

F-CL-JC-NT 0003

粘土—二氧化硅的测定—氟硅酸钾容量法

1 范围

本推荐方法适用于氟硅酸钾容量法测定粘土中的二氧化硅含量。

本方法适用于粘土中质量分数 5%~70%二氧化硅含量的测定。

2 原理

在有过量的氟、钾离子存在的强酸性溶液中，使硅酸形成氟硅酸钾(K_2SiF_6)沉淀，经过滤、洗涤及中和残余酸后，加沸水使氟硅酸钾沉淀水解生成等物质的量的氢氟酸，然后以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定。

3 试剂

3.1 氢氧化钾

3.2 氯化钾

3.3 硝酸， ρ 约 1.42 g/mL

3.4 盐酸，1+1

3.5 乙醇

3.6 氯化钾溶液，50g/L

3.7 氯化钾乙醇溶液，50g/L

称取 5g 氯化钾，溶于 50mL 水中，加 50mL 乙醇，摇匀。

3.8 氟化钾溶液，150g/L

称取 15g 氟化钾放在塑料杯中，加 80mL 水和 20mL 硝酸使其溶解，加氯化钾至饱和，放置过夜，过滤到塑料瓶中。

3.9 酚酞指示剂溶液，10g/L

将 1g 酚酞溶于 100 mL 95% 乙醇中。

3.10 氢氧化钠标准溶液，0.15mol/L

3.10.1 称取 30g 氢氧化钠溶于 5L 经煮沸过的冷水中，储存于装有钠石灰干燥管的塑料瓶中，充分摇匀。

3.10.2 氢氧化钠标准溶液的标定：称取约 0.7g 苯二甲酸氢钾，精确至 0.0001g，于 300mL 烧杯中，加入 150mL 经煮沸、冷却、中和过的水，搅拌使其溶解。加 15 滴酚酞指示剂溶液 (10g/L)，用氢氧化钠标准溶液滴定至微红色。

3.10.3 按下式计算氢氧化钠标准溶液相当于二氧化硅的浓度：

$$T_{SiO_2} = \frac{m \times 60.08 \times 1000}{V \times 816.80}$$

式中： T_{SiO_2} -氢氧化钠标准溶液相当于二氧化硅的浓度，mg/mL；

m - 称取苯二甲酸氢钾质量，g；

V - 滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积，mL；

60.08-二氧化硅的摩尔质量，g/mol；

816.80-苯二甲酸氢钾的摩尔质量，g/mol。

4 试样的制备

试样要充分混匀，分析试样要全部通过孔径为 0.088mm 筛，约取 5g 试样平摊在称量瓶 (直径为 50mm) 中，在 105~110℃ 烘箱中烘 2h 以上，然后保存于干燥器中。分析时，从干燥器里取出，尽快称取。

5 操作步骤

5.1 空白试验

随同试料做空白试验。

5.2 称样

称取 0.10g 试样，精确至 0.0001g。

5.2 试料的测定

5.2.1 将称取的试料置于镍坩埚中，加 2g 左右氢氧化钾，先低温熔融，经常摇动坩埚。然后，在 600~650℃继续熔融 15~20min。旋转坩埚，使熔融物均匀地附着在坩埚内壁。冷却，用热水浸取熔融物于 300mL 塑料杯中。盖上表面皿，一次加入 15mL 硝酸，再用少量盐酸(1+1)及水洗净坩埚，洗液并于塑料杯中，控制试液体积在 60mL 左右。冷却至室温，在搅拌下加入氯化钾至过饱和(过饱和量控制在 0.5~1g)，缓慢加入 10mL 氟化钾溶液 (150/L)，用塑料棒搅拌，放置 7~10min。用塑料漏斗或涂蜡的玻璃漏斗以快速定性滤纸过滤，用氯化钾溶液 (50g/L) 洗涤塑料杯 2~3 次，再洗涤滤纸一次。将滤纸和沉淀放回原塑料杯中，沿杯壁加入 10mL 氯化钾乙醇溶液 (50g/L) 及 1mL 酚酞指示剂溶液 (10g/L)。用氢氧化钠标准溶液 (0.15mol/L) 中和未洗净的残余酸，仔细搅拌滤纸，并擦洗杯壁，直至试液呈现微红色不消失。加入 200~250mL 中和过的沸水，立即以氢氧化钠标准溶液 (0.15mol/L) 滴定至微红色。

6 结果计算

按下式计算二氧化硅的含量，以质量分数表示：

$$W_{SiO_2} = \frac{T_{SiO_2} \times V}{m \times 1000} \times 100$$

式中： W_{SiO_2} ——二氧化硅的质量分数，%；

T_{SiO_2} ——氢氧化钠标准溶液相当于二氧化硅的浓度，mg/mL；

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积，mL；

m ——试料的质量，g。

计算结果保留两位小数。

7 允许差

室内：0.25%；室间：0.30%。

8 参考文献

GB/T 16399-96 粘土化学分析方法；

JC/T 874-2000 水泥用硅质原料化学分析方法。