

实验二 耐酸水玻璃胶泥的制备及原料基本参数的测定

一 实验目的

- 1、正确理解耐酸度(或耐酸率)概念
- 2、掌握耐酸度测定方法(热浸泡法)
- 3、掌握水玻璃密度和模数的测定方法
- 4、掌握水玻璃密度和模数调整方法。
- 5、了解胶泥中各组份的作用及其硬化机理、胶泥的物理机械性能测定方法。

二、实验原理

(一)、耐酸填料的耐酸度测定

防腐蚀用的胶泥是由耐酸粉料、粘合剂、硬化剂等拌合而成。常用耐酸粉料有硅质和碳质的。如耐酸灰、辉绿岩粉、石英粉、石墨粉等。对于耐酸粉料除了要求：①湿度不得超过1%；②细度全部通过120~140目筛孔；③与粘合剂吸附能力好以外，还要求④耐酸度不小于93%。故须要测定耐酸粉料的耐酸度。

耐酸度指耐酸粉料中耐酸的物质所占的重量百分率(即耐酸粉料在酸中未溶解部分所占的重量百分率)。其测定方法是将一定量干燥过的粉料，用密度(g/cm^3)1.84硫酸浸泡，并在水浴上加热，热浸泡一定时间后，将不溶物滤出，用蒸馏水洗至中性，干燥后不溶物的重量即可求得耐酸率，即

$$\% \text{耐酸度} = \frac{G}{A} \times 100 \quad (1)$$

式中：G—不溶物的重量；

A—干燥过试样的重量。

(二)、水玻璃密度测定和模数调整

水玻璃是耐酸胶泥中的粘合剂，是胶泥中的一个重要组分。欲使胶泥具有良好性能，须保证水玻璃具有一定的密度(g/cm^3)和模数，即要求密度(g/cm^3)为1.50~1.38/模数为2.6~2.8。但市售的水玻璃模数常是小于2.6或大于2.8，故须调整为符合上述要求的模数。

水玻璃主要是由 SiO_2 和 Na_2O 组成。常用化学式 $\text{Na}_2\text{O} \cdot M\text{SiO}_2$ 表示，其中M为 SiO_2 和 Na_2O 摩尔数的比值，定义为水玻璃模数(或硅率)

$$M = \frac{\text{SiO}_2 \text{摩尔数}}{\text{Na}_2\text{O} \text{摩尔数}}$$

$$= \frac{SiO_2\% \div SiO_2 \text{ 摩尔质量}}{Na_2O\% \div Na_2O \text{ 摩尔质量}}$$

$$= \frac{SiO_2\%}{Na_2O\%} \times \frac{Na_2O \text{ 摩尔质量}}{SiO_2 \text{ 摩尔质量}}$$

其中 Na_2O 摩尔质量为 62.00

SiO_2 摩尔质量 60.00

所以, $M = \frac{SiO_2\%}{Na_2O\%} \times 1.033$ (2)

水玻璃模数调整方法有①模数低的水玻璃可加硅胶熬煮,提高模数。②模数高的水玻璃,加入 Na_2O ,降低模数。③对于高低两种模数水玻璃,欲混合成所要求的中间模数的一种水玻璃,可按下式计算:

$$X = \frac{Wb}{b + a \left(\frac{M - Ma}{Mb - M} \right)} \text{ Kg} \quad (3)$$

$$Y = W - X \quad (4)$$

式中: W—欲配制模数 M 的水玻璃质量 Kg

X—需取用低模数水玻璃量质量 Kg

Y—需取用高模数水玻璃量质量 Kg

a—低模数水玻璃 Na_2O 的百分含量

b—高模数水玻璃中 Na_2O 的百分含量

Ma—低模数水玻璃的模数

Mb—高模数水玻璃的模数

水玻璃的密度用比重计(波美度表)测定之。

$$\text{密度} = \frac{145}{145 - \text{波美度}} \quad (5)$$

若水玻璃密度大时,只需加入清水即可降低密度,可按(6)式计算出加水量,若密度小时,加热至 $85 \sim 95^\circ\text{C}$ 脱水使密度增加。

$$A = \frac{W_o - \frac{W_o}{d_o} \times d}{d - 1} \quad (6)$$

式中: A—应加入水的质量 Kg

W_o —原水玻璃密度为 d_o 的质量

d_o —原水玻璃密度(g/cm^3)

d—所要求的水玻璃密度(g/cm^3)

(三)、水玻璃模数测定

水玻璃模数由定义得

$$M = \frac{SiO_2\%}{Na_2O\%} \times 1.033 \quad (7)$$

若将测定了水玻璃中 SiO_2 和 Na_2O 的百分含量，即由上式可求其模数 M 。

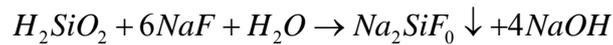
由于 $Na_2O + SiO_2 + 2H_2O \rightarrow 2NaOH + H_2SiO_3$ 故可用标准盐酸滴定水玻璃溶液至终点。若盐酸摩尔浓度 M_1 ，消耗盐酸毫升数 V_3 ，则 Na_2O 的百分含量按下式计算：

$$\%Na_2O = \frac{M_1 V_1 \times 62}{2G \times 1000} \times 100 \quad (8)$$

式中： G —试样重量(克)

0.062 为 Na_2O 的摩尔质量。

然后，在已测定 Na_2O 后的溶液中加入氟化钠，反应如下：



为了易于观察滴定终点，可加入过量的标准盐酸溶液，再用标准 Na_2O 溶液回滴至终点。

若 V_A 为加入 NaF 后所耗盐酸升数

M_A 为盐酸的摩尔浓度

V_B 为回滴时所消耗氢氧化钠毫升数

M_B 为 Na_2O 的当量浓度

则 SiO_2 的百分含量可按下式计算

$$\%SiO_2 = \frac{(M_A V_A - M_B V_B) \times 60}{4G \times 1000} \times 100 \quad (9)$$

式中： G —试样质量 g

60— SiO_2 的摩尔质量

由式(7)~式(9)得

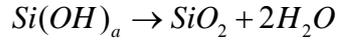
$$M = \frac{1}{2} \frac{N_A V_A - N_B V_B}{N_1 V_1} \quad (10)$$

(四)、胶泥制备及其性能测定

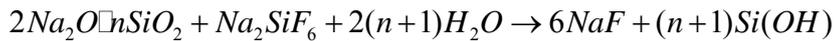
一般胶泥均是由粘合剂，固化剂、粉状填料等组成。水玻璃胶泥是由水玻璃作为粘合剂，氟硅酸钠作为硬化剂。外加耐酸粉料(辉绿岩粉、耐酸灰、磁粉)。三者按一定的重量比例拌合而成的。

水玻璃($Na_2O \cdot M SiO_2$)极易为酸类(如硫酸)所分解而产生硅酸胶凝胶，甚至在空气中的

二氧化碳也能使其分解成硅酸凝胶，其反应式如下：



胶泥耐酸性就是由于水玻璃与介质接触，生成硅酸盐凝而成为优良的保护层，但上述过程要延长到数月之久。为使胶泥加速凝固须加入一定量的氟硅酸钠，使硅酸凝胶加速析出所以，氟硅酸钠称为硬化剂，其反应式如下：



上述反应析出硅酸凝胶 ($Si(OH)_4$)，沉积于耐酸填料表面，析出水，形成 SiO_2 的空间网状结构，裹紧耐酸填料被。但为了更有利于硅酸凝胶的脱水收缩，因而能更好地把耐酸粉粘合起来，胶泥必须在标准条件下进行养护。(养护标准条件：温度为 $20 \pm 5^\circ C$ 相对湿度不大于 80% 的环境进行养护。)水玻璃胶参考配比如下表：

填料名称	重量比				
	填料	氟硅酸钠	水玻璃		
			模数	密度(g/cm ³)	用量
辉绿岩粉	100	5.5~5.8	2.6~2.8	150~142	38~40 冬 36~37 夏
石英粉	100	5.5~6.0	2.6~2.8	1.50~1.42	42~43 冬 40~42 夏
69号耐酸粉	100	5.7~6.6	2.6~2.8	1.45~1.38	42~46 冬 39~40 夏

注：表中氟硅酸钠纯度以 100% 计算。

三、实验仪器设备及流程

万能材料试验机

抗张试验仪

游标卡尺

烘箱

台天平

拌料盆

油灰刀

玻璃板

“8”字模

园模 $\Phi 60 \times 10$

正园柱模 $\Phi 25 \times 25$

马弗炉

电热水浴

分析天平

干燥器

称量瓶

有柄蒸发皿

表面皿

烧杯

量筒 50CC

锥形瓶 250CC

比重计

温度计

台天平

量筒

长颈漏斗

瓷坩埚

坩埚钳

定量滤纸

酸式滴定管 50ml

碱式滴定管 25ml

滴管

0.1%甲基橙溶液

硫酸密度(g/cm³)1.84, 化学纯

耐酸粉料

盐酸 0.1N 及 0.5N

Na₂O 0.5N

氟化钠 AR 固体

甲基红溶液 0.2%

孔雀绿溶液 0.2%

水玻璃

氟硅酸钠(含量>95%，水份<1%)

辉绿石粉(耐酸度>97%)

石墨粉(细度 150~200 目)

黄油或工业用凡士林

四、实验操作步骤

(一)、耐酸填料的耐酸度测定实验操作步骤

1、将装有耐酸粉料的称量瓶置于电烘箱中，在 105~110℃下烘干后，取出放到干燥器中冷却至室温、待用。

2、精确称取在 105~110℃干燥过的试样 1 克左右(A)于 250ml 有柄蒸发皿中，并加入密度(g/cm³)为 1.84 硫酸 25 毫升，盖上表面皿，置于 100℃水浴上加热一小时。

3、从水浴上取下上述蒸发皿，冷却至室温。

4、用 120 毫升左右的蒸馏水将蒸发皿中的不溶物洗于烧杯中，再用定量滤纸过滤，并用蒸馏水洗涤至 0.1%甲基橙溶液试验无酸性反应为止。

5、将湿粉料连同滤纸一起置于已知重量的瓷坩埚中，放入马弗炉，900℃左右的高温下灼烧 30~40 分钟至白色。

6、将坩埚移至炉口，置于石棉板上，稍作冷却，放入干燥器中继续冷却至室温，取出称至恒重(G)。

(二)、水玻璃密度测定和模数调整实验操作步骤

1、用模数大于和小于 2.61 二种水玻璃，配制成模数为 2.61 的水玻璃 250 克。

2、将上述配制成的水玻璃倒入量筒(100 毫升)中约 100 毫升左右(量筒的直径比比重大 3~4cm)，立即把比重计轻轻放入，放置太慢水玻璃表面易形成薄膜，读取比重计和水玻璃接触的弯液面下缘读数。

3、将上述所测得密度(g/cm³)调整到 1.46(即 45.4°B¹)

(三)、水玻璃模数测定实验操作步骤：

用滴管取 10~11 滴水玻璃，放入 250ml 锥形瓶中，加蒸馏水 50ml 释释，并小心摇匀，

加入甲基红 15~20 滴和孔雀绿 1~2 滴，摇匀，此时溶液呈翠绿色，以 0.1N 盐酸滴定之。当溶液由翠绿色变成棕红色即为终点，读取所消耗的盐酸毫升数(V_1)，保留此溶液供测定 SiO_2 用。

2、 SiO_2 百分含量测定

将上述测定过 Na_2O 的溶液加入 NaF 约 5 克，摇匀，溶液又呈翠绿色，用 0.5N 盐酸滴定至蓝红色(或棕红色)并多加 2~3 毫升。读取所消耗消耗的盐酸毫升数(V_A)，强烈摇动半分钟，再用 0.5N NaOH 标准溶液回滴到翠绿色为终点。读取所消耗 Na_2O 毫升数(V_B)。

本实验系用甲基红—孔雀绿法。亦可用溴酚兰法。二者不同在于选定指示剂不同。

2、计算模数(M)

(四)、胶泥制备及其性能测定操作步骤

一)胶泥的调制

1、预先测定并调整好水玻璃的模数(M2.6~2.8)和密度(g/cm^3)(1.50~1.42)。

2、将符合要求的氟硅酸钠和耐酸粉料，按规定比例分别称量混合均匀，并用孔径约为 2.5mm 筛子过筛二次，再度将其充分混合均匀。

3、根据固定配比和一次拌合量称取上述已均匀混合的粉料置于拌料盆中，并在粉料中划一凹坑。慢慢地倒入称量好水玻璃，然后用油灰刀拌和(约 5 分钟)，直至完全均匀止。

耐酸胶泥的调制，应在养护标准环境中进行，并没有阳光直射与流动空气影响。

二)胶泥的性能测定

1、胶泥的抗拉强度测定

应用“8”字试样于抗张试验仪和万用材料试验机使用方法见附录②、③。

①将“8”字模内壁涂刷一层黄油或凡士林，玻璃板亦涂一层黄油。将上述拌合好胶泥，一次装入模内，连动玻璃底板。用手按住试模，震动 25 次后，刮去多余胶泥震平表面即成。

②成型的试块，对于水玻璃胶泥需至标准环境中养护 1~2 昼夜。进行编号脱模。(并继续养护至 28 昼夜)。编号脱模，再养护 6 昼夜，然后移入 80~100℃的烘箱中热处理 6 小时。取出试块冷却至室温，即可供抗拉强度测定。

③测量上述“8”字试块中间截面尺寸，准确至 0.05 毫米。

④抗拉强度计算

用双杠杆抗张试验机测定时：

$$S = \frac{p \times n}{F} \quad (11)$$

式中：

S—抗拉强度(kg/cm²)

P—试块拉断时，挂桶及铅九重量(kg)

F—试块中间截面积(cm²)

n—杠杆臂比 50(上杠杆比为 1:10，下杠杆比为 1:5，若上述试块是标准时，则 F=S(cm)²)，

故

$$S = \frac{P \times 50}{5} = 10P(\text{kg} / \text{cm}^2) \quad (12)$$

用万能试验机测定时：

$$S = \frac{P}{F} \quad (13)$$

式中：S—抗拉强度(kg/cm²)

P—试块拉断时的载荷(kg)

F—试块中间截面积(cm²)

2、胶泥抗压强度测定

①用正圆柱体直径 25 毫米，高 25 毫米的试模。用上述已调好胶泥充满试模，成型条件与抗拉试块同。

②抗压强度计算

$$\sigma_c = \frac{P}{F} \quad (14)$$

式中： σ_c —抗压强度(kg/cm²)

P—试块的截面积(cm²)

F—试块的截面积(cm²)

五、数据处理

1、耐酸填料的耐酸度测定

耐酸粉料名称	
称取试样前：试样+称量瓶重	克
称取试样后：试样+称量瓶重	克
称取试样重量	克
瓷坩埚+不溶物沉淀重量	克
空瓷坩埚重量	克
耐酸度	%

2、水玻璃模数调整记录

项目	模数	Na ₂ O	SiO ₂	欲配制成模数为 261 的水玻璃 250 克需加入量
水玻璃				
高模数水玻璃				
低模数水玻璃				
欲望调模数水玻璃				

3、水玻璃密度(g/cm³)调整记录

项目 名称	模数	密度(g/cm ³)	密度 (g/cm ³) 调到 1.46 时须加入水量(克)	调整后密度 (g/cm ³)
已配制的 250 克水玻璃	2. 61			

4、水玻璃模数测定

取用水玻璃 滴 测定 Na₂O 时，所用盐酸浓度

加入甲基红 滴 测定 SiO₂ 时，所用盐酸浓度

加入孔雀绿 滴 测定 SiO₂ 时，回滴所用 Na₂O 浓度

	V ₁ (0.1N HCl)	V _A (0.5N HCl)	V _B (0.5N NaOH)
终读数(ml)			
初读数(ml)			
消耗数(ml)			

5、胶泥制备及其性能

①水玻璃胶泥选用配比及其各组份用量

②性能测试结果

项目 胶泥	“8” 缩颈 处 截面 cm ²	正圆柱横 截面 cm ²	破坏载荷		强度		透水性
			抗拉 kg	压缩 kg	抗拉 kg/cm	抗压 kg/cm	
水玻璃胶泥							
酚醛胶泥							

六、分析讨论题

- 1、在浓硫酸使用过程中，应注意那些问题？
- 2、样品在高温下灼烧后为什么不能放置时间过长？
- 3、水玻璃模数的调整方法？
- 4、影响密度实验结果的因素有那些？
- 5、简述水玻璃模数测定的原理，水玻璃样品为什么不需准确称量？

- 6、影响模数测定结果的因素有那些？
- 7、化工水玻璃耐酸胶泥有几个部分组成？各组份的作用？
- 8、配制水玻璃胶泥时应注意哪些问题？

(执笔人 魏无际 陈步荣)