

备案号:7254—2000

HG/T 3248—2000

前 言

本标准是对化工行业标准 HG/T 3248—1988《工业硅酸铅(玻璃态)》进行修订而成的。

本标准与 HG/T 3248—1988 的主要技术差异为:

——取消分等分级,同时对一氧化铅、二氧化硅含量的范围进行调整。

——三氧化二铝含量的测定改为分光光度法。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3248—1988。

本标准由国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会归口。

本标准起草单位:张家港市氧化铅厂、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:陈荣、张郑兵、陆思伟。

本标准于 1988 年首次发布。1999 年由专业标准转化为化工行业标准。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3248—2000

工业硅酸铅

代替 HG/T 3248—1988

Lead silicate for industrial use

1 范围

本标准规定了工业硅酸铅的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于工业硅酸铅。该产品主要用作电真空、光学、防辐射等含铅玻璃的原料。也适用于陶瓷等其他行业。

分子式： $3\text{PbO} \cdot 2\text{SiO}_2$

相对分子质量：789.8(按 1995 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(neq ISO 6685:1982)

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观:柠檬黄色玻璃状颗粒。

3.2 工业硅酸铅应符合表 1 要求。

表 1 要求

%

项 目	指 标
一氧化铅(PbO)含量	\geq 84.5~85.5
二氧化硅(SiO_2)含量	\leq 14.3~15.3
三氧化二铁(Fe_2O_3)含量	\leq 0.015
三氧化二铝(Al_2O_3)含量	\leq 0.10
水分	\leq 0.1
粒度:2.24 mm 试验筛余物 (2.00 mm~0.106 mm)	0 \geq 95.0

国家石油和化学工业局 2000-05-23 批准

2000-12-01 实施

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

安全提示:试验中所用的强酸、强碱为腐蚀品,操作时应小心,如溅到皮肤上,立即用大量水冲洗。

4.1 一氧化铅(PbO)含量的测定

4.1.1 方法提要

试样经氢氟酸、高氯酸处理,硅以四氟化硅形式逸出,调节溶液 pH 值约为 5.5,以二甲酚橙为指示液,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,确定其含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 氢氟酸。

4.1.2.2 高氯酸。

4.1.2.3 盐酸溶液:1+1。

4.1.2.4 硝酸溶液:1+1。

4.1.2.5 氨水溶液:1+1。

4.1.2.6 三乙醇胺溶液:1+4。

4.1.2.7 六次甲基四胺-盐酸缓冲溶液:pH≈5.5。

称取 30 g 六次甲基四胺,溶于 50 mL 水中,加 1+1 盐酸溶液 12 mL。用水稀释至 100 mL,摇匀。用盐酸溶液调节至 pH≈5.5(用精密 pH 试纸检验)。

4.1.2.8 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.02 mol/L。

4.1.2.9 对硝基酚指示液:1 g/L。

4.1.2.10 二甲酚橙指示液:2 g/L。

4.1.3 分析步骤

4.1.3.1 试样的制备

称取 15 g 试样,于 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下干燥 30 min,冷却后用玛瑙研钵研细,用 75 μm 试验筛筛分,筛下物贮存于塑料瓶中,即为试样 A。

4.1.3.2 试验溶液的制备

称量约 10 g 试样 A(精确至 0.000 2 g),置于铂坩埚中,加少量水润湿,加 10 mL 高氯酸,用塑料量杯加 10 mL 氢氟酸,在通风柜中将铂坩埚置于石英砂浴上缓慢加热,待试样溶解后,继续加热蒸发至干,冷却。再在铂坩埚中加入 5 mL 高氯酸,继续加热至不冒白烟为止。冷却后,加 5 mL 盐酸溶液,置于石英砂浴上加热蒸发至约 1 mL 为止,冷却。用热水将残液及沉淀移入烧杯中,用 20 mL 硝酸溶液冲洗铂坩埚,再用热水冲洗,洗液合并于同一烧杯中,加热使沉淀溶解,冷却后全部移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,试验溶液 A 用于一氧化铅、三氧化二铁及三氧化二铝含量的测定。

4.1.3.3 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A,置于 250 mL 容量瓶中,加 10 mL 三乙醇胺溶液、4 滴对硝基酚指示液,滴加氨水溶液至溶液恰呈黄色,加入 10 mL 六次甲基四胺-盐酸缓冲溶液,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,近终点时加 4 滴二甲酚橙指示液,继续滴定至溶液呈黄色即为终点。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的一氧化铅(PbO)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{cV \times 0.2232}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{223.2 \times cV}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;
 V ——滴定试验溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;
 m ——试样的质量, g;
 0.223 2——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的一氧化铅的质量。

4.1.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

4.2 二氧化硅含量的测定

4.2.1 方法提要

试样用碱熔融,使二氧化硅转变为可溶性硅酸盐,加酸后生成游离硅酸,在过量的氟化钾存在下,生成氟硅酸钾沉淀,沉淀加入沸水使水解生成氢氟酸,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,然后换算为二氧化硅含量。

4.2.2 试剂和溶液

4.2.2.1 氢氧化钾。

4.2.2.2 硝酸钾。

4.2.2.3 过氧化氢。

4.2.2.4 硝酸溶液:1+1。

4.2.2.5 氟化钾溶液:150 g/L,贮存于塑料瓶中。

4.2.2.6 硝酸钾-乙醇溶液:50 g/L。

称取约 5 g 硝酸钾,置于烧杯中,加 40 mL 水溶解,再加入 95% 乙醇 50 mL,混匀,用水稀释至 100 mL。加 3 滴酚酞指示液,滴加氢氧化钠标准滴定溶液至微红色。

4.2.2.7 氢氧化钠标准滴定溶液, $c(\text{NaOH})$ 约为 0.1 mol/L。

4.2.2.8 酚酞指示液:10 g/L。

4.2.3 分析步骤

称取约 0.2 g 试样 A(精确至 0.000 2 g),置于盛有 2 g 氢氧化钾的镍坩埚中,盖上坩埚盖。置于砂浴上缓慢加热,使熔融完全,冷却后,用沸水将熔融物洗至 400 mL 塑料烧杯中,用少量硝酸溶液和热水冲洗坩埚 2~3 次,洗液合并于同一烧杯中,加 20 mL 硝酸溶液,保持总体积不超过 40 mL,加 1 滴过氧化氢,2 g 研细的硝酸钾,用塑料棒搅拌促使其溶解,冷却至 25℃ 以下,加 12 mL 氟化钾溶液,搅匀后,用塑料漏斗和中速滤纸过滤,用硝酸钾-乙醇溶液冲洗烧杯 2~3 次,每次约 5 mL,然后将滤纸连同沉淀一同移入原烧杯中,沿杯壁四周加入 10 mL 硝酸钾-乙醇溶液,加 5 滴酚酞指示液,边搅拌边滴加氢氧化钠标准滴定溶液,以中和残余酸,用烧杯中滤纸反复擦洗杯壁使中和完全,直至溶液呈微红色为止。

在烧杯中加入 200 mL 沸水,立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,近终点时,加 10 滴酚酞指示液,继续滴定至呈微红色即为终点。

同时做空白试验。在 400 mL 塑料烧杯中,加 2 g 氢氧化钾,加少量水溶解,慢慢加入 20 mL 硝酸溶液,加水至约 40 mL。以下按试样的测定方法,从“……加入一滴过氧化氢……”开始进行操作。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的二氧化硅(SiO_2)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c(V - V_0) \times 0.01502}{m} \times 100 = \frac{1.502 \times c(V - V_0)}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_0 ——滴定空白溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V ——滴定试验溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.015 02——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的二氧化硅的质量。

4.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

4.3 三氧化二铁含量的测定

4.3.1 方法提要

用抗坏血酸将试液中三价铁离子还原成二价铁离子,在 pH 值 2~9 时,二价铁离子与邻菲罗啉生成橙红色络合物,用分光光度计在最大吸收波长(510 nm)处测量吸光度。

4.3.2 试剂和材料

按 GB/T 3049—1986 第 3 章。

4.3.3 仪器、设备

按 GB/T 3049—1986 第 4 章。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 中 5.3 规定,使用 3 cm 的吸收池及相应的铁标准溶液,绘制工作曲线。

4.3.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液 A 的制备完全相同,并同时处理。

4.3.4.3 测定

用移液管移取 50 mL 试验溶液 A 和空白试验溶液,分别置于两个 100 mL 容量瓶中,用氨水溶液调节 pH 值接近 2,以下操作按绘制标准曲线的规定,从“……加 2.5 mL 抗坏血酸溶液、10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液……”开始进行操作。

选用 3 cm 吸收池,在波长 510 nm 下测量吸光度,从标准曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

4.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的三氧化二铁(Fe_2O_3)含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2) \times 1.436 \times 10^{-3}}{m \times \frac{50}{250}} \times 100 = \frac{0.718(m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出试验溶液中铁的质量,mg;

m_2 ——从工作曲线上查出空白试验溶液中铁的质量,mg;

m ——试样的质量,g;

1.436——铁换算为三氧化二铁的系数。

4.3.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.001%。

4.4 三氧化二铝含量的测定

4.4.1 方法提要

在 pH 4~5 的乙酸介质中,铝与玫红三羧酸铵生成微溶的红色络合物,在 530 nm 波长下用分光光度计测定吸光度,确定三氧化二铝含量。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 盐酸溶液:1+4。

4.4.2.2 氨水溶液:1+9。

4.4.2.3 抗坏血酸溶液:20 g/L。

4.4.2.4 玫红三羧酸铵溶液:0.5 g/L。

配制:称取 0.25 g 玫红三羧酸铵(铝试剂)和 5.0 阿拉伯胶,加 250 mL 水,温热至溶解,加 87.0 g 乙酸铵,溶解后,加 15% 盐酸溶液 145 mL,稀释至 500 mL,过滤,使用期一个月。

4.4.2.5 乙酸-乙酸铵缓冲溶液:pH 4~5。

4.4.2.6 铝标准溶液:0.010 mg/mL。

4.4.3 仪器、设备

分光光度计:带有 1 cm 比色池。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 工作曲线的绘制

在一系列 100 mL 容量瓶中,加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铝标准溶液,各加水至 60 mL,用盐酸溶液调节 pH 值约为 3(用精密试纸检验),各加 1 mL 抗坏血酸溶液,摇匀。加 10 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液,摇匀。加 3 mL 玫红三羧酸铵溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 15 min。在 530 nm 波长下,使用 1 cm 的吸收池,以水为对照,将分光光度计吸光度调整为零,测量吸光度。

从标准溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以铝含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

4.4.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液 A 的制备完全相同,并与试样同时进行同样处理。

4.4.4.3 测定

移取 10 mL~15 mL 试验溶液 A 和空白试验溶液分别置于 100 mL 容量瓶中,用氨水溶液调节 pH 值约为 3(用精密试纸检验),加水至约 60 mL,以下按绘制工作曲线的规定,从“……各加 1 mL 抗坏血酸溶液……”开始,进行操作。根据测得的吸光度,从工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中的铝质量。

4.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的三氧化二铝(Al_2O_3)含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{(m_1 - m_2) \times 4.890 \times 10^{-3}}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{(m_1 - m_2) \times 4.890}{m} \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出试验溶液中铝的质量,mg;

m_2 ——从工作曲线上查出空白试验溶液中铝的质量,mg;

m ——试样的质量,g;

4.890——铝换算为三氧化二铝的系数。

4.4.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定的绝对差值不大于 0.01%。

4.5 水分的测定

4.5.1 方法提要

将试样在 105℃ 干燥 1 h,比较试样干燥前后的减少量,经计算确定水分含量。

4.5.2 仪器、设备

电烘箱:控制温度(105±5)℃。

4.5.3 分析步骤

称取约 20 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于预先在 105℃ 恒重的称量瓶中,在电烘箱中烘 1 h,取出后置于干燥器中,冷却至室温,称量。如此反复操作直至恒重。

4.5.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分含量(X_5)按式(5)计算:

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

式中： m_2 ——干燥后试样和称量瓶的质量，g；

m_1 ——称量瓶的质量，g；

m ——干燥前试样的质量，g。

4.5.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

4.6 粒度的测定

4.6.1 方法提要

试样经一系列标准筛的筛分，根据不同筛层中试样的质量确定产品粒度。

4.6.2 仪器、设备

金属丝编织网试验筛：R 40/3 系列。 $\phi 200$ mm \times 50 mm/2.36 mm(方孔)、 $\phi 200$ mm \times 50 mm/2.00 mm(方孔)、 $\phi 200$ mm \times 50 mm/0.106 mm(方孔)，带有筛底及筛盖。

4.6.3 分析步骤

将符合 GB/T 6003.1 的金属丝编织网试验筛，按筛底、0.106 mm、2.00 mm、2.36 mm 的试验筛由下至上按顺序装好，称取约(100 \pm 0.1)g 试样，置于 2.36 mm 筛上，盖上筛盖，按水平方向以 2 次/s 的速度摇动，直至各筛层无试样通过为止，将 2.36 mm、0.106 mm 试验筛上的筛余物分别称量。

4.6.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的 2.36 mm 试验筛筛余物(X_6)按式(6)计算：

$$X_6 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

以质量百分数表示的 2.00 mm \sim 0.106 mm 的粒度(X_7)按式(7)计算：

$$X_7 = \frac{m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中： m_1 ——2.36 mm 试验筛筛余物的质量，g；

m_2 ——2.00 \sim 0.106 mm 的试样的质量，g；

m ——试样的质量，g。

4.6.5 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

5 检验规则

5.1 本标准所有指标项目为常规检验项目。

5.2 每批产品不超过 60 t。

5.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后，按四分法缩分至不少于 1 000 g，分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、型号、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品，另一瓶保存三个月备查。

5.4 工业硅酸铅由生产厂的质量监督检验部门按本标准规定进行检验。生产厂应保证每批出厂产品均符合本标准要求。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对收到的工业硅酸铅产品进行验收，验收时间在货到一个月内进行。

5.6 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品为不合格。

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

6 标志、标签

6.1 工业硅酸铅包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、型号、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 191 中规定的“怕湿”标志。

6.2 每批出厂的工业硅酸铅都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、型号、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7 包装、运输、贮存

7.1 工业硅酸铅采用 2 种包装方式。

7.1.1 塑料编织袋包装:内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋;外包装采用塑料编织袋,其性能和检验方法应符合有关规定。每袋净含量 25 kg、50 kg。

7.1.2 涂膜柔性集装袋包装:采用涂膜柔性集装袋,每袋净含量 1 000 kg。

7.1.3 工业硅酸铅采用塑料编织袋包装时,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边,在距袋边不大于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。

7.1.4 工业硅酸铅采用涂膜柔性集装袋包装时,袋口用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口。

7.2 工业硅酸铅在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮,不得与酸或碱类物质混运。

7.3 工业硅酸铅应贮存于干燥阴凉处,防止雨淋、受潮,不得与酸或碱类物质混贮。
