

电位滴定法测定氧化硅的硅羟基含量

1 前言

氧化硅是由卤硅烷在高温火焰中形成的非晶质二氧化硅，表面含有硅羟基。在制造混炼胶中，氧化硅的硅羟基含量会直接影响到混炼胶的稳定性，因此，硅羟基含量的多少成为衡量其品质的指标。硅羟基的含量是指单位质量测试样品的硅羟基的数量，以羟基质量与样品质量的百分比（wt%）表示。本实验基于硅羟基是路易斯酸，可进行离子交换反应，所以采用酸碱滴定测定其氧化硅的硅羟基含量，实验过程操作简单，数据重复性较好，也可以搭配自动进样器，省时省力。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 电位测定仪，复合 PH 电极。

2.2 试剂

盐酸溶液（0.1 mol/L），氢氧化钠溶液（0.01 mol/L），去离子水，无水乙醇，氯化钠溶液（PH=3）。

3 实验方法

3.1 实验步骤

3.1.1 氯化钠溶液的配制

准确称取分析纯氯化钠 200g，溶于 0.9mL 去离子水中，使用 0.1mol/L 的盐酸溶液将溶液调至 PH=3(±0.1)，转移至 1L 容量瓶，定容。

3.1.2 标定电极

使用 PH4.01、6.86、9.18 的缓冲溶液标定 PH 复合电极。

3.1.2 滴定

空白测定: 用量筒量取 150mL 氯化钠溶液, 和 50mL 无水乙醇, 置于 250mL 烧杯中, 置于滴定台上, 开启搅拌, 插入电极, 用氢氧化钠滴定液滴定至 PH 为 4 和 9 的终点, 记下滴定体积, 计算体积差值。

样品测定: 准确称取样品 $1.5(\pm 0.01\text{g})$, 将样品放于 250mL 烧杯中, 加入 150mL 氯化钠溶液和 50mL 无水乙醇, 开启搅拌 2min, 使其混合均匀。若 PH 高于 4, 用 0.1mol/L 盐酸溶液调节 $\text{PH} \leq 3.95$, 将烧杯放于滴定台上, 启动方法, 用 0.01mol/L 氢氧化钠滴定液滴定至 PH 为 4 和 9 的终点, 计算体积差值。

3.2 参数设置

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	10mL
快滴体积	0.2mL	慢滴体积	0.05mL
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 1	4	预控值	3.9 (延时 10s)
滴定终点 2	9	预控值	8.6 (延时 10s)

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品名称	样品编号	滴定液浓度 (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 V ₁ (mL)	空白体积 V ₀ (mL)	含量 (%)	平均值 (%)
氧化硅	1	0.01009	1.50052	2.465	1.775	0.00789	0.0079
	2		1.50291	2.485		0.00811	
	3		1.50219	2.436		0.00755	

计算公式：

$$\alpha_{(OH)} = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 17.007}{1000m} \times 100$$

式中：

α 是硅羟基的含量，质量百分数，单位是%；

V₁, V₀分别是滴定样品和空白从 PH4 到 9 所消耗的滴定液的体积；

17.007 是羟基的摩尔质量；

m 是样品的质量

4.2 结论

用 T960 全自动电位滴定仪测定氧化硅的端羟基含量的结果重复性较好，测定结果都在其标准范围内 (≤0.01%) ，T960 全自动电位滴定仪是完全满足该样品测定需求的。