

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 414-2000

硅藻土及其试验方法

Diatomite and its test methods

2000-09-13 发布

2001-01-01 实施

国家建筑材料工业局 发布

前 言

本标准是根据 GB/T 1.3-1997《标准化工作导则 第一单元:标准的起草与表述规则 第3部分:产品标准编写规定》对 JC/T 414-1991(1996)进行修订的。

本标准与 JC/T 414-1991(1996)比较,技术内容的主要差异如下:

- 产品质量等级和技术指标重新编写;
- 三氧化二铝试验方法的部分修改;
- 松散堆密度试验方法重新编写;
- 试验方法中不规范之处进行修改;
- 检验规则内容重新编写;
- 标志和包装的修改。

本标准自实施之日起,同时代替 JC/T 414-1991(1996)。

本标准由国家建筑材料工业局咸阳非金属矿研究设计院提出并技术归口。

本标准由国家建筑材料工业局咸阳非金属矿研究设计院负责起草。

本标准主要起草人:焦红彬 石志刚

本标准于 1991 年 2 月首次发布。1996 年重新确认。

中华人民共和国建材行业标准

硅藻土及其试验方法

Diatomite and its test methods

JC/T 414-2000

代替 JC/T 414-1991(1996)

1 范围

本标准规定了硅藻土矿产品的分类、技术要求、试验方法、检验规则及其他内容。
本标准适用于块状、粉状的硅藻土矿产品。

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 2007-1987 散装矿产品取样、制样通则

GB 5816-1995 催化剂、吸附剂表面积测定

GB/T 6003.1-1997 金属丝编织网试验筛

GB 8170-1987 数字修约规则

3 一般规定

3.1 化学分析所用的水应为蒸馏水或以其他方法处理的去离子水。所用溶液除特殊说明外,均系水溶液。

3.2 本标准所用试剂,应为分析纯或优级纯试剂;用于标定的试剂,除另有说明外,应为基准试剂。

3.3 试剂配制示例:

(1+5)盐酸即 1 份盐酸与 5 份水混合;(200g/L)氢氧化钾溶液即为:200g 氢氧化钾溶解于水中,并稀释至 1L。

4 产品分类

4.1 品种规格

硅藻土矿产品按粒径分为两类:

粉矿类(DF):粒径不大于 $250\mu\text{m}$,其规格按粒径分为: $250\mu\text{m}$; $150\mu\text{m}$; $106\mu\text{m}$; $75\mu\text{m}$; $45\mu\text{m}$ 五种规格。

注:其他规格可由供需双方协商。

块矿类(DK):粒径大于 $250\mu\text{m}$ 。

4.2 各类硅藻土矿产品按质量分别分为一级品、二级品、三级品、四级品、五级品和六级品。

4.3 产品标记示例

硅藻土粉矿二级品粒径为 $150\mu\text{m}$,其标记为:

DF — 2 — 150 — JC/T 414-2000

本标准号

表示粒径为 150 μm ;

表示二级品;

表示硅藻土粉矿类产品;

5 技术要求

5.1 外观

硅藻土产品不允许有外来夹杂物,粉状产品应松散。

5.2 微观

在显微镜下观察时,有呈各种几何图形排列的微孔结构的硅藻细胞壳壁。

5.3 理化性能

产品的理化性能应符合表 1 要求。

表 1

产品代号 技术指标	DF-1	DF-2	DF-3	DF-4	DF-5	DF-6	DK-1	DK-2	DK-3	DK-4	DK-5	DK-6
SiO ₂ % ≥	85	80	75	70	60	50	85	80	75	70	60	50
Al ₂ O ₃ % ≤	5	8	12	14	16	18	6	8	12	14	16	18
Fe ₂ O ₃ % ≤	1.5	3	5	6	7	8	2	3	5	6	8	10
CaO % ≤	1	1.2	1.5	2.0	3.0	4.0	1	1.5	2.0	3.0	4.0	5.0
MgO % ≤	0.8	1.0	1.2	1.5	2.5	3.5	0.8	1.0	1.5	2.0	3.0	5.0
烧失量 % ≤	5	7	8	10	—		5	7	8	10	—	
水分 % ≤	10						15					
堆密度 g/cm ³ ≤	0.40	0.45	0.50	0.55	0.60	0.70	0.40	0.45	0.50	0.55	0.60	0.70
筛余量 % ≤	10			15			—					
pH 值	6.0~8.0						—					
比表面积 m ² /g	19.0~65.0						—					

6 试验方法

6.1 外观检验

采用目测方法。

6.2 微观检验

6.2.1 仪器和设备

显微镜:20(物) \times 10(目)

6.2.2 试验步骤

于载玻片上滴 1 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。

6.3 试样制备

6.3.1 将按7.2所取F类试样混匀,以四分法缩为100g和250g两份试样。100g试样作筛余量,PH值及比表面积测定;250g的试样研磨至粒径小于0.075mm,以四分法缩分至50g,试样一份作化学分析,其余供堆密度的测定。

6.3.2 将按7.2所取块矿类(DK)试样破碎至小于1mm,以四分法缩分至500g,研磨至粒径小于0.075mm,以四分法缩分为50g,试样一份作化学分析,其余供堆密度的测定。

6.3.3 水分试样从规定取样袋数中直接取样,取样量不小于50g,然后用塑料密封,备用。

6.3.4 作化学分析用试样,用磁铁吸除样品破碎时带入的铁屑,再以四分法缩分至15g,试样混匀后置于称量瓶中,在105~110℃烘箱中烘3h后盖上瓶盖,置于干燥器中,冷至室温,备用。

6.3.5 堆密度、筛余量、比表面积、PH测定所用试样应置于称量瓶中,在105~110℃烘箱中烘3h后盖上瓶盖,置于干燥器中,冷至室温,备用。

本标准列入两种测定方法,动物胶凝聚重量法做为仲裁方法。

6.4 二氧化硅的测定

6.4.1 动物胶凝聚重量法

6.4.1.1 方法概要

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。

6.4.1.2 试剂

a) 盐酸(密度为1.19g/mL);

b) 盐酸(1+5;5+95);

c) 无水乙醇;

d) 氢氟酸(40%);

e) 氢氧化钠:粒状;

f) 动物胶溶液(10g/L):将1g动物胶溶于100mL约70℃的水中(用时现配);

g) 硝酸银溶液(10g/L):将1g硝酸银溶于50mL水中,加15滴硝酸(1+1),用水稀释至100mL,贮存于棕色瓶中;

h) 硫酸(1+1);

i) 焦硫酸钾。

6.4.1.3 分析步骤

称取0.5g(精确至0.0002g)试样于银坩埚中,加3~4滴无水乙醇,4~5g氢氧化钠,置于高温炉中,逐渐升温至600~650℃熔融10~15min后,取出冷却。将坩埚放入盛有约100mL沸水的烧杯中,待试样溶解后,用热水洗出坩埚,加入盐酸20mL,于电炉上低温蒸至湿盐状,取下稍冷,再加入盐酸20mL,放在温度为70~80℃的水浴中,加入动物胶溶液10mL,充分搅拌后保温15min,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(10g/L)检验]。滤液及洗液盛接于250mL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950~1000℃下灼烧1h,取出坩埚,在干燥器中冷却,称量,如此反复操作(每次灼烧30min),直至恒量。向坩埚中滴加硫酸湿润沉淀,加氢氟酸约10mL,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5mL,蒸至三氧化硫白烟冒尽时取下坩埚。置于高温炉中,在950~1000℃下灼烧20min,取出冷却,称量。如此反复操作,直至恒量。

加2~3g焦硫酸钾于坩埚中,盖上盖,于电炉上先低温加热,逐渐升温,待反应结束后,再高温熔融3~5min,冷却。用热水浸出,洗净坩埚及盖,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。

6.4.1.4 结果计算

二氧化硅的百分含量按式(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, g;

m_1 ——灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀与坩埚质量, g;

m_2 ——氢氟酸处理后灼烧残渣与坩埚质量, g。

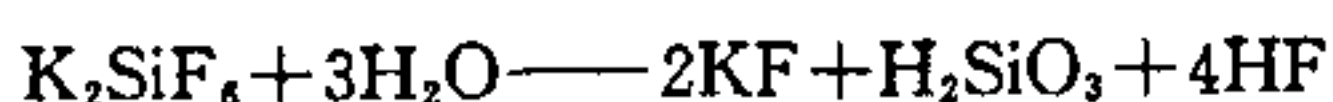
6.4.2 氟酸硅钾容量法

6.4.2.1 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。



沉淀经过滤洗涤除去游离酸后,在热水中水解,生成的氢氟酸以氢氧化钠滴定。



6.4.2.2 试剂

a) 氢氧化钠:粒状;

b) 硝酸(密度为 1.42g/mL);

c) 盐酸(密度为 1.19g/mL);

d) 盐酸(1+5);

e) 氯化钾:研细后贮存备用;

f) 氟化钾溶液(150g/L):将 15g 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)置于塑料杯中,加 50mL 水溶解,加入 20mL 硝酸,以水稀释至 100mL,在搅拌下加氯化钾至饱和,放置 30min,用快速滤纸过滤于塑料瓶中;

g) 氯化钾溶液(50g/L);

h) 氯化钾—乙醇溶液(50g/L):将 5g 氯化钾溶于 50mL 水中,加 50mL 95%的乙醇,混匀;

i) 酚酞指示剂溶液(10g/L):将 1g 酚酞溶于 100mL 95%的乙醇中,用氢氧化钠溶液调至微红;

j) 氢氧化钠标准溶液[$c(\text{NaOH}) = 0.15\text{mol/L}$]:将 60g 氢氧化钠溶于 10L 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 0.8g(精确至 0.0001g)苯二钾酸氢钾(在 105~110℃干燥 2h)于 400mL 烧杯中,加入约 150mL 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})按式(2)计算,其值按 GB 8170 修约至四位小数:

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

式中: m ——苯二钾酸氢钾的质量, g;

15.02—— $\frac{1}{4}$ 二氧化硅分子量;

204.21——苯二钾酸氢钾的分子量;

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积, 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, mg/mL。

6.4.2.3 分析步骤

称取约 0.5g(精确至 0.0002g)试样于银坩埚中,加 2~3 滴无水乙醇,4~5g 氢氧化钠,盖上坩埚盖(应留有较大空隙),放入高温炉中,从低温升起在 600~650℃熔融 20min,取出冷却,将坩埚及盖放入盛有 100mL 沸水的 250mL 烧杯中,加盖表皿,适当加热使熔块完全溶解,立即取出坩埚及盖,并用热水及热盐酸(1+5)洗净,在不断搅拌下,一次加入 25mL 盐酸,1mL 硝酸,置于电炉上煮沸 20min,取下冷却至室温,移入 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为试样溶液(B)。保存该液以用于其他组分的

测定。

分取 25.00mL 试样溶液(B)于 300mL 塑料杯中,加入 10~15mL 硝酸,置塑料杯于冷水中冷却,加 10mL 氟化钾溶液(150g/L),于塑料棒搅拌下,加入氯化钾至饱和,置冷水中冷却并放置 15min 以上,在涂蜡漏斗上用快速定性滤纸过滤,塑料杯与沉淀用氯化钾溶液(50g/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 10~15mL 氯化钾-乙醇溶液(50g/L)及 1mL 酚酞指示剂溶液(10g/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 200mL,用氢氧化钠标准溶液滴至微红色。

6.4.2.4 结果计算

二氧化硅的百分含量按式(3)计算:

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

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,mg/mL;

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积,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,g。

6.4.2.5 允许差

两次平行测定结果之差不应超过 0.6%。

二氧化硅的测定结果以两次平行测定结果的算术平均值表示,按 GB 8170 修约至二位小数。

6.5 三氧化二铁的测定

6.5.1 方法提要

在 PH1.8~2.0 及 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。

6.5.2 试剂

a) 盐酸(1+1);

b) 氢氧化铵(1+1);

c) 磺基水杨酸钠指示剂溶液(100g/L);

d) 氢氧化钾溶液(200g/L);

e) CMP 混合指示剂:准确称取 1g 钙黄绿素,1g 甲基百里香酚蓝,0.2g 酚酞,与 50g 已在 105~110℃ 烘干过的硝酸钾混合研细,保存在磨口瓶中备用;

f) 氧化钙标准溶液(0.5mg/mL):准确称取 0.8924g 碳酸钙(105~110℃ 干燥 2h),置于 250mL 烧杯中,加入水约 100mL。盖上表皿,沿杯口滴加盐酸(1+1)至碳酸钙全部溶解后,加热煮沸 2~3min。待冷却后,转移到 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

g) 乙二胺四乙酸二钠(简称 EDTA)标准溶液 [$c(\text{EDTA}) = 0.01\text{mol/L}$]:称取 3.72g EDTA 溶于 200mL 水中,加热溶解。冷却,用水稀释至 1L,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 10mL 于 300mL 烧杯中,用水稀释至 200mL 左右,加少许 CMP 混合指示剂,在搅拌下滴加氢氧化钾溶液(200g/L)至出现绿色荧光后再过量 1~2mL,用 EDTA 标准溶液滴定至绿色荧光消失呈现红色。按式(4)~式(7)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 8170 修约至四位小数。

$$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}}{2M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times 0.7977 \quad \text{..... (4)}$$

$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{2M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times 0.5094 \quad \text{..... (5)}$$

$$T_{\text{CaO}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{CaO}}}{M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times 0.5603 \quad \text{..... (6)}$$

$$T_{\text{MgO}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{MgO}}}{M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times 0.4028 \quad \text{..... (7)}$$

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, 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, mg/mL;

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

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

C ——每毫升氧化钙标准溶液含有氧化钙的毫克数, mg/mL;

V_1 ——吸取氧化钙标准溶液的体积, mL;

V_2 ——标定时消耗 EDTA 标准溶液的体积, 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} ——氧化钙的分子量, 56.08;

M_{MgO} ——氧化镁的分子量, 40.30。

6.5.3 分析步骤

取 25mL 6.2.1.3 中的(A)液或 6.2.2.3 中的(B)液于 300mL 烧杯中, 加水稀释至约 100mL, 用氢氧化铵(1+1)调节溶液 pH1.8~2.0(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(100g/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℃。

6.5.4 结果计算

三氧化二铁的百分含量按式(8)计算:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3(\%) = \frac{T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \times V \times n}{m \times 1000} \times 100 \quad \text{..... (8)}$$

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, mg/mL;

V ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积, 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, g。

6.5.5 允许差

两次平行测定结果之差不应超过 0.20%。

三氧化二铁的测定结果以两次平行测定结果的算术平均值表示, 平均值按 GB 8170 修约至二位小数。

6.6 三氧化二铝的测定

6.6.1 方法提要

在滴定铁后的弱酸性溶液中, 用酒石酸钾钠掩蔽铁, 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。

6.6.2 试剂

a) 盐酸(1+1);

b) 氢氧化铵(1+1);

c) 二甲酚橙溶液(2g/L);

d) 酒石酸钾钠溶液(200g/L);

e) 六次甲基四胺溶液(200g/L);

f) EDTA 标准溶液(0.01mol/L):详见 6.5.2g);

g) 乙酸锌标准溶液($c[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2]=0.02\text{mol/L}$):称取 3.7g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2]$ 溶于 1L 水中,然后用冰乙酸调整溶液 pH 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 20.00mL EDTA 标准溶液(0.01mol/L),置于 300mL 烧杯中,用水稀释至 150mL 左右。加入 5mL 六次甲基四胺溶液(200g/L)和 3~4 滴二甲酚橙指示剂(2g/L),以乙酸锌标准溶液(0.02mol/L)滴定至溶液由黄色变为紫红色。

K 值按式(9)计算:

$$K = \frac{20.00}{V} \dots\dots\dots (9)$$

式中:20.00——EDTA 标准溶液的体积,mL;

V——滴定所用乙酸锌标准溶液的体积,mL。

6.6.3 分析步骤

在 6.3.3 滴定铁后溶液中,加入酒石酸钾钠溶液 5mL 并搅拌,准确加入 EDTA 标准溶液 20~40mL(视铝含量而定)。加 1~2 滴二甲酚橙指示剂(2g/L),加热 40~50℃,滴加氢氧化铵(1+1)至溶液刚变为紫红色,再用(1+1)盐酸调整至黄色,并过量 1~2 滴。加热微沸 3~5min,冷却后用水稀释至 150mL 左右,加入 5mL 六次甲基四胺溶液(200g/L)和 3~4 滴二甲酚橙指示剂(2g/L),用乙酸锌标准溶液(0.02mol/L)滴定至溶液由黄色变为紫红色。

6.6.4 结果计算

三氧化二铝的百分含量按式(10)计算:

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

式中:V——加入 EDTA 标准溶液的体积,mL;

V_1 ——消耗乙酸锌标准溶液的体积,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,mg/mL;

m——试样质量,g。

6.6.5 允许差

两次平行测定结果之差不应超过 0.30%。

三氧化二铝的测定结果以两次平行测定结果的算术平均值表示,平均值按 GB 8170 修约至二位小数。

6.7 氧化钙和氧化镁的测定

6.7.1 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。

6.7.2 试剂

a) 盐酸(1+1);

b) 氢氧化铵(1+1);

c) 氢氧化钠溶液(200g/L);

d) 六次甲基四胺溶液(200g/L);

e) 盐酸羟胺溶液(50g/L);

f) 三乙醇胺溶液(1+1);

- g) 钙指示剂:将 1g 钙-羟酸钠与 50g 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 100g 已在 105℃干燥过的氯化钠研磨均匀,保存于棕色磨口瓶中;
 i) EDTA 标准溶液(0.01mol/L):详见 6.5.2.g);
 j) 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液(pH=10):将 67.6g 氯化铵溶于 200mL 水中,加 570mL 氨水,用水稀释至 1000mL。

6.7.3 分析步骤

取两份 25mL 试样溶液(A)或试样溶液(B),分别置于 300mL 烧杯中,滴加氢氧化钠溶液(200g/L)至出现沉淀,再加盐酸(1+1)至沉淀消失,加 10mL 六次甲基四胺溶液(200g/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 400mL 烧杯中,滴加 4~5 滴盐酸羟胺溶液(50g/L),5~6 滴三乙醇胺溶液(1+1),用水稀释至 150mL 左右。

氧化钙的测定:于其中一杯滤液中滴加氢氧化钠溶液(200g/L)至溶液 pH=12~13,过量 2mL,加入适量钙指示剂,用 EDTA 标准溶液(0.01mol/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铵溶液(1+1)至溶液 pH 约为 10,加入 10mL 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(0.01mol/L)滴定至蓝色。

6.7.4 结果计算

氧化钙的百分含量按式(11)计算:

$$\text{CaO}(\%) = \frac{T_{\text{CaO}} \times V_1 \times n}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (11)$$

氧化镁的百分含量按式(12)计算:

$$\text{MgO}(\%) = \frac{T_{\text{MgO}} \times (V_2 - V_1) \times n}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

式中: T_{CaO} ——每毫升 EDTA 标准溶液相当于氧化钙的毫克数,mg/mL;

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

V_1 ——滴定钙所消耗 EDTA 标准溶液的体积,mL;

V_2 ——滴定钙、镁含量所消耗 EDTA 标准溶液的体积,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,g。

6.7.5 允许差

两次平行测定结果之差不应超过 0.10%。

氧化钙和氧化镁的测定结果均以两次平行测定结果的算术平均值表示,平均值按 GB 8170 修约至二位小数。

6.8 烧失量的测定

6.8.1 仪器和设备

- a) 高温炉:调温范围为 0~1100℃,控温器灵敏度±10℃;
 b) 瓷坩埚或铂坩埚:30mL;
 c) 天平:感量 0.0001g。

6.8.2 分析步骤

称取约 1g 试样,精确至 0.0002g,放入已恒量(前后两次称量结果之差不超过 0.0002g)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 950℃并保温 2h,取出坩埚后,置于干燥器中冷却至室温,称量。如此反复操作直至恒量。

6.8.3 烧失量的计算

烧失量的百分含量按式(13)计算:

$$\text{烧失量}(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (13)$$

式中: m_1 ——灼烧前坩埚及试样的质量, g;
 m_2 ——灼烧后坩埚及试样的质量, g;
 m ——试样的质量, g。

6.8.4 允许差

两次平行测定所得结果之差不应超过 0.50%。

烧失量的测定结果以两次平行结果的算术平均值表示, 并按 GB 8170 修约至二位小数。

6.9 水分的测定

6.9.1 仪器和设备

- a) 称量瓶;
- b) 天平: 感量 0.01g;
- c) 电热干燥箱: 调温范围为 0~300℃, 控温器灵敏度 ±1℃。

6.9.2 试验步骤

称取约 1g 试样, 准确至 0.01g。置于恒量的称量瓶中, 半开瓶盖放入烘箱中。在 105~110℃ 下烘干 3h, 盖严称量瓶, 取出放入干燥器中冷至室温, 然后称量, 反复操作直至恒量。

6.9.3 结果计算

水分的百分含量按式(14)计算:

$$\text{水分}(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

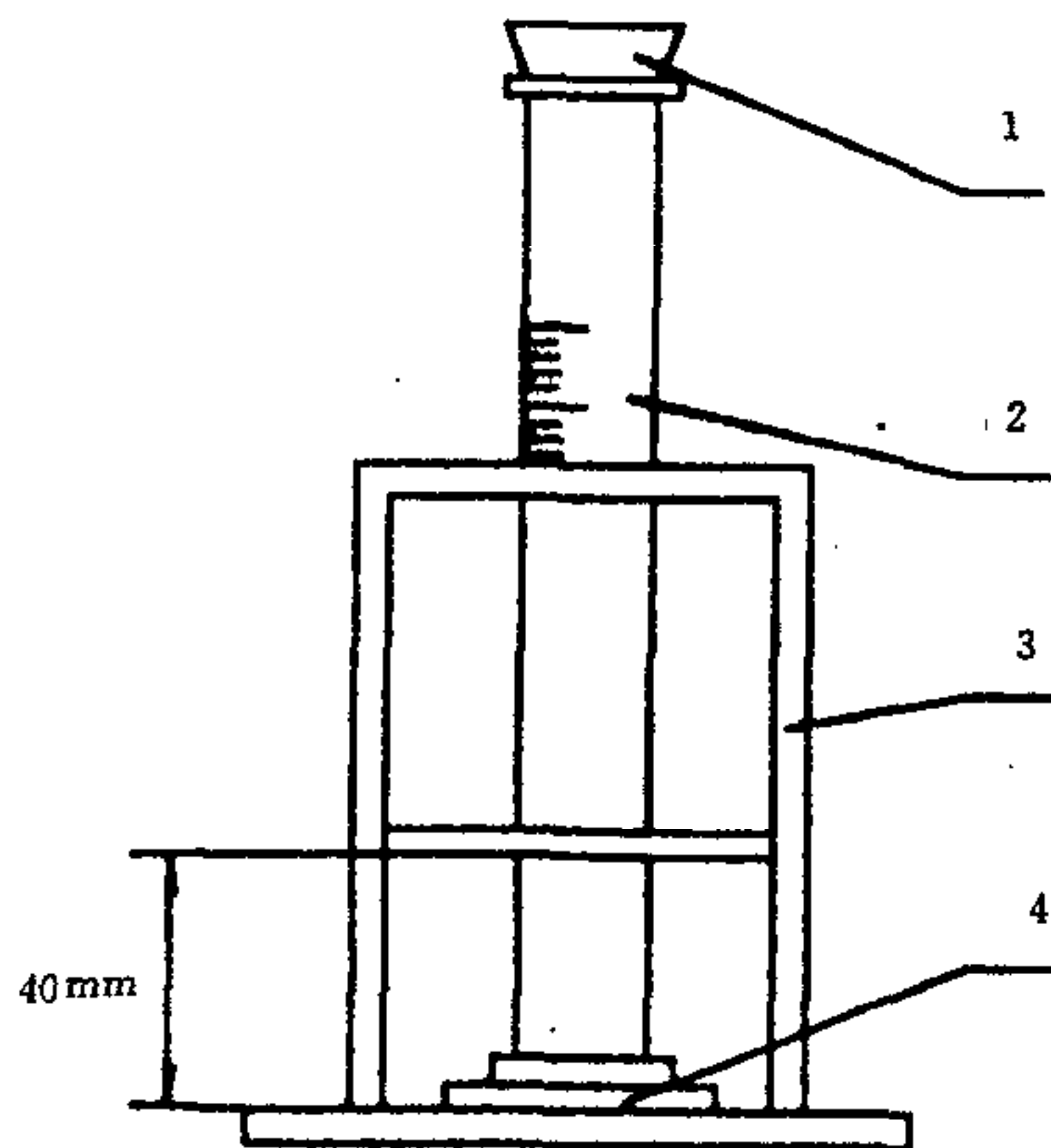
式中: m_1 ——烘前称量瓶及试样的质量, g;
 m_2 ——烘后称量瓶及试样的质量, g;
 m ——试样的质量, g。

6.9.4 允许差

两次平行测定结果之差不应超过 0.5%。

水分的测定结果以两次平行测定结果的算术平均值表示, 并按 GB 8170 修约至一位小数。

6.10 堆密度



1—胶塞; 2—100mL 量筒; 3—稳定箱; 4—橡胶垫

图 1 堆密度仪示意图

6.10.1 仪器和设备

- a) 量筒:100mL;
- b) 天平:感量 0.01g。

6.10.2 分析步骤

向已知质量的 100mL 干燥量筒中,沿量筒口连续不断地均匀倒入约 80mL 按 6.1.1 或 6.1.2 制备的试样,一手压紧稳定箱,一手将量筒提至 40mm 高度,让其自由落下,再提至 40mm 高度放手,又让其自由落下,如此反复做 50 次,每做 10 次按顺时针或逆时针约 70°换一个方向,最后用刮具刮平表面,读取此时体积并称其总质量。

6.10.3 结果计算

堆密度按式(15)计算:

$$\text{堆密度(g/cm}^3\text{)} = \frac{m_2 - m_1}{V} \dots\dots\dots (15)$$

式中: m_2 ——量筒加试样的总质量,g;

m_1 ——量筒的质量,g;

V ——量筒中试样的体积,cm³。

6.10.4 允许差

两次平行测定所得结果之差不应超过 0.02g/cm³。

堆密度的测定结果以两次平行测定结果的算术平均值表示,并按 GB 8170 修约至二位小数。

6.11 筛余量的测定

6.11.1 仪器和设备

- a) 振筛机:偏心振动式振筛机,摇动次数为 270~300 次/min,振动次数为 140~160 次/min;
- b) 试验筛:符合 GB 6003.1 规定;
- c) 天平:感量 0.1g。

6.11.2 分析步骤

将试样 20g 均匀倒入套好底盘的相应规格的筛网上,盖上筛盖旋紧,筛分 10min,取下筛子,仔细清扫筛子,称量筛余物。

6.11.3 结果计算

筛余物的百分含量按式(16)计算:

$$\text{筛余量(\%)} = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (16)$$

式中: m_1 ——筛余物的质量,g;

m ——试样的质量,g。

6.11.4 允许差

两次平行测定结果之差不应超过 0.50%。

筛余量的测定结果以两次平行测定结果的算术平均值表示,并按 GB 8170 修约至二位小数。

6.12 pH 值的测定

6.12.1 仪器

- a) 酸度计:精度 0.1pH;
- b) 工业天平:感量 0.1g;

6.12.2 分析步骤

称取试样 5g,装入 250~300mL 锥形瓶中,加入 100mL 中性蒸馏水,搅拌均匀后,盖上表面皿,加热煮沸 10min,用快速定性滤纸过滤于 100~150mL 的烧杯中,冷至室温,用酸度计进行测定。

6.12.3 允许差

两次平行测定结果之差不应超过 0.2pH 值。

pH 值以两次平行测定结果的算术平均值表示,并按 GB 8170 修约至一位小数。

6.13 比表面积的测定

按 GB 5816 进行。

7 检验规则

7.1 组批

以同原料、同规格的硅藻土产品的生产量为一批。

7.2 取样

7.2.1 散装产品按 GB 2007 进行取样,总取样量不小于 2.5kg。将所抽取的样品充分混匀,以四分法缩分两份,一份按本标准规定检测,另一份备查。

7.2.2 袋装产品按表 2 进行取样。

表 2

批 量 (袋)	抽取样本数 (袋)
1~25	2
26~150	3
151 以上	5

所抽取样品,首先检查包装和净重是否符合要求。然后再从每个样品中均匀抽取 1000g,将所抽取的样品充分混匀,以下同 7.2.1。

7.3 检验分类

7.3.1 硅藻土产品检验分两类:出厂检验和型式检验。

表 3

检 验 分 类	检 验 项 目
出厂检验	外观、SiO ₂ 、Al ₂ O ₃ 、Fe ₂ O ₃ 、烧失量、水分、堆密度、筛余量
型式检验	外观、微观、SiO ₂ 、Al ₂ O ₃ 、Fe ₂ O ₃ 、CaO、MgO、水分、烧失量、堆密度、筛余量、pH 值、比表面积

7.3.2 有下列情况之一时,应进行型式检验。

- a) 首批或试制产品;
- b) 正式生产后,如主要原辅材料、工艺有较大改变,可能影响产品性能时;
- c) 停产 6 个月以上重新恢复生产时;
- d) 正常生产每 6 个月需检验时;
- e) 国家质量监督机构提出要求进行型式检验;
- f) 用户提出进行型式检验。

7.4 判定规则

7.4.1 水分的测定不作为合格判定依据,若水分超过规定,只在计量时扣除超过部分。

7.4.2 各类检验若有任何一项检验结果不符合第 5 章技术要求,则应加倍抽样,对该项指标进行复验,以复验结果作为最终测定结果。

7.4.3 除水分外,其他各项质量指标如符合第 5 章技术要求,则判定该批产品合格;如有一项或一项以上质量指标不符合第 5 章技术要求,则判定该批产品不合格。

7.4.4 供需双方对产品质量发生异议时,可提请上级或双方认可的检测机构进行仲裁检验,以仲裁结

果为最终测定结果。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

包装袋上应注明：产品名称、生产厂名、厂址、商标、产品代号、生产日期(批号)、净重、本标准编号、并标有“防潮”等字样。

8.2 包装

8.2.1 粉状类(DF)产品采用内衬塑料薄膜,外加塑料编织袋进行包装,每袋质量允许公差 $\pm 2\%$ 。

8.2.2 矿状类(DK)产品一般采用塑料编织袋包装(有特殊要求者也可加内衬塑料薄膜),每袋重量允许公差 $\pm 2\%$ 。

8.2.3 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。

8.3 运输

8.3.1 产品在运输过程中要防雨、防潮和防止包装破损。

8.3.2 产品不得与有害、有毒、有异味、有腐蚀性物品及其他污染物混装、混运。

8.3.3 装卸过程中,严禁抛掷和用铁钩提拉。

8.4 贮存

产品应贮存于干燥的仓库中。不得与有害、有毒、异味物质一起存放。

JC/T 414-2000

中华人民共和国建材
行 业 标 准
硅藻土及其试验方法
Diatomite and its test methods
JC/T 414-2000

*

国家建筑材料工业局标准化研究所出版发行

地址：北京朝阳区管庄

邮政编码：100024

传真电话：(010)65755125

机械科学研究院标准出版中心印刷

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 24,000
2000 年 12 月第一版 2000 年 12 月第一次印刷

*

编号 1155