

88B

NEDERLANDS PROEFSTATION VOOR STROVERWERKING
TE GRONINGEN

VOLUMETRISCHE KIEZELZUUR BEPALING.

door A. Mulder

GRONINGEN, november 1956.

Dit rapport mag slechts woordelijk en in zijn geheel worden gepubliceerd, voor reclame alleen na schriftelijke toestemming.
Aanvragen om advies worden alleen behandeld op voorwaarde, dat de aanvrager afstand doet van ieder recht op aansprakelijk-
heidsstelling terzake van de inhoud van het te geven of gegeven advies.

2284438

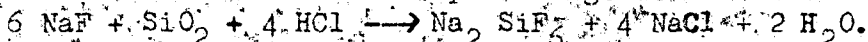
VOLUMETRISCHE KIEZELZUUR BEPALING.

door A. Mulder.

Literatuur. Ir. N.J. Faasen en Ir. F.L.J. van Lamoen: Bepaling van het loog- en silicaatgehalte in peroxyde-bleekbaden.
V.I. pamflet no 46.

Daar de gebruikelijke gravimetrische SiO_2 -bepaling in stro tamelijk tijdrovend is, en uit de resultaten, verkregen bij de ionenbalans enige twijfel rees over de betrouwbaarheid van deze methode werd besloten om bovenstaande methode uit te werken en te vergelijken met de gravimetrische, waarbij als uitgangsmateriaal een waterglasoplossing zou dienen en tevens zou worden nagegaan of deze methode bruikbaar is voor stro.

Deze methode berust op de volgende reactie:



Men maakt hierbij gebruik van een mengindicator, een mengsel van 0.1% methyleenblauw in water en 0.2% methylrood in 96% alcohol. Het voordeel van deze mengindicator, die een omslag interval van pH 5.1 - 5.4 heeft, zou zijn, dat, bij eventuele aanwezigheid van soda, rechtstreeks kan worden getitreerd. Bij het gebruik van phenolphtaleïne is dit niet mogelijk, omdat bij neutraliseren met zuur, de soda in bicarbonaat wordt omgezet, waarbij bij verdere titratie voor het bepalen van het silicaatgehalte ook zuur verbruikt wordt door het bicarbonaat. Verder werden aan de te titreren oplossing nog KCl en alcohol toegevoegd, om te bereiken dat het moeilijk oplosbare kaliumsilicofluoride neerslaat, waardoor de reactie beter afloopt en een duidelijker omslag wordt verkregen.

Bij het uitwerken van dit voorschrift op het N.F.V.S. werd als volgt gewerkt:

+ 1 gr waterglasoplossing werd aangevuld tot 100 cc, hiervan werd 20 cc gepipetteerd in een geparaffineerd bekersglas van 400 cc. Na toevoegen van 10 druppels mengindicator werd getitreerd met 0.1 N zoutzuur tot de oplossing van groen purper werd. Vervolgens werd toegevoegd 10 cc 10% NaF oplossing, 10 gr KCl en een bekende overmaat (50 cc) HCl 0.1 N. Daarna werd een gelijk volume (60 cc) alcohol 96% toegevoegd. Dan werd terug getitreerd met 0.1 N natronloog. Daar NaF alkalisch reageert ten opzichte van de mengindicator werd een blanco bepaling gedaan om het verbruik aan zuur door de gebruikte hoeveelheid NaF oplossing te bepalen.

Hierbij werden noch bij de bepaling, noch bij de blanco kloppende duplo's verkregen, de kleuromslag sleepte over + 10 cm³.

Daarom werd het volgende geprobeerd:

20 cc waterglasoplossing werd gepipetteerd in een erlenmeijer, overmaat HCl 0.1 N (10 cc) toegevoegd, uitgekookt om CO_2 te verwijderen en geneutraliseerd met loog 0.1 N. Daarna werd overgespoeld in het geparaffineerde bekersglas, 10 cc NaF oplossing, 10 gr. KCl, 40 cc overmaat HCl 0.1 N en 60 cc alcohol 96% toegevoegd en getitreerd met natronloog 0.1 N. De omslag was nu vrij duidelijk, sleepte over + 1 cm³ en de duplo's klopten.

Omdat dus toch moest worden uitgekookt, werden ook enkele titraties gedaan op phenolphtaleïne. De gevolgde methode was precies gelijk aan de boven beschrevene, de omslag was scherp en de verschillende bepalingen klopten.

Verder werd nagegaan of de vrij grote hoeveelheid alcohol ook kon worden verminderd, of geheel weggelaten. Zonder alcohol, of met 10 cm³ sleepte de omslag ook weer;

25 cc alcohol is echter voldoende om een duidelijke omslag te verkrijgen.

In onderstaande tabel zijn de gevonden waarden van de verschillende SiO_2 -bepalingen in waterglas vermeld.

Gravimetrisch was in deze waterglasoplossing 22.8% SiO_2 gevonden.

-Gevonden-

Gevonden SiO₂ gehalte in %, na uitkoken van CO₂, bij titratie op:

Mengindicator	Phenolphtaleïne met 60 cm alcohol	Phenolphtaleïne zonder alcohol	Phenolphtaleïne met 10cm alcohol	Phenolphtaleïne met 25 cm alcohol
22.1%	22.5% 22.3%	22.4%	22.7%	22.8% 22.5%
		slepende omslag		22.7%
21.6%	22.3%			
21.4%	21.9% 21.8%	21.9%		
22.5%	23.0% 22.7%	22.9%		

Uit deze cijfers blijkt, dat in oplossingen het SiO₂ gehalte met beide indicatoren vrijwel gelijk is.

Na deze resultaten werd in een stromonster (zomertarwe oogst 1955) met bekend SiO₂-gehalte (6.81% } 6.8%) getracht volgens bovenstaande methode volumetrisch het SiO₂ gehalte (6.82%) te bepalen.

Daartoe werd + 5 gr stro verkoold in een moffeloven bij + 600°C, daarna op een waterbad ingedampt met HCl en in de moffeloven verast. De as werd overgespoeld in het geparaffineerde bekerglas en na neutraliseren met enkele druppels HCl, na toevoegen van 10 cc NaF oplossing, 10 gr KCl, 40 cc HCl 0.1 N (overmaat) en 25 cm³ alcohol getitreerd met 0.1N loog. De uitkomsten van deze titraties gaven een SiO₂ gehalte van gemiddeld 0.3%.

Hieruit blijkt dat het silicaat praktisch niet oplost in de NaF oplossing, waardoor het onmogelijk is, op deze wijze in stro het SiO₂-gehalte te bepalen. Er zou nog een mogelijkheid zijn om eerst een smelt te maken, met vaste natronloog waardoor het silicaat misschien in oplossing zou gaan, maar dit zou nog bewerkelijker zijn dan de gebruikelijke gravimetrische methode, zodat dit niet werd nagegaan.

4 oktober, 1956.

A. Mulder.