

# 用氟硅酸钾容量法测定二氧化硅含量

黑河市工程质量检测中心站 刘广荣 王瑞英

**内容摘要:** 本文详述了应用氟硅酸钾容量法测定二氧化硅含量的操作程序和应当注意与防止的问题。此法简便、快速、准确,且可满足日常生产检验要求。

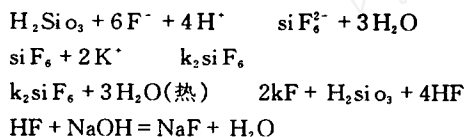
**关键词:** 碱溶试样制备 晶体沉淀 水解析出 假饱和 中和 反应

## 1、引言

进行水泥生熟料分析时,常用氯化铵(NH<sub>4</sub>Cl)凝聚重量法测定二氧化硅(SiO<sub>2</sub>)。该方法比较费时,繁琐,而用碱熔试样氟硅酸钾(K<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>)容量法测定二氧化硅(SiO<sub>2</sub>)则简便、快速、准确,且可满足日常生产检验要求。

## 2、原理

应用氟硅酸钾容量法测定 siO<sub>2</sub> 的主要原理,是在有过量 K<sup>+</sup> 离子和 F<sup>-</sup> 离子存在的强酸性溶液中,硅酸与 F<sup>-</sup> 离子作用生成 SiF<sub>6</sub><sup>2-</sup>,进而与溶液中 K<sup>+</sup> 离子作用生成氟硅酸钾(K<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>)晶体沉淀。沉淀物在热水作用下,水解析出等当量的氟化氢(HF),可用氢氧化钠(NaOH)溶液进行滴定,求得试样中二氧化硅(siO<sub>2</sub>)含量。有关反应式如下:



由以上反应式可以看出:(1)首先应把不溶性 siO<sub>2</sub> 转变为可溶性的硅酸;(2)保证溶液有足够的酸度;(3)有足够过量的 K<sup>+</sup> 离子和 F<sup>-</sup> 离子存在;(4)K<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub> 沉淀的水解是一个吸热反应,应用沸腾过的热水。

## 3、操作过程

吸取碱溶法制备好的试样溶液 50ml 或 25ml 置于 300ml 或 500ml 塑料烧杯中,加入 10—15ml 浓硝酸 HNO<sub>3</sub>,冷至室温后加入固体氯化钾(KCl)搅拌至有少许 KCl 固体饱和析出,再加入 15% 氟化钾 KF 溶液 10ml 搅拌。放置 15—20 分钟,用中速或快速滤纸过滤;塑料杯及沉淀用 5% (KCl)水溶液洗涤 3 次,将滤纸连同沉淀物取下放于原烧杯中,沿杯壁加入 10ml 5% KCl—乙醇溶液及 1ml 1% 酚酞指示剂。先用 2% KOH 中和未洗净的酸至大部分酸被中和后,再用 0.15N NaOH 标准溶液滴定至微粉色为终点。

## 4、操作时注意事项

碱熔试样制备的溶液,用盐酸(HCl)分解后,由于 siO<sub>2</sub> 呈可溶状态,一定要先加浓硝酸(HNO<sub>3</sub>)。如先加 KF 溶液,后加浓 HNO<sub>3</sub>,则因溶液酸度不够,产生微细的 k<sub>2</sub>siF<sub>6</sub> 晶体沉淀,给以后的过滤,洗涤带来困难,从而导致测定结果不准。

加入浓 HNO<sub>3</sub> 后应冷至室温。这是因为 HNO<sub>3</sub> 溶解是放热反应,若此时加入 KCl 至饱和,则温度降低后,会使

KCl 晶体析出太多,给过滤和洗涤带来困难。

KCl 加入量一定要达到饱和,否则沉淀不完全,导致数据偏低。同时固体 KCl 应研细后加入,以免产生假饱和现象而使 SiO<sub>2</sub> 的测定数据偏低。

溶液中存在的过量 KF,由于同离子效应而有利于形成 k<sub>2</sub>siF<sub>6</sub> 沉淀的反应进行完全。但当溶液中铝离子浓度较高时,则易生成难溶性的 k<sub>2</sub>siF<sub>6</sub> 沉淀,不仅使过滤进行缓慢,而且常导致分析数据偏高。为此,适当控制 KF 的加入量是很必要的。

沉淀放置时间一般为 15—20 分钟,在这个时间范围内沉淀易反应完全,且利于形成较大颗粒晶体,便于过滤和洗涤。

为防止 k<sub>2</sub>siF<sub>6</sub> 沉淀水解,过滤时用 5% KCl 水溶液做滤液,滤斗用长颈塑料漏斗并使其形成水柱,以便快速过滤。一般应在沉淀前 3 分钟左右做漏斗(做过早,不利于快速过滤),且过滤时应先将上部澄清的溶液缓慢注入滤斗中,至完全滤下后用 5% KCl 水溶液直接一次将沉淀冲洗入滤斗中,以减少 K<sub>2</sub>siF<sub>6</sub> 沉淀与洗涤液的接触时间,同时洗涤液用量要少,洗涤 3 次,洗液为 25ml 左右。

中和残余酸的操作关键在于快速。为使残余酸中和完全,应将滤纸摊开并完全浸在 5% KCl—乙醇溶液中;为使中和时用的溶液少,防止 k<sub>2</sub>siF<sub>6</sub> 水解,首先用 2% 氢氧化钾(KOH)中和,并应避免 KOH 与滤纸及沉淀直接接触;当大部分酸被中和后,逐步捣碎滤纸,再用 0.15N NaOH 标准溶液直接滴加在滤纸上充分摇动,并搅碎滤纸,同时擦洗杯壁至中和呈微粉色。

进行 k<sub>2</sub>siF<sub>6</sub> 沉淀水解时,因 k<sub>2</sub>siF<sub>6</sub> 水解是一吸热反应,因此必须加沸水使其水解,边滴定边水解,滴定结束后溶液温度不应低于 60℃。若室温高于 30℃,沉淀放置时需冷却,以防 k<sub>2</sub>siF<sub>6</sub> 沉淀水解。

过滤时要用塑料漏斗和塑料棒,如用玻璃棒和玻璃漏斗, F<sup>-</sup> 离子与玻璃中的 siO<sub>2</sub> 作用,将使结果偏高(实验证明,对于同一批水,用玻璃棒和玻璃漏斗做空白为 0.1%—0.2%,而用塑料漏斗和塑料棒,空白为 0)。

## 5、结束语

氟硅酸钾容量法操作简便、准确、快速。测定时关键在于掌握好沉淀的酸度、温度、体积及 KCl、KF 的加入量和沉淀的过滤洗涤。