

GB/T 16633—1996

前 言

在工业循环冷却水系统中,硅含量是一个重要的考虑因素。准确地知道二氧化硅的含量方可有效地控制硅垢的生成和使设备安全、稳定地运行。本标准的制订为二氧化硅含量的测定提供了准确、简便、快速的方法。

本标准非等效采用美国试验和材料协会标准 ASTM D859—80《水中二氧化硅的试验方法》。

ASTM D 859—80 规定了两种方法:重量法和硅钼蓝分光光度法。考虑到重量法的操作比较繁琐,不适应日常检测工作的需要,故本标准只规定了硅钼蓝分光光度法。本标准采用 GB/T 602—88 的规定配制二氧化硅标准溶液,不同于 ASTM 标准使用硅酸钠配制标准溶液,然后用重量法标定的方法。

本标准是对 HG/T 5—1508—85 的修订。为与国外先进标准尽可能一致,本标准保留了 HG/T 5—1508—85 中的硅钼蓝分光光度法而取消了硅钼黄分光光度法。

本标准自生效之日起,代替 HG/T 5—1508—85。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准负责起草单位:化工部天津化工研究院。

本标准主要起草人:邵宏谦、蓝成君。

中华人民共和国国家标准

工业循环冷却水中二氧化硅含量的测定 分光光度法

GB/T 16633—1996

Industrial circulating cooling water—
Determination of silica—
Spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了工业循环冷却水中二氧化硅含量的测定方法,即分光光度法。

本方法的检出范围为 0.1~5 mg/L。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 602—88 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

3 方法提要

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,可用于分光光度法测定。

4 试剂与材料

本标准所用试剂和水,在没有注明其他规定时均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

本标准中所需杂质标准溶液,在没有注明其他规定时按 GB/T 602 的规定制备。

4.1 盐酸:1+1 溶液。

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

4.3 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$:75 g/L 溶液。

4.4 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸($\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$):2.5 g/L 溶液,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。

4.5 二氧化硅标准贮备液:1 mL 含 0.1 mg SiO_2 。

4.6 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(4.5),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用时现配。

5 仪器、设备

5.1 分光光度计:带有 1 cm 的吸收池。

5.2 具塞比色管:50 mL。

6 测定步骤

6.1 工作曲线的绘制

移取二氧化硅标准溶液(4.6)0(试剂空白)、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL,分别置于50 mL比色管中,用水稀释至刻度。相应的二氧化硅量分别为0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10 mg。加入1 mL盐酸溶液和2 mL钼酸铵溶液,混匀,放置5 min。加入1.5 mL草酸溶液,混匀。1 min后加入2 mL1-氨基-2-萘酚-4-磺酸溶液,混匀,放置10 min。使用分光光度计,以试剂空白为参比,在640 nm波长处,用1 cm吸收池测定吸光度。

以测得的吸光度为纵坐标,二氧化硅的量(mg)为横坐标绘制工作曲线。

6.2 测定

用慢速滤纸过滤水样。用移液管移取一定量的过滤后的水样,置于50 mL比色管中,用水稀释至刻度。加入1 mL盐酸和2 mL钼酸铵溶液,混匀,放置5 min。加入1.5 mL草酸溶液,混匀。1 min后加入2 mL1-氨基-2-萘酚-4-磺酸溶液,混匀,放置10 min。使用分光光度计,以试剂空白为参比,在640 nm波长处,用1 cm吸收池测定吸光度。

7 分析结果的表述

以mg/L表示的二氧化硅的含量(X)按式(1)计算:

$$X = \frac{m}{V} \times 1000 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m ——根据测得的吸光度从工作曲线上查出的二氧化硅的量,mg;

V ——所取水样的体积,mL。

8 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.3 mg/L。