



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 12148—2006  
代替 GB 12148—1989

## 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

Methods for analysis of water for boiler and for cooling—  
Determination of total silicon—Photometric method by conversion with  
hydrofluoric acid for low silicon

2006-09-01 发布

2007-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

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/T 12148—2006

\*

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.bzcbs.com](http://www.bzcbs.com)

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 0.5 字数 8 千字

2007年2月第一版 2007年2月第一次印刷

\*

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

## 前 言

本标准代替 GB/T 12148—1989《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》。

本标准对原 GB/T 12148—1989 进行如下修改：

——增加前言；

——增加了 4.1、4.2，并修改了 4.3.1、4.3.2、4.3.3、4.5、4.6、4.7、4.8、4.9；

——在第 4 章中增加了注 1、注 2 和警告；

——5.1 中增加了波长范围及准确度值，第 5 章增加注；

——6.3 中增加了两个注；

——7.2 中将相对误差改为 5%~10%；

——对公式(2)作了修改。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由国电热工研究院归口。

本标准由山西电力科学研究院起草。

本标准起草人：张增、韩萍。

本标准于 1989 年首次发布，本次为第一次修订。

## 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

#### 1 范围

本标准规定了除盐水、蒸汽、凝结水、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:含  $\text{SiO}_2$  量(0~100) $\mu\text{g/L}$  或(0~500) $\mu\text{g/L}$ 。

#### 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 6903 锅炉用水和冷却水分析方法 通则

#### 3 原理

水样中的非活性硅经氢氟酸转化成为分子、离子态活性硅,过量的氢氟酸用掩蔽剂掩蔽后,在水样温度为  $27^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$  下,活性硅与钼酸铵作用生成硅钼黄,再用还原剂将硅钼黄还原成硅钼蓝进行测定,测定值为水样的全硅含量。

#### 4 试剂或材料

4.1 试剂纯度应符合 GB/T 6903 规定。

4.2 无硅水

宜用去离子水(混合床离子交换出水或一级阳阴离子交换出水)经金属蒸馏器蒸馏制取,或从过热蒸汽取水样,经过阳床+混合床离子交换制取。

4.3 二氧化硅标准溶液

4.3.1 贮备溶液:1 mL 含 0.1 mg  $\text{SiO}_2$ 。

可使用水中二氧化硅的有证标准物质或按下述方法制备:

将优级纯  $\text{SiO}_2$  经  $700^\circ\text{C} \sim 800^\circ\text{C}$  灼烧 30 min 后,取出放入干燥器内冷却,研细备用。将优级纯粉状无水碳酸钠经  $270^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$  焙烧 15 min 后取出放入干燥器内冷却备用。称取备用的  $\text{SiO}_2$  0.100 0 g 放入底部盛有备用碳酸钠(1.0~1.5)g 的铂坩埚内,用铂丝混匀,然后在其上覆一层碳酸钠,并盖好铂坩埚盖,放入高温炉内,由冷态升温至  $900^\circ\text{C} \sim 950^\circ\text{C}$  保持 30 min,使坩埚内的  $\text{SiO}_2$  与碳酸钠熔融,用铂坩埚钳将坩埚取出冷却。然后再将坩埚放入盛有 100 mL 热无硅水(约  $50^\circ\text{C}$ )的塑料杯内,使坩埚内熔融物全部溶解,并用热无硅水冲洗坩埚盖及坩埚内外壁。待溶液冷至室温后,将其转移至 1 000 mL 容量瓶中,用无硅水稀释之刻度并混匀(此溶液应透明,如有混浊应重新配制),然后移入塑料瓶中贮存。

4.3.2 工作溶液 I:1 mL 含 10  $\mu\text{gSiO}_2$ 。取储备液 100 mL 用无硅水稀释至 1 000 mL。

4.3.3 工作溶液 II:1 mL 含 1  $\mu\text{gSiO}_2$ 。取储备液 10 mL 用无硅水稀释至 1 000 mL。

4.4 氢氟酸溶液(1+84)

4.5 硼酸溶液(40 g/L)

4.6 盐酸溶液(1+1)

4.7 草酸溶液(100 g/L)或酒石酸溶液(100 g/L)

## 4.8 钼酸铵溶液(100 g/L)

## 4.9 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸(简称 1-2-4 酸)还原剂

4.9.1 称取 0.75 g 1-2-4 酸 $[\text{H}_2\text{NC}_{10}\text{H}_5(\text{OH})\text{SO}_3\text{H}]$ 和 3.5 g 无水亚硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ),溶于约 100 mL 无硅水中。

4.9.2 称取 45 g 亚硫酸氢钠( $\text{NaHSO}_3$ ),溶于约 300 mL 无硅水中。

4.9.3 将 4.9.1 与 4.9.2 配制的两种溶液混合,然后用无硅水稀释至 500 mL 并贮存在备用的塑料瓶中。

注 1: 本方法中所配试剂均使用无硅水。

注 2: 本方法中使用的盐酸及氢氟酸应为优级纯试剂,草酸(或酒石酸)、硼酸应为分析纯以上试剂。

警告: 氢氟酸是一种腐蚀性强、对人体有害的物质,为保证人身和设备的安全,使用氢氟酸时应遵守下列规定:

- a) 取用氢氟酸应在通风橱内进行,戴医用橡胶手套;
- b) 添加隐蔽剂前,严禁玻璃器皿与氢氟酸或加有氢氟酸的水样接触;
- c) 吸取氢氟酸的移液管应为有机玻璃移液管或自动取液器;
- d) 盛水样容器应为聚乙烯塑料瓶。

## 5 仪器

5.1 分光光度计:波长范围 200 nm~1 000 nm,准确度不小于 2.0 nm,并附有 100 mm 及 50 mm 比色皿。

5.2 多孔水浴锅

5.3 1.0 mL~5.0 mL 有机玻璃移液管,或自动取液器。

5.4 聚乙烯塑料杯 200 mL

5.5 聚乙烯塑料瓶 150 mL

注: 本方法所用的聚乙烯塑料杯、瓶,在使用前均需用盐酸(1+1)及氢氟酸(1+1)混合液浸泡 6 h~12 h 后用无硅水冲洗净后使用。对试验中常出现异常值的聚乙烯塑料杯、瓶应剔除。

## 6 分析步骤

6.1 含  $\text{SiO}_2$  量(0~100)  $\mu\text{g/L}$  工作曲线

6.1.1 按表 1 量取二氧化硅工作液 II (1 mL 含 1  $\mu\text{gSiO}_2$ )注入聚乙烯瓶中,并用滴定管加无硅水使其体积为 50.0 mL。控制温度在  $27^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 。

表 1 含  $\text{SiO}_2$  量(0~100)  $\mu\text{g/L}$  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
$\text{SiO}_2$ 浓度/( $\mu\text{g/L}$ )	0	20	40	60	80	100
注:“0”为试剂空白试样。						

6.1.2 分别加硼酸溶液 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。

6.1.3 分别加盐酸(1+1)1 mL,混匀,加钼酸铵溶液 2 mL,混匀,放置 5 min。

6.1.4 分别加草酸(或酒石酸)溶液 2 mL,混匀,放置 1 min。

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

6.1.6 以无硅水作参比,在波长 815 nm 处,用 100 mm 比色皿测其吸光度值。

6.1.7 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 含 SiO<sub>2</sub> 量(0~500)μg/L 工作曲线

6.2.1 按表 2 量取二氧化硅工作液 I (1 mL 含 10 μgSiO<sub>2</sub>) 注入聚乙烯瓶中,并用滴定管加无硅水至 50.0 mL。控制温度在 27℃±5℃。

表 2 含 SiO<sub>2</sub> 量(0~500)μg/L 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
加试剂水体积/ mL	50.0	49.5	49.0	48.5	48.0	47.5
SiO <sub>2</sub> 浓度/(μg/L)	0	100	200	300	400	500
注：“0”为试剂空白试样。						

6.2.2 按 6.1.2~6.1.5 操作步骤进行操作。

6.2.3 以无硅水作参比,在波长 815 nm 处,用 50 mm 比色皿测其吸光度值。

6.2.4 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

6.3.1 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,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,盖好瓶盖,置于沸腾的水浴中加热 15 min。

注:当水样中非活性硅含量较高时可使用氢氟酸(1+7)替代氢氟酸(1+84),也可适当减少取水样量(即<50 mL),然后再用无硅水稀释至 50 mL。

6.3.2 趁热加硼酸溶液 2 mL,待水样冷至 27℃±5℃时(用空实验作对比),其控制温度应与工作曲线控制温度一致。加钼酸铵溶液 2 mL,混匀后放置 5 min。以下按 6.1.4~6.1.5 操作步骤进行操作。

注:空白试验作对比是:取量 50 mL 无硅水注入聚乙烯瓶中并与水样测定的样品或标准溶液进行同时及相同的操作,在冷却过程中,测温只对该塑料瓶内溶液进行测定,并以此温度代表待测样品及标准溶液的温度,以减少由于测温操作对待测溶液及标准溶液的污染。

6.3.3 以无硅水作参比,在波长 815 nm 处,选择适当的比色皿(50 mm 或 100 mm)测其吸光度值。

6.3.4 根据水样的吸光度值,查工作曲线或用回归方程计算水样中含硅量。

## 7 结果的表示:

7.1 水样中含硅量  $\rho$ (μg/L)按式(1)或式(2)计算:

$$\rho = c \cdot \frac{50}{V} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

50——规定取水样体积,单位为毫升(mL);

$c$ ——从标准工作曲线上查得的 SiO<sub>2</sub> 含量,单位为微克每升(μg/L);

$V$ ——实际所取水样体积,单位为毫升(mL)。

或用回归方程计算:

$$\rho = \frac{50}{V} \cdot \frac{A-b}{a} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$A$ ——水样吸光度值;

$a$ ——回归曲线斜率;

$b$ ——回归曲线截距。

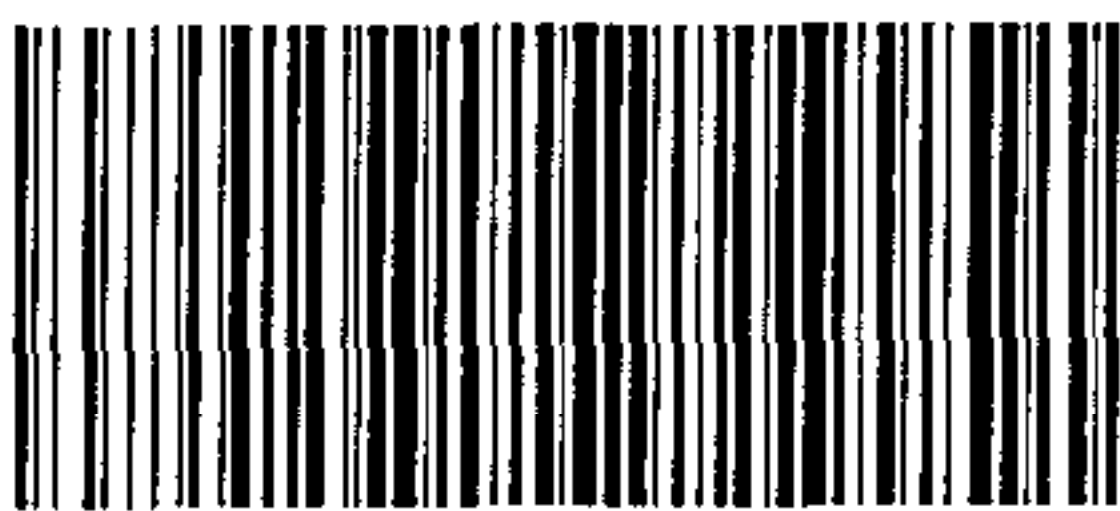
## 7.2 精密度

本标准测定全硅的相对误差为 5%~10%。

## 8 试验报告

试验报告应包括下列各项：

- 报告名称及日期；
  - 样品名称、采样点、送样人及采送样日期；
  - 注明采用本标准；
  - 水样全硅以  $\text{SiO}_2$  计， $\mu\text{g/L}$ ；
  - 试验人员及日期。
- 



GB/T 12148-2006

版权专有 侵权必究

\*

书号：155066·1-28831