

KONDUKTOMETRICKÉ STANOVENÍ SLOŽENÍ VODNÍHO SKLA

VRATISLAV BEDNAŘÍK
a MILAN VONDRUŠKA

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Fakulta technologická,
Ústav inženýrství ochrany životního prostředí, 762 72 Zlín
bednarik@ft.utb.cz

Došlo 5.4.07, přepracováno 14.6.07, přijato 22.2.08.

Klíčová slova: vodní sklo, analýza, konduktometrická
titrace

Úvod

V současné době jsme svědky intenzivního výzkumu v oblasti syntézy anorganických polymerů z přírodních hlinito-křemičitanových minerálů a přípravy nových, technicky využitelných materiálů z těchto polymerů. Všeobecně se pro označování těchto nových materiálů vžil pojem geopolymery a jejich příprava je nazývána geopolymerační¹. Jednou z nezbytných komponent geopolymerační reakční směsi je vodní sklo, čili vodný roztok alkalického křemičitanu. Pro navržení optimálního dávkování vodního skla do reakční směsi je pochopitelně užitečné znát co nejpřesněji složení používaného vodního skla, tedy obsah SiO_2 a Na_2O resp. K_2O (obecně M_2O), jak je složení vodního skla běžně udáváno výrobci. Odborná příručka jednoho z tuzemských výrobců vodních skel doporučuje pro analýzu vodního skla titrací zředěného vzorku vodního skla odměrným roztokem HCl na indikátor methylčerveň (stanovení M_2O), s následným přidavkem roztoku NaF a další titrací odměrným roztokem HCl (stanovení SiO_2)². Zmiňovaná metoda dává dle našich zkušeností dobré výsledky pro obsah M_2O , ale obsah SiO_2 stanovuje poměrně nepřesně, neboť barevná změna indikátoru při druhé titraci je velmi pozvolná a určení bodu ekvivalence je v důsledku toho nejednoznačné.

Tato práce představuje alternativní metodu pro stanovení složení vodního skla založenou na konduktometrické titraci odměrným roztokem HCl .

Experimentální část

Vodní sklo

Vzorky testovaných vodních skel pocházely od dvou tuzemských dodavatelů:

- Vodní sklo, a.s., Brno,
- Koma, s.r.o., Ústí nad Labem.

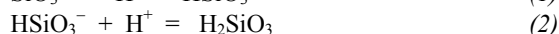
Použité přístroje

Konduktometr s automatickou teplotní korekcí (LF 3000, WTW Wissenschaftlich-Technische Werkstätten GmbH, Germany).

Analytický pracovní postup

Na analytických vahách se naváží přibližně 1–2 g vzorku vodního skla (navážka m_{vz}). Navážku je vhodné zvolit podle očekávaného obsahu SiO_2 a M_2O tak, aby spotřeby při níže popsanych titracích byly menší, než kapacita použité byrety (10 ml). Navážka vodního skla se pomocí horké převařené destilované vody kvantitativně převede do titrační nádoby, zředí se převařenou destilovanou vodou ochlazenou na 20 °C na objem cca 500 ml a titruje konduktometricky cca 2,5 M odměrným roztokem HCl . Standardizace odměrného roztoku HCl se provede na navážku primárního standardu KHCO_3 .

Při titraci vodního skla roztokem kyseliny mohou probíhat následující chemické reakce:



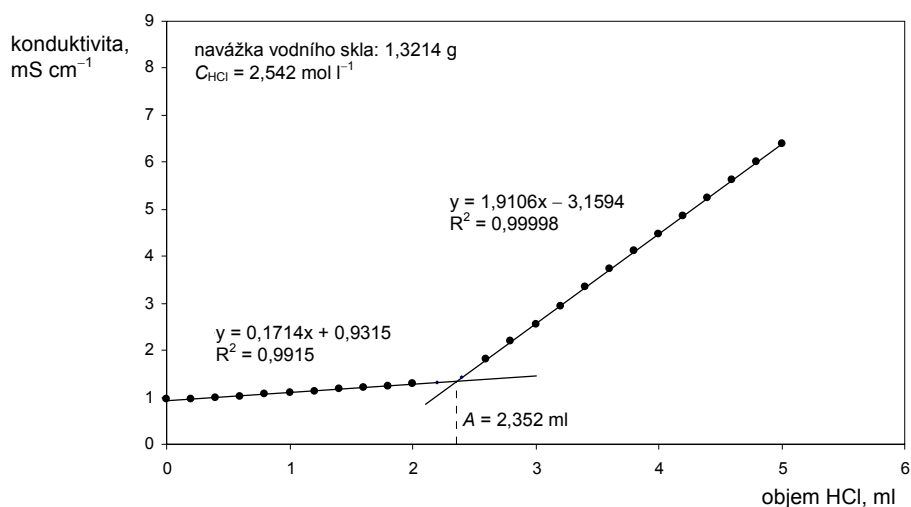
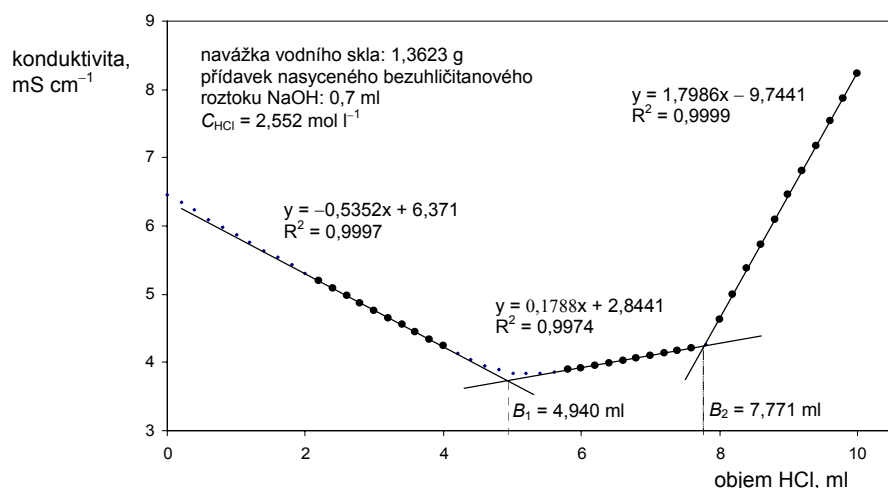
Vzhledem k tomu, že molární poměr $\text{M}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ ve vodním skle je zpravidla menší než 0,5, uplatní se při přímé titraci vodního skla pouze druhá z uvedených reakcí a na získané konduktometrické titrační křivce (obr. 1) se objeví pouze jeden zlom (spotřeba A) odpovídající celkovému obsahu M_2O ve vodním skle:

$$\% \text{M}_2\text{O} = \frac{M_{\text{M}_2\text{O}}}{2 \cdot 1000} \cdot C_{\text{HCl}} \cdot A \cdot \frac{100}{m_{\text{vz}}} \quad (3)$$

Pro stanovení obsahu SiO_2 je nutno zvýšit poměr $\text{M}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ ve vodním skle nad hodnotu 2, tj. tak, aby roztok obsahoval vedle křemičitanu rovněž volný hydroxid. To se provede přidavkem cca 1 ml bezuhlíčanového nasyceného roztoku NaOH k roztoku vodního skla před zahájením konduktometrické titrace. Na získané titrační křivce se pak objeví dva výrazné zlomy (obr. 2), z nichž první (spotřeba B_1) odpovídá vytitrování sumy OH^- a SiO_3^{2-} iontů a druhý (spotřeba B_2) odpovídá bodu ekvivalence reakce (2), tedy vytitrování iontů HSiO_3^- . Z rozdílu obou spotřeb se vypočítá obsah SiO_2 ve vodním skle:

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{M_{\text{SiO}_2}}{1 \cdot 1000} \cdot C_{\text{HCl}} \cdot (B_2 - B_1) \cdot \frac{100}{m_{\text{vz}}} \quad (4)$$

Přesné dávkování roztoku NaOH není nutno dodržovat, neboť obsah SiO_2 se určuje z rozdílu spotřeb, nikoliv z jejich absolutní hodnoty. Je vhodné velikost dávky NaOH uzpůsobit při konkrétní titraci tak, aby hledané dva body ekvivalence rozdělovaly titrační křivku na tři přibližně stejně dlouhé úseky.

Obr. 1. Ukázka konduktometrické titrační křivky vzorku vodního skla – stanovení M_2O Obr. 2. Ukázka konduktometrické titrační křivky vodního skla s přídavkem NaOH – stanovení SiO_2

Výsledky a diskuse

Při ověřování prezentované metody stanovení na různých vzorcích vodních skel se ukázalo, že přesná analýza vodního skla je komplikována nesnadností odběru homogenního reprezentativního vzorku (některá vodní skla obsahovala i pouhým okem viditelné pevné částice). Z toho důvodu bylo za účelem ověření analytické metody vybráno vodní sklo, které neobsahovalo viditelné pevné částice. Jednalo se o vodní sklo sodné, druhu 50–52°Bé. Pro ověření přesnosti prezentované metody byla provedena analýza tohoto vybraného vzorku vodního skla sedmkrát vedle sebe a výsledky jsou shrnuty v tab. I. Jak je z tabulky zřejmé, výsledky jak obsahu Na_2O , tak i SiO_2 jsou reprodukovatelné a vykazují uspokojivě nízké hodnoty variačních

koeficientů.

Správnost dosažených výsledků byla posuzována porovnáním výsledků konduktometrické titrace s výsledky žihání vzorků vodního skla uvedenými rovněž v tab. I. Za předpokladu, že vodní sklo obsahuje pouze vodu, M_2O a SiO_2 , představuje hmotnost vyžihaného vzorku vodního skla sumu hmotností M_2O a SiO_2 , která by se měla shodovat se součtem obsahů M_2O a SiO_2 určenými konduktometrickou titrací. Sečteme-li v tab. I hodnoty obsahu Na_2O a SiO_2 stanovené konduktometrickou titrací, dostáváme: $14,07\% + 31,86\% = 45,93\%$, což je hodnota velmi dobře se shodující s hmotností zbytku po žihání tohoto vzorku vodního skla činící $45,92\%$. Tato velmi dobrá shoda potvrzuje správnost výsledků prezentované analytické metody. Dle údajů výrobce má dané vodní sklo obsahovat

Tabulka I

Výsledky konduktometrického stanovení obsahů SiO_2 a Na_2O a vázkového stanovení sumy obsahu SiO_2 a Na_2O (jako zbytku po žihání) ve vodním skle ($50\text{--}52^\circ\text{Bé}$).

Vzorek	Obsah Na_2O [%]	Obsah SiO_2 [%]	Zbytek po žihání ^a [% Na_2O + % SiO_2]
1	14,07	31,92	45,87
2	14,09	31,83	45,98
3	14,13	31,94	45,91
4	14,07	31,82	45,92
5	14,02	31,86	45,91
6	14,00	31,86	45,91
7	14,09	31,79	–
Průměr	14,07	31,86	45,92
Variační koeficient, %	0,34	0,17	0,095

^a Žihání navážky vodního skla při 1000°C do konstantní hmotnosti

13,5–14,5 % Na_2O a 30,1–35,1 % SiO_2 (cit.³), což je rovněž v souladu s výsledky zjištěnými konduktometrickou titrací.

Závěr

Prezentovaná metoda analýzy chemického složení vodního skla, založená na konduktometrické titraci, poskytuje uspokojivě přesné a správné výsledky. Je proto vhodná pro praktické stanovení přesného složení vodního skla, jehož znalost je důležitá např. při aplikaci vodního skla pro geopolymery. V případě aplikace prezentované analytické metody je třeba uživatele upozornit na možnou značnou nehomogenitu vyráběných vodních skel, která značně komplikuje odběr reprezentativního vzorku.

Finanční podpora výzkumu geopolymery je poskytována MŠMT ČR, projekt č. MSM 7088352101.

LITERATURA

1. Davidovits J.: *J. Thermal Anal.* 37, 1633 (1991).
2. Antoš P., Burian A.: *Vodní sklo – výroba, struktura, vlastnosti a použití*. SILCHEM s.r.o. Ústí nad Labem-Neštětice 2002.
3. Koma s.r.o.: *Technický list: Vodní sklo sodné*. Koma, Ústí nad Labem 2007, <http://www.koma.cz/files/4TL.pdf>, staženo 2.4.2007.

V. Bednařík and M. Vondruška (*Tomas Bata University in Zlin, Faculty of Technology, Department of Environment Protection Engineering, Zlin*): **Conductometric Analysis of Water Glass**

An analytical method for determination of water glass composition by conductometric titration with HCl was developed and verified. The content of alkalis was determined by direct titration with a HCl solution; the SiO_2 content by titration after addition of a carbonate-free sodium hydroxide solution.