

ICS 77.040.50

J 31

备案号: 64032—2018

JB

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 4007—2018

代替 JB/T 4007—1999

熔模铸造涂料试验方法

Test method of slurry for investment casting

2018-04-30 发布

2018-12-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 硅溶胶粘结剂	1
4 硅溶胶涂料	4
5 水玻璃粘结剂	8
6 水玻璃涂料	10
7 硅酸乙酯水解液粘结剂	13
8 硅酸乙酯涂料	17
图 1 标准流杯	4
图 2 菌落数量标准图谱	7
图 3 不锈钢涂片	11
图 4 流动性测定仪	12
图 5 黏度测定示意图	14
表 1 Zahn (詹式) 4#或5#杯规格	5

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 JB/T 4007—1999《熔模铸造涂料 试验方法》，与 JB/T 4007—1999 相比主要技术变化如下：

- 修改了适用范围；
- 增加了硅溶胶粘结剂的检测方法；
- 增加了硅溶胶涂料的检测方法。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国铸造标准化技术委员会（SAC/TC 54）归口。

本标准负责起草单位：上海航天精密机械研究所。

本标准参加起草单位：东营嘉扬精密金属有限公司、苏州兴业材料科技股份有限公司、安徽应流集团霍山铸造有限公司、安徽华菱西厨装备股份有限公司、中信戴卡股份有限公司、沈阳铸造研究所。

本标准主要起草人：王宝兵、张旭亮、陈斌、魏智育、段继东、朱文英、林欣、许正华、储德芝、迟连功、武汉琦、孝成哲、刘闯。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- JB 4007—1985、JB/T 4007—1999。

熔模铸造涂料试验方法

1 范围

本标准规定了熔模铸造用硅溶胶粘结剂和涂料、水玻璃粘结剂和涂料、硅酸乙酯水解液粘结剂和硅酸乙酯涂料的性能测试方法。

本标准适用于熔模铸造用硅溶胶粘结剂和涂料、水玻璃粘结剂和涂料、硅酸乙酯水解液粘结剂和硅酸乙酯涂料的性能测试。

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 265 石油产品运动粘度测定法和动力粘度计算法

QJ 1428 热处理炉温控制与测量

3 硅溶胶粘结剂

3.1 氧化钠含量测定

3.1.1 所用装置及材料

硅溶胶粘结剂氧化钠含量测定所用装置及材料：

——甲基红指示剂：0.2%（质量分数）乙醇溶液；

——盐酸标准溶液：0.1 mol/L；

——天平：精度为 0.001 g；

——250 mL 锥形瓶；

——滴管；

——蒸馏水。

3.1.2 试验步骤

3.1.2.1 称取 5 g 试样，精确至 0.001 g，置于 250 mL 锥形瓶中，加 50 mL 蒸馏水并摇匀，然后加 3 滴～5 滴甲基红指示剂，用盐酸标准溶液滴定至溶液由黄色变为微红色为终点。

3.1.2.2 氧化钠（Na₂O）含量（质量分数） w_1 按公式（1）计算。

$$w_1 = \frac{VcM}{m \times 100} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——滴定时消耗的盐酸标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——盐酸标准溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——氧化钠（Na₂O/2）摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），取值为 30.99 g/mol；

m ——试样质量，单位为克（g）。

3.1.2.3 取平行测定结果的算术平均值为测定结果；两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

3.2 二氧化硅含量测定

3.2.1 所用装置

硅溶胶粘结剂二氧化硅含量测定所用装置：

——焙烧炉：最高焙烧温度不低于 900℃，满足 QJ 1428 的要求；

——电子天平：精度为 0.001 g。

3.2.2 试验步骤

将坩埚在 800℃~850℃下灼烧至质量恒定后，称取 5 g 试样，精确至 0.001 g，于 105℃~110℃下烘干，然后置于 800℃~850℃下灼烧至质量恒定。

二氧化硅 (SiO₂) 含量 (质量分数) w_2 按公式 (2) 计算。

$$w_2 = \frac{m_1}{m_2} \times 100\% - w_1 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——灼烧后残渣质量，单位为克 (g)；

m_2 ——取样质量，单位为克 (g)；

w_1 ——测得的氧化钠含量 (质量分数)，%。

注：本方法适用于普通硅溶胶，对于快干硅溶胶，测定时需忽略添加的成分。

3.3 pH 值测定

3.3.1 所用装置及材料

硅溶胶粘结剂 pH 值测定所用装置及材料：

——pH 计：精度为 0.1；

——蒸馏水；

——100 mL 烧杯；

——KCl 溶液：0.1 mol/L。

3.3.2 试验步骤

取 50 mL~100 mL 硅溶胶试样，置于 100 mL 烧杯中。将浸泡于 0.1 mol/L 的 KCl 溶液中的 pH 计电极头用去离子蒸馏水冲洗干净后晾置。待电极头水分晾干后，将 pH 计电极头浸入硅溶胶溶液中约 30 s，待到读数稳定后记录 pH 计数值。

pH 计长期闲置时需将电极头取出浸泡于标准 KCl 溶液中。

pH 计长期闲置再次使用时需要进行校零。

3.4 运动黏度测定

运动黏度测定按照 GB/T 265 进行，动力黏度由运动黏度乘以液体密度求得，单位为二次方米每秒 (m²/s)。

3.5 密度测定

3.5.1 液体密度计法

3.5.1.1 所用装置

硅溶胶粘结剂密度测定 (液体密度计法) 所用装置：

- 250 mL 量筒；
- 恒温水浴：温度为 $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ；
- 密度计：量程为 $1.00 \text{ g/cm}^3 \sim 2.00 \text{ g/cm}^3$ ，分度值为 0.02 g/cm^3 。

3.5.1.2 试验步骤

将硅溶胶倒入 250 mL 量筒中。将量筒放入恒温水浴中。慢慢把密度计垂直浸入试样液中，直至密度计浸到比预期漂浮的刻度线稍低一点处，松开密度计，让它缓慢下沉，约 30 s 后读数，并记录。

密度计用后应用乙醇洗净，并风干。

所有试验温度不同于规定温度时，应预先定出温度转换图表。

3.5.2 重量法

3.5.2.1 所用装置

硅溶胶粘结剂密度测定（重量法）所用装置：

- 150 mL 三角瓶；
- 天平：精度为 0.1 g。

3.5.2.2 试验步骤

称一个清洁、干燥的 150 mL 三角瓶重量 W_1 ，精确至 0.1 g。

取出部分硅溶胶倒入三角瓶中，直至硅溶胶与瓶口平齐。擦净瓶外溢出物，称装有硅溶胶试样的三角瓶重 W_2 ，精确至 0.1 g。按公式（3）计算密度 ρ 。

$$\rho = \frac{W_2 - W_1}{V} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

V ——三角瓶实际体积，单位为毫升（mL），需事先标定。

称重前三角瓶应干净、清洁，称重后三角瓶瓶外的硅溶胶应擦拭干净。

3.6 平均粒径测定

3.6.1 所用装置及材料

硅溶胶粘结剂平均粒径测定所用装置及材料：

- 氢氧化钠标准溶液：0.1 mol/L；
- 盐酸标准溶液：0.1 mol/L；
- 天平：精度为 0.001 g；
- 氯化钠晶体；
- 蒸馏水；
- pH 计：精度为 0.1。

3.6.2 试验步骤

用 200 mL 烧杯称取含 1.5 g 二氧化硅的硅溶胶试样，精确至 0.001 g，加入 100 mL 蒸馏水稀释，将烧杯放在搅拌器上，用盐酸标准溶液或氢氧化钠标准溶液调节至 pH 计示值为 4.0。加 30 g 氯化钠晶体，加蒸馏水至 150 mL，均匀搅拌使氯化钠晶体溶解。

用氢氧化钠标准溶液滴定至 pH 值为 9.0，记录所消耗的氢氧化钠标准溶液体积。

硅溶胶平均粒径 D （mm）按公式（4）计算。

$$D = \frac{2727}{320Vc - 25} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

V——滴定时消耗的氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c——氢氧化钠标准溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）。

4 硅溶胶涂料

4.1 适用对象

适用于以硅溶胶为粘结剂的面层涂料和背层涂料。

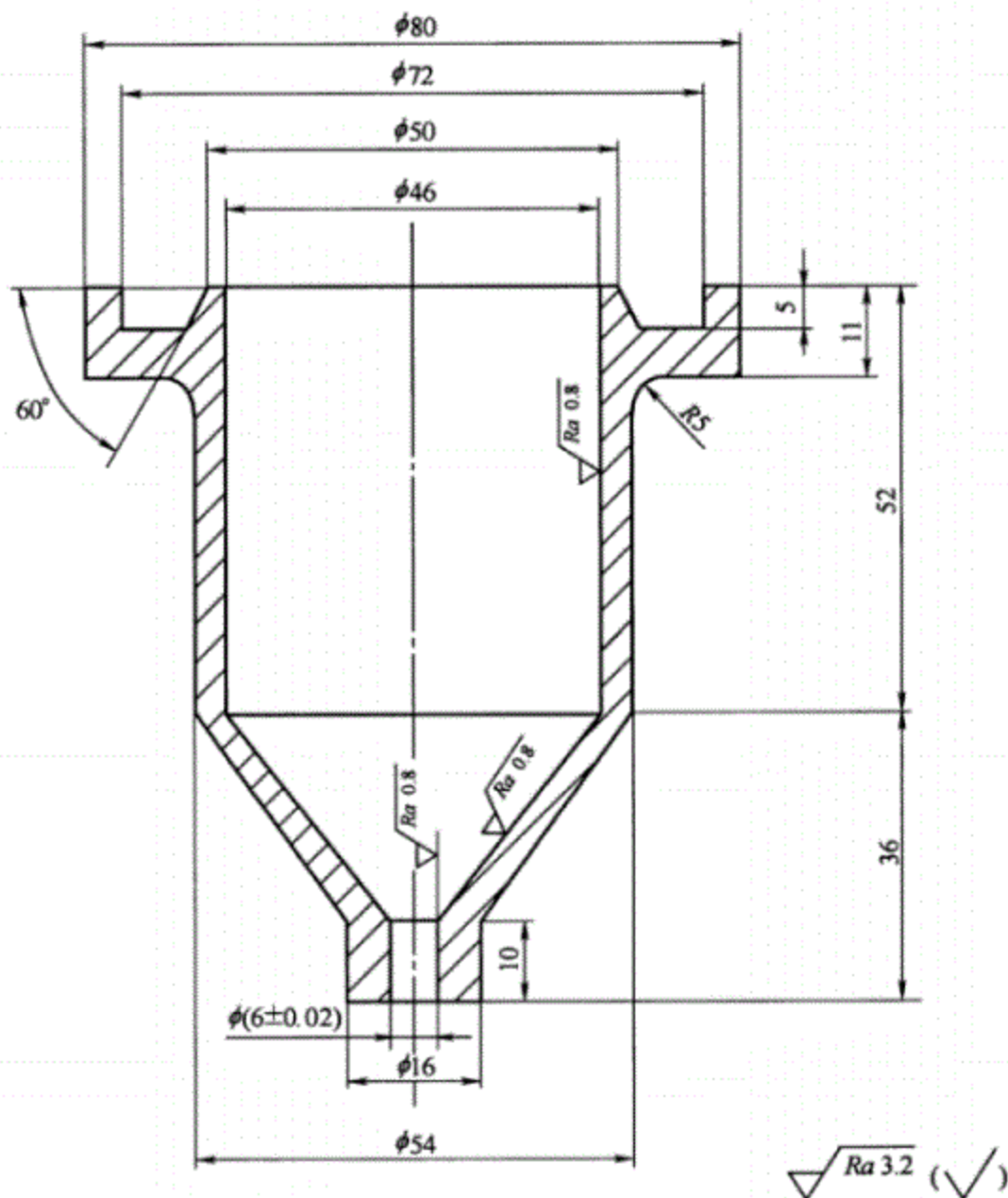
4.2 黏度测定

4.2.1 标准流杯法

4.2.1.1 所用装置

硅溶胶涂料黏度测定（标准流杯法）所用装置：

——标准流杯：体积为 100 mL，流出孔尺寸为 $\phi(6 \pm 0.02)$ mm。具体尺寸如图 1 所示。其材料可用 H62 黄铜、1Cr18Ni9Ti 或碳素钢镀铬等。



注：未注明圆角为 R2。

图1 标准流杯

- 流杯架。
- 气泡水准仪。
- 取样勺。
- 刮尺。
- 秒表：精度为 0.1 s。

4.2.1.2 试验步骤

将清洁、干燥的标准流杯放在流杯架上，用气泡水准仪将标准流杯上沿调水平。用取样勺取出 120 mL 充分搅拌的硅溶液涂料试样。用手指堵住标准流杯出孔，直至涂料试样溢出环形通道为止。再用刮尺刮过标准流杯上沿。

把承接器放在标准流杯下面，松开手指，同时按秒表计时，当液流由流线变为滴状时，停止计时。同时记录硅溶液涂料温度。至少重复 2 次，连续检测结果相差不超过 2 s 时，取平均值。

标准流杯用完应立即用水清洗并风干。使用前要检查标准流杯，尤其要注意保证流出孔干净。

每周用一种已知黏度的液体检查一次流出时间。若误差超过 5%，则需修正标准流杯尺寸。无法修正时则应报废。

所有试验温度不同于规定温度时，应预先定出温度转换图表。

注：计数精确至秒。

4.2.2 Zahn 流杯法

4.2.2.1 所用装置

硅溶胶涂料黏度测定（Zahn 流杯法）所用装置：

- Zahn（詹式）4#或 5#杯（见表 1）；
- 秒表：精度为 0.1 s。

表1 Zahn（詹式）4#或5#杯规格

规格	容积 mL	出口孔径 mm
4#	44	4.27
5#	44	5.28

4.2.2.2 试验方法

将配制的硅溶胶涂料搅拌 ≥ 24 h。先将 Zahn（詹式）杯在浆料中来回提升、浸入 2 次或 3 次，使其充分润湿。将 Zahn（詹式）杯从浆桶中间位置浸入浆料，浸入深度约为 100 mm~200 mm，垂直提出，在杯底离开液面瞬间开始计时，当液流由流线变为滴状时，停止计时。至少重复 2 次，连续检测结果相差不超过 2 s 时，取平均值，同时记录温度。

使用前要检查 Zahn（詹式）杯，保持杯身干净，尤其要注意保证流出孔清洁，然后使杯身在硅溶胶涂料中浸润数次，使其全部润湿。

Zahn（詹式）杯用完应立即用水清洗并风干保存。

所有试验温度不同于规定温度时，应预先定出温度转换图表。

注：计数精确至秒。

4.3 密度测定

4.3.1 液体密度计法

4.3.1.1 所用装置

硅溶胶涂料密度测定（液体密度计法）所用装置：

——250 mL 量筒；

——恒温水浴：温度为 $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ；

——密度计：量程为 $1.50\text{ g/cm}^3 \sim 2.50\text{ g/cm}^3$ 、 $2.50\text{ g/cm}^3 \sim 3.50\text{ g/cm}^3$ ，分度值为 0.02 g/cm^3 。

4.3.1.2 试验步骤

将硅溶胶涂料倒入 250 mL 量筒中。将量筒放入恒温水浴中。慢慢把密度计垂直浸入涂料槽中，直至密度计浸到比预期漂浮的刻度线稍低一点处，松开密度计，让它缓慢下沉，约 30 s 后读数，并记录。

密度计用后应用乙醇洗净，并风干。

所有试验温度不同于规定温度时，应预先定出温度转换图表。

4.3.2 重量法

4.3.2.1 所用装置

硅溶胶涂料密度测定（重量法）所用装置：

——150 mL 三角瓶；

——天平：精度为 0.1 g。

4.3.2.2 试验步骤

称一个清洁、干燥的 150 mL 三角瓶重量 W_1 ，精确至 0.1 g。

取出部分硅溶胶涂料倒入三角瓶中，直至硅溶胶涂料与瓶口平齐。擦净瓶外溢出物，称装有硅溶胶涂料的三角瓶重量 W_2 ，精确至 0.1g。按公式 (5) 计算密度 ρ 。

$$\rho = \frac{W_2 - W_1}{V} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

V ——三角瓶实际体积，单位为毫升 (mL)，需事先标定。

硅溶胶涂料搅拌应充分均匀；

称重前三角瓶应干净、清洁，称重后三角瓶外的硅溶胶涂料应擦拭干净。

4.4 硅溶胶涂料 SiO_2 含量测定

4.4.1 所用装置

硅溶胶涂料 SiO_2 含量测定所用装置：

——离心机；

——离心试管；

——可密封清洁干燥容器；

——天平：精度为 0.001 g。

4.4.2 试验步骤

用 4 个离心试管各装 50 mL 的硅溶胶涂料，把离心试管放入离心机中以 3 700 r/min 的转速旋转 30 min。停机后，把 4 个离心试管中的液体部分均匀地倒入 2 个离心试管再次以 3 700 r/min 的转速旋转

30 min，把离心试管中可倒出的部分试样倒入可密封的清洁干燥容器中。用预先在 800℃~850℃下灼烧至质量恒定的坩埚称取 2.000 g 试样，于 105℃~110℃下烘干，再置于 800℃~850℃下灼烧至质量恒定后称重。

硅溶胶涂料中 SiO₂ 含量（质量分数）*w* 按公式（6）计算。

$$w = \frac{m_1}{m_2} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

*m*₁——灼烧后残渣的质量，单位为克（g）；

*m*₂——取样质量，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测量结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

4.5 硅溶胶涂料菌落含量测定

4.5.1 所用装置

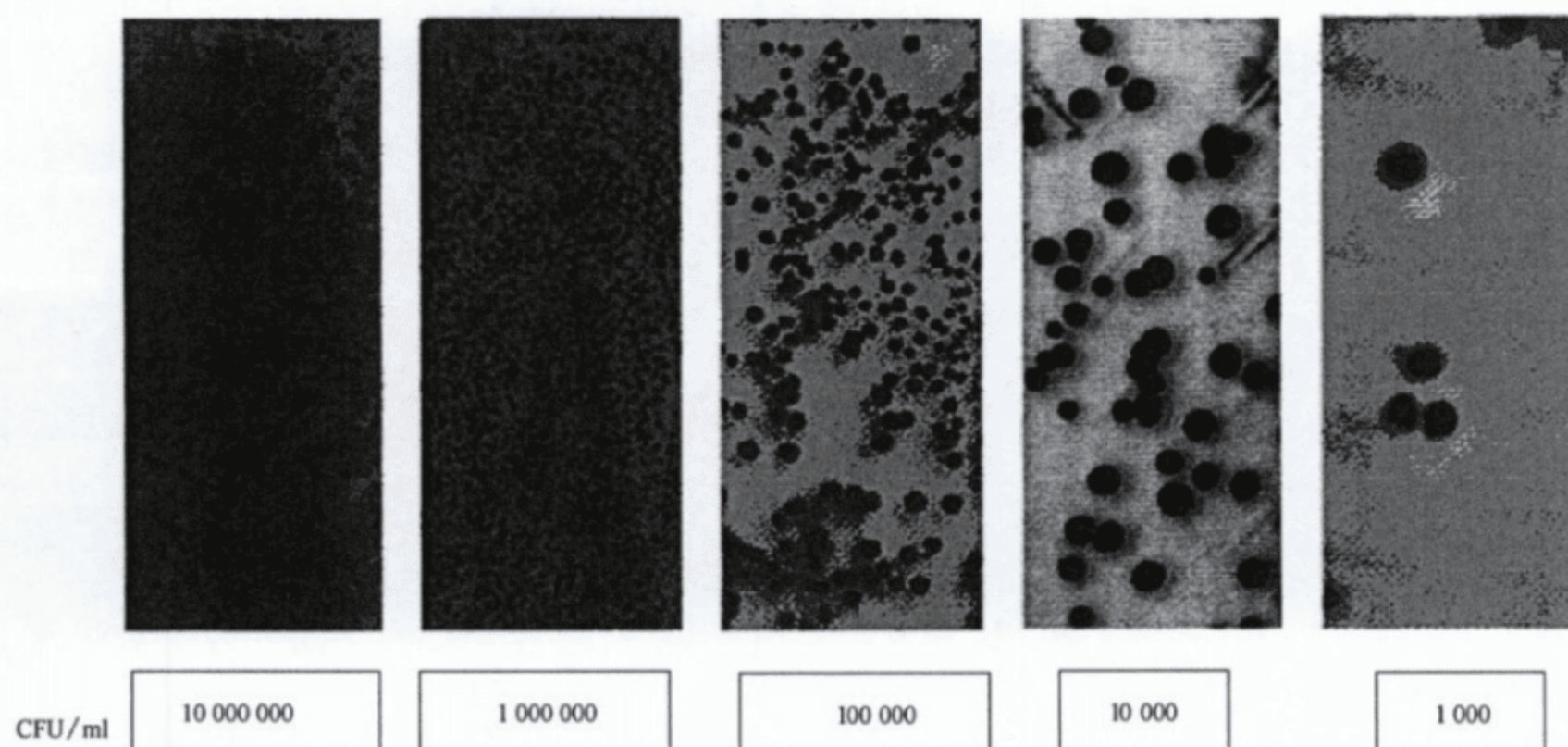
硅溶胶涂料菌落含量测定所用装置：

- 离心机；
- 带有载玻片的细菌培养管；
- 滴管或吸管；
- 离心试管。

4.5.2 菌落含量的测定步骤

用 2 个离心试管各装 50 mL 的硅溶胶涂料，把离心试管放入离心机中以 3 700 r/min 的转速旋转 30 min，把 2 个离心试管中的液体部分均匀地倒入 1 个离心试管再次以 3 700 r/min 的转速离心旋转 30 min。

旋开细菌培养管，取出其中的载玻片，将分离出的液体滴入载玻片上，将琼脂完全润湿；滴尽多余的液体；将载玻片的下端用干净、干燥的布或纸吸干。将载玻片放入细菌培养管中，旋紧密封盖；在 27℃~30℃ 的恒温箱中下培养 48 h。将培养后的载玻片与标准图谱进行比较。数量在 10³ 应报告为“非常轻微”，数量在 10⁴ 应报告为“轻微”，数量在 10⁵ 应报告为“中度”，数量在 10⁶ 应报告为“严重”，数量大于 10⁶ 应报告为“非常严重”，标准图谱如图 2 所示。



注：载玻片上的琼脂不要接触到管壁及其他物品。

图2 菌落数量标准图谱

5 水玻璃粘结剂

5.1 水玻璃模数测定

5.1.1 所用装置及材料

水玻璃模数测定所用装置及材料:

- 天平: 精度为 0.001 g;
- 滴定管和支架;
- 100 mL 烧杯;
- 100 mL 容量瓶;
- 250 mL 三角瓶;
- 盐酸标准溶液: 0.5 mol/L;
- 氢氧化钠标准溶液: 0.5 mol/L;
- 甲基红-次甲基蓝混合指示剂 [分别取甲基红和次甲基蓝的 0.1% (质量分数) 乙醇溶液, 按 6:4 (体积比) 相混合];
- 氟化钠。

5.1.2 试验步骤

用 100 mL 烧杯称取 5 g 水玻璃 (m), 精确至 0.001 g, 倒入 100 mL 容量瓶中, 并用蒸馏水洗烧杯数次, 至烧杯无残留痕迹为止。将洗液倒入容量瓶中并摇匀, 再用蒸馏水稀释到容量瓶刻度线。

用移液管吸取稀释后试样 20 mL, 注入 250 mL 三角瓶中。

滴入甲基红-次甲基蓝混合指示剂 2 滴或 3 滴, 此时溶液为亮绿色, 再用 0.5 mol/L 浓度盐酸标准溶液滴定到溶液变为紫红色, 记录所用盐酸标准溶液体积 V (mL), 按公式 (7) 计算氧化钠的质量分数 w_1 。

$$w_1 = \frac{15.5Vc_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- V ——滴定时所消耗的盐酸标准溶液体积, 单位为毫升 (mL);
- c_1 ——盐酸标准溶液的摩尔浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);
- m ——试样重量, 单位为克 (g)。

在氧化钠溶液中加入 3.000 g 氟化钠, 并摇匀, 放置 3 min~5 min, 此时溶液中有未溶解的氟化钠固体。再滴甲基红-次甲基蓝混合指示剂。用 0.5 mol/L 浓度盐酸标准溶液滴定至溶液由亮绿色变为紫红色后, 再过量 5 mL, 并记录盐酸标准溶液用量 A 。停 2 min~3 min 后, 再用 0.5 mol/L 浓度氢氧化钠标准溶液回滴过量盐酸, 使溶液呈现绿色, 记录氢氧化钠标准溶液用量 B 。按公式 (8) 计算 SiO_2 的含量 (质量分数) w_2 。

$$w_2 = \frac{15.02(Ac_1 - Bc_2)}{2m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

- A 、 B ——分别为盐酸标准溶液和氢氧化钠标准溶液的消耗量, 单位为毫升 (mL);
- c_1 、 c_2 ——分别为盐酸标准溶液和氢氧化钠标准溶液的摩尔浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);
- m ——试样重量, 单位为克 (g)。

按公式 (9) 计算水玻璃模数 M 。

$$M = \frac{w_2}{w_1} \times 1.032 = \frac{15.02(Ac_1 - Bc_2)}{31Vc_1} \times 1.032 \dots\dots\dots (9)$$

当盐酸标准溶液的摩尔浓度 c_1 和氢氧化钠标准溶液的摩尔浓度 c_2 相同时，公式 (9) 可简化为公式 (10)。

$$M = \frac{A - B}{V} \times 0.5 \dots\dots\dots (10)$$

测三次，取平均值。

5.2 密度测定（液体密度计法）

5.2.1 所用装置及材料

水玻璃粘结剂密度测定（液体密度计法）所用装置及材料：

- 100 mL 容量瓶；
- 250 mL 三角瓶；
- 密度计：量程为 $1.200 \text{ g/cm}^3 \sim 1.300 \text{ g/cm}^3$ 、 $1.300 \text{ g/cm}^3 \sim 1.400 \text{ g/cm}^3$ ，分度值为 0.001 g/cm^3 ；
- 温度计：量程为 $0^\circ\text{C} \sim 50^\circ\text{C}$ ，分度值为 0.1°C ；
- 500 mL 量筒；
- 恒温水浴： $20^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

5.2.2 试验步骤

将水玻璃倒入 500 mL 量筒中，静止 30 s 后给量筒塞上塞子，垂直放入 $20^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ 恒温水浴中，保持一段时间使试样均匀达到同样温度。

把密度计垂直放入水玻璃中，直至密度计浸到比预期漂浮的刻度线稍低一点处，放开密度计，让它下沉但不要触及量筒壁。30 s 后，目光直视量筒中液面稍许下面一点，然后慢慢地抬起视线，看到试样表面以一个斜椭圆变成直线而与密度计刻度线重合时，读出密度读数（准确到 0.001 g/cm^3 ），并记录。

重复测量绝对误差在 0.003 g/cm^3 以内。

密度计用后务必清洗干净。密度计上沉积物会影响其重量，从而使读数不准。

如不用恒温水浴，所测密度读数应修正。可预先做出温度转换图表，以适应不同的试验温度。

5.3 凝结时间测定

5.3.1 所用装置及材料

水玻璃粘结剂凝结时间测定所用装置及材料：

- 天平：精度为 0.05 g；
- 质量分数为 48%、密度为 1.30 g/cm^3 的硝酸；
- 100 mL、250 mL 烧杯；
- 100 mL 量筒；
- 40/70 目精制石英砂；
- 5 mL 移液管；
- 秒表。

5.3.2 试验步骤

用 250 mL 烧杯称取 20 g 重的水玻璃，精确至 0.05 g，用 100 mL、 $25^\circ\text{C} \sim 26^\circ\text{C}$ 的蒸馏水稀释，并搅拌均匀。

用移液管取硝酸 4 mL，放入 100 mL 烧杯中，用 $25^\circ\text{C} \sim 26^\circ\text{C}$ 的 50 mL 蒸馏水稀释。将稀释后的硝

酸溶液缓慢地加入水玻璃中，按秒表计时，同时搅拌，加完硝酸溶液则停止搅拌。每隔 6 s~7 s 向溶液中撒入少许 40/70 目精制石英砂，观察砂下沉情况。若砂悬浮而不下沉则表明水玻璃粘结剂已凝结，立即按住秒表，记录凝固时间。

6 水玻璃涂料

6.1 适用对象

适用于以水玻璃为粘结剂的面层涂料和背层涂料。

6.2 黏度测定（标准流杯法）

6.2.1 所用装置

水玻璃涂料黏度（标准流杯法）测定所用装置：

- 标准流杯：体积为 100 mL，流出孔尺寸为 $\phi(6 \pm 0.02)$ mm。具体尺寸如图 1 所示。其材料可用 H62 黄铜、1Cr18Ni9Ti 或碳素钢镀铬等。
- 流杯架。
- 气泡水准仪。
- 取样勺。
- 刮尺。
- 秒表：精度为 0.1 s。
- 天平：精度为 0.05 g。

6.2.2 试验步骤

将清洁、干燥的标准流杯放在流杯架上，用气泡水准仪将标准流杯上沿调水平。用取样勺取出 120 mL 充分搅拌的水玻璃涂料试样。用手指堵住标准流杯出孔，直至水玻璃涂料试样溢出环形通道为止。再用刮尺刮过标准流杯上沿。

把承接器放在标准流杯下面，松开手指，同时按秒表计时，当液流由流线变为滴状时，停止计时。同时记录水玻璃涂料温度。至少重复 2 次，连续检测结果相差不超过 2 s 时，取平均值。

标准流杯用完应立即用水清洗并风干。使用前要检查标准流杯，尤其要注意保证流出孔干净。

每周用一种已知黏度的液体检查一次流出时间。若误差超过 5%，则需修正标准流杯尺寸。无法修正时则应报废。

所有试验温度不同于规定温度时，应预先定出温度转换图表。

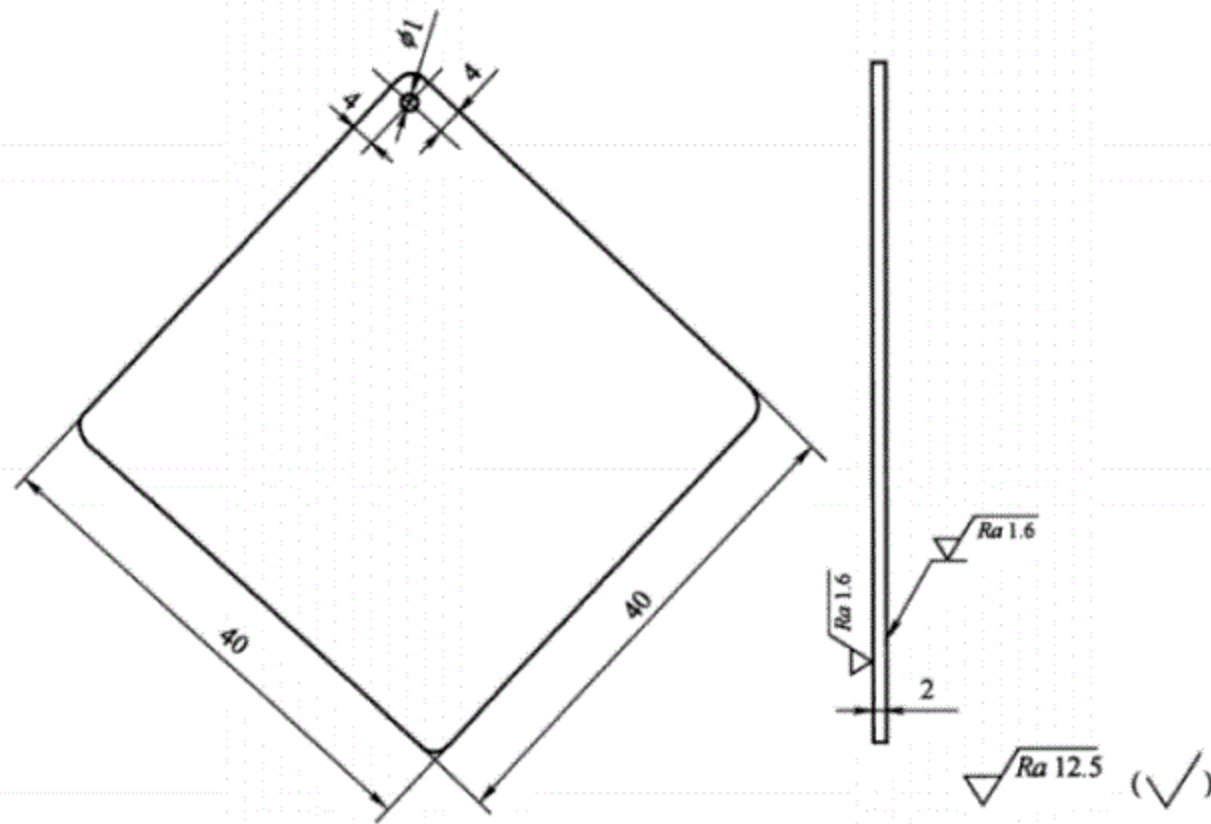
注：计数精确至秒。

6.3 覆盖性测定（涂料厚度及均匀性）

6.3.1 所用装置

水玻璃涂料覆盖性（涂料厚度及均匀性）测定所用装置：

- 不锈钢涂片：40 mm×40 mm×2 mm，具体尺寸如图 3 所示；
- 玻璃片：110 mm×80 mm×3 mm；
- 天平：精度为 0.01 g。



注：未注明圆角为 R0.5。

图3 不锈钢涂片

6.3.2 涂层厚度试验步骤

取一干净不锈钢涂片，称出重量 W_1 ，精确至 0.01 g。

手持不锈钢涂片上的细丝，将不锈钢涂片放入充分搅拌的水玻璃涂料中，使水玻璃涂料刚好没过不锈钢涂片。10 s 后慢慢地提起不锈钢涂片，静止，让多余水玻璃涂料滴落。2 min 后在天平上称重 W_2 （精确至 0.01 g），则 $(W_2 - W_1)$ 为涂层重量 (g)。

涂层厚度按公式 (11) 计算。

$$S = \frac{W_2 - W_1}{F\rho} \dots\dots\dots (11)$$

式中：

S ——涂层厚度，单位为厘米 (cm)；

F ——被覆盖总面积，单位为平方厘米 (cm^2)；

ρ ——涂料密度，单位为克每立方厘米 (g/cm^3)。

注：对于同种粉料可直接用涂层重量作为指标。

6.3.3 均匀性试验步骤

手持铁皮夹夹住玻璃片浸入充分搅拌的水玻璃涂料中，10 s 后提出，静止，让多余水玻璃涂料滴落。对光观察涂料层特征。涂料层均匀、平整说明其覆盖性好，若有下列情况则覆盖性不好：

- a) 涂层有起伏不平的条纹；
- b) 涂层过多地堆积在玻璃片下段的边沿上；
- c) 涂层有因涂料中的气泡造成的小孔；
- d) 涂料中有粗的颗粒等；
- e) 涂料分散不够，涂料中有粉料疙瘩等；
- f) 玻璃片表面覆盖得不好，露出一些不规则的光面；
- g) 涂层干燥后开裂。

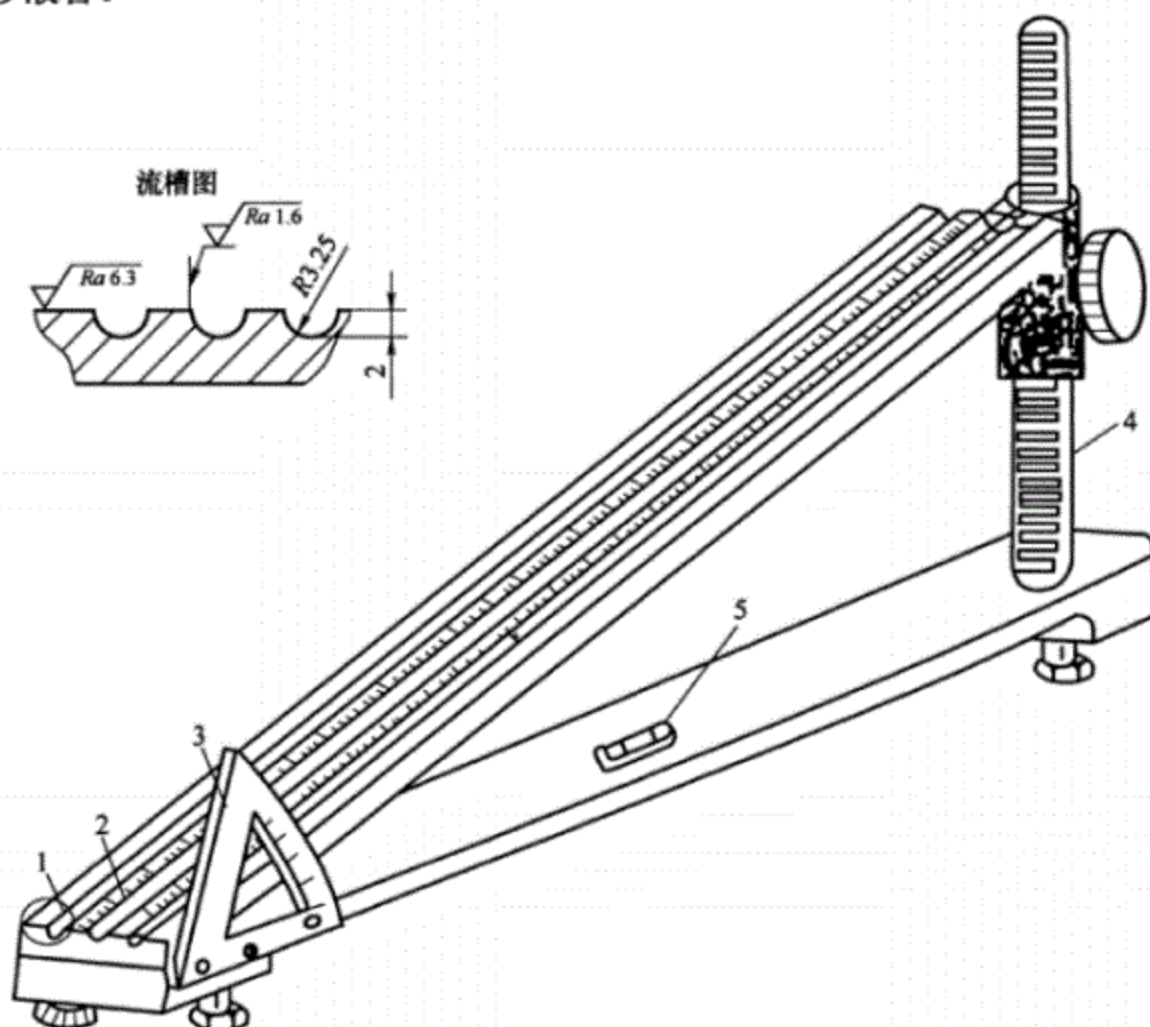
6.4 流动性测定

6.4.1 所用装置

水玻璃涂料流动性测定所用装置：

——流动性测定仪：具体尺寸如图 4 所示，材料为碳素钢镀铬；

——2 mL 移液管。



说明：

1——流槽（不锈钢）；

2——刻度尺；

3——角度尺；

4——立柱；

5——水泡。

图4 流动性测定仪

6.4.2 试验步骤

将清洁、干燥的流动性测定仪调正到所需角度，测面层涂料时角度取 20° ，测背层涂料时角度取 40° 。用移液管吸取 0.5 mL 充分搅拌的水玻璃涂料，滴在流动性测定仪各槽上端。水玻璃涂料停止流动时，测定并记录水玻璃涂料流动的平均长度。

流动性测定仪用后应立即清洗干净并风干，防止生锈。

6.5 氧化钠含量测定

6.5.1 所用装置及材料

水玻璃涂料氧化钠含量测定所用装置：

——100 mL 量筒；

——250 mL 三角瓶；

——25 mL 滴定管和支架；

——盐酸标准溶液：0.1 mol/L；

——溴甲酚紫指示剂 [0.1 g 溴甲酚紫溶于 100 g、20% (质量分数) 乙醇溶液中];

——天平: 精度为 0.01 g。

6.5.2 试验步骤

称取 1.55 g 涂料放入 250 mL 三角瓶中, 精确至 0.01g。加 100 mL 蒸馏水, 摇匀后加 2 滴~4 滴溴甲酚紫指示剂, 再用 0.1 mol/L 浓度盐酸标准溶液滴定, 至溶液刚好由紫色变为黄色为止。记录所用盐酸标准溶液体积 V 。

按公式 (12) 计算氧化钠的含量 (质量分数) w 。

$$w=0.2V\% \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

V ——滴定时所消耗的盐酸标准溶液体积, 单位为毫升 (mL)。

6.6 密度测定 (重量法)

6.6.1 所用装置

水玻璃涂料密度测定 (重量法) 所用装置:

——150 mL 三角瓶;

——天平: 精度为 0.1 g。

6.6.2 试验步骤

称一个清洁、干燥的 150 mL 三角瓶重量 W_1 , 精确至 0.1 g。

取出部分水玻璃涂料倒入三角瓶中, 直至水玻璃涂料与瓶口平齐。擦净瓶外溢出物, 称装有水玻璃涂料试样的三角瓶重 W_2 , 精确至 0.1 g。按公式 (13) 计算密度 ρ 。

$$\rho = \frac{W_2 - W_1}{V} \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中:

V ——三角瓶实际体积, 单位为毫升 (mL), 需事先标定。

称重前三角瓶应干净、清洁, 称重后三角瓶瓶外的水玻璃涂料应擦拭干净。

7 硅酸乙酯水解液粘结剂

7.1 适用对象

固体二氧化硅含量、密度测定适用于硅酸乙酯及硅酸乙酯水解液; 黏度、酸度、胶凝时间、胶凝能力测定适用于硅酸乙酯水解液。

7.2 固体二氧化硅含量测定

7.2.1 所用装置

硅酸乙酯水解液固体二氧化硅含量测定所用装置:

——带盖铂坩埚: 直径为 50 mm, 深度为 25 mm, 容量为 35 mL;

——电热盘;

——滴管;

——茂福炉;

——天平: 精度为 0.000 1 g。

7.2.2 试验步骤

称量经过焙烧的带盖铂坩埚重量 W (精确至 0.1 mg), 加入 1 mL 硅酸乙酯试样, 再次称重, 以得到试样的确切重量 m 。加 10 mL 浓度 1:1 (体积比) 的硫酸。摇晃铂坩埚中试样, 直至完全胶凝。

将铂坩埚放在铁环的泥三角上, 同时盖上铂坩埚盖。用电热盘缓慢加热, 直到所有的挥发物质发光, 再较快升温, 将所有的 SO_2 都驱除掉。

将铂坩埚放入 1 000℃ 的茂福炉中, 保温 1 h, 至残留物变白为止¹⁾。然后取出铂坩埚放在干燥器中冷却。再次称量铂坩埚 (带盖) 的重量 W_1 (精确至 0.1 mg), 残留物重为 $(W_1 - W)$ 。

按公式 (14) 计算固体的总含量 (质量分数) X 。

$$X = (W_1 - W) / m \times 100\% \dots\dots\dots (14)$$

²⁾ 加三滴浓硫酸、三滴浓氢氟酸后在通风橱中小心加热蒸发, 直到试样冒浓白烟为止。除去四氟化硅, 重新称重 W_2 (精确至 0.1 mg)。失去的重量等于二氧化硅的重量, 按公式 (15) 计算二氧化硅的含量 (质量分数) w_3 。

$$w_3 = (W_1 - W_2) / m \times 100\% \dots\dots\dots (15)$$

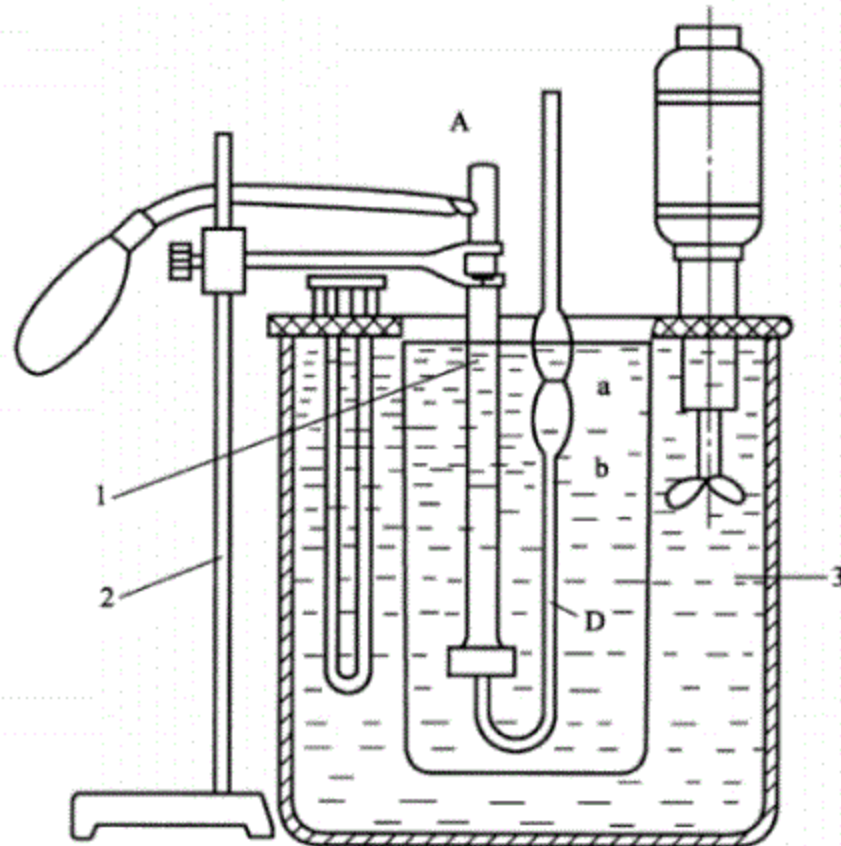
重复测量误差应在 0.5% 之内。

7.3 黏度测定

7.3.1 所用装置

硅酸乙酯水解液黏度测定所用装置:

——毛细管黏度计: 内径为 ϕ 10 mm, 如图 5 所示;



说明:

1——毛细管黏度计; 2——台架; 3——恒温水槽。

图5 黏度测定示意图

1) 只要有一点硅酸乙酯没反应完全, 结果都会产生错误。如残留物为灰色, 说明有耐高温的碳存在, 应重做试验, 直到得到白色残留物为止。

2) 除要求结果十分严格以外, 一般 7.2.2 此处以后的步骤都可省去。此时可用瓷坩埚代替铂坩埚。

- 恒温水槽：精度为 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ ；
- 温度计：分度值为 0.1°C ；
- 秒表。

毛细管黏度计使用后必须及时用乙醇反复清洗，洗净后浸在乙醇溶液中保存。

使用一段时间后应用已知黏度的液体对毛细管黏度计进行标定，误差太大时应用 10%（质量分数）氢氧化钠水溶液清洗或报废。

7.3.2 试验步骤

将夹持在台架上的毛细管黏度计垂直地浸入恒温水槽（ $20\pm 0.1^\circ\text{C}$ ），使液面保持在毛细管黏度计上面一个扩张部分的一半处。

用移液管将待测液体从 A 口处注入毛细管黏度计中，使下部的缓冲部分 D 接近充满，静置 10 min 以上，使其温度与恒温水一致。

一手堵住 A 口，另一手握紧洗耳球（用力不要过猛），使待测水解液充到毛细管黏度计上部扩张部分的 1/3 高度处。然后放开 A 口和洗耳球。待液面下降至标线 a 时用秒表计时，液面继续下降至标线 b 时按住秒表，记录下降的时间。

温度为 t （ $^\circ\text{C}$ ）时试液的运动黏度 γ_t 按公式（16）计算。

$$\gamma_t = C\tau_t \quad \dots\dots\dots (16)$$

式中：

C——毛细管黏度计常数，单位为二次方厘米每秒（ cm^2/s ）；

τ_t ——试液的平均流动时间，单位为秒（s）。

重复测量相对误差在 5% 以内。

7.4 密度测定（液体密度计法）

7.4.1 所用装置

硅酸乙酯水解液密度测定（液体密度计法）所用装置：

- 密度计：量程为 $0.700\text{ g/cm}^3\sim 0.800\text{ g/cm}^3$ 、 $0.800\text{ g/cm}^3\sim 0.900\text{ g/cm}^3$ 、 $0.900\text{ g/cm}^3\sim 1.000\text{ g/cm}^3$ 、 $1.000\text{ g/cm}^3\sim 1.100\text{ g/cm}^3$ ，分度值为 0.001 g/cm^3 ；
- 温度计：量程为 $0^\circ\text{C}\sim 50^\circ\text{C}$ ，分度值为 0.1°C ；
- 密度计瓶：高度为 300 mm、直径为 50 mm 的玻璃筒；
- 恒温水槽：精度为 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

7.4.2 试验步骤

取 600 mL 试样，滤掉固体微粒，缓慢地注入干燥的密度计瓶中（试样的体积要足够，使密度计浮离瓶底至少 2.5 cm），再把密度计瓶垂直放入恒温水槽中，使试样温度达到恒温水槽温度（ 20 ± 0.5 ） $^\circ\text{C}$ ，密度计瓶中液面的高度不要超过恒温水槽中水面 2.5 cm。在试样达到温度后，用一张干的滤纸把液面上的气泡除去，将密度计小心放入试样中，直至密度计浸到预期读数以下约 0.002 g/cm^3 的位置。再轻轻地放开密度计，使它下沉到读数位置，让密度计停止自由飘动，且不要触及瓶壁。目视密度计及液体表面稍许下面一点，而后视线逐渐上移，观察到试样的表面以一个斜椭圆变成直线而与密度计的刻度线重合时，记录读数（精确到 0.001 g/cm^3 ）。重复测量绝对误差在 0.003 g/cm^3 以内。

密度计用后务必用乙醇洗净并干燥。

所有试验温度不同于规定温度时，应预先定出温度转换图表。

7.5 酸度测定

7.5.1 所用装置及材料

硅酸乙酯水解液酸度测定所用装置：

- 50 mL 量筒；
- 25 mL 移液管（带洗耳球）；
- 250 mL 三角瓶；
- 无水乙醇（分析纯）；
- 氢氧化钠甲醇标准溶液：0.1 mol/L；
- 甲基蓝/中性红指示剂（0.1 w/V 甲醇溶液）。

7.5.2 试验步骤

用移液管取 25 mL 硅酸乙酯水解液于三角瓶中，用量筒加 50 mL 甲醇溶液，再加入几滴甲基蓝/中性红指示剂摇匀。用 0.1 mol/L 浓度氢氧化钠甲醇标准溶液滴定到绿色为止，记下所用氢氧化钠甲醇标准溶液体积 V 。

按公式（17）计算氯化氢的含量（质量分数） w 。

$$w = 364.6Vc / (25\rho) \times 100\% \quad \dots\dots\dots (17)$$

式中：

- V ——氢氧化钠甲醇标准溶液的消耗量，单位为毫升（mL）；
- c ——氢氧化钠甲醇标准溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- ρ ——硅酸乙酯水解液密度，单位为克每立方厘米（g/cm³）。

7.6 胶凝时间测定

7.6.1 所用装置及材料

硅酸乙酯水解液胶凝时间测定所用装置：

- 5 mL 移液管；
- 10 mL 移液管；
- 75 mL 试管（带橡皮塞）；
- 恒温水槽：精度为±0.5℃；
- 秒表；
- 30%（质量分数）醋酸铵水溶液。

7.6.2 试验步骤

取 10 mL 24 h 以前水解的硅酸乙酯水解液，倒入 75 mL 试管中。将 4 mL 醋酸铵水溶液移入另一支 75 mL 试管，把两试管用塞子塞好，放入 20℃±0.5℃的恒温水槽中。保持 30 min 后把硅酸乙酯水解液尽快倒进醋酸铵水溶液中，塞好塞子，按秒表计时。用力摇动 10 s，然后将试管放入恒温水槽中。每隔 2 s 摇一次。

当试样不再像液体那样流动时，立即按住秒表，记录胶凝时间。试管平拿后，胶冻表面流出长度不超过试管直径，即为凝固终点。

重复试验，相对误差在 3%以内。

7.7 胶凝能力测定

7.7.1 所用装置及材料

硅酸乙酯水解液胶凝能力测试所用装置：

- 滴管；
- 玻璃片：100 mm×100 mm×5 mm；
- 秒表：精度为 0.1 s；
- 温、湿度计。

7.7.2 试验步骤

将 1 滴或 2 滴 24 h 以前水解的硅酸乙酯水解液滴在一块干净的玻璃片上，令其自然蒸发 30 min~60 min。

观察结果，硅酸乙酯水解液若仍保持黏稠的液态，则为水解不当的硅酸乙酯水解液；水解恰当的硅酸乙酯水解液则凝成一片凝胶。记录试验环境温度、湿度。

8 硅酸乙酯涂料

8.1 适用对象

适用于以硅酸乙酯为粘结剂的面层涂料、背层涂料。

8.2 黏度测定（标准流杯法）

8.2.1 所用装置

硅酸乙酯涂料黏度测定（标准流杯法）所用装置：

- 标准流杯：体积为 100 mL，流出孔尺寸为 $\phi(6\pm 0.02)$ mm。具体尺寸如图 1 所示。其材料可用 H62 黄铜、1Cr18Ni9Ti 或碳素钢镀铬等。
- 流杯架。
- 气泡水准仪。
- 取样勺。
- 刮尺。
- 秒表：精度为 0.1 s。
- 天平：精度为 0.05 g。

8.2.2 试验步骤

将清洁、干燥的标准流杯放在流杯架上，用气泡水准仪将标准流杯上沿调水平。用取样勺取出 120 mL 充分搅拌的硅酸乙酯涂料试样。用手指堵住标准流杯出孔，直至硅酸乙酯涂料试样溢出环形通道为止。再用刮尺刮过标准流杯上沿。

把承接器放在标准流杯下面，松开手指，同时按秒表计时，当液流由流线变为滴状时，停止计时。同时记录硅酸乙酯涂料温度。至少重复 2 次，连续检测结果相差不超过 2 s 时，取平均值。

取样要快，因低黏度的背层硅酸乙酯涂料的粉料沉淀快，标准流杯流出孔会局部受阻，使测得的读数偏高。

标准流杯用完后应立即用乙醇洗净并风干，使用前要检查标准流杯，尤其要注意保证流出孔干净。

每周用一种已知黏度的液体检查一次流出时间，若误差超过 5%，则需修正标准流杯尺寸，无法修正时则应报废。

所有试验温度不同于规定温度时，应预先定出温度转换图表。

8.3 密度测定

8.3.1 液体密度计法

8.3.1.1 所用装置

硅酸乙酯涂料密度测定（液体密度计法）所用装置：

- 密度计：量程为 $1.50 \text{ g/cm}^3 \sim 2.50 \text{ g/cm}^3$ ，分度值为 0.02 g/cm^3 ；
- 温度计：量程为 $0^\circ\text{C} \sim 50^\circ\text{C}$ ，分度值为 0.1°C 。

8.3.1.2 试验步骤

把硅酸乙酯涂料充分搅拌，静止 30 s 后除去硅酸乙酯涂料表面上的泡沫，再慢慢把密度计浸入涂料槽中，直至密度计浸到比预期漂浮的刻度线稍低一点处。松开密度计，让它下沉，30 s 后读数。如密度计沉得过低，撒手后又浮起来，则应记录大致读数。把密度计杆擦净，重新沉到恰当的位置，记录最后读数。

测量并记录硅酸乙酯涂料温度。

密度计用后应用乙醇洗净，并风干。

在要求严格时，可预先做出温度-密度关系曲线图，以得到在标准温度下的密度读数。

8.3.2 重量法

8.3.2.1 所用装置

硅酸乙酯涂料密度测定（重量法）所用装置：

- 150 mL 三角瓶；
- 天平：精度为 0.1 g。

8.3.2.2 试验步骤

称一个清洁、干燥的 150 mL 三角瓶重量 W_1 ，精确至 0.1 g。

取出部分硅酸乙酯涂料倒入三角瓶中，直至硅酸乙酯涂料与瓶口平齐。擦净瓶外溢出物，称装有硅酸乙酯涂料试样的三角瓶重 W_2 ，精确至 0.1 g。按公式（18）计算密度 ρ 。

$$\rho = \frac{W_2 - W_1}{V} \dots\dots\dots (18)$$

式中：

V ——三角瓶实际体积，单位为毫升（mL），需事先标定。

三角瓶用毕后应用乙醇洗净并风干。

8.4 酸度测定

8.4.1 pH 计法

8.4.1.1 所用装置

硅酸乙酯涂料酸度测定（pH 计法）所用装置：

- pH 计：精度为 0.1；
- 2 mL 移液管；
- 100 mL 容量瓶。

8.4.1.2 试验步骤

按 pH 计使用要求提前活化 pH 计的玻璃电极。用移液管将 1 mL 乙醇移入容量瓶中，清洗后除尽乙醇。用该移液管将 2 mL 硅酸乙酯涂料移入容量瓶中，然后向容量瓶中加入蒸馏水至刻度线，盖好，摇匀。

按 pH 计使用要求调好 pH 计，测量其数值 A ， $(A-2)$ 为水解液 pH 值，记录。

pH 计不宜在生产现场使用，不用时应把玻璃电极保存在异丙醇中。玻璃电极黏附上二氧化硅时所得结果会有错误，所以对硅酸乙酯溶液建议采用土壤电极。

8.4.2 精密试纸法

8.4.2.1 所用装置

pH 范围为 1.4~3.0 的精密试纸。

8.4.2.2 试验步骤

停止搅拌硅酸乙酯涂料后测定粘结剂时，可把试纸浸入其中；测定硅酸乙酯涂料时，则把试纸折成“L”形，轻轻地放在硅酸乙酯涂料表面，停留 1 min~2 min，让被测液体渗入试纸中，将所得颜色与标准比较。2 min 后假如试纸上仍看不出颜色变化，则可在试纸上滴一滴中性醇液。

用试纸测定应在清洁的环境中进行，试纸不用时应密封存放。