

锅炉用水和冷却水分析方法
硅的测定 硅钼蓝光度法

GB 12150—89

Analysis of water used in boiler and cooling system—Determination of silica—Photometric method by silica-molybdenum blue

1 主题内容与适用范围

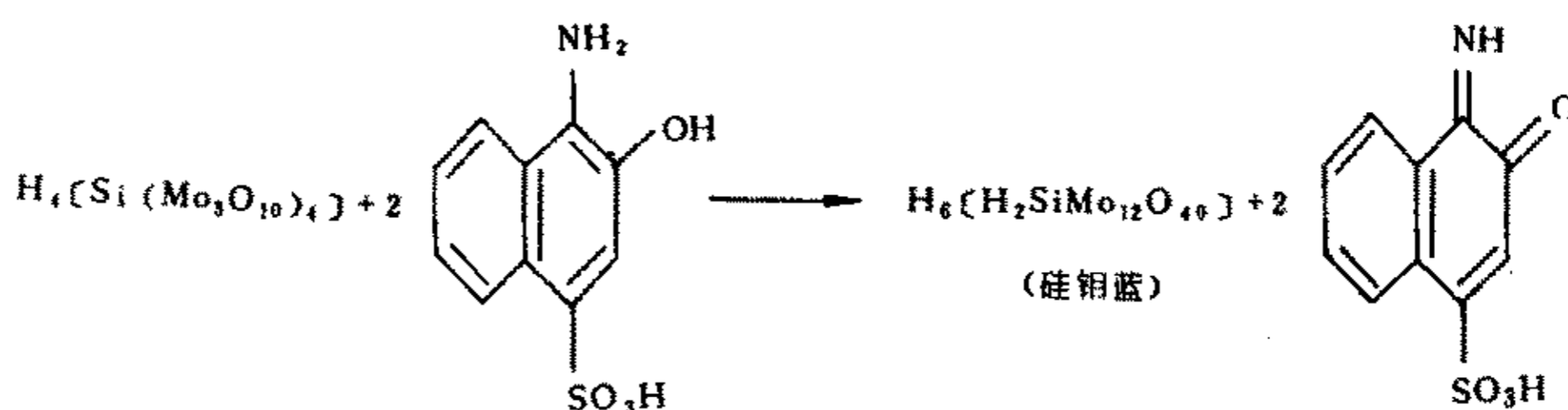
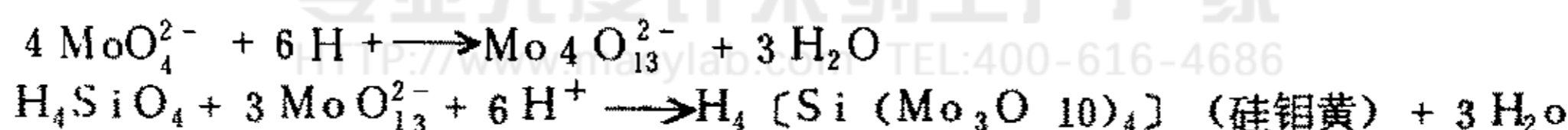
本标准规定了化学除盐水、锅炉给水、蒸汽、凝结水等的硅测定方法。
本标准适用于锅炉用水分析。硅的测定范围为：每升含 0 ~ 50 μg SiO₂。

2 引用标准

GB 6903 锅炉用水和冷却水分析方法 通则

3 方法概要

3.1 在 pH 为 1.1 ~ 1.3 条件下，水中的可溶硅与钼酸铵生成黄色硅钼络合物，用 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸（简称 1、2、4 酸）还原剂把硅钼络合物还原成硅钼蓝，用硅酸根分析仪测定其硅含量。其反应式为：



加入掩蔽剂——酒石酸或草酸可以防止水样中磷酸盐和少量铁离子的干扰。

3.2 本法的灵敏度为 2 μg/L，仪器的基本误差为满刻度 50 μg/L 的 ± 5%，即含 2.5 μg/L SiO₂。

4 试剂

4.1 硫酸钼酸铵溶液的配制：

4.1.1 称取 50g 钼酸铵 [(NH₄)₆Mo₇O₂₄ · 4H₂O] 溶于约 500 mL I 级试剂水中。

4.1.2 取 42 mL 硫酸（比重 1.84）在不断搅拌下加入到 300 mL I 级试剂水中，并冷却到室温。

将 4.1.1 配制的溶液加入到 4.1.2 配制的溶液中然后用 I 级试剂水稀释至 1 L。

4.2 10% 酒石酸溶液（质量/体积）。

4.3 10% 钼酸铵溶液（质量/体积）。

4.4 1-2-4 酸还原剂：

4.4.1 称取1.5g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸 [$\text{H}_2\text{NC}_{10}\text{H}_5(\text{OH})\text{SO}_3\text{H}$] 和7g 无水亚硫酸钠 (Na_2SO_3)，溶于约200 mL 1级试剂水中。

4.4.2 称取90g亚硫酸氢钠 (NaHSO_3)，溶于约600 mL 1级试剂水中。

将4.4.1和4.4.2两种溶液混合后用1级试剂水稀释至1 L，若遇溶液浑浊时应过滤后使用。

4.5 1.5 mol/L 硫酸溶液

以上所有试剂均应保存在聚乙烯塑料瓶中。

5 仪器

硅酸根分析仪是为测定硅而专门设计的光电比色计。为提高仪器的灵敏度和准确度，采用特制长比色皿（光程长为150 mm）；利用示差比色法原理进行测量。

示差比色法是用已知浓度的标准溶液代替空白溶液，并调节透光率为100%或0%，然后再用一般方法测定样品透过率的一种比色方法。对于过稀的溶液，可用浓度最高的标准溶液代替挡光板并调节透过率为0%，然后再测定其他标准溶液或水样的透过率；对于过浓的溶液，可用浓度最小的一个标准溶液代替空白溶液并调节透过率为100%，然后再测定其他标准溶液或水样的透过率。对于浓度过大或过小的有色溶液，采用示差比色法，可以提高分析的准确度。

6 测定方法

按仪器使用说明书要求，调整好仪器的上、下标，便可进行测定。

6.1 水样的测定：取水样100 mL注入塑料杯中，加入3 mL酸性钼酸铵溶液，混匀后放置5 min；加3 mL酒石酸溶液，混匀后放置1 min；加2 mL 1-2-4酸还原剂，混匀后放置8 min。将显色液注满比色皿，开启读数开关，仪表指示值即为水样的含硅量。

6.2 若需测定1级试剂水中的含硅量时，可采用下列两方法之一进行。

6.2.1 倒加药法： [HTTP://www.macylab.com](http://www.macylab.com) TEL:400-616-4686

a. 配制“倒加药”溶液：取100 mL 1级试剂水注入塑料杯中，先加入2 mL 1-2-4酸还原剂，摇匀，再加入3 mL酒石酸溶液，摇匀，最后加入3 mL酸性钼酸铵溶液，摇匀备用。

b. 配制“正加药”溶液：取100 mL 1级试剂水注入塑料杯中，按上述4.1水样测定步骤进行，溶液显色后备用。

c. 测定：校正好仪器上、下标，然后用倒加药溶液冲洗并注满比色皿，开启读数开关，仪表指示值应为“零”，否则用“零点调整”旋钮调至为“零”。排掉比色皿中调零溶液，同样用“正加药”溶液冲洗并注满比色皿，开启测定开关，仪表指示值即为1级试剂水的含硅量。

注：“倒加药”法就是把加酸性钼酸铵与加1-2-4酸还原剂的顺序倒换。由于1-2-4酸还原剂只能还原硅钼黄中的硅，而对不形成硅钼黄的硅则不发生作用。在有1-2-4酸还原剂存在的情况下，硅不能与钼酸铵形成硅钼黄。因此1-2-4酸还原剂加入顺序倒换后的“倒加药”溶液，只有试剂的色泽。

6.2.2 双倍试剂法：

a. 配制单倍试剂空白溶液：取100 mL 1级试剂水，加1.5 mol/L硫酸溶液1.5 mL，快速加入10%钼酸铵溶液1.5 mL，摇匀后放置5 min，加入10%酒石酸3 mL，摇匀放置1 min，加入1-2-4酸还原剂2 mL，摇匀后放置8 min备用。

b. 配制双倍试剂空白溶液：取1级试剂水93.5 mL注入塑料杯中，加1.5 mol/L硫酸溶液3 mL摇匀，快速加入10%钼酸铵3 mL，摇匀后放置5 min；加10%酒石酸6 mL，放置1 min；加1-2-4酸还原剂4 mL，摇匀放置8 min备用。

c. 测定：先用1级试剂水把仪器零点调好，将“校正片”旋钮切换到“检查”位置，调节“终点调整”旋钮，将仪表指针调到“上标”与“下标”绝对值之和处，仪器调正好后，按上述4.1水样的测定程序，先测单倍试剂空白溶液的含硅量 $[(\text{SiO}_2)_{\text{单}}]$ ，再测双倍试剂空白溶液的含硅量 $[(\text{SiO}_2)_{\text{双}}]$ 。1级试剂水的含硅 $[(\text{SiO}_2)_{\text{水}}]$ 量 ($\mu\text{g/L}$)按下式(1)计算：

$$(\text{SiO}_2)_{\text{水}} = 2 (\text{SiO}_2)_{\text{单}} - (\text{SiO}_2)_{\text{双}} \dots\dots\dots (1)$$

如果水样经过稀释，则SiO₂含量(μg/L)按式(2)计算：

$$\text{SiO}_2 = [P - (\text{SiO}_2)_{\text{水}}] \cdot 100/V \dots\dots\dots (2)$$

- 式中： P —— 仪表读数，μg/L；
 (SiO₂)_水 —— 稀释水样用的 I 级试剂水含硅量 μg/L；
 100 —— 水样稀释后的体积，mL；
 V —— 被测水样的原体积 (V < 100)，mL。

附加说明：

本标准由中华人民共和国水利电力部提出。
 本标准由水利电力部西安热工研究所技术归口。
 本标准由东北电力试验研究院起草。
 本标准起草人高执华。

