

中华人民共和国国家标准

锅炉用水和冷却水分析方法
全硅的测定 低含量硅氢氟酸转化法

GB 12148—89

Analysis of water used in boiler and cooling system—
Determination of total silicon—Photometric method by
conversion with hydrofluoric acid for low silicon

1 主题内容与适用范围

本标准规定了除盐水、蒸汽、锅炉给水及炉水全硅的测定方法。

本标准适用于锅炉用水分析。全硅含量范围为：每升含 $0\sim 100\mu\text{gSiO}_2$ 或每升含 $0\sim 500\mu\text{gSiO}_2$ 。

2 引用标准

GB 6903 锅炉用水和冷却水分析方法 通则

3 方法概述

水样中的非活性硅经氢氟酸转化为活性硅，过量的氢氟酸用硼酸掩蔽后，在水样温度为 $27\pm 5^\circ\text{C}$ 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测定，测定值为全硅含量。

4 试剂

4.1 二氧化硅标准溶液。

4.1.1 贮备溶液：1 mL含 0.1mgSiO_2 。

4.1.2 工作溶液 I：1 mL含 $10\mu\text{gSiO}_2$ 。将贮备液用 I 级试剂水稀释 10 倍即可。

4.1.3 工作溶液 II：1 mL含 $1\mu\text{gSiO}_2$ 。将贮备液用 I 级试剂水稀释 100 倍即可。

4.2 氢氟酸溶液（1+84）。

4.3 4% 硼酸溶液。

4.4 盐酸溶液（1+1）。

4.5 10% 草酸溶液，或 10% 酒石酸溶液。

4.6 10% 钼酸铵溶液。

4.7 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸还原剂。

5 仪器

5.1 分光光度计，附有 100mm 及 50mm 比色皿。

5.2 多孔水浴锅。

5.3 0~5 mL 有机玻璃移液管（分度值 0.5 mL）。

5.4 聚乙烯塑料杯 200 mL。

5.5 聚乙烯塑料瓶 150 mL。

6 分析步骤

6.1 0 ~ 100 $\mu\text{g/L}$ 工作曲线:

按表 1 的规定, 取二氧化硅工作液 II (1 mL 含 1 $\mu\text{g SiO}_2$) 注入聚乙烯瓶中, 并用滴定管加 I 级试剂水使其体积为 50.0 mL。控制温度在 $27 \pm 5^\circ\text{C}$ 。

表 1 每升含 0 ~ 100 $\mu\text{g SiO}_2$ 标准溶液的配制

工作溶液体积, mL	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
加试剂水体积, mL	50.0	49.0	48.0	47.0	46.0	45.0
SiO_2 浓度, $\mu\text{g/L}$	0	20	40	60	80	100

注: “0” 为试剂空白试验。

6.1.1 分别加 4% 硼酸 2 mL, 混匀, 用有机玻璃移液管准确加入氢氟酸溶液 (1 + 84) 0.5 mL, 混匀, 放置 5 min。

6.1.2 分别加盐酸 (1 + 1) 1 mL, 混匀, 加 10% 钼酸铵溶液 2 mL, 混匀放置 5 min。

6.1.3 分别加 10% 草酸 (或 10% 酒石酸) 2 mL, 混匀放置 1 mL。

6.1.4 分别加 1 - 2 - 4 酸还原剂 2 mL, 混匀, 放置 8 min。

6.1.5 以试剂水作参比, 在波长为 815 nm 处, 用 100 mm 比色皿测其吸光度值。

6.1.6 将测得的吸光度值与相应的硅含量用计算器进行回归处理, 得出回归方程后绘制回归曲线, 即为工作曲线。

6.2 0 ~ 500 $\mu\text{g/L}$ 工作曲线

按表 2 的规定, 取二氧化硅工作溶液 I (1 mL 含 10 $\mu\text{g SiO}_2$) 注入聚乙烯瓶中并用滴定管添加 I 级试剂水, 使其体积为 50.0 mL。控制温度在 $27 \pm 5^\circ\text{C}$ 。

表 2 每升含 0 ~ 500 $\mu\text{g SiO}_2$ 标准溶液的配制

工作溶液体积, mL	0.00	0.05	1.00	1.50	2.00	2.50
添加试剂水体积, mL	50.0	49.5	49.0	48.5	48.0	47.5
SiO_2 浓度, $\mu\text{g/L}$	0	100	200	300	400	500

注: “0” 为试剂空白试验。

6.2.1 按 6.1.1 ~ 6.1.4 操作步骤进行测定。

6.2.2 以试剂水作参比, 在波长为 815 nm 处, 用 50 mm 比色皿测其吸光度值。

6.2.3 将测得的吸光度值与相应的硅含量用计算器进行回归处理, 得出回归方程后绘制回归曲线, 即为工作曲线。

6.3 水样测定

准确量取 50.0 mL 的水样, 注入聚乙烯瓶中, 加盐酸溶液 (1 + 1) 1 mL, 用有机玻璃移液管准确加入氢氟酸溶液 (1 + 84) 0.5 mL 混匀, 盖紧瓶盖, 置于沸腾的水浴中加热 15 min。

6.3.1 趁热加 4% 硼酸溶液 2 mL, 待水样冷至 $27 \pm 5^\circ\text{C}$ 时 (用空试验作对比, 见 GB/T 14417—93 中 14.2.2), 加 10% 钼酸铵 2 mL, 混匀后放置 5 min。以下按 6.1.3 ~ 6.1.4 的操作步骤进行测定。