

ICS 71.040.40
G 76



GB/T 12149—2007

中华人民共和国国家标准

GB/T 12149—2007
代替 GB/T 12149—1989, GB/T 12150—1989, GB/T 14417—1993, GB/T 16633—1996

工业循环冷却水和锅炉用水中硅的测定

Water for industrial circulating cooling system and boiler—Determination of silica

中华人民共和国
国家标准
工业循环冷却水和锅炉用水中硅的测定
GB/T 12149—2007

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2007 年 12 月第一版 2007 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-30359 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533



GB/T 12149-2007

2007-08-13 发布

2008-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

式中：

m_1 ——从校准曲线上查出的水样中二氧化硅含量的数值，单位为毫克每升(mg/L)；
 m_0 ——从校准曲线上查出的空白试验中二氧化硅含量的数值，单位为毫克每升(mg/L)；
 V ——水样体积的数值，单位为毫升(mL)。

6.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.1 mg/L。

前 言

本标准同时代替 GB/T 12149—1989《锅炉用水和冷却水分析方法 硅的测定 铬蓝比色法》、GB/T 12150—1989《锅炉用水和冷却水分析方法 硅的测定 硅钼蓝光度法》、GB/T 14417—1993《锅炉用水和冷却水分析方法 全硅的测定》、GB/T 16633—1996《工业循环冷却水中二氧化硅含量的测定 分光光度法》。

本标准将 GB/T 12149—1989、GB/T 12150—1989、GB/T 14417—1993 和 GB/T 16633—1996 进行了合并。

本标准由中华人民共和国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)归口。

本标准起草单位：天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：白莹、朱传俊、李琳、邵宏谦。

本标准所代替标准的版本发布情况为：

——GB/T 12149—1989；

——GB/T 12150—1989；

——GB/T 14417—1993；

——GB/T 16633—1996。

5.4.2 将烧杯移入沸腾水浴锅内,继续蒸发至干。然后每次加盐酸 5 mL,重复蒸干三次。把烧杯连同蒸发残留物一同移入 150℃~155℃的烘箱中烘 2 h。

5.4.3 从烘箱中取出烧杯冷却至室温,加盐酸 5 mL 润湿残留物,加 50 mL 水,加热至 70℃~80℃,用橡皮擦棒搅拌并擦洗烧杯内壁,把粘附在壁上的沉淀擦洗下来。用中速定量滤纸趁热过滤,用热盐酸溶液洗涤沉淀物和滤纸 3~5 次,滤纸呈白色后改用 70℃~80℃ 的水继续洗至滤液无氯离子为止(用硝酸银溶液检验)。

5.4.4 将滤纸连同沉淀物置于已恒量的坩埚中,在电炉上灰化后移入高温炉中,在 950℃±50℃下灼烧至恒量。

5.4.5 对于重金属离子含量较高的水样,灼烧后沉淀物颜色不是白色时,可用氢氟酸处理,从失去质量计算全硅含量。

用铂坩埚代替瓷坩埚进行测定,向已恒量的灼烧残留物中加入硫酸 5~6 滴、氢氟酸 5 mL~10 mL,于通风橱内在低温电炉或电热板上加热处理,当白色浓烟冒完时,将铂坩埚移入高温炉,在 950℃±50℃下灼烧至恒量。

5.5 结果计算

5.5.1 灼烧残留物未经氢氟酸处理,水样中全硅含量(SiO_2)以质量浓度 ρ_3 计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(3)计算:

$$\rho_3 = \frac{m_2 - m_1}{V} \times 1000 \quad (3)$$

式中:

m_2 ——灼烧后沉淀与坩埚的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_1 ——坩埚的质量的数值,单位为毫克(mg);

V ——水样体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.5.2 灼烧残留物经氢氟酸处理,水样中全硅含量(SiO_2)以质量浓度 ρ_4 计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(4)计算:

$$\rho_4 = \frac{m_2 - m_3}{V} \times 1000 \quad (4)$$

式中:

m_2 ——灼烧后沉淀与坩埚的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_3 ——氢氟酸处理后残留物和坩埚的质量的数值,单位为毫克(mg);

V ——水样体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.5 mg/L。

6 氢氟酸转化分光光度法

6.1 原理

水样中的非活性硅经氢氟酸转化为活性硅,过量的氢氟酸用三氯化铝掩蔽后,在 27℃±5℃下,与钼酸铵作用生成硅钼黄,用还原剂将硅钼黄还原成硅钼蓝进行全硅含量测定。

6.2 试剂和材料

本方法所用试剂和水,除非另有规定,仅使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 二级水的规定。试验中所需杂质标准溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602 之规定制备。

安全提示:本标准所使用的酸具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

6.2.1 二氧化硅(优级纯)。

工业循环冷却水和锅炉用水中硅的测定

1 范围

本标准规定了工业循环冷却水、锅炉用水及天然水中硅含量的测定方法。

本标准中分光光度法适用于工业循环冷却水中可溶性硅含量为 0.1 mg/L~5 mg/L 的测定;硅酸根分析仪法适用于化学除盐水、锅炉给水、蒸汽、凝结水等锅炉用水中硅含量为 0~50 μg/L 的测定;重量法适用于工业循环冷却水及天然水中硅含量>5 mg/L 的测定;氢氟酸转化分光光度法适用于天然水中全硅含量为 0.5 mg/L~5 mg/L 的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)

3 分光光度法

3.1 原理

硅酸根与钼酸盐反应生成硅钼黄(硅钼杂多酸)。硅钼黄被 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸还原成硅钼蓝,用分光光度法测定。

3.2 试剂和材料

本方法所用试剂和水,除非另有规定,仅使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 三级水的规定。试验中所需杂质标准溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602 之规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

3.2.1 盐酸溶液:1+1。

3.2.2 草酸溶液($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$):100 g/L。

3.2.3 钼酸铵[(NH_4)₆ Mo_7O_{24} ·4 H_2O]溶液:75 g/L。

3.2.4 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸($\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$)溶液:2.5 g/L。

称取 0.5 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸,用 50 mL 含有 1 g 亚硫酸钠的水溶解。把溶液加到含有 30 g 亚硫酸氢钠的 100 mL 水中,用水稀释至 200 mL,混匀。若有混浊,则需过滤。放入暗色的塑料瓶中,贮存于冰箱中。当溶液颜色变暗或有沉淀生成时失效。

3.2.5 二氧化硅标准贮备液:1 mL 含 0.1 mg SiO_2 。

3.2.6 二氧化硅标准溶液:1 mL 含 0.01 mg SiO_2 。

移取 10.00 mL 二氧化硅标准贮备液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用时现配。

3.3 仪器和设备

一般实验室用仪器和下列仪器。

3.3.1 分光光度计:带有 1 cm 的比色皿。

3.3.2 具塞比色管:50 mL。