

前 言

GB/T 19421《层状结晶二硅酸钠试验方法》分为 12 个部分：

- GB/T 19421.1 δ 相层状结晶二硅酸钠定性分析 X 射线衍射仪法；
- GB/T 19421.2 白度的测定；
- GB/T 19421.3 pH 值的测定；
- GB/T 19421.4 EDTA 容量法测定钙交换能力；
- GB/T 19421.5 EDTA 容量法测定镁交换能力；
- GB/T 19421.6 重量法测定灼烧失量；
- GB/T 19421.7 重量法测定湿存水量；
- GB/T 19421.8 邻菲罗啉比色法测定三氧化二铁含量；
- GB/T 19421.9 容量法测定氧化钠含量；
- GB/T 19421.10 氟硅酸钾容量法测定二氧化硅含量；
- GB/T 19421.11 原子吸收分光光度法测定氧化钙含量；
- GB/T 19421.12 原子吸收分光光度法测定氧化镁含量。

本部分为 GB/T 19421 的第 10 部分。

本部分由中国轻工业联合会提出。

本部分由全国表面活性剂洗涤用品标准化中心归口。

本部分起草单位：山东铝业股份有限公司研究院、中国日用化学工业研究院。

本部分主要起草人：王云霞、苏献瑞。

层状结晶二硅酸钠试验方法

氟硅酸钾容量法测定二氧化硅含量

1 范围

GB/T 19421 的本部分规定了层状结晶二硅酸钠中以氟硅酸钾容量法测定二氧化硅含量的方法。本部分适用于可用作洗涤剂助剂层状结晶二硅酸钠中二氧化硅含量(50%~70%)的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 19421 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

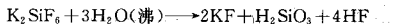
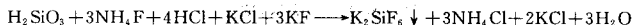
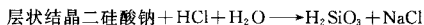
GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353-1:1982, NEQ)

3 原理

试样在酸性溶液里加热溶解,冷却,加入氟化铵解聚。在浓盐酸溶液中,在氯化钾、氟化钾存在下,充分搅拌、静置,氟硅酸铵转化成微溶于水的氟硅酸钾。过滤,洗涤沉淀至中性,加入沸水使之水解,立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定生成的氢氟酸,计算二氧化硅含量。

反应式如下:



4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

- 4.1 氯化钾(GB/T 646)。
- 4.2 盐酸(GB/T 622), (1+3)溶液。
- 4.3 盐酸(GB/T 622), (1+1)溶液。
- 4.4 氟化钾(GB/T 1271), 100 g/L 溶液。
- 4.5 氟化铵(GB/T 1276), 100 g/L 溶液。
- 4.6 氯化钾(GB/T 646)饱和乙醇溶液:称取 50 g 氯化钾(4.1)于 500 mL 烧杯中,加水溶解后,加入 95%乙醇 500 mL,混匀,装瓶。
- 4.7 氢氧化钠(GB/T 629), $c(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 标准溶液:按 GB/T 601—2002 中 4.1 配制和标定。
- 4.8 酚酞(GB/T 10729)指示液, 10 g/L 乙醇溶液:按 GB/T 603—2002 中 4.1.4.22 配制。

5 仪器

普通实验室仪器和

- 5.1 塑料烧杯,250 mL。
 5.2 塑料漏斗,φ8 cm~10 cm。
 5.3 塑料棒。
 5.4 快速定性滤纸,φ12.5 cm。
 5.5 不锈钢镊子。

6 试验程序

6.1 试样制备

试样预先于 105℃±2℃ 烘箱中烘干 2 h,取出置于干燥器中,冷却至室温,备称样用。

6.2 测定

称取 0.1 g 试样(6.1)(精确至 0.001 g)于 150 mL 烧杯中,加入少量水,加热 1 min,使其溶解,加入盐酸溶液(4.2)4 mL,再加热 1 min,用约 15 mL 热水转入塑料烧杯(5.1)中,冷却至室温。

接着加入氯化铵溶液(4.5)3 mL,盐酸溶液(4.3)10 mL,氟化钾溶液(4.4)5 mL,氯化钾(4.1)3 g,用塑料棒(5.3)充分搅拌,静置 10 min,有白色沉淀生成。

用快速定性滤纸(5.4)和塑料漏斗(5.2)过滤,用氯化钾饱和乙醇溶液(4.6)洗涤杯壁及沉淀五次,每次用量约 3 mL。

用镊子(5.5)将滤纸连同沉淀夹回原塑料烧杯中,捣碎,沿杯壁一周加入氯化钾饱和乙醇溶液(4.6)10 mL,加酚酞指示剂(4.8)3 滴,在搅拌下,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.7)中和游离酸至粉红色,30 s 不褪。

将塑料烧杯置于沸水浴上,加入预先加有酚酞指示液并已中和过的沸水 100 mL,使沉淀水解,立即在搅拌下,加入酚酞指示剂 3 滴,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.7)滴定至微红色,30 s 不褪色为终点,记录滴定毫升数(V)。

7 试验结果计算

层状结晶二硅酸钠中二氧化硅质量百分含量以 SiO₂(%)表示,按公式(1)计算:

$$\text{SiO}_2(\%) = \frac{c \times V \times 0.01502}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V——试样耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m——试样品质量,单位为克(g);

0.01502——试样中二氧化硅的毫摩尔质量(1/4)SiO₂,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

以两次平行测定的算术平均值表示到小数点后一位为测定结果。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.5%,以大于 0.5%的情况不超过 5%为前提。