



中等职业教育国家规划教材
全国中等职业教育教材审定委员会审定

硅酸盐材料理化性能检测

(硅酸盐工艺及工业控制专业)

主编 雷远春



0.1

武汉理工大学出版社

中等职业教育国家规划教材

硅酸盐材料理化性能检测

主 编 雷远春
责任主审 周明凯
审 稿 童大懋 周明凯

武汉理工大学出版社

· 武汉 ·

内容提要

本书为中等职业学校教材。全书以操作技能训练的形式,在符合国家标准的前提下,特别注重操作方法(技巧)、操作注意事项的编写,突出对学生动手能力的培养;内容涵盖水泥、玻璃、陶瓷等主要硅酸盐材料,从而满足培养“强技能、宽适应”的应用型人才的要求。

本书共分为四个单元,第一单元介绍硅酸盐材料化学性能(成分)的检测方法,第二、三、四单元分别介绍水泥、玻璃、陶瓷的物理性能及其检测方法。

本书可作为硅酸盐化学分析人员和物理检验人员的培训教材;也可作为硅酸盐化学分析人员和物理检验人员进行工人技术等级考核时操作技能培训教材。

图书在版编目(CIP)数据

硅酸盐材料理化性能检测/雷远春主编. —武汉:武汉理工大学出版社,2002.8

中等职业教育国家规划教材

ISBN 7-5629-1824-4

I. 硅…

II. 雷…

III. ①硅酸盐-工程材料-物理性能-检测-专业学校-教材 ②硅酸盐-工程材料-化学性能-检测-专业学校-教材

IV. TQ170

出版发行:武汉理工大学出版社

武汉市武昌珞狮路122号 邮编:430070

HTTP://WWW.whut.edu.cn/chuban1

E-mail:wutp@public.wh.hb.cn

经 销 者:各地新华书店

印 刷 者:武汉理工大印刷厂

开 本:787×1092 1/16

印 张:13.625

字 数:349千字

版 次:2002年8月第1版

印 次:2002年8月第1次印刷

印 数:1—3000册

定 价:18.00元

凡购本书,如有缺页、脱页、倒页等印装质量问题,请向出版社发行部调换。

本社购书热线电话:(027)87397097 87394412

中等职业教育国家规划教材

出版说明

为了贯彻《中共中央国务院关于深化教育改革全面推进素质教育的决定》精神,落实《面向 21 世纪教育振兴行动计划》中提出的职业教育课程改革和教材建设规划,根据教育部关于《中等职业教育国家规划教材申报、立项及管理意见》(教职成[2001]1 号)的精神,我们组织力量对实现中等职业教育培养目标和保证基本教学规格起保障作用的德育课程、文化基础课程、专业技术基础课程和 80 个重点建设专业主干课程的教材进行了规划和编写,从 2001 年秋季开学起,国家规划教材将陆续提供给各类中等职业学校选用。

国家规划教材是根据教育部最新颁布的德育课程、文化基础课程、专业技术基础课程和 80 个重点建设专业主干课程的教学大纲(课程教学基本要求)编写,并经全国中等职业教育教材审定委员会审定。新教材全面贯彻素质教育思想,从社会发展对高素质劳动者和中初级专门人才需要的实际出发,注重对学生的创新精神和实践能力的培养。新教材在理论体系、组织结构和阐述方法等方面均作了一些新的尝试。新教材实行一纲多本,努力为教材选用提供比较和选择,满足不同学制、不同专业和不同办学条件的教学需要。

希望各地、各部门积极推广和选用国家规划教材,并在使用过程中,注意总结经验,及时提出修改意见和建议,使之不断完善和提高。

教育部职业教育与成人教育司

二〇〇一年十月

前 言

本书是根据教育部“面向 21 世纪职业教育改革和教材建设规划”中“硅酸盐工艺及工业控制专业指导性教学计划及教学大纲”编写而成的,是硅酸盐工艺及工业控制专业的一门重要专业实践课程;本书也可作为硅酸盐化学分析人员和物理检验人员进行工人技术等级考核时操作技能培训教材。

作为一门专业实践课程,本书在编写过程中,严格按教学大纲的要求,在遵循国家标准的前提下,重点突出操作技能(技巧)的介绍。同时采用单元训练形式编排,更有利于教学过程的具体实施。

由于硅酸盐材料发展十分迅速,各种理化性能及其检测方法繁多,全面介绍实属不易。因此,本书仅介绍硅酸盐材料理化性能的常规检测方法,力求做到“先进、必需、实用”。

本书共分四个单元,共四十五个训练。第一单元介绍硅酸盐材料化学性能检测,并按水泥、玻璃、陶瓷材料分为三个课题,但对相同成分的相同检测方法,只在其中一个课题中介绍一次,不重复。第二、三、四单元分别介绍水泥、玻璃、陶瓷的物理性能及其检测方法。

本书由湖北省工业学校雷远春主编,并编写第一单元;山西省建材学校董志强编写第二单元;四川绵阳职业技术学院方久华编写第三单元;天津市城市经济与管理学校辛颖编写第四单元。

由于编者水平有限,书中必定存在不少问题,敬请读者批评指正。

编 者

2002. 3. 31

目 录

1 硅酸盐材料化学性能(成分)常规检测	(1)
1.1 水泥化学性能常规检测操作训练	(1)
1.1.1 训练一 烧失量的测定	(1)
1.1.2 训练二 氧化硅的测定(氯化铵凝聚质量法)	(3)
1.1.3 训练三 氧化硅的测定(氟硅酸钾容量法)	(6)
1.1.4 训练四 氧化铁的测定(配位滴定法)	(9)
1.1.5 训练五 氧化铝的测定(配位滴定法)	(13)
1.1.6 训练六 氧化钛的测定(二安替比林甲烷比色法)	(15)
1.1.7 训练七 氧化钙、氧化镁的测定(配位滴定法)	(18)
1.1.8 训练八 三氧化硫的测定(离子交换法)	(24)
1.1.9 训练九 不溶物的测定	(26)
1.1.10 训练十 氧化钾、氧化钠的测定(火焰光度法)	(29)
1.2 玻璃化学性能常规检测操作训练	(32)
1.2.1 训练一 氧化硅的测定(氟硅酸钾容量法)	(32)
1.2.2 训练二 氧化硅的测定(质量法-分光光度法)	(33)
1.2.3 训练三 氧化铁的测定(邻菲罗啉比色法)	(37)
1.2.4 训练四 氧化铝的测定(配位滴定法)	(40)
1.2.5 训练五 氧化钛的测定(二安替比林甲烷比色法)	(42)
1.2.6 训练六 原子吸收光谱法测定 Fe_2O_3 、 CaO 、 MgO 、 K_2O 、 Na_2O	(43)
1.2.7 训练七 三氧化硫的测定(硫酸钡质量法)	(46)
1.3 陶瓷材料化学性能常规检测操作训练	(48)
1.3.1 训练一 氧化锆、氧化锌的测定(配位滴定法)	(48)
1.3.2 训练二 氧化硼的测定(酸碱滴定法)	(51)
思考题	(53)
2 水泥物理性能检测	(55)
2.1 水泥物理性能	(55)
2.1.1 密度、容积密度	(55)
2.1.2 细度	(57)
2.1.3 需水性	(57)
2.1.4 凝结时间	(58)
2.1.5 体积安定性	(59)
2.1.6 强度	(61)
2.2 水泥物理性能常规检测操作训练	(62)
2.2.1 训练一 密度、容积密度的测定	(62)

2.2.2	训练二 细度(筛余量)的测定——筛析法	(65)
2.2.3	训练三 比表面积的测定——透气法	(69)
2.2.4	训练四 颗粒级配测定——激光衍射法	(77)
2.2.5	训练五 标准稠度用水量、凝结时间、安定性的测定	(79)
2.2.6	训练六 胶砂流动度的测定	(92)
2.2.7	训练七 强度的检验	(95)
	思考题	(107)
3	玻璃技术性能检测	(109)
3.1	玻璃的技术性能	(109)
3.1.1	外观质量	(109)
3.1.2	机械强度	(116)
3.1.3	硬度	(117)
3.1.4	弹性模量	(118)
3.1.5	密度	(119)
3.1.6	热膨胀系数	(120)
3.1.7	热稳定性	(122)
3.1.8	光学性能	(123)
3.1.9	玻璃的电学性能	(126)
3.1.10	化学稳定性	(128)
3.2	玻璃常规技术性能检测操作训练	(130)
3.2.1	训练一 外观质量检测	(130)
3.2.2	训练二 密度的测定——沉浮法	(137)
3.2.3	训练三 密度的测定——悬浮法	(140)
3.2.4	训练四 热膨胀系数的测定(石英膨胀仪法)	(145)
3.2.5	训练五 化学稳定性的测试——粉末法	(149)
3.2.6	训练六 化学稳定性的测定——大块法	(153)
3.2.7	训练七 光透过率的测定	(156)
3.2.8	训练八 光谱曲线的测试	(158)
	思考题	(161)
4	陶瓷材料常规技术性能检测	(163)
4.1	陶瓷材料的物理性能	(163)
4.1.1	脆性断裂、强度和硬度	(163)
4.1.2	热学性能	(165)
4.1.3	光学性能	(167)
4.2	陶瓷物理性能检测操作训练	(168)
4.2.1	训练一 真密度的测定	(168)
4.2.2	训练二 陶瓷砖的吸水率、显气孔率、表观相对密度和容重的测定	(171)
4.2.3	训练三 白度、光泽度、透光度的测定	(174)
4.2.4	训练四 抗压强度极限的测定	(179)

4.2.5 训练五 抗折强度极限的测定	(183)
4.2.6 训练六 抗张强度极限的测定	(186)
4.2.7 训练七 冲击韧度的测定	(190)
4.2.8 训练八 急冷急热的测定	(192)
4.2.9 训练九 化学稳定性的测定	(195)
4.2.10 训练十 铅、镉溶出量的测定	(197)
4.2.11 训练十一 耐化学腐蚀性的测定	(202)
思考题	(206)
参考文献	(207)

1 硅酸盐材料化学性能(成分)常规检测

以水泥、玻璃、陶瓷等为代表的硅酸盐材料,虽然它们的表面特征、使用功能各不相同,但它们的化学性能(成分)是非常相近或相同的。硅酸盐材料的化学成分直接影响到它们的生产工艺过程、产品的各项质量指标和产品的使用效果。因此,在硅酸盐材料日益广泛应用的今天,对其化学性能(成分)进行准确、及时的检测具有十分重要的意义。

硅酸盐材料种类繁多,化学成分复杂,本单元仅以水泥、玻璃、陶瓷为对象,着重介绍其主要化学性能(成分)的常规检测操作方法。需要说明的是:

(1)本单元将水泥、玻璃、陶瓷的化学性能检测方法分成三个课题,但其相同化学成分的相同检测方法,不进行重复编写。

(2)结合本课程为操作实践课,即以训练为主、讲授为辅的特点,原理部分只作简单介绍,重点介绍操作步骤与注意事项。

(3)在操作技能测评表中,各项配分与评分标准可根据学员各不同阶段(层次、进行技术等级考核时不同等级)进行调整。

(4)各训练中所用试剂的配制方法未作介绍,读者可参阅本系列教材中《应用化学》。

(5)教学实施应在专业教室中进行。

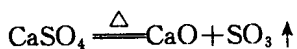
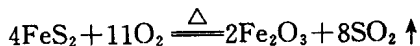
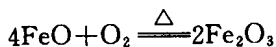
1.1 水泥化学性能常规检测操作训练

1.1.1 训练一 烧失量的测定

1.1.1.1 基本原理

烧失量是指试样在一定温度下和一定灼烧时间内,所减少的质量在试样中所占的质量百分数。

当在高温下灼烧时,试样中许多组分将发生一系列的化学变化。如有机物、硫化物和某些低价化合物被氧化;碳酸盐、硫酸盐被分解;碱金属化合物被分解;附着水、化合水、二氧化碳被排除等等。有关化学反应举例如下:



所有这些变化,都引起试样中化学组成的显著改变。由此可见,烧失量实际上是灼烧后试样中各种化学反应质量减轻和增加的代数和。

坩埚中,置于马弗炉中,从低温开始灼烧,在 950~1000℃下保持 30~40min(测定钠钙硅玻璃烧失量的灼烧温度为 550℃,灼烧 1h),取出冷却,称量。反复灼烧,直至恒量。

1.1.1.2 仪器

瓷坩埚,干燥器,高温炉,万分之一分析天平。

1.1.1.3 操作步骤

称取约 1g 试样,精确至 0.0001g,置于已灼烧至恒量的瓷坩埚中,将盖斜置于坩埚上,放在高温炉内从低温开始逐渐升高温度。在 950~1000℃下灼烧 15~20min,取出坩埚,置于干燥器中冷却至室温,称量。如此反复灼烧,直至恒量。

1.1.1.4 结果计算

(1)操作训练记录(如表 1.1)。

烧失量操作训练记录

表 1.1

数据 \ 测定次数			1	2	3	4
项目						
试料质量(g)						
恒量坩埚质量(g)	灼烧次数	1				
		2				
		3				
恒量后(坩埚+剩余物) 质量(g)	灼烧次数	1				
		2				
		3				
剩余物质量(g)						
结果(%)						
平均值(%)						

(2)结果计算

$$\text{烧失量} = \frac{m - m_1}{m} \times 100\%$$

式中 m ——灼烧前试料的质量(g);

m_1 ——灼烧后试料的质量(g)。

1.1.1.5 注意事项

(1)灼烧时应从低温逐渐升至高温,若直接将坩埚置于 950~1000℃的高温炉内,则因试样中挥发物质的猛烈排出而使试料有飞溅的可能,特别是碳酸盐含量高的试样尤为明显。

(2)烧失量的数字与灼烧的温度和时间有直接关系,因此,必须严格按照规定控制。

(3)称量时必须迅速,同时要注意使用干燥能力较强的干燥器,以免吸收空气或干燥器中

的水分而增加质量,致使分析结果偏高。

(4)测定烧失量所用瓷坩埚,应洗净后预先在 950~1000℃下灼烧至恒量,这样可防止灼烧物有可能与瓷坩埚反应而造成误差。

1.1.1.6 操作技能测评表(如表 1.2)

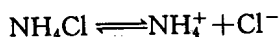
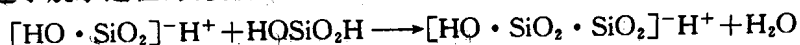
表 1.2

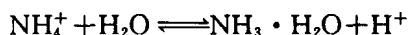
测评项目	技术要求	评分标准		得分
		配分	标准	
仪器使用	正确使用下列仪器: 1. 分析天平 2. 高温炉 3. 干燥器	30 分	1. 合乎称量规则(水平、清扫、调零、称量方法、砝码使用、读数、结束)(15 分) 2. 正确使用高温炉(10 分) 3. 正确使用干燥器(干燥剂、操作)(5 分)	
操作过程	1. 灼烧时从低温逐渐升至高温 2. 严格按照规定控制灼烧的温度和时间 3. 坩埚盖应斜置于坩埚上(坩埚应预先灼烧至恒量) 4. 应冷却称量,且称量迅速 5. 恒量	35 分	1. 灼烧不从低温开始逐渐升至高温不得分 2. 灼烧温度控制不准扣 15 分 3. 未烧至恒量扣 15 分 4. 其他一项不合乎要求扣 5 分	
数据记录与处理	1. 记录表填写 2. 数据处理	10 分	1. 认真填写记录表(2 分) 2. 数据处理正确(8 分)	
分析结果	得出正确分析结果	20 分	允许误差:普通水泥:±0.20% (生料:±0.3%),超差不得分	
文明安全操作	1. 守纪律,不发生事故,无仪器损坏 2. 保持工作台面整洁及环境卫生 3. 操作完毕,设备归还并保养	5 分	1. 达到要求得 5 分 2. 若发生责任事故扣 20~30 分	
成绩与简评				

1.1.2 训练二 氧化硅的测定(氯化铵凝聚质量法)

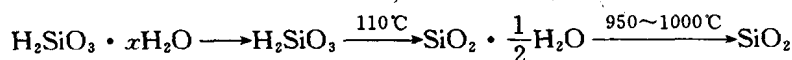
1.1.2.1 基本原理

在含硅酸的浓盐酸溶液中,加入少量的固体氯化铵,由于氯化铵的水解,夺取了硅酸颗粒中的水分,加速了脱水过程,促使含水二氧化硅由溶于水的水溶胶变为不溶于水的水凝胶:



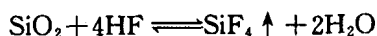


同时,在酸溶液中硅酸的质点是亲水性很强的胶体,带有负电荷。氯化铵是强电解质,有带正电荷的 NH_4^+ 存在,在加热蒸发的条件下,正负电荷中和,从而加快了硅酸的凝聚,使之产生沉淀。沉淀经过灼烧才能呈 SiO_2 状态。硅酸的脱水过程大致为:



根据灼烧至恒量的 SiO_2 质量,计算试样中 SiO_2 的百分含量。

硅酸在凝聚与沉析过程中, Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 TiO^{2+} 等离子或多或少地被吸附或包裹在硅酸沉淀的表面和内部,致使 SiO_2 的测定结果偏高。为了测得 SiO_2 的准确含量,再将灼烧至恒量的 SiO_2 在硫酸存在下,用氢氟酸处理,使 SiO_2 生成挥发性的 SiF_4 逸出。



所得残渣再于高温下灼烧至恒量,处理前后质量之差,即为 SiO_2 的准确质量。

1.1.2.2 试剂与仪器

- (1)固体试剂: NH_4Cl 、 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ 、无水 Na_2CO_3 ;
- (2)浓酸: HCl 、 HNO_3 、 HF ;
- (3) $\text{HCl}(1+1)$;
- (4) $\text{HCl}(3+97)$;
- (5) $\text{H}_2\text{SO}_4(1+4)$;
- (6)分析天平;
- (7)高温炉;
- (8)干燥器。

1.1.2.3 操作步骤

(1)水泥熟料、硅酸盐水泥和以碱性矿渣为混合材料的普通水泥或矿渣水泥试样的分析:

称取约 0.5g 试样,精确至 0.0001g,置于 100~150ml 瓷蒸发皿中,加 1g NH_4Cl ,用平头玻璃棒混匀。盖上表面皿,沿皿口滴加 2ml 浓 HCl 及 2~3 滴浓 HNO_3 ,仔细搅匀,使试料充分分解。

将蒸发皿置于沸水浴上,皿上放一个玻璃三角架,再盖上表面皿。待蒸发至近干时(约 15min)取下蒸发皿,加 10ml 热 $\text{HCl}(3+97)$,搅拌,使可溶性盐类溶解。以中速定量滤纸过滤,用胶头扫棒以热 $\text{HCl}(3+97)$ 擦洗玻璃棒及蒸发皿,并洗涤沉淀 10~12 次。滤液及洗液承接于 250ml 容量瓶中。

在沉淀上加数滴 $\text{H}_2\text{SO}_4(1+4)$,然后将沉淀连同滤纸一并移入铂坩埚中,先在电炉上以低温烘干,再升高温度使滤纸充分灰化。然后于 950~1000℃ 的高温炉内灼烧 40min,取出坩埚,待红热退去后置于干燥器中冷却 15~20min,称量。如此反复灼烧,直至恒量(m_1)。

向坩埚中加数滴水润湿沉淀,加 3 滴 $\text{H}_2\text{SO}_4(1+4)$ 和 10ml HF ,放入通风橱内电热板或砂浴上缓慢蒸发至干,升高温度继续加热至三氧化硫白烟完全逸尽。将坩埚放入 950~1000℃ 的高温炉内灼烧 30min,取出坩埚置于干燥器中冷却至室温,称量。如此反复灼烧,直至恒量(m_2)。

坩埚内残渣以 0.5gK₂S₂O₇ 熔融(于 450℃),用热水和数滴 HCl(1+1)溶出,并入分离 SiO₂ 的滤液中。然后加水稀释至标线,摇匀。此即为试验溶液(A),供测定 Fe₂O₃、Al₂O₃、TiO₂、CaO、MgO 之用。

(2)掺加酸不溶性混合材料的普通水泥或矿渣水泥、火山灰水泥、粉煤灰水泥试样的分析:

称取约 0.5g 试样,精确至 0.0001g,置于铂坩埚中,在 950~1000℃下灼烧 5min。然后将坩埚冷却,用玻璃棒仔细压碎块状物,加入 0.3g 研细的无水 Na₂CO₃,混匀。再将坩埚置于 950~1000℃下灼烧 10min,放冷。

将烧结块倒入 100~150ml 瓷蒸发皿中,加数滴水润湿。盖上表面皿,从皿口滴入 5mlHCl 及 2~3 滴 HNO₃,待反应停止后,取下表面皿,用平头玻璃棒压碎块状物,使试样充分分解。然后用 HCl(1+1)以胶头扫棒擦洗坩埚内壁数次,洗液合并于蒸发皿中(总体积以不超过 20ml 为宜)。将蒸发皿置于沸水浴上,皿上放一玻璃三角架,再盖上表面皿。蒸发至糊状后,加入 NH₄Cl,充分搅匀,然后继续在沸水浴上蒸发至近干(约 15min)。以下分析步骤同(1)。

1.1.2.4 结果计算

(1)操作训练记录(如表 1.3)。

氯化铵凝聚质量法测 SiO₂ 记录

表 1.3

数据 \ 测定次数		1	2	3	4
项目					
试料质量 $m(g)$					
未经氢氟酸处理前 恒量(坩埚+沉淀) 质量 $m_1(g)$	第一次灼烧				
	第二次灼烧				
	第三次灼烧				
用氢氟酸处理后 恒量(坩埚+残渣) 质量 $m_2(g)$	第一次灼烧				
	第二次灼烧				
	第三次灼烧				
SiO ₂ 质量 $(m_1 - m_2)(g)$					
结果(%)					
平均值(%)					

(2)试样中 SiO₂ 的百分含量按下式计算:

$$\text{SiO}_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\%$$

式中 m_1 ——灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀及坩埚质量(g);

m_2 ——用氢氟酸处理并经灼烧后残渣及坩埚的质量(g);

m ——试料的质量(g)。

1.1.2.5 注意事项

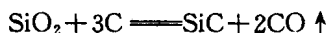
(1)盛装试料的瓷蒸发皿应预先干燥,以防止试料结块。也可用 100ml 小烧杯代替瓷蒸发

皿。

(2)用砂浴或红外线灯进行蒸发时,必须严格控制温度在 $100\sim 110^{\circ}\text{C}$,不应过高,否则由于形成难溶性碱式盐,将使二氧化硅分析结果偏高。

(3)过滤时应迅速进行,防止放置时间过久,否则因溶液温度降低,硅酸凝胶有可能形成胶冻而使过滤困难。

(4)灰化时,应将坩埚盖半开,不能使滤纸产生火焰,否则细微的 SiO_2 颗粒会因火焰的跳动而飞溅。必须将滤纸充分灰化(呈灰白色)后才能在高温下灼烧沉淀;否则高温灼烧时会生成黑色的碳化硅,给分析结果带来误差。



(5) SiO_2 沉淀在 $950\sim 1000^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中一定要烧透。置于干燥器中冷却时要确保冷至室温。每次灼烧后,冷却时间应保持一致。

(6)灼烧后的 SiO_2 很疏松,所以在用 HF 处理前加水润湿时,应用滴管沿坩埚壁缓慢加入,以防距离太高易使沉淀飞出。

(7)用 HF 处理后的残渣在用 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ 熔融时,应在低温下熔融。温度太高, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ 分解太快,使残渣熔融不完全。

(8)在工厂的例行分析中,在能满足生产控制的前提下,可以不用 HF 处理,直接将沉淀灼烧至恒量,按下式计算试样中 SiO_2 百分含量。

$$\text{SiO}_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\%$$

式中 m_1 ——灼烧至恒量后沉淀及坩埚的质量(g);

m_2 ——恒量的空坩埚的质量(g);

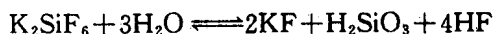
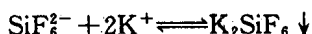
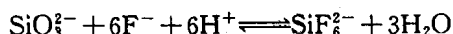
m ——试料的质量(g)。

1.1.2.6 操作技能测评表(如表 1.4)

1.1.3 训练三 氧化硅的测定(氟硅酸钾容量法)

1.1.3.1 基本原理

测定二氧化硅的氟硅酸钾容量法,是依据硅酸在有过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_6^{2-}),并进而与钾离子作用生成氟硅酸钾(K_2SiF_6)沉淀。该沉淀在热水中水解并相应生成氢氟酸,因而可用氢氧化钠溶液进行滴定,借以求得样品二氧化硅的含量。其反应方程式如下:



从上列反应中可以看出:要使反应进行完全,首先应把不溶性二氧化硅转变为可溶性的硅酸;其次要保证溶液有足够的酸度;还必须要有足够过量的氟和钾离子存在。

表 1.4

测评项目	技术要求	评分标准		得分
		配分	标准	
仪器使用	正确使用下列仪器： 1. 分析天平 2. 高温炉 3. 干燥器	30 分	1. 合乎称量规则(水平、清扫、调零、称量方法、砝码使用、读数、结束)15 分 2. 正确使用高温炉 10 分 3. 正确使用干燥器(干燥剂、操作)5 分	
试剂配制	配制所需试剂	5 分	正确配制所需试剂得 5 分	
操作过程	1. 严格按操作规程进行(温度、时间、试剂加入量等) 2. 过滤操作(滤纸、折叠、水柱形成、过滤、沉淀洗涤)规范化 3. 沉淀灰化程度及灼烧时间的掌握 4. 是否冷却称量、恒量否	30 分	1. 违反操作规程扣 15 分 2. 操作不规范扣 5 分 3. 沉淀灰化程度不完全,灼烧时间掌握不准扣 10 分 4. 未恒量扣 10 分	
数据记录与处理	1. 数据记录完整 2. 数据处理正确	10 分	1. 认真填写记录表 2 分 2. 数据处理正确 8 分	
分析结果	得出正确分析结果	20 分	允许误差: $\pm 0.25\%$, 超差不得分	
文明安全操作	1. 守纪律,不发生事故,无仪器损坏 2. 保持工作台面整洁及环境卫生 3. 操作完毕,设备归还与保养	5 分	1. 达到要求得 5 分 2. 若发生责任事故扣 20~30 分	
成绩与简评				

1.1.3.2 试剂

- (1) 固体试剂: NaOH、KCl;
- (2) 浓酸: HCl、HNO₃;
- (3) HCl(1+5);
- (4) KF 溶液(15g/100ml);
- (5) KCl 溶液(5g/100ml);
- (6) KCl-乙醇溶液(5g/100ml);
- (7) 酚酞指示剂溶液(1g/100ml);
- (8) 0.15mol/L NaOH 标准滴定溶液。

1.1.3.3 操作步骤

称取约 0.5g 试样,精确至 0.0001g,置于银坩埚中,加入 6~7g NaOH,放入高温炉中在

650~700℃的高温下熔融 20min,取出冷却,将坩埚放入已盛有 100ml 热水的烧杯中,盖上表面皿,于电炉上适当加热。待熔块完全浸出后,取出坩埚,用水洗坩埚和盖。在搅拌下经烧杯中一次加入 25mlHCl,再加入 1mlHNO₃。用热 HCl(1+5)洗净坩埚和盖,将溶液加热至沸,冷却,然后移入 250ml 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此试验溶液(B)供测定 SiO₂、Fe₂O₃、Al₂O₃、TiO₂、CaO、MgO 之用。

吸取 50ml 试验溶液(B),放入 250~300ml 塑料杯中,加入 10~15mlHNO₃,搅拌,冷却至 30℃以下,然后加入固体 KCl,仔细搅拌至饱和并有少量 KCl 析出。再加 2gKCl 及 10mlKF 溶液(15g/ml)放置 15~20min。用中速滤纸过滤,塑料杯及沉淀用 KCl 溶液(15g/100ml)洗涤 3 次。将滤纸连同沉淀取下,置于原塑料杯中,沿杯壁加入 10ml30℃以下的 KCl-乙醇溶液(5g/100ml)及 1ml 酚酞指示剂,用 0.15mol/L 的 NaOH 溶液中和未洗净的酸,仔细搅动滤纸并随之擦洗杯壁直至溶液呈红色。然后加入 200ml 沸水(煮沸并用 NaOH 溶液中和至酚酞呈微红色),用 0.15mol/L NaOH 标准滴定溶液滴定至微红色。

1.1.3.4 结果计算

(1)操作训练记录(如表 1.5)。

K₂SiF₆ 容量法测定 SiO₂ 记录

表 1.5

数据 次数	项目	试样质量 <i>m</i> (g)	分取试验 溶液体积 (ml)	消耗标准滴 定溶液体积 <i>V</i> (ml)	标准滴定溶液浓度		结果 (%)	平均值 (%)
					<i>C</i> (mol/L)	<i>T</i> (g/ml)		
1								
2								
3								
4								

(2)结果计算

试样中 SiO₂ 的百分含量按下式计算:

$$\text{SiO}_2 = \frac{CV \times \frac{1}{4} \times \frac{M_{\text{SiO}_2}}{1000} \times 5}{m} \times 100\%$$

或

$$\text{SiO}_2 = \frac{T_{\text{NaOH/SiO}_2} V \times 5}{m} \times 100\%$$

式中 *C*——NaOH 标准滴定溶液的浓度(mol/L);

*T*_{NaOH/SiO₂}——每毫升 NaOH 标准滴定溶液相当于 SiO₂ 的克数(g/ml);

V——滴定时消耗 NaOH 标准滴定溶液的体积(ml);

*M*_{SiO₂}——SiO₂ 的摩尔质量,60.08g/mol;

$\frac{1}{4}$ ——每摩尔 SiO₂ 产生 4 摩尔 HF 需相同摩尔的 NaOH 中和;

5——全部试验溶液与所分取试验溶液的体积比;

m——试料的质量(g)。

1.1.3.5 注意事项

(1) 保证测定溶液有足够的酸度。酸度应保持在 $[H^+] = 3\text{mol/L}$ 左右,若过低易形成其他盐类的氟化物沉淀而干扰测定;过高则给沉淀的洗涤和残余酸的中和带来困难。

(2) 应将试验溶液冷却至室温后,再加固体 KCl 至饱和,且加入时一定要不断地搅拌。因 HNO_3 溶样时会放热,使试验溶液温度升高,若此时加入固体 KCl 至饱和,待放置后温度下降,致使 KCl 结晶析出太多,给过滤、洗涤造成困难。

(3) 沉淀要放置一定时间(15~20min)。因 K_2SiF_6 为细小的晶形沉淀,放置一定时间可使沉淀晶体长大,便于过滤和洗涤。

(4) 严格控制沉淀、洗涤、中和残余酸时的温度,应尽可能使温度降低,以免引起 K_2SiF_6 沉淀的预先水解。若室温高于 30°C ,应将进行沉淀的塑料杯、洗涤液、中和液等放在冷水中冷却。

(5) 必须有足够过量的 F^- 、 K^+ 离子,以降低 K_2SiF_6 沉淀的溶解度。溶液中有过量的 KF 和 KCl 存在时,由于同离子效应而有利于细小 K_2SiF_6 沉淀反应进行完全。但要适当过量,否则会生成氟铝酸钾、氟钛酸钾沉淀,此沉淀也能在沸水中水解,游离出 HF,引起分析结果偏高。

(6) 用 KCl 溶液(5g/100ml)洗涤沉淀时操作应迅速,并严格控制洗涤液用量在 20~25ml,以防止 K_2SiF_6 沉淀提前水解。

(7) 残余酸的中和应迅速完成,否则 K_2SiF_6 水解,使分析结果偏低。中和时加 KCl-乙醇溶液(5g/100ml)作抑制剂可使结果准确;把包有沉淀的滤纸展开,可使包在滤纸中的残余酸迅速被中和。

(8) K_2SiF_6 沉淀水解反应是吸热反应,所以水解时水的温度愈高,体积愈大,愈有利于 K_2SiF_6 水解反应的进行。因此,加入 200ml 沸水使其水解完全,同时所用沸水须预先用 NaOH 溶液中和酚酞呈微红色,以消除水质对测定结果的影响。

(9) 滴定时的温度不应低于 70°C ,滴定速度适当加快,以防止 H_2SiO_3 参与反应使结果偏高。滴定至终点呈微红色即可,并与 NaOH 标准滴定溶液标定时的终点颜色一致,以减少滴定误差。

1.1.3.6 操作技能测评表(如表 1.6)

1.1.4 训练四 氧化铁的测定(配位滴定法)

1.1.4.1 基本原理

应用 EDTA($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$)滴定铁,是基于 Fe^{3+} 离子与 EDTA 在 pH 值为 1~2.5 时能生成稳定的配合物 FeY^- 。以磺基水杨酸钠为指示剂,在 pH 值为 2 左右时, Fe^{3+} 离子也能与磺基水杨酸根生成紫红色的配合物。但此配合物不如 FeY^- 稳定,当滴入 EDTA 标准溶液后,其中的 Fe^{3+} 离子即被 EDTA 夺去;紫红色逐渐消失,最后生成亮黄色的 FeY^- (如 Fe^{3+} 很少时无色),即到达终点。有关反应式如下:

