

けい酸ナトリウム(けい酸ソーダ)

Sodium silicate

作成者：珪酸ソーダ部会

運用開始日：令和4年3月1日

この規格は、日本無機薬品協会珪酸ソーダ部会が作成した団体規格である。

1 適用範囲

この規格は、工業用のけい酸ナトリウムについて規定する。

2 引用規格

- JIS K 0050 化学分析方法通則
- JIS K 0115 吸光光度分析通則
- JIS K 8005 容量分析用標準物質
- JIS K 8180 塩酸(試薬)
- JIS K 8201 塩化ヒドロキシルアンモニウム(試薬)
- JIS K 8359 酢酸アンモニウム(試薬)
- JIS K 8486 2,2'-ビピリジル(試薬)
- JIS K 8541 硝酸(試薬)
- JIS K 8893 メチルオレンジ(試薬)
- JIS K 8982 硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)・12水(試薬)
- JIS R 3503 化学分析用ガラス器具
- JIS Z 8804 液体の密度及び比重の測定方法

3 品質

工業用のけい酸ナトリウムは、5の試験方法によって試験し、表1の品質に適合しなければならない。

表1

項目 \ 種類	1号	2号	3号
外観	水あめ状の無色ないしわずかに着色した液体		
比重(15°C B _e)	—	54以上	40以上
二酸化けい素(SiO ₂)%	35~38	34~36	28~30
酸化ナトリウム(Na ₂ O)%	17~19	14~15	9~10
鉄(Fe)%	0.03以下	0.03以下	0.02以下
水不溶分%	0.2以下	0.2以下	0.2以下

参考 メタけい酸ナトリウムの品質は**5**の試験方法によって試験し、**表2**の品質に適合しなければならない。メタけい酸ナトリウムの1種は5水塩、2種は9水塩である。

表2

項目 \ 種類	1種	2種
外観	白色粉末又は粒状	白色結晶
比重(15℃ B _e)	—	—
二酸化けい素(SiO ₂)%	26.5~29	19~22
酸化ナトリウム(Na ₂ O)%	28~30	20~23
鉄(Fe)%	—	—
水不溶分%	—	—

4 試料採取方法

試料は、全体を代表するように、受渡当事者間の協定に基づく合理的な方法によって採取する。

5 試験方法

5.1 一般事項

化学分析について共通する一般事項は、**JIS K 0050**による。

5.2 比重

- a) **要旨** 重ボーマ度浮ひょうを用いて、比重を測定する。
- b) **装置及び器具** 装置及び器具は、次のとおりとする。
 - 1) **重ボーマ度浮きはかり** 重ボーマ度浮ひょうは、**JIS Z 8804**に規定するもので、1目盛が0.2以下のものとし、メニスカスがよく出るように、使用前に十分に洗う。
 - 2) **温度計** 1目盛1℃以下のもの。
 - 3) **シリンダー** ガラス製で、浮ひょうの読みを妨げるひずみのないものとし、その大きさは、浮ひょうを試料に浮かべたとき、浮ひょうの各部からシリンダーの内壁及び底部まで10mm以上あること。
 - 4) **かき混ぜ棒** シリンダー中の試料の比重を一樣にするため、十分にかき混ぜることができるもの。
- c) **操作** 操作は、次のとおり行う。
 - 1) 試料の適量をシリンダーに入れて、15℃に保つ。
 - 2) かき混ぜ棒を用いて十分にかき混ぜて、浮ひょうの上端を軽くつまみ、泡の付かないように注意して静かに試料中に浮かべる。
 - 3) 静止した後、さらに約2目盛を試料中に沈めて、手を離す。
 - 4) 浮ひょうが静止した後、メニスカスの上縁に沿って、示度を読み取る。
 - 5) 3)、4)の操作を2~3回繰り返す行い、その平均値をボーマ度とする。

参考 15℃以外の温度で量った場合は、次の式によって15℃のボーマ度の近似値が得られる。

$$A = a - (15 - t) \times 0.04$$

ここに、
 A : 15℃に換算したボーマ度
 a : 量ったボーマ度
 t : 量った温度(℃)
 0.04 : 温度1℃に対する補正值

5.3 二酸化けい素

- a) **要旨** 試料を熱水に溶かし、塩酸を加えて蒸留乾固し、析出した二酸化けい素をろ別し、強熱して重さを量り、二酸化けい素を定量する。
- b) **試薬** 試薬は、次のとおりとする。
- 1) **塩酸 JIS K 8180** に規定するもの。
 - 2) **塩酸(1+1)** JIS K 8180 に規定するものを用いて調製したもの。
 - 3) **塩酸(1+4)** JIS K 8180 に規定するものを用いて調製したもの。
 - 4) **塩酸(1+10)** JIS K 8180 に規定するものを用いて調製したもの。
- c) **装置** 装置は、次のとおりとする。
- 1) **恒温乾燥器** 110～120℃に調節できるもの。
- d) **操作** 操作は、次のとおり行う。
- 1) 試料約 1～2g を 1mg の桁まで量り取り、熱水約 50mL で蒸発皿に移し入れる。
 - 2) 塩酸 5～10mL を加えて、水浴上で蒸発乾固する。
 - 3) 残分に、塩酸(1+1)を加えて潤し、再び水浴上で蒸発乾固する。
 - 4) 恒温乾燥器中で 110～120℃で約 1 時間加熱する。
 - 5) 冷却後、塩酸(1+4)約 50mL を加えて、水浴上で約 10 分間加熱し、速やかにろ過する。
 - 6) 残分は、初めは塩酸(1+10)で洗い、次に洗液に塩素イオンの反応がなくなるまで温水で洗う。
 - 7) ろ液及び洗液を水浴上で蒸発乾固し、3)～6)までの操作を順次行って、析出した二酸化けい素を 6)の残分と合わせる。
 - 8) 重量既知の白金るつぼに入れて、約 1 000℃で恒量になるまで強熱する。
- e) **計算** 次の式(1)によって、二酸化けい素を算出する。

$$B = \frac{C}{S} \times 100 \cdots \cdots (1)$$

ここに、
 B： 二酸化けい素(%)
 C： 残分(g)
 S： 試料(g)

5.4 酸化ナトリウム

- a) **要旨** 試料を熱水に溶かし、メチルオレンジ指示薬を加え、塩酸で滴定して酸化ナトリウムを定量する。
- b) **試薬** 試薬は、次のとおりとする。
- 1) **メチルオレンジ指示薬 JIS K 8893** に規定するメチルオレンジ 0.10g を水に溶かして 100mL とする。
 - 2) **塩酸(0.1mol/L)** JIS K 8180 に規定する塩酸 9.5～10mL に、水約 1 000mL を加える。
- c) **標定** JIS K 8005 に規定する炭酸ナトリウムをあらかじめ 500～650℃で 40～50 分間加熱し、デシケータ中で放冷し、その 0.1mg の桁まで量り取り、水約 25mL を加えて溶かし、メチルオレンジ指示薬 1～2 滴を加えてこの塩酸を滴定する。終点近くで煮沸し、炭酸を除き、冷却後、滴定を続け、溶液の色が黄色から黄赤色となったところを終点とする。
- d) **操作** 操作は、次のとおり行う。
- 1) 試料約 2～3g を 1mg の桁まで量り取り、ビーカーに移し入れ、熱水を加えて溶かす。冷却後、全量フラスコ 250mL に移し入れ、水を標線まで加える。これを試料溶液とし、十分に振り混ぜて用いる。

- 2) 試料溶液 25mL をコニカルビーカー200mL に分取し、メチルオレンジ指示薬 1~2 滴を加えて、塩酸 (0.1mol/L) で滴定し、溶液の色が黄色から黄赤色となったところを終点とする。
- e) **計算** 次の式(2)によって、酸化ナトリウムを算出する。

$$D = \frac{0.003099 \times E}{S \times \frac{25}{250}} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

ここに、
D : 酸化ナトリウム(%)
0.003 099 : 塩酸(0.1mol/L)1mL に対する酸化ナトリウム相当量(g)
E : 塩酸(0.1mol/L)塩酸の使用量(mL)
S : 試料(g)

5.5 鉄

- a) **要旨** 試料に塩酸を加え、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液で鉄を還元し、酢酸アンモニウム溶液及びビピリジル溶液を加えて発色させ、その吸光度を **JIS K 0115** に準じて測定して、鉄を定量する。

- b) **試薬** 試薬は、次のとおりとする。

- 1) **塩酸(1+1)** **JIS K 8180** に規定する塩酸を用いて調製したもの。
- 2) **硝酸(1+6)** **JIS K 8541** に規定する硝酸を用いて調製したもの。
- 3) **硝酸(1+3)** **JIS K 8541** に規定する硝酸を用いて調製したもの。
- 4) **塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(10%溶液)** **JIS K 8201** に規定する塩化ヒドロキシルアンモニウム 10g を水に溶かして、100mL とする。
- 5) **酢酸アンモニウム溶液(20%溶液)** **JIS K 8359** に規定する酢酸アンモニウム 20g を水に溶かして、100mL とする。
- 6) **2,2'-ビピリジル溶液(0.1%溶液)** **JIS K 8486** に規定する 2,2'-ビピリジル 0.10g を水に溶かして、100mL とする。
- 7) **鉄標準液** **JIS K 8982** に規定する硫酸アンモニウム鉄(III)・12 水 8.63g を正確に量り取り、硝酸(1+6)10mL 及び水を加えて溶かし、全量フラスコ 1 000mL に移し入れ、水を標線まで加える。この中から 10mL を全量フラスコ 1 000mL に分取し、硝酸(1+6)10mL を加え、水を標線まで加える。この溶液 1mL は 0.01mg の Fe を含む。

又は、純鉄 0.10g を正確に量り取り、じゃ管冷却器付きフラスコに移し入れ、硝酸(1+3)50mL 及び水 50mL を加え、加熱して完全に溶かす。冷却後、水を用いて全量フラスコ 1 000mL に移し入れ、水を標線まで加える。この中から 100mL を全量フラスコ 1 000mL に分取し、水を標線まで加える。この溶液 1mL は 0.01mg の Fe を含む。

- c) **装置** 装置は、次のとおりとする。

- 1) **光電光度計又は光電分光光度計**

- d) **操作** 操作は、次のとおり行う。

- 1) **5.4d)1)**の試料溶液 25mL を全量フラスコ 50mL に分取する。
- 2) 塩酸(1+1)1mL を加えて、時々振り混ぜながら約 10 分間放置する。
- 3) 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 1mL を加えて約 10 分間振り混ぜて、鉄を還元する。
- 4) 酢酸アンモニウム溶液 5mL を加える。

注記 このときの pH は約 5 である。

- 5) 2,2'-ビピリジル溶液 1mL を加え、水を標線まで加える。
- 6) 十分に振り混ぜた後、約 30 分間放置して発色させる。
- 7) 光電光度計、又は、光電分光光度計で波長 520nm 付近の吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線によって、鉄の量を求める。
- 8) 空試験として、試料溶液を加えずに 2)～7) の操作を行う。

e) **検量線の作り方**

鉄標準液の一定量を段階的(試料中の鉄含有量とほぼ同量及びその上下)に量り取り、d)2)～7)の操作を行って、鉄の含有量と吸光度との関係を示す検量線を作成する。

f) **計算** 次の式(3)によって、鉄を算出する。

$$G = \frac{H}{S} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

ここに、
 G : 鉄(%)
 H : 検量線から求めた鉄(g)
 S : 試料溶液中の試料(g)

5.6 水不溶分

a) **要旨** 試料を熱水に溶かし、ガラスろ過器でろ過し、残分を乾燥して重さを量り、水不溶分を定量する。

b) **装置及び器具** 装置及び器具は、次のとおりとする。

- 1) **恒温乾燥器** 105～110℃に調節できるもの。
- 2) **ろ過器** JIS R 3503 に規定するガラスろ過器(るつぼ形)1G2、又は、1G3 を用いる。

c) **操作** 操作は、次のとおり行う。

- 1) 試料約 20g を 1mg の桁まで正確に量り取り、ビーカーに移し入れ、熱水約 300mL に溶かす。
- 2) 重量既知のガラスろ過器で速やかにろ過し、温水で洗う。
- 3) 105～110℃に調節した恒温乾燥器中で 1 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、不溶分の重さを量る。

d) **計算** 次の式(4)によって、水不溶分を算出する。

$$I = \frac{J}{S} \times 100 \dots \dots \dots (4)$$

ここに、
 I : 水不溶分(%)
 J : 不溶分(g)
 S : 試料(g)

6 表示

表示は、包装容器の外面に、次の事項を表示する。

- a) 名称
- b) 種類
- c) 正味重量
- d) 製造年月日又はその略号
- e) 製造業者名又はその略号