

# 氟硅酸钾容量法测 SiO<sub>2</sub> 的探讨

孙淑慧 刘玉梅 (沈阳星光玻璃有限公司, 辽宁 沈阳 110122)

**[摘要]** 本文探讨分析了氟硅酸钾容量法测 SiO<sub>2</sub> 容量出现的问题, 并提出相应的解决措施, 充分体现了容量法快速、简便、准确的特点。

**[关键词]** 容量法; SiO<sub>2</sub>

**[中图分类号]** TQ171.12

**[文献标识码]** B

**[文章编号]** 1009 - 0142 (2002) 01 - 0046 - 02

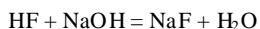
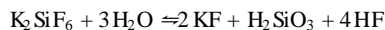
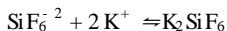
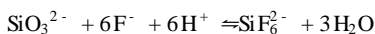
## 1 引言

SiO<sub>2</sub> 的氟硅酸钾容量法测试, 自 1961 年张景明等对匈牙利沙约的方法作了较大的改进以来, 由于该方法具有操作简便、准确、快速的特点, 已在我国建材和地质、冶金等部门广为应用, 加之近年来众多分析工作者的试验研究, 使这一方法的应用更为广泛。目前, 全国各大玻璃厂都已进行了容量法的尝试。我公司化验室自 1997 年 3 月份尝试使用容量法, 通过四年来的具体试验, 对此方法有了初步的了解和掌握, 现就实验中容易出现的问题和体会作以简要总结, 望与同仁共勉。

## 2 实验部分

### 2.1 原理

测定 SiO<sub>2</sub> 的氟硅酸钾容量法, 是依据硅酸在有过的量的氟离子和钾离子存在下的强酸性溶液中, 能与氟离子作用形成氟硅酸离子 (SiF<sub>6</sub><sup>2-</sup>), 并进而与钾离子作用生成氟硅酸钾 (K<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>) 沉淀, 该沉淀在热水中水解并相应生成等当量的氢氟酸, 因而可用氢氧化钠溶液进行滴定, 借以求得样品中 SiO<sub>2</sub> 的含量, 其反应方程式如下:



### 2.2 试剂

- (1) 氢氧化钾;
- (2) 硝酸;
- (3) 盐酸 1+1;
- (4) 氯化钾;

(5) 5%氯化钾水溶液;

(6) 5%氯化钾——乙醇溶液;

(7) 0.15 N 氢氧化钠标准溶液。

### 2.3 步骤

称取约 0.1 g 试样于镍坩锅中, 加 2 g 左右氢氧化钾, 置低温电炉上熔融, 经常摇动坩锅, 在 600~650 继续熔融 15~20 min, 旋转坩锅, 使熔融物均匀地附着在坩锅内壁, 冷却, 用热水浸取熔融物于 300 ml 塑料杯中。盖上表面皿, 一次加入 15 ml 硝酸, 再用少量盐酸 (1+1) 及水洗净坩锅, 控制体积在 60 ml 左右。冷却至室温, 在搅拌下加入固体氯化钾至过饱和, 加 15% 氯化钾 10 ml, 用塑料棒搅拌, 放置 7 min。用塑料漏斗或涂蜡的玻璃漏斗及快速定性滤纸过滤, 用 5% 氯化钾水溶液洗涤塑料杯 2~3 次, 再洗涤滤纸一次。将滤纸及沉淀放回到原塑料杯中, 沿杯壁加入 15% 氯化钾——乙醇溶液 10 ml 及 1 ml 酚酞指示剂。用 0.15 N 氢氧化钠标准溶液中和未洗净的残余酸, 仔细搅拌滤纸, 并擦洗杯壁, 直至试液呈微红色不消失。加入 200~250 ml 中和过的沸水, 立即以 0.15 N 氢氧化钠标准溶液滴定至微红色。

二氧化硅百分含量按下式计算:

$$\text{SiO}_2 \% = \frac{T_{\text{SiO}_2} \cdot V}{G \cdot 1000} \cdot 100$$

式中: V——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积, ml;

G——试样重量, g;

T<sub>SiO<sub>2</sub></sub>——氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度, mg/ml。

## 3 测试数据统计与分析

容量法测试浮法玻璃的原材料及 821 硅砂 GBW03117 钠钙硅玻璃数据统计及分析见表 1、2。

表1 821 硅砂实测结果/ %

标准值 89.88 允许误差  $\pm 0.25$ 

测定日期	1997 - 40 - 01	1997 - 04 - 05	1997 - 04 - 08	1997 - 04 - 11	1997 - 04 - 14	1997 - 04 - 17	1997 - 04 - 20	1997 - 04 - 23	1997 - 04 - 26	1997 - 04 - 29
实测值	89.52	9.76	89.92	89.94	89.98	89.85	89.92	90.10	90.24	89.96
误差	- 0.36	- 0.12	+ 0.04	+ 0.06	+ 0.10	- 0.03	+ 0.04	+ 0.22	+ 0.36	+ 0.08

表2 GBW03117 钠钙硅玻璃实测结果/ %

标准值 71.25 允许误差  $\pm 0.25$ 

测定日期	1997 - 05 - 08	1997 - 05 - 11	1997 - 05 - 14	1997 - 05 - 17	1997 - 05 - 19	1997 - 05 - 21	1997 - 05 - 23	1997 - 05 - 25	1997 - 05 - 27	1997 - 05 - 29
实测值	71.50	71.43	71.01	71.45	71.40	71.39	71.36	71.20	71.55	71.50
误差	+ 0.25	+ 0.18	- 0.24	+ 0.20	+ 0.15	+ 0.14	+ 0.11	- 0.05	+ 0.30	+ 0.25

从以上分析数值来看, 仍有一些结果不在允许误差范围内, 我们经多方请教, 查找相关资料并做大量的对比实验后发现影响测试结果的因素, 现总结如下:

(1) 分解试样成熔融物时, 用硝酸要比用盐酸效果好些, 因为硝酸分解样品不易析出硅酸凝胶, 同时可减少铝离子的干扰, 溶液的酸度应保持 3 N 为宜, 过低易形成其它盐类的氟化物沉淀而干扰测定, 过多时沉淀洗涤困难, 残余酸中和也相对麻烦。

当加硝酸分解试样成熔融物时, 可能略有硅酸析出而稍呈混浊, 为避免出现, 可先加 KF 溶液后用硝酸分解, 溶液体积保持在 60 ml 为宜。

(2) 对于已加入硝酸的溶液须冷却至 25 以下时, 才可加入固体氯化钾, 最好把氯化钾研磨成粉末状, 并且一定达到过饱和 (过饱和量控制在 0.5 ~ 1.0 g), 否则沉淀不易完全, 导致结果偏低。沉淀分置时间以 10 min 为宜, 在用 5% KCl 水溶液洗涤过程中, 次数为 2 ~ 3 次, 体积控制在 20 ml 左右。

(3) 用 KOH 中和残余酸的操作应迅速完成, 特别是当

室温较高时, 若中和时间过长, 氟硅酸钾沉淀易水解。中和过程中, 滤纸应展开, 基本中和后再将滤纸搅碎, 若滤纸过早捣碎, 会造成中和困难, 切忌滤纸成团。

(4) 由于  $K_2SiF_6$  的溶解和  $SiF_6^{2-}$  的水解均为吸热反应, 所以水解时的温度越高, 体积越大越有利于  $K_2SiF_6$  的溶解和  $SiF_6^{2-}$  的水解。实验表明, 实际操作中应用沸水, 体积在 200 ml 以上, 并且滴定终点温度在 60 以上, 实验中, 所用沸水须先用 NaOH 中和, 以消除水质对结果的影响。

(5) 残余酸中和、沸水的中和及最后滴定终点三者颜色须严格保持一致, 且残余酸中和后至加沸水滴定前, 若  $K_2SiF_6$  有小部分水解使溶液偏酸性颜色消失或变淡时, 不宜再中和。

#### 4 结论

(1) 容量法测试的关键就取决于中和时的速度, 操作时的温度, 溶液的酸度。

(2) 在生产中, 用容量法测玻璃和硅砂中的  $SiO_2$ , 已经完全满足了指导生产的需要, 详见表 3、4。

表3 821 硅砂实测结果/ %

标准值 89.88 允许误差  $\pm 0.25$ 

测定日期	2001 - 04 - 02	2001 - 04 - 10	2001 - 04 - 19	2001 - 04 - 25	2001 - 04 - 27	2001 - 05 - 09	2001 - 05 - 16	2001 - 05 - 23	2001 - 05 - 30	2001 - 06 - 06
实测值	89.89	89.95	89.79	89.88	89.85	89.86	89.87	89.88	89.92	89.90
误差	+ 0.01	+ 0.07	- 0.09	0.00	- 0.03	- 0.02	- 0.01	0.00	+ 0.04	+ 0.02

表4 GBW03117 钠钙硅玻璃实测结果

标准值 71.25 允许误差  $\pm 0.25$ 

测定日期	2001 - 06 - 07	2001 - 06 - 13	2001 - 06 - 20	2001 - 06 - 27	2001 - 07 - 04	2001 - 07 - 11	2001 - 07 - 18	2001 - 07 - 25	2001 - 08 - 01	2001 - 08 - 08
实测值	71.24	71.20	71.26	71.23	71.25	71.24	71.27	71.20	71.15	71.12
误差	- 0.01	- 0.05	+ 0.01	- 0.02	0.00	- 0.01	+ 0.02	- 0.05	- 0.10	- 0.03

(3) 通过四年来的实际操作, 我们充分认识到容量法测试的准确、简便和快速的特点。而且, 其应用范围也很广泛, 适用于含量为 95%  $SiO_2$  以下的硅质试样, 对于玻璃、长石等常规分析较为适合。

〔收稿日期〕2001 - 10 - 25

〔作者简介〕孙淑慧 (1968 - ), 女, 助理, 分析专业

〔通讯地址〕沈阳市新城子区虎石台镇北三路 6 号

〔联系电话〕024 - 89872373 转 434