

## 1.2.1.2 SiO<sub>2</sub> im Glührückstand

### Prinzip

Um reines SiO<sub>2</sub> zu erhalten, muss das Probematerial mit konz. Flusssäure mehrfach behandelt werden. Nach vorsichtigem Abdampfen wird der Rückstand bei 1000 °C geglüht, abgekühlt und gewogen.

### Geräte

Analysenwaage  
Platinschale  
Muffelofen, 1000 °C  
Exsikkator mit Silikagel und Feuchtigkeitsindikator  
Heizplatte

### Reagenzien

Flusssäure, konzentriert

### Ausführung

- eine ausreichende Menge Probematerial zunächst bei 130 °C vortrocknen
- in einen sehr gut gereinigten und vorgeglühten Platintiegel ca. 0,25 g einwiegen
- 30 min bei 1000 °C im vorgeheizten Muffelofen glühen (bei ungenügender Vortrocknung gibt es eine Verpuffung)
- Probe aus dem Ofen nehmen und 20 min in Exsikkator abkühlen
- anschließend das exakte Gewicht  $W_1$  auf 0,1 mg genau auswiegen
- ca. 3 ml konz. Flusssäure hinzufügen und 5 min einweichen lassen. Die gut durchgefuchtete Probe während 30 min eindampfen
- auf Zimmertemperatur abkühlen
- die Prozedur noch weitere Male wiederholen (es sollte kein H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> zugesetzt werden, da als Rückstand Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> entsteht und zu niedrige SiO<sub>2</sub>-Gehalte gewogen werden)  
Achtung: Es ist wichtig, dass zum Eindampfen die Probe sehr langsam erhitzt wird, da sonst das Material aufschäumt und nachher zu niedrige Werte ermittelt werden. Es empfiehlt sich, zur Erhitzung eine Heizplatte zu verwenden und die Probe auf der niedrigsten Heizstufe ganz schwach sieden zu lassen.
- nach dreimaliger Behandlung mit Flusssäure die Probe erneut bei 1000 °C für 30 min im Muffelofen glühen, anschließend aus dem Ofen nehmen, im Exsikkator abkühlen und dann das Gewicht  $W_2$  bestimmen.

### Berechnung

$$\text{SiO}_2 \text{ im Glührückstand [\%]} = \frac{(W_1 - W_2) \times 100}{W_1}$$

$W_1$  = Einwaage der Probe nach Vorbehandlung in g

$W_2$  = Auswaage der Probe nach Flusssäurebehandlung in g

### Angabe der Ergebnisse

In % mit einer Dezimalen

### Normwerte

93 bis 99 %