ацетоном, в платиновую чашку. Фильтрат выпаривают с 2 каплями серной кислоты, прокалывают при 750 °С до сплавления и взвешивают.

Обработка результатов:

Массовую долю оксида лития, Li₂O %, вычисляют по формуле 6:

$$X_4 = \frac{m_1 * 0,2718}{m} * 100 \quad (6)$$

где: X₄-массовая доля оксида лития, %

m₁ – масса осадка Li₂SO₄, после прокалывания г;

m – масса навески жидкого стекла, г;

0,2718 - коэффициент пересчета Li₂SO₄ в Li₂O

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

4.7 Определение массовой доли двуокиси кремния в жидком стекле

4.7.1 Титриметрический метод:

Сущность метода для всех видов стекол заключается в определении двуокиси кремния методом титрования соляной кислотой.

Аппаратура, посуда, реактивы:

аналитические весы;

колба коническая плоскодонная емкостью 250 мл по ГОСТ 10394-72; бюретка по ГОСТ 20292-74;

капельница по ГОСТ 9876-73;

бромкрезоловый пурпуровый 0,2%-ный спиртовой раствор;

натрий фтористый по ГОСТ 4463-76;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

кислота соляная по ГОСТ 3118-67, 1н раствор.

Проведение испытания

В колбу с раствором жидкого стекла после определения щелочности по п. 4.4.1 добавляют 3—4 г кристаллического фтористого натрия, две капли раствора бромкрезолового пурпурового, перемешивают и титруют 1н раствором соляной кислоты до перехода окраски из сиреневой в устойчивую желтую. Предварительно в каждой вновь полученной банке фтористого натрия определяют примесь двуокиси кремния. Для этого в колбу доливают 50 мл дистиллированной воды и производят титрование по описанной выше методике.

Обработка результатов

Количество двуокиси кремния (SiO_2) в процентах определяют по формуле 7:

$$X_5 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,015}{m} \cdot 100\% \quad (7)$$

где X_5 —массовая доля оксида кремния, %

V_1 — количество 1н раствора соляной кислоты, пошедшее на титрование пробы, в мл;

V_2 — количество 1н раствора соляной кислоты, пошедшее на титрование примеси двуокиси кремния во фтористом натрии, в мл;

0,015 — количество двуокиси кремния, соответствующее 1 мл 1 н раствора соляной кислоты, в г;

m — навеска пробы в г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми

не должны превышать 0,6 %.

4.7.2 Гравиметрический метод:

Определение массовой доли оксида кремния (SiO_2) выполняют гравиметрическим методом. Метод основан на разложении жидкого стекла растворением в горячей воде, обезвоживании кремниевой кислоты в солянокислой среде, выделении и прокаливании осадка, отгонке кремниевой кислоты в виде четырехфтористого кремния.

Средства измерений, реактивы и растворы

При выполнении измерений используются следующие средства измерения, реактивы и растворы:

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, класс точности специальный, цена деления 1 мг;

Вода, дистиллированная по ГОСТ 6709;

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1;

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1, 1:100;

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484;

Печь муфельная лабораторная по ТУ16-681.139, с температурой нагрева до 1000 °С;

Колбы мерные, мензурки по ГОСТ 1770, класс точности 2;

Пипетки по ГОСТ 29227, класс точности 2;

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336, колбы конические, стаканы;

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300;

Тигли и чашки фарфоровые по ГОСТ 9147;

Тигли из платины по ГОСТ 6563.

Выполнение измерений.

При определении оксида кремния (SiO_2) выполняют следующие операции:

- Навеску жидкого стекла массой 0,5 грамма взвешивают на часовом стекле, с точностью до четвертого знака затем смывают в фарфоровую чашку горячей дистиллированной водой. Анализ ведут в трех параллелях;

- Приливают 15 см³ соляной кислоты (плотностью 1,19 г/см³) и выпаривают досуха на водяной бане;

- Дважды обкапывают по 5-10 см³ соляной кислотой (плотностью 1,19 г/см³) и выпаривают досуха;

- Снимают с плитки, охлаждают, добавляют 10-15 см³ соляной кислоты (плотностью 1,19 г/см³), 50 см³ дистиллированной воды, нагревают до

растворения солей и фильтруют через плотный фильтр (синяя лента) с мацерированной бумагой;

- Промывают горячим раствором соляной кислоты (1:100) 5-6 раз, затем горячей дистиллированной водой. Фильтрат оставляют для последующего определения оксида калия. Осадок переносят в фарфоровый тигель, просушивают, прокаливают в лабораторной печи при температуре 900 °С, охлаждают, взвешивают и повторяют прокаливание до постоянной массы;

- В случае необходимости (загрязнение осадка примесями) обрабатывают фтористоводородной кислотой. Для этого осадок помещают во взвешенную платиновую чашку, обрабатывают несколькими каплями разбавленной серной кислоты (1:1) и 5-7 капель фтористоводородной кислоты. Полученную смесь выпаривают досуха, затем сухой остаток солей прокаливают в муфельной печи при температуре 900 °С в течение 15-20 мин. После охлаждения в эксикаторе тигель с остатком взвешивают.

Обработка результатов измерений

Массовую долю оксида кремния (SiO_2) в % вычисляют по формуле 8:

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot 100\%}{m} \quad (8)$$

где X_5 -массовая доля оксида кремния, %

m_1 - масса осадка диоксида кремния, г; m - масса навески, г;

Массовую долю оксида кремния в случае обработки фтористоводородной кислотой (SiO_2) в % вычисляют по формуле 9:

$$X_5 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100\%}{m} \quad (9)$$

где X_5 -массовая доля оксида кремния. %

m_1 - масса осадка диоксида кремния до испытания на чистоту, г;

m_2 - масса осадка диоксида кремния после испытания на чистоту, г;

m - масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,8 %.

4.8 Определение силикатного модуля (М) жидкого стекла:

Для смешанных стекол силикатный модуль вычисляется по общей

формуле 10:

$$M = \frac{X_5/M_5}{X_2/M_2 + X_3/M_3 + X_4/M_4} \quad (10)$$

Где М- силикатный модуль

X₂-массовая доля оксида калия % масс, определенная по п.4,5;

X₃-массовая доля оксида натрия % масс, определенная по п.4,4;

X₄-массовая доля оксида лития % масс, определенная по п.4,6;

X₅-массовая доля оксида кремния, % масс, определенная по п.4,7;

M₂-молекулярная масса оксида калия – 94,2 г/моль;

M₃-молекулярная масса оксида натрия- 61,9 г/моль;

M₄-молекулярная масса оксида лития- 29,9 г/моль;

M₅-молекулярная масса оксида кремния- 60,0 г/моль.

4.9 Определение вязкости жидкого стекла

4.9.1. Определение вязкости методом Гепплера:

Аппаратура

- Вискозиметр с падающим шариком прецизионный с комплектом шаров различного диаметра, цилиндрическим калибром и рубашки для термостатирования.
- Водяная баня с циркуляцией жидкости.
- Секундомер.

Проведение анализа

Вискозиметр устанавливают по уровню перед белым освещенным экраном. Внутренняя трубка вискозиметра, ее крышки и шары должны быть тщательно вымыты и просушены. Термостат подсоединяют резиновыми трубками к водяной рубашке вискозиметра.

Закрывают внутреннюю трубу внизу при помощи запорной пробки. Пробу стекла осторожно по стенке наливают во внутреннюю стеклянную трубку вискозиметра. Затем, в зависимости от консистенции продукта, опускают требуемый шарик, чтобы продолжительность падения шарика в испытуемом стекле на отрезке пути 0,1 м была не меньше 25 и не больше 120 с. Определения проводят при температуре продукта 20°С.

Время прохождения шара между верхней и нижней кольцевыми отметками засекают по секундомеру. Проводят несколько определений до установления 3-кратной одинаковой продолжительности падения шарика, которую используют в расчете.

Обработка результатов.

Динамическую вязкость жидкого стекла μ , мПа*с, вычисляют по формуле 11:

$$\mu = t(\rho - \rho_1) \cdot K, \quad (11)$$

где: t – продолжительность падения шарика, с;

ρ – плотность материала, из которого изготовлен шар при 20°C, г/см³;

ρ_1 – плотность жидкого стекла при 20°C, г/см³;

K – константа шарика, мПа·с·см³/г·сек (определяется производителем или поверщиком прибора).

Плотность материала, из которого изготовлен шар, и константа вискозиметра указаны в проверочном свидетельстве, прилагаемом к прибору.

4.9.2 Для исследования вязкости допускается использовать аналогичные методики и приборы, не снижающие точность определения.

4.10 Определение содержания хлоридов в пересчете на хлор:

Количество хлоридов в жидком стекле определяется по методу Волхарда. Раствор жидкого стекла обрабатывается избыточным количеством стандартного раствора нитрата серебра, использованное количество которого определяется титрованием раствором тиоцианата калия с применением Fe (III) в качестве индикатора.

Аппаратура, посуда, реактивы:

Серебро азотнокислое, хч по ГОСТ 1277-75-0,2М;

Калий роданистый, чда по ГОСТ 4139-75-0,1М;

Кислота азотная, хч по ГОСТ 4461-77;

Квасцы железоаммонийные, чда по ГОСТ 4205-77.

Проведение анализа

5-8 г жидкого стекла взвешивают на аналитических весах, с точностью до четвертого знака, переводят горячей дистиллированной водой в стакан вместимостью 400 см³ и доводят дистиллированной водой до объема 200 см³. Полученный раствор нейтрализуют концентрированной азотной кислотой (на каждые 100 мл раствора 5 мл кислоты), добавляют 5 мл 0,2 М раствора серебра азотнокислого, с последующей выдержкой 60 минут. Полученная суспензия отфильтровывается через фильтр «синяя лента» с мацерированной бумагой. Стакан и полученный осадок дополнительно промывается пятикратным объемом 0,6-0,7% (1:100) азотной кислотой. Фильтрат и промывные воды

собирают в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют в нее 1 мл индикатора и титруют 0,1М калием роданистым, до полного выпадения осадка и появления красно-коричневой окраски раствора.

Обработка результатов измерений

Массовую долю содержания хлоридов в жидком стекле в пересчете на хлор вычисляют по формуле 12:

$$X = \frac{5 \cdot C_1 - V \cdot C_2}{m \cdot 10} \cdot 35,45 \quad (12)$$

Где X- содержание хлоридов в пересчете на хлор, %;

C₁- концентрация азотнокислого серебра в растворе, моль/л;

C₂- концентрация роданистого калия в растворе, моль/л;

V-объем роданистого калия, пошедшего на титрование, мл;

m- масса навески жидкого стекла, г.

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

4.11 Определение наличия содержания хлорорганических соединений (ХОС) в растворах силикатов:

Сущность метода:

Метод определения наличия ХОС в порошках заключается в расчете разницы содержания ХОС в фракциях, полученных перегонкой до температуры 204 °С образца чистой сырой нефти и ее же с добавлением исследуемого порошка, в сравнении с погрешностью измерения метода.

Аппаратура, материалы и реактивы:

1. Для процесса перегонки проб:

1.1 Колба для перегонки круглодонная из боросиликатного стекла вместимостью 1 дм³ с одним коротким горлышком и стеклянным шлифом 24/40.

1.2 Переходник Т-образный из боросиликатного стекла с боковым отводом под углом 75° со стеклянными шлифами 24/40.

1.3 Термометр АСТМ 2С (от минус 5 °С до плюс 300 °С) или 2F (от 20 °F до 580 °F).

1.4 Допускается применять другие устройства измерения температуры (термопары или термометры сопротивления) при условии, что они имеют ту же погрешность, что и ртутные стеклянные термометры.

1.5 Переходник для термометра из боросиликатного стекла с внутренним стеклянным шлифом 24/40.

1.6 Холодильник Либиха из боросиликатного стекла длиной 300 мм со стеклянными шлифами 24/40.

1.7 Устройство соединительное вакуумное из боросиликатного стекла с отводом под углом 105° , со стеклянными шлифами 24/40.

1.8 Приемный цилиндр из боросиликатного стекла вместимостью 250 см^3 со стеклянным шлифом 24/40.

1.9 Проволочные зажимы для стеклянных шлифов из нержавеющей стали.

1.10 Сосуд для ледяной бани (сосуд для охлаждения) вместимостью 4 дм^3 .

1.11 Медная трубка для теплообменника, охлаждающего воду холодильника, внешним диаметром 6,4 мм и длиной 3 м.

1.12 Электронагревательный кожух, Glas-Col Series O, объемом 1 дм^3 , с мощностью верхнего нагревательного элемента 140Вт, нижнего нагревательного элемента - 380 Вт.

Примечание - Допускается применять в качестве электронагревательного кожуха другие устройства, имеющие такие же технические характеристики.

1.13 Регуляторы нагрева для регулирования температуры верхнего и нижнего нагревательных элементов кожуха напряжением 120 В, силой тока 10 А.

1.14 Весы с погрешностью взвешивания не более 0,1 г.

1.15 Ацетон, не содержащий соединений хлора.

1.16 Калия гидроокись, раствор 1 моль/дм³ в дистиллированной или деионизированной воде.

1.17 Вода типа III.

1.18 Бумага фильтровальная, ватман N 41 или равноценная.

1.19 Смазка для запорного крана.

1.20 Толуол, не содержащий соединений хлора

2. Для процесса перегонки проб:

2.1 Электрод стеклянный общего назначения

2.2 Электрод серебряный - хлорсеребряный, палочного типа или другой, позволяющий получить ту же точность определения.

2.3 Титратор потенциометрический, снабженный бюреткой вместимостью 5 см³ или менее и магнитной мешалкой.

2.4 Ацетон, не содержащий соединений хлора.

2.5 Бумага индикаторная "Конго красный".

2.6 2,2,4-триметилпентан (изооктан), х.ч. (см. примечание к 7.6).

2.7 Азотная кислота, раствор массовой долей 5 моль/дм³.

2.8 2-пропанол, не содержащий соединений хлора

2.9 Нитрат серебра, стандартный водный раствор массовой долей 0,01 моль/дм³.

2.10 Натрия бифенил, расфасованный в ампулы вместимостью 15 см³. Для каждого анализа используют полностью содержимое одной ампулы. Одна ампула содержит от 13 до 15 миллиэквивалентов активного натрия.

Бифенил натрия оберегают от нагревания, но не охлаждают. Перед использованием реактив подогревают приблизительно до 50 °С и тщательно встряхивают, чтобы обеспечить однородность жидкости.

2.11 Толуол, не содержащий соединений хлора.

Выполнение измерений:

Выполнение измерений производят в следующей последовательности:

1. Готовят 2 образца нефти массой 500 г, измеренную с погрешностью 0,1 г и помещают ее в круглодонную колбу;

2. В один из образцов загружается исследуемый порошок массой 5 г измеренной с погрешностью 0,0001 г;

3. Собирают стеклянный аппарат для перегонки, герметизируют все шлифы смазкой и проволочными зажимами во избежание ослабления соединений.

Положение термометра регулируют в Т-образном переходнике таким образом, чтобы нижний конец капилляра был на уровне наивысшей точки нижней части внутренней стенки той части переходника, которая соединяется с холодильником.

4. Производят последовательно перегонку 2-х подготовленных образцов. Для этого колбу с образцом присоединяют к аппарату для перегонки, помещают электронагревательный кожух. Включают нагрев и начинают перегонку до получения показания термометра 204 °С. Нагрев регулируют так, чтобы скорость перегонки составляла приблизительно 5 см³/мин.

5. При температуре 204 °С перегонку заканчивают, отсоединяют и удаляют приемный цилиндр. Отключают регуляторы температуры и снимают с колбы нагревательный кожух, после чего определяют массу дистиллята.

6. Полученные фракции переносят из приемного цилиндра в делительную воронку и промывают три раза равными объемами раствора гидроокиси калия 1 моль/дм³. После этого ее промывают три раза равными объемами воды. Объем, взятый на одну промывку, равен объему полученной фракции. Раствор гидроокиси калия удаляет сероводород, а вода удаляет следы

неорганических хлоридов, присутствующих в сырой нефти или растворе щелочи, как загрязняющие примеси.

7. После завершения промывок фракции фильтруют, чтобы удалить оставшуюся воду, собирают в чистые стеклянные сосуды с притертыми пробками.

8. Определение содержания ХОС в 2-х полученных образцах производят следующим образом: 50 см³ толуола помещают в делительную воронку вместимостью 250 см³ и добавляют содержимое одной ампулы реактива бифенила натрия. Смесь тщательно перемешивают кругообразным движением, после чего добавляют около 30 г взвешенной с точностью до 0,1 г промытой фракции, выделенной из нефти. Далее делительную воронку кругообразным вращением тщательно перемешивают. Полученный раствор или суспензия должны быть сине-зеленого цвета. Если этой окраски нет, то добавляют содержимое еще одной ампулы реактива бифенила натрия до тех пор, пока раствор или суспензия не окрасится в сине-зеленый цвет.

9. После перемешивания смесь выдерживают 10 мин для завершения реакции, затем добавляют 2 см³ 2-пропанола и, аккуратно вращая, перемешивают при открытой делительной воронке до тех пор, пока цвет раствора не изменится от сине-зеленого до белого, что указывает на отсутствие свободного натрия.

10. Воронку закрывают и осторожно покачивают, часто сбрасывая давление через запорный кран. Затем добавляют 20 см³ воды и 10 см³ раствора азотной кислоты массовой долей 5 моль/дм³. Осторожно встряхивают, часто сбрасывая давление через запорный кран.

11. С помощью индикаторной бумаги "Конго красный" проверяют водную фазу. Если бумага не синее, то добавляют порциями по 5 см³ раствор азотной кислоты массовой долей 5 моль/дм³ до получения синего цвета.

12. Водную фазу переносят в другую делительную воронку, содержащую 50 см³ изооктана, и хорошо встряхивают. После чего переливают в стакан для титрования вместимостью 250 см³.

13. Проводят второе экстрагирование смеси образца с изооктаном 25 см³ воды, подкисленной несколькими каплями раствора азотной кислоты 5 моль/дм³. Переносят второй экстракт в тот же стакан для титрования вместимостью 250 см³. Раствор упаривают на горячей плитке до объема 25-30 см³. Температуру плитки поддерживают несколько ниже температуры кипения жидкости.

Не допускается уменьшать объем экстракта менее 25 см³, так как в этом случае может произойти потеря массовой доли хлорорганических соединений (массовой доли органических хлоридов).

14. Раствор охлаждают и добавляют 100 см³ ацетона и титруют потенциометрическим стандартным раствором нитрата серебра 0,01 моль/дм³, используя систему стеклянного и серебряного - хлорсеребряного электродов.

Если имеется в наличии автоматический титратор, используют микробюретку вместимостью 5 см³. Если титрование выполняют с помощью рН-метра, управляемого вручную, то используют микробюретку вместимостью 5 см³, которая дает точность показания до второго десятичного знака.

15. Для ручного титрования определяют конечную точку титрования путем построения кривых титрования, показывающих зависимость измеренного потенциала от объема использованного раствора нитрата серебра. Для автоматического титратора конечную точку определяют из средней точки перегиба кривой титрования.

16. Проводят холостой опыт для каждой группы образцов, используя все реактивы, включая бифенил натрия, и проводя все операции анализа, за исключением ввода образца полученной при перегонке фракции.

Обработка результатов:

1. Массовую долю хлорорганических соединений (массовую долю органических хлоридов) в полученных образцах дистиллята нефти вычисляют по формуле 13:

$$X_{1,2} = \frac{(V_2 - V_1) \cdot C_B \cdot 35460}{m_{н1,2}} \quad (13)$$

где X_1 – содержание ХОС в образце чистой нефти, млн (ppm, мкг/г);

X_2 – содержание ХОС в образце нефти с добавлением исследуемого образца, млн (ppm, мкг/г);

V_2 - объем раствора нитрата серебра 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование испытуемого образца, см³;

V_1 - объем раствора нитрата серебра 0,01 моль/дм³, израсходованный для холостого опыта, см ;

C_B - массовая доля раствора нитрата серебра, моль/дм³;

$m_{н1,2}$ - масса проб дистиллята, г;

35460 - коэффициент пересчета.

2. Погрешность методики определения для данного образца нефти вычисляется по формуле 14:

$$r = 0.32 \cdot (X_1 + 0.33)^{0.644} \quad (14)$$

3. Сравнение разницы содержания ХОС в пробах с погрешностью выражается неравенством 15:

$$|X_2 - X_1| \leq r \quad (15)$$

- в случае если неравенство верное, то хлорорганические соединения в исследуемом порошке отсутствуют.

- в случае если неравенство неверное – в исследуемых образцах порошков присутствуют хлорорганические соединения.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1 Жидкое стекло разливают в стальные бочки вместимостью 216 л, металлические банки I и II типов вместимостью от 0,5 до 6 дм и пластиковые канистры вместимостью от 0,5 до 50 л

По согласованию с потребителем допускается в пластиковые контейнеры ИВС V= 640 и 1000 л, а также в железнодорожные и автомобильные цистерны с обогревом и без.

Транспортная маркировка - по ГОСТ 14192-96 с нанесением данных, характеризующих продукцию:

наименование предприятия-изготовителя, его товарного знака;

наименование продукта и его вида;

маркировка партии (см. пункт 3,2);

даты изготовления;

массы брутто и нетто;

обозначения настоящего стандарта.

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

По железной дороге жидкое стекло транспортируют наливом в железнодорожных цистернах, в таре (бочка металлическая, пластиковая, евркуб ИВС) в крытых вагонах и изотермических вагонах.

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

Бочки размещают в вертикальном положении в один-три яруса по высоте. При этом каждая единица груза нижнего яруса должна опираться на две деревянные подкладки сечением не менее 25×100 мм, уложенные вдоль вагона.

5.3 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. Жидкие стекла, к которым предъявляются жесткие требования по плотности, вязкости и прозрачности запрещается перевозить и хранить при температуре ниже 15 °С.

5.4 При хранении бочки устанавливают только в один ярус.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

6.2 Гарантийный срок хранения жидкого стекла - 1 год со дня изготовления. По истечении гарантийного срока хранения продукт перед использованием должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта и тщательно перемешан.