

电位滴定法测定工业硅酸钠中氧化钠和二氧化硅的含量

1 前言

硅酸钠俗称泡花碱，是一种水溶性硅酸盐，其水溶液俗称水玻璃，是一种矿黏合剂。工业硅酸钠分为固体工业硅酸钠和液体工业硅酸钠，固体硅酸钠主要用于制造液体硅酸钠，液体硅酸钠主要用于化工原料、填充料、粘结剂、助剂、防腐剂等。因此其品质等级对应用起到了决定作用，如何高效快速的检测其含量指标是生产厂家非常关心的问题。该方案依据 GB/T 4209-2008 工业硅酸钠的检测方法，使用 T960 全自动电位滴定仪进行检测，多模块加液，避免了更换滴定液的繁琐步骤，耗时少，且避免了人工判断终点带来的主观误差，是检测其含量的优先选择。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 全自动电位滴定仪，复合 PH 电极，恒温反应釜，恒温干燥箱。

2.2 试剂

NaOH 标准滴定液 (0.1mol/L)，盐酸标准滴定液 (0.1 mol/L)，盐酸溶液 (1 mol/L)。

3 实验方法

3.1 实验步骤

1. 样品的前处理工作：

1) 将收到的样品放于恒温干燥箱 110℃ 干燥两个小时，取出烘干后的样品置于粉碎机中粉碎，将粉碎好的试样置于 110℃ 干燥箱至质量恒重。

2) 称取干燥好的试样 1g，精确值 0.0001g，放于水热反应釜中，加入 5mL 水，置于电热

恒温干燥箱里，180℃保温 2 小时。待实验完成后，降温至 40℃，用 80℃的水溶解试样，转移至 250mL 容量瓶，定容至刻度线，等待测试。

2. 滴定过程：

1) 电极标定：用 PH=4.01、6.86、9.18 的缓冲液校对 PH 电极，以备后续测试。

2) **氧化钠含量测试：**

用 50mL 移液管从 250mL 容量瓶中移入 50mL 溶解好的试样，置于滴定杯中，滴定杯中放入转子，将其置于滴定台上，启动方法一，使用第一个模块用标定好的盐酸滴定液滴定至 PH=4.4，到达终点，结束滴定。

3) **二氧化硅含量测定：**

上述滴定实验完成后，取下滴定杯，加入事先称量好的 3g±0.1g 氟化钠（保证过量），使其溶解，然后用 10mL 移液管准确移取 10mL 已经标定好的 1mol/L 的盐酸溶液（保证过量），待混合均匀后，启动方法二，使用第二个模块用标定好的氢氧化钠滴定液滴定至 PH=6.2，到达终点，结束滴定。同时做空白实验，在滴定杯中，加入 3g 氟化钠溶解，加入已知过量的盐酸，然后用氢氧化钠滴定至 PH=6.2。

3.2 参数设置

方法一：

滴定模式	终点滴定	滴定前平衡电位	6mV
搅拌速度	7	结束体积	20mL
预添加体积	15mL	预搅拌时间	5s
快滴体积	0.2mL	慢滴体积	0.02mL
快滴电位平衡时间	4s	快滴平衡电位	1mV
慢滴电位平衡时间	4s	慢滴平衡电位	1mV
滴定终点	4.4	预控值	5 (延时 10s)

方法二：

滴定模式	终点滴定	滴定前平衡电位	6mV
搅拌速度	7	结束体积	20mL
预添加体积	15mL	预搅拌时间	5s
快滴体积	0.2mL	慢滴体积	0.02mL
快滴电位平衡时间	4s	快滴平衡电位	1mV
慢滴电位平衡时间	4s	慢滴平衡电位	1mV
滴定终点	6.2	预控值	6 (延时 10s)

4 结果与讨论

4.1 实验结果

1) 氧化钠含量测定：

样品名称	取样量	滴定体积	含量 (%)	平均含量	RSD(%)
工业硅酸钠 1#	1.00287	14.417	23.033	23.063	0.1241
		14.438	23.066		
		14.453	23.090		
工业硅酸钠 2#	1.00399	14.402	22.983	22.903	0.5725
		14.257	22.752		
		14.397	22.975		

2) 二氧化硅含量测定：

样品名称	取样量	滴定体积	含量 (%)	平均含量	RSD(%)
工业硅酸钠 1#	1.0028 7	15.971	78.978	79.089	0.132
		15.677	79.185		
		15.790	79.105		
工业硅酸钠 2#	1.0039 9	16.281	78.700	78.369	0.374
		16.860	78.264		
		17.034	78.142		

计算公式：

$$1) X(Na_2O) = \frac{V/1000 \times c \times M}{m(50/250)} \times 100$$

式中：

V 是消耗的盐酸标准滴定液的体积，单位 mL；

c 是标定的盐酸滴定剂的浓度，单位 mol/L；

m 是溶解试样的质量，单位 g；

M 是氧化钠(1/2Na₂O)摩尔质量的数值，单位 g/mol (M=30.99)

$$2) X(SiO_2) = \frac{[(c_1V_1 - c_2V_2) - (c_1V_3 - c_2V_4)] \times M}{m(50/250) \times 1000} \times 100$$

c₁ 是盐酸标准液的浓度，数值为 1.2014，单位 mol/L；

c₂ 是氢氧化钠标准滴定液的浓度，单位 mol/L；

V₁ 是滴定中消耗的盐酸标准液的体积，数值是 10，单位 mL；

V_2 是滴定中消耗的氢氧化钠标准滴定液的体积，单位 mL;

V_3 是空白中消耗的盐酸标准液的体积，数值是 0.3，单位 mL;

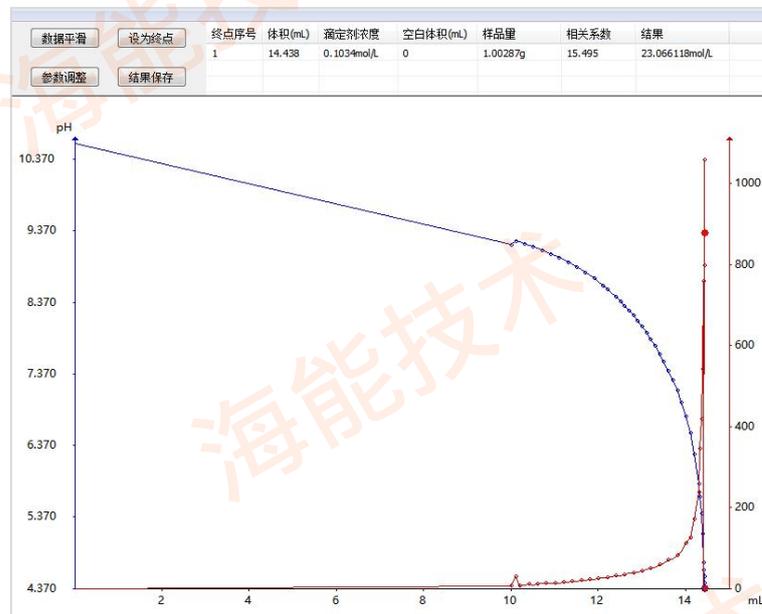
V_4 是空白中消耗的氢氧化钠标准滴定液的体积，数值是 4.320，单位 mL;

M 是二氧化硅($1/4\text{SiO}_2$)摩尔质量的数值，单位 g/mol ($M=15.02$);

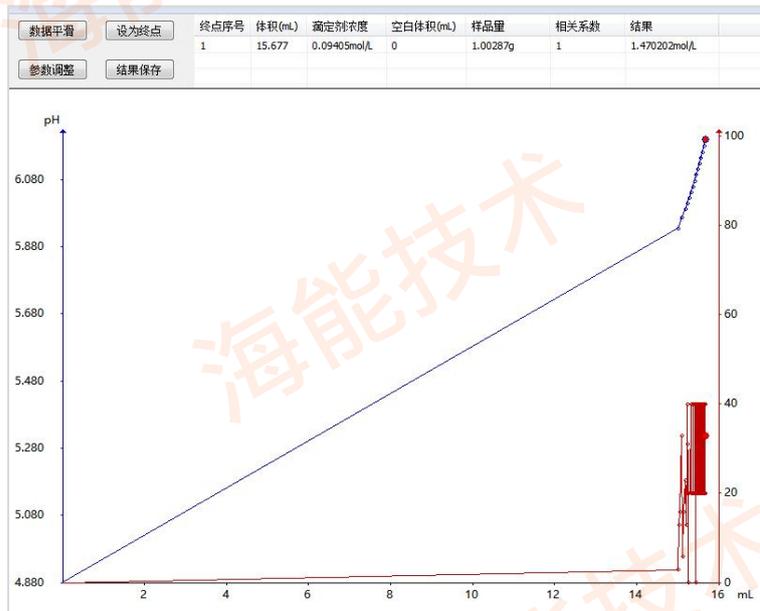
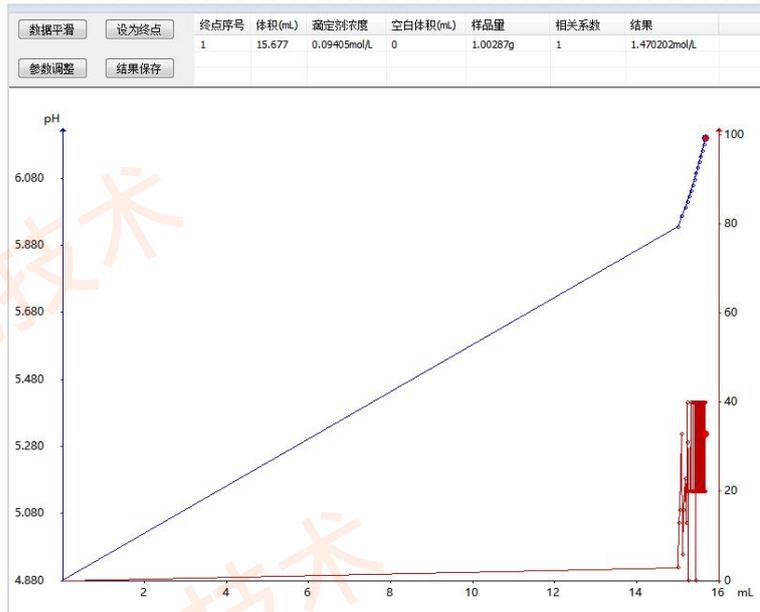
m 是溶解试样的质量，单位 g;

4.2 图谱

1) 氧化钠含量测定滴定图谱：



3) 二氧化硅含量测定滴定图谱：



4.3 结论

用 T960 全自动电位滴定仪测定工业硅酸钠的含量结果重复性较好,测定结果都在其标准范围内, T960 全自动电位滴定仪是完全满足该样品测定需求的。

注意事项：

1. 终点是滴定到确定的某个 PH 值,所以实验前必须先用缓冲溶液校对电极。
2. 该实验的终点 4.4 和 6.2 的确定是在滴定开始前加入 10 滴甲基红指示剂,观察指示剂

的颜色变化来确定的，由于主观性，可能稍有偏差，可适度调整。

参考文献：

[1] GB/T 4209 工业硅酸钠[M].