

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 414—2017
代替 JC/T 414—2000

硅 藻 土

Diatomite

2017-04-12 发布

2017-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 JC/T 414—2000《硅藻土及其试验方法》。与 JC/T 414—2000 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 将标准名称由“硅藻土及其试验方法”修改为“硅藻土”；
- 将适用范围由“适用于块状、粉状的硅藻土矿产品”修改为“适用于天然硅藻土矿产品”（见第 1 章，2000 年版的第 1 章）；
- 删除了一般规定（见 2000 年版的第 3 章）；
- 取消按粒径分类（见 2000 年版的 4.1）；
- 改写了分类与标记（见第 3 章，2000 年版的第 4 章）；
- 将项目名称“堆密度”修改为“振实体积密度”（见表 1、5.11，2000 年版的表 1、6.10）；
- 在技术指标中增加了硅藻含量要求，同时在试验方法中增加了硅藻含量测定方法（见表 1、5.5，2000 年版的表 1）；
- 取消块矿的理化性能指标，取消筛余量指标及其试验方法，将三氧化二铝、三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、烧失量和水分指标修改为“供需双方协商确定”（见表 1，2000 年版的表 1 和 6.11）；
- 将比表面积指标由“ $19.0 \text{ m}^2/\text{g} \sim 65.0 \text{ m}^2/\text{g}$ ”修改为“ $15.0 \text{ m}^2/\text{g} \sim 100.0 \text{ m}^2/\text{g}$ ”（见表 1，2000 年版的表 1）；
- 将微观要求表述修改为“在显微镜下观察时，可见一定几何图形和孔结构的完整硅藻壳体或壳体碎片”（见 4.2，2000 年版的 5.2）；
- 增加了试样制备的规定（见 5.1）；
- 将振实体积密度测定方法由手工方式修改为机械方式（见 5.11，2000 年版的 6.10）；
- 在出厂检验项目中增加了“硅藻含量”（见 6.3.1，2000 年版的 7.3.1）；
- 检验规则重新改写（见第 6 章，2000 年版的第 7 章）；
- 明确“以同一矿源地、同一规格、同一等级的硅藻土矿产品 300t 为一批”（见 6.1，2000 年版的 7.1）；
- 单独明确了测定水分用试样的取样方法（见 6.2.3）
- 在产品标志中增加了矿源地和产品合格证的要求（见 7.1）。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国非金属矿产品及制品标准化技术委员会(SAC/TC 406)归口。

本标准起草单位：中国矿业大学(北京)、咸阳非金属矿研究设计院有限公司、青岛川山新材料有限公司、吉林远通矿业有限公司、临江北峰硅藻土有限公司、吉林省兰舍硅藻新材料有限公司、国家非金属矿制品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：郑水林、尚兴春、胡志波、李存昌、周俊国、张雁鸣、于春生、孙志明、司玉华、李金辉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- JC 414—1991、JC/T 414—2000。

硅 藻 土

1 范围

本标准规定了硅藻土矿产品的分类和标记、要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于天然硅藻土矿产品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 2007 散装矿产品取样、制样通则

GB/T 5816 催化剂和吸附剂表面积测定方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 分类和标记

3.1 产品分级

硅藻土矿产品按硅藻含量分为一级品、二级品、三级品、四级品、五级品和六级品六个等级,分别用罗马数字 I、II、III、IV、V、VI表示。

3.2 产品标记

硅藻土矿产品按产品名称、本标准号、等级代号的顺序标记。

示例:二级品硅藻土,标记为:

硅藻土 JC/T 414-II

4 要求

4.1 外观

硅藻土矿产品不允许有外来夹杂物,粉状产品应松散。

4.2 微观结构

硅藻土矿产品在显微镜下观察时,可见一定几何图形和孔结构的完整硅藻壳体或壳体碎片。

4.3 理化性能

硅藻土矿产品的理化性能应符合表 1 规定。

表1 硅藻土矿产品的理化性能

项 目		级 别					
		I	II	III	IV	V	VI
硅藻含量/(wt %)		≥75	≥70	≥55	≥40	≥30	≥20
主要化学成分	二氧化硅/%	≥85	≥80	≥75	≥70	≥60	≥50
	三氧化二铝+二氧化钛/%	供需双方协商确定					
	三氧化二铁/%						
	氧化钙/%						
	氧化镁/%						
	烧失量/%						
水分/%							
振实体积密度/(g/cm ³)		≤0.40	≤0.45	≤0.50	≤0.55	≤0.60	≤0.70
pH 值		6.0~8.0					
比表面积/(m ² /g)		15.0~100.0					

5 试验方法

5.1 试样制备

5.1.1 将按 6.2 所取试样混匀，首先进行外观检查。然后用四分法缩分出 800 g 和 200 g 两份试样。800 g 的试样用于微观结构、振实体积密度、pH 值和比表面积的测定；200 g 的试样再研磨至粒径小于 0.075 mm，以四分法缩分出 100 g，用于化学分析和硅藻含量的测定。

5.1.2 将用于化学分析和硅藻含量测定的试样平铺在洁净的平面上，用磁铁吸除样品破碎时带入的铁屑，再以四分法缩分至约 40 g 试样，混匀后置于称量瓶中，放入烘箱中，在 105℃~110℃下烘干 3 h 后盖上瓶盖，置于干燥器中，冷却至室温，备用。

5.2 外观检查

在自然光下目测。

5.3 微观结构的测定

5.3.1 仪器设备

显微镜：20(物)×10(目)。

5.3.2 试验步骤

于载玻片上滴一滴蒸馏水，然后加入微量试样，盖上盖玻片，放入显微镜下观察。必要时进行成像处理。

5.4 二氧化硅的测定

5.4.1 动物胶凝聚重量法(仲裁法)

5.4.1.1 方法提要

试样经碱熔融,在盐酸介质中用动物胶溶液使硅酸凝聚析出,经过滤、称量、氢氟酸处理,硅以四氟化硅形式逸出,由差减法得到二氧化硅的含量。

5.4.1.2 试剂

所用试剂应符合下列要求:

- a) 盐酸(密度为 1.19 g/mL);
- b) 盐酸(1+5; 5+95);
- c) 无水乙醇;
- d) 氢氟酸(40%);
- e) 氢氧化钠: 固体;
- f) 动物胶溶液(10 g/L): 将 1 g 动物胶溶于 100 mL 约 70℃的水中(用时现配);
- g) 硝酸银溶液(10 g/L): 将 1 g 硝酸银溶于 50 mL 水中,加 15 滴硝酸(1+1),用水稀释至 100 mL,贮存于棕色瓶中;
- h) 硫酸(1+1);
- i) 焦硫酸钾。

5.4.1.3 分析步骤

称取约 0.5 g(精确至 0.000 2 g)试样于银坩埚中,加少许无水乙醇,4 g~5 g 氢氧化钠,置于高温炉中,逐渐升温到 600℃~650℃,完全熔融后(约需 30 min 左右),取出冷却。将坩埚放入盛有 100 mL 沸水的烧杯中,待试样溶解后,用热水洗出坩埚,加入盐酸 20 mL,于电炉上低温蒸发至湿盐状,取下稍冷,再加入盐酸 20 mL,放在温度为 70℃~80℃的水浴中,加入动物胶溶液 10 mL,充分搅拌后保温 15 min,取下冷却,用中速定量滤纸过滤,沉淀及烧杯用温热的盐酸(1+5)洗涤 3~4 次,然后用温热的盐酸(5+95)洗至无黄色,再用热水洗至无氯离子[用硝酸银溶液(10 g/L)检测]。滤液及洗液盛接于 250 mL 容量瓶中。将滤纸和沉淀一起移入铂坩埚中,加热待灰化后,置于高温炉内,从低温升起,在 950℃~1 000℃下灼烧 1 h,取出坩埚,在干燥器中冷却,称量,如此反复操作(每次灼烧 30 min),直至恒量。向坩埚中滴加硫酸湿润沉淀,加氢氟酸约 10 mL,于电炉上低温加热至逸出三氧化硫白烟时将坩埚取下,稍冷,再加氢氟酸约 5 mL,蒸至三氧化硫白烟冒尽时取下坩埚。置于高温炉中,在 950℃~1 000℃下灼烧 20 min,取出冷却,称量。如此反复操作,直至恒量。

加 2 g~3 g 焦硫酸钾于铂坩埚中,于电炉上先低温加热,逐渐升温,待反应结束后,再高温熔融至完全融解,冷却。用热水浸出,洗净铂坩埚,溶液合并于前述滤液中。用水稀释至刻度,混匀。此溶液为(A)液,用于其他组分的测定。

5.4.1.4 结果计算

二氧化硅的百分含量按公式(1)计算:

$$\text{SiO}_2(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m ——试样质量,单位为克(g);

m_1 ——灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀与坩埚质量,单位为克(g);

m_2 ——氢氟酸处理后灼烧残渣与坩埚质量，单位为克(g)。

5.4.1.5 允许差

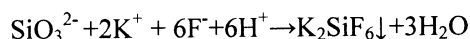
两次平行测定结果之差不应超过 0.6%。，否则应重新称取试样测定。

以不超差的两次平行测定结果的算术平均值作为报告值，按 GB/T 8170 修约至二位小数。

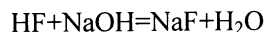
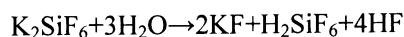
5.4.2 氟硅酸钾容量法

5.4.2.1 方法提要

可溶性硅酸在强酸介质中，与过量的钾离子、氟离子作用，定量生成氟硅酸钾沉淀。



沉淀经过过滤洗涤去游离酸后，在热水中水解，生成的氟硅酸以氢氧化钠滴定。



5.4.2.2 试剂

所用试剂应符合下列要求：

- 氢氧化钠：粒状；
- 硝酸(密度为 1.42 g/mL)；
- 盐酸(密度为 1.19 g/mL)；
- 盐酸(1+5)；
- 氯化钾：研细后贮存备用；
- 氟化钾溶液(150 g/L)：将 15 g 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)置于塑料杯中，加 50 mL 水溶解，加入 20 g 硝酸，以水稀释至 100 mL，在搅拌下加氯化钾至饱和，放置 30 min，用快速滤纸过滤于塑料瓶中；
- 氯化钾溶液(50 g/L)；
- 氯化钾-乙醇溶液(50 g/L)：将 5 g 氯化钾溶于 50 mL 水中，加 50 mL 95%的乙醇，混匀；
- 酚酞指示剂溶液(10 g/L)：将 1 g 酚酞溶于 100 mL 95%的乙醇中，用氢氧化钠溶液调至微红；
- 氢氧化钠标准溶液[$c(\text{NaOH}) = 0.15 \text{ mol/L}$]：将 60 g 氢氧化钠溶于 10 L 水中，充分混匀，贮存于带胶塞(装有钠石灰干燥管)的塑料桶中。

标定方法：称取约 0.8 g(精确至 0.000 1 g)苯二甲酸氢钾(在 105℃~110℃干燥 2 h)于 400 mL 烧杯中，加入约 150 mL 新煮沸过的热水(该热水用氢氧化钠标准溶液中和至酚酞呈微红色)，使其溶解。然后加入 6~7 滴酚酞指示剂，以氢氧化钠标准溶液滴定至微红色。

氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度(T_{SiO_2})按公式(2)计算，其值按 GB/T 8170 修约至四位小数：

$$T_{\text{SiO}_2} = \frac{m_0 \times 15.02 \times 1000}{204.21 \times V} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_0 ——苯二甲酸氢钾的质量，单位为克(g)；

15.02——1/4 二氧化硅分子量；

204.21——苯二甲酸氢钾的分子量；

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

T_{SiO_2} ——每毫升氢氧化钠标准溶液相当于二氧化硅的毫克数，单位为毫克每毫升(mg/mL)。

5.4.2.3 分析步骤

称取约 0.5 g (精确至 0.000 2 g) 试样于银坩埚中, 加入 2~3 滴无水乙醇, 4 g~5 g 氢氧化钠, 斜放上坩埚盖(保证留有一定空隙), 放入高温炉中, 从低温升起在 600℃~650℃ 熔融 20 min, 取出冷却。将坩埚及盖放入盛有 100 mL 沸水的 250 mL 烧杯中, 加盖表面皿, 适当加热使熔块完全溶解, 立即取出坩埚及盖, 不断搅拌下一次加入 25 mL 盐酸, 1 mL 硝酸, 并用热水及热盐酸(1+5)洗净, 置于电炉上微沸 20 min, 取下冷却至室温, 移入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此为试样溶液(B)。保存该溶液以用于其他组分的测定。

分取 25.00 mL 试样溶液(B)于 300 mL 塑料杯中, 加入 10 mL~15 mL 硝酸, 置塑料杯于冷水中冷却, 加入氯化钾至饱和, 加 10 mL 氟化钾溶液(150 g/L), 于塑料棒搅拌下, 置冷水中冷却并放置 15 min 以上, 在涂蜡漏斗上用中速定量滤纸过滤, 塑料杯与沉淀用氯化钾溶液(50 g/L)洗涤三次。将沉淀连同滤纸一起置于原塑料杯中, 沿杯壁加入 10 mL 氯化钾-乙醇溶液(50 g/L)及 1 mL 酚酞指示剂溶液(10 g/L), 用氢氧化钠溶液中和未洗净的酸, 仔细搅拌滤纸并擦洗杯壁, 直至溶液呈微红色不消失为止, 然后加入预先用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色的沸水 200 mL, 用氢氧化钠标准溶液滴定至微红色。

5.4.2.4 结果计算

二氧化硅的百分含量按公式(3)计算:

$$\text{SiO}_2(\%) = \frac{T_{\text{SiO}_2} \times V \times n}{m \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

T_{SiO_2} ——每毫升氢氧化钠标准溶液相当于二氧化硅的毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

n ——试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比;

m ——试样的质量, 单位为克(g)。

5.4.2.5 允许差

两次平行测定结果之差不应超过 0.6%, 否则应重新称取试样测定。

以不超差的两次平行测定结果的算术平均值作为报告值, 按 GB/T 8170 修约至二位小数。

5.5 硅藻含量的测定

5.5.1 方法提要

硅藻土的硅藻壳体的主要成分为无定型 SiO_2 , 可以用无定型 SiO_2 的含量表征硅藻土中硅藻的含量。无定型 SiO_2 的碱溶性质与结晶型 SiO_2 不同, 可以在碱溶液中溶出。根据碱溶前煅烧样品的二氧化硅含量与碱溶后洗净滤渣的二氧化硅含量计算硅藻土矿样的硅藻含量。

5.5.2 试验步骤

取约 30 g 按 5.1.2 制备好的硅藻土样品, 放在瓷皿中, 将瓷皿置于高温炉中, 由低温升温到 700℃, 在 700℃ 下煅烧 30 min。将盛样的瓷皿取出置于干燥器中冷却。取部分冷却后的该煅烧样品按 5.4 所述方法分析二氧化硅含量, 即为煅烧硅藻土中 SiO_2 含量。再准确称取冷却后的该煅烧样品 20 g (精确至 0.000 1 g) 于 300 mL 烧杯中, 加蒸馏水或去离子水 50 mL, 并按 $\text{SiO}_2 + 2\text{NaOH} \rightarrow \text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ 计算分析纯固体氢氧化钠的加入量, 称取计算的氢氧化钠加入到烧杯中, 将烧杯置于 96℃ 恒温水浴锅中搅拌反应 1.5 h。在反应过程中, 每隔 20 min 补充适量的热的蒸馏水或去离子水, 以保持水位基本不变。反

应液冷却至 60℃左右时用抽滤瓶抽真空过滤,并将滤渣用热的蒸馏水或去离子水洗涤,直至取洗涤液 3 滴,加入 5 滴盐酸(1+5)检验无白色沉淀,且溶液 pH 值呈中性为止。然后将滤渣在 105℃~110℃下烘干 3 h,置于干燥器中冷却后,准确称量(精确至 0.000 1 g)。再按 5.4 所述方法对滤渣进行二氧化硅含量分析,即为滤渣中 SiO₂ 含量。

5.5.3 结果计算

硅藻的百分含量按式(4)计算:

$$\text{硅藻含量}(\%) = \frac{m_3 - m_4}{20} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_3 ——碱溶前煅烧硅藻土中 SiO₂ 的质量(20 g 煅烧硅藻土×煅烧硅藻土中 SiO₂ 含量),单位为克(g);

m_4 ——碱溶后滤渣中 SiO₂ 的质量(干燥后的滤渣质量(g)×滤渣中 SiO₂ 含量),单位为克(g);

20——碱溶煅烧硅藻土试样的质量。

5.6 三氧化二铁的测定

5.6.1 方法提要

在 pH 值为 1.8~2.0、温度为 60℃~70℃的溶液中,以磺基水杨酸钠为指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定。

5.6.2 试剂

所用试剂应符合下列要求:

- 盐酸(1+1);
- 氢氧化铵(1+1);
- 磺基水杨酸钠指示剂溶液(100 g/L);
- 氢氧化钾溶液(200 g/L);
- CMP 混合指示剂:**准确称取 1 g 钙黄绿素、1 g 甲基百里香酚蓝、0.2 g 酚酞,与 50 g 已在 105℃~110℃烘干过的硝酸钾混合研磨,保存在磨口瓶中备用;
- 氧化钙标准溶液(0.5 mg/mL):**准确称取 0.8924 g 碳酸钙(105℃~110℃干燥 2 h),置于 250 mL 烧杯中,加入约 100 mL 蒸馏水。盖上表面皿,沿杯口滴加盐酸(1+1)至碳酸钙全部溶解后,加热煮沸 2 min~3 min,待冷却后,转移到 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;
- 乙二胺四乙酸二钠(简称 EDTA)标准溶液[(EDTA)=0.01 mol/L]:**称取 3.72 g EDTA 溶于 200 mL 水中,加热溶解。冷却,用水稀释至 1 L,摇匀。

按下列方法标定 EDTA 标准溶液对三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙和氧化镁的滴定度;

准确吸取上述氧化钙标准溶液 10 mL 于 300 mL 烧杯中,用水稀释至 200 mL 左右,加少许 CMP 混合指示剂,在搅拌下滴加氢氧化钾溶液(200 g/L)至出现绿色荧光后再过量 1 mL~2 mL,用 EDTA 标准溶液滴定至绿色荧光消失呈现红色。按公式(5)~公式(8)计算 EDTA 标准溶液对三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙和氧化镁的滴定度,其值按 GB/T 8170 修约至四位小数。

$$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}}{2M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times 0.7977 \dots\dots\dots (5)$$

$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{2M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times 0.5094 \dots\dots\dots (6)$$

$$T_{\text{CaO}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{CaO}}}{M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times 0.5603 \dots\dots\dots (7)$$

$$T_{\text{MgO}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{MgO}}}{M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times 0.4028 \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准溶液相当于三氧化二铁的毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准溶液相当于三氧化二铝的毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

T_{CaO} ——每毫克 EDTA 标准溶液相当于氧化钙的毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

T_{MgO} ——每毫克 EDTA 标准溶液相当于氧化镁的毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

C ——每毫升氧化钙标准溶液含有氧化钙的毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——吸取氧化钙标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时消耗的 EDTA 标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

$M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铁的分子量, 159.69;

M_{CaCO_3} ——碳酸钙的分子量, 100.09;

$M_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铝的分子量, 101.96;

M_{CaO} ——氧化钙的粉分子量, 56.08;

M_{MgO} ——氧化镁的分子量, 40.30。

5.6.3 分析步骤

取 25 mL 5.4.1.3 中的(A)液或 5.4.2.3 中的(B)液于 300 mL 烧杯中, 加水稀释至约 100 mL, 用氢氧化铵(1+1)调节溶液 pH 值至 1.8~2.0(用精密 pH 试纸检验)。将溶液加热至 70℃, 加 10 滴磺基水杨酸钠指示剂溶液(100 g/L), 用 EDTA 标准溶液 [$c(\text{EDTA})=0.01 \text{ mol/L}$] 缓慢滴定至亮黄色或无色, 终点时的温度应不低于 60℃。

5.6.4 结果计算

三氧化二铁的百分含量按公式(9)计算:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3(\%) = \frac{T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \times V \times n}{m \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (9)$$

式中:

$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准溶液相当于三氧化二铁的毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——滴定时消耗的 EDTA 标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

n ——试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比;

m ——试样的质量, 单位为克(g)。

5.6.5 允许差

两次平行测定结果之差不应超过 0.20%, 否则应重新量取试液测定。

以不超过差的两次平行测定结果的算术平均值作为报告值,按 GB/T 8170 修约至二位小数。

5.7 三氧化二铝+二氧化钛的测定

5.7.1 方法提要

在滴定铁后的弱酸性溶液中,用酒石酸钾钠掩蔽钛,加入过量的 EDTA 与铝络合,以二甲酚橙为指示剂,用乙酸锌标准溶液回滴过量的 EDTA。

5.7.2 试剂

所用试剂应符合下列要求:

- 盐酸(1+1);
- 氢氧化铵(1+1);
- 二甲酚橙溶液(2 g/L);
- 酒石酸钾钠溶液(200 g/L);
- 六次甲基四胺溶液(200 g/L);
- EDTA 标准溶液(0.01 mol/L): 详见 5.6.2 g);
- 乙酸锌标准溶液($c[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2]=0.02 \text{ mol/L}$): 称取 3.7 g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2]$ 溶于 1 L 水中,然后用冰乙酸调整溶液 pH 值约为 5.7(用 pH 试纸检验)。

按下列方法标定 EDTA 标准溶液与乙酸锌标准溶液的体积比(K): 准确吸取 20.00 mL EDTA 标准溶液(0.01 mol/L),置于 300 mL 烧杯中,用水稀释至 150 mL 左右。加入 5 mL 六次甲基四胺溶液(200 g/L)和 3~4 滴二甲酚橙指示剂(2 g/L),以乙酸锌标准溶液(0.02 mol/L)滴定至溶液由黄色变为紫红色。

K 值按公式(10)计算:

$$K = \frac{20.00}{V} \dots\dots\dots (10)$$

式中:

20.00——EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V ——滴定所用乙酸锌标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

5.7.3 分析步骤

在 5.6.3 滴定铁后溶液中,加入酒石酸钾钠溶液 5 mL 并搅拌,准确加入 EDTA 标准溶液 20 mL~40 mL (视铝含量而定)。加 1~2 滴二甲酚橙指示剂(2 g/L),加热至 40℃~50℃,滴加氢氧化铵(1+1)至溶液刚变为紫红色,再用盐酸(1+1)调整至黄色,并过量 1~2 滴。加热煮沸 3 min~5 min,冷却后用水稀释至 150 mL 左右,加入 5 mL 六次甲基四胺溶液(200 g/L)和 3~4 滴二甲酚橙指示剂(2 g/L),用乙酸锌标准溶液(0.02 g/L)滴定至溶液由黄色变为紫红色。

5.7.4 结果计算

三氧化二铝+二氧化钛的百分含量按式(11)计算:

$$(\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2)(\%) = \frac{(V - V_1 \times K) \times T_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times 10}{m \times 1000} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

V ——加入 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——消耗的乙酸锌标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

K ——EDTA 标准溶液与乙酸锌标准溶液的体积比；

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准溶液相当于三氧化二铝的毫克数，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m ——试样质量，单位为克(g)。

5.7.5 允许差

两次平行测定结果之差不应超过 0.30%，否则应重新量取试液测定。

以不超差的两次平行测定结果的算术平均值作为报告值，按 GB/T 8170 修约至二位小数。

5.8 氧化钙和氧化镁的测定

5.8.1 方法提要

用六次甲基四胺分离三价金属离子，分别以钙指示剂和铬黑 T 为指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定钙和钙、镁含量。

5.8.2 试剂

所用试剂应符合下列要求：

- a) 盐酸(1+1)；
- b) 氢氧化铵(1+1)；
- c) 氢氧化钠溶液(200 g/L)；
- d) 六次甲基四胺溶液(200 g/L)；
- e) 盐酸羟胺溶液(50 g/L)；
- f) 三乙醇胺溶液(1+1)；
- g) 钙指示剂：将 1g 钙-强酸钠与 50 g 已在 105℃干燥的氯化钠研磨均匀，保存于棕色磨口瓶中；
- h) 铬黑 T 指示剂：将 1g 铬黑 T 与 100 g 已在 105℃干燥的氯化钠研磨均匀，保存于棕色磨口瓶中；
- i) EDTA 标准溶液(0.01 mol/L)：详见 5.6.2 g)；
- j) 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液(pH = 10)：将 67.6 g 氯化铵溶于 200 mL 水中，加 570 mL 氨水，用水稀释至 1 000 mL。

5.8.3 分析步骤

取两份 25 mL 试样溶液(A)或试样溶液(B)，分别置于 300 mL 烧杯中，滴加氢氧化钠溶液(200 g/L)至出现沉淀，再加盐酸(1+1)至沉淀消失，加 10 mL 六次甲基四胺溶液(200 g/L)，加热煮沸后稍冷，用快速定性滤纸过滤，以热水洗涤 8~10 次，滤液及洗液盛接于 400 mL 烧杯中，滴加 4~5 滴盐酸羟胺溶液(50 g/L)、5~6 滴三乙醇胺溶液(1+1)，用水稀释至 150 mL 左右。

氧化钙的测定：于其中一杯滤液中滴加氢氧化钠溶液(200 g/L)至溶液 pH 值为 12~13，再过量 2 mL，加入适量钙指示剂，用 EDTA 标准溶液(0.01 mol/L)滴定至纯蓝色。

氧化钙+氧化镁含量的测定：于另一杯滤液中滴加氢氧化钠溶液(1+1)至溶液 pH 值约为 10，加入 10 mL 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液和适量铬黑 T 指示剂，用 EDTA 标准溶液(0.01 mol/L)滴定至蓝色。

5.8.4 结果计算

氧化钙的含量按公式(12)计算：

$$\text{CaO}(\%) = \frac{T_{\text{CaO}} \times V_1 \times n}{m \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (12)$$

氧化镁的含量按公式(13)计算:

$$\text{MgO}(\%) = \frac{T_{\text{MgO}} \times (V_2 - V_1) \times n}{m \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (13)$$

式中:

T_{CaO} ——每毫升 EDTA 标准溶液相当于氧化钙的毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

T_{MgO} ——每毫升 EDTA 标准溶液相当于氧化镁的毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——滴定钙所消耗的 EDTA 标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定钙、镁含量所消耗 EDTA 标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

n ——试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比;

m ——试样的质量, 单位为克(g)。

5.8.5 允许差

两次平行测定结果之差不应超过 0.10%, 否则应重新量取试液测定。

均以不超差的两次测定结果的算术平均值作为报告值, 按 GB/T 8170 修约至二位小数。

5.9 烧失量的测定

5.9.1 仪器设备

仪器设备应符合下列要求:

- 高温炉: 调整范围为 0℃~1 100℃, 控温器灵敏度±10℃;
- 瓷坩埚或铂坩埚: 30 mL;
- 天平: 感量不大于 0.000 1 g。

5.9.2 分析步骤

称取约 1 g(精确至 0.000 2 g)干燥后的试样, 放入已恒量(前后两次称量结果之差不超过 0.000 2 g)的瓷坩埚中, 将盖斜置于坩埚上。将坩埚放入高温炉, 自低温逐渐升温至 700℃并保温 2 h, 取出坩埚后, 置于干燥器中冷却至室温, 称量(精确至 0.000 2 g)。如此反复操作直至恒量。

5.9.3 结果计算

烧失量按公式(14)计算:

$$\text{烧失量}(\%) = \frac{m_5 - m_6}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (14)$$

式中:

m_5 ——灼烧前坩埚及试样的质量, 单位为克(g);

m_6 ——灼烧后坩埚及试样的质量, 单位为克(g);

m ——试样的质量, 单位为克(g)。

5.9.4 允许差

两次平行测定所得结果之差不应超过 0.50%，否则应重新称取试样测定。

以不超差的两次平行结果的算术平均值作为报告值，并按 GB/T 8170 修约至二位小数。

5.10 水分的测定

5.10.1 仪器设备

仪器设备应符合下列要求：

- a) 称量瓶：容积不小于 80 mL；
- b) 天平：感量不大于 0.01 g；
- c) 电热干燥箱：调温范围为 0℃～300℃，控温器灵敏度±1℃。

5.10.2 试验步骤

称取约 10 g (精确至 0.01 g) 试样，置于恒重的称量瓶中。半开瓶盖放入干燥箱中，在 105℃～110℃ 下烘干 3 h，盖严称量瓶，取出放入干燥器中冷却至室温，称量 (精确至 0.01 g)。反复操作直至恒量。

5.10.3 结果计算

水分含量按公式(15)计算：

$$\text{水分}(\%) = \frac{m_7 - m_8}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (15)$$

式中：

m_7 ——烘干前称量瓶及试样的质量，单位为克(g)；

m_8 ——烘干后称量瓶及试样的质量，单位为克(g)；

m ——试样的质量，单位为克(g)。

5.10.4 允许差

两次平行测定所得结果之差不应超过 0.5%，否则应重新称取试样测定。

以不超差的两次平行结果的算术平均值作为报告值，并按 GB/T 8170 修约至二位小数。

5.11 振实体积密度的测定

5.11.1 仪器设备

仪器设备应符合下列要求：

- a) 装填体积测定仪：振动频率(250±15)次/分，振幅(3±0.1)mm；
- b) 天平：感量不大于 0.01 g；
- c) 量筒：容积 250 cm³，分度值不大于 5 cm³。

5.11.2 试验步骤

5.11.2.1 准确称量量筒的质量(精确至 0.01 g)并记录。

5.11.2.2 量取烘干后的试样(200±10)cm³，加入量筒中。加试样时，倾斜量筒并相对轴线作转动，以避免形成空隙。

5.11.2.3 称取量筒加试样的质量(精确至 0.01 g)，并记录。

5.11.2.4 轻拍量筒使样品的表面接近水平，塞上塞子。然后把量筒安装到装填体积测定仪的座架上。开启电源，使量筒振动 1 250 次。

5.11.2.5 读取量筒中试样的体积(精确至 1 cm^3)。

5.11.3 结果计算

振实体积密度按公式(16)计算:

$$\text{振实密度} \left(\text{g/cm}^3 \right) = \frac{m_9 - m_{10}}{V} \dots\dots\dots (16)$$

式中:

- m_9 ——量筒加试样的质量, 单位为克(g);
- m_{10} ——量筒的质量, 单位为克(g);
- V ——量筒中试样的体积, 单位为立方厘米(cm^3)。

5.11.4 允许差

两次平行测定所得结果之差不应超过 0.05 g/cm^3 , 否则应重新称取试样测定。
以不超差的两次平行结果的算术平均值作为报告值, 并按 GB/T 8170 修约至二位小数。

5.12 pH 值的测定

5.12.1 仪器设备

- 仪器设备应符合下列要求:
- a) 酸度计: 精度不大于 0.1 pH ;
 - b) 天平: 感量不大于 0.01 g ;
 - c) 锥形瓶: 容积 300 mL 左右;
 - d) 烧杯: 容积 150 mL 左右;
 - e) 加热板。

5.12.2 分析步骤

准确称取 5.00 g 试样, 装入锥形瓶中, 加入 100 mL 中性蒸馏水, 搅拌均匀后, 盖上表面皿, 加热煮沸 10 min , 用快速定性滤纸过滤于烧杯中, 冷却到室温。然后用酸度计对滤液进行 pH 值的测定。

5.12.3 允许差

两次平行测定所得结果之差不应超过 0.2 , 否则应重新称取试样测定。
以不超差的两次平行结果的算术平均值作为报告值。

5.13 比表面积的测定

按 GB/T 5816 进行。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 出厂检验

出厂检验项目为外观、二氧化硅含量、硅藻含量、振实体积密度、水分。

6.1.2 型式检验

型式检验项目为第4章规定的所有项目。有下列情形之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品投产或产品定型鉴定时；
- b) 矿源、工艺等发生较大变化，可能影响产品质量时；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- d) 产品停产三个月以上恢复生产时；
- e) 正常生产时，每六个月进行一次。

6.2 组批

以同一矿源地、同一规格、同一等级的硅藻土矿产品 300 t 为一批。不足 300 t 仍按一批计。

6.3 取样

6.3.1 散装硅藻土矿产品按 GB/T 2007 进行取样，总取样量不小于 2.5 kg。将所取的样品充分混匀，用四分法缩分为两份，一份按本标准规定检测，另一份备查。

6.3.2 袋装硅藻土矿产品采用等距离抽样，每隔 $n-1$ ($n = N/20$, N 为本批产品总袋数, n 取整数) 袋抽取一袋，用可封闭的采样探子在该袋中抽取约 150 g 试样。将所取的样品充分混匀，用四分法缩分为两份，一份按本标准规定检测，另一份备查。批量在 20 袋以下时，适当增加每袋的取样量，使总试样量不少于 2.5 kg。

6.3.3 水分试样从规定取样袋中迅速采取到洁净干燥的塑料袋中，并密封。取样量不少于 50 g。

6.4 判定规则

除水分外，其他各项质量指标若全部符合第4章要求时，则综合判定该批产品合格。如有一项或一项以上质量指标不符合第4章要求时，应用备查样品对不符合项进行复验，若复验结果都符合第4章要求时，仍判定该批产品合格；否则综合判定该批产品不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

袋装硅藻土矿产品外包装上应标明产品标记、净质量、矿源地、生产厂名、厂址和防雨防潮标识。

每批产品应附有产品合格证。产品合格证应包括产品标记、检验日期、生产厂名称和批号，并加盖制造企业检验部门的公章及检验人员印记。

7.2 包装

袋装硅藻土矿产品采用内衬塑料薄膜、外加塑料编织袋包装，每袋质量允许公差 $\pm 2\%$ 。

经供需双方协商也可采用其他包装和散装，但不得对环境造成污染。

7.3 运输

7.3.1 硅藻土矿产品在运输过程中要防雨、防潮和防止包装破损。

7.3.2 硅藻土矿产品不得与有害、有毒、有异味、有腐蚀性的物品及其他污染物混装、混运。

7.3.3 装卸过程中，严禁抛掷和用铁钩提拉。

7.4 贮存

硅藻土矿产品应贮存于干燥的仓库中。不得与有害、有毒、有异味物质一起存放。
