



中华人民共和国城镇建设行业标准

CJ/T 141—2001

城市供水 二氧化硅的测定 硅钼蓝分光光度法

Urban water supply—
Determination of silica dioxide—
Molybdosilicate blue method



2001-07-17 发布

2001-12-01 实施

中华人民共和国建设部 发布

CJ/T 141—2001

前 言

本标准由建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部给水排水产品标准化技术委员会归口。

本标准由国家城市供水水质监测网北京监测站负责起草。

本标准主要起草人：张建华、崔建华。

本标准参加验证单位：上海监测站、天津监测站、广州监测站、深圳监测站、武汉监测站、成都监测站、顺德监测站(省级)。

中华人民共和国城镇建设行业标准

城市供水 二氧化硅的测定 硅钼蓝分光光度法

CJ/T 141—2001

Urban water supply—
Determination of silica dioxide—
Molybdosilicate blue method

1 范围

本标准规定了用硅钼蓝分光光度法测定城市供水中的溶解性二氧化硅。

本标准适用于城市供水及其水源水中溶解性二氧化硅的测定。

若取 50 mL 水样,则最低检测质量浓度为 0.02 mg/L(SiO₂)。

2 方法

在 pH 值为 1.2 时,钼酸铵与二氧化硅和水中磷酸盐起反应,生成硅钼杂多酸,加入草酸可破坏磷钼酸,但不能破坏硅钼酸,用 1,2,4-氨基萘酚磺酸将硅钼杂多酸还原为硅钼蓝,其吸光度与二氧化硅浓度成正比。

3 试剂和材料

3.1 本方法所用纯水为不含二氧化硅的蒸馏水,所有试剂应保存于聚乙烯瓶中。

3.2 标准溶液

3.2.1 二氧化硅标准储备液[$\rho(\text{SiO}_2)=100 \mu\text{g}/\text{mL}$]:称取 0.100 0 g 二氧化硅(纯度为分析纯以上)置于铂坩埚中,加 0.33 g 无水碳酸钠,混匀。于 1 000℃加热至完全融化、冷却,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度贮存于聚乙烯瓶中。或购买市售标准储备液。

3.2.2 二氧化硅标准使用液[$\rho(\text{SiO}_2)=10 \mu\text{g}/\text{mL}$]:吸取二氧化硅标准储备液(3.2.1)10.00 mL,于 100 mL 容量瓶中,用纯水定容。

3.3 溶液

3.3.1 盐酸溶液(1+1)。

3.3.2 氢氧化钠溶液(8 g/L):称取 0.8 g 氢氧化钠溶于纯水中,稀释至 100 mL。

3.3.3 草酸溶液(70 g/L):称取 7 g 草酸(H₂C₂O₄·2H₂O),溶于纯水中,稀释至 100 mL。

3.3.4 1,2,4-氨基萘酚磺酸(2.5 g/L)溶液:将 30.0 g 亚硫酸氢钠(NaHSO₃)溶于 100 mL 纯水中,加入 1.0 g 亚硫酸钠(Na₂SO₃)和 0.5 g 1,2,4-氨基萘酚磺酸,[1-氨基-2-萘酚-4-磺酸(C₁₀H₉O₄NS)]溶液,溶解后稀释至 200 mL。

3.3.5 钼酸铵溶液(100 g/L):称取 10 g 钼酸铵[(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O]溶于水中,稀释至 100 mL,必要时可过滤,用氢氧化钠或氨水调 pH 至 8。

3.4 指示剂

对硝基酚指示剂(1 g/L):称取对硝基酚(NO₂C₆H₄OH)0.1 g 溶于纯水中,稀释至 100 mL。

4 仪器

4.1 具塞比色管,50 mL。

4.2 可见光分光光度计。

5 样品

采集样品应选用聚乙烯塑料瓶,在 4℃条件下保存,7 天内进行测定。

6 测定步骤

6.1 吸取适量水样(视二氧化硅含量而定)于 50 mL 具塞比色管中,用纯水稀释至 50 mL 刻度[若水样为酸性先加 3 滴对硝基酚指示剂(3.4),滴加氢氧化钠溶液(3.3.2)到恰显黄色,再用纯水稀释至 50 mL 标线]。

6.2 分别吸取 0、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 和 10.00 mL 二氧化硅标准使用液(3.2.2)于 50 mL 具塞比色管中,用纯水稀释至标线,配制成浓度为 0、0.10、0.20、0.40、0.80、1.20、1.60、2.00 mg/L 的标准系列。

6.3 向水样及标准系列中迅速连续加入盐酸(3.3.1)1.0 mL,钼酸铵溶液(3.3.5)2.0 mL,至少上下翻转 6 次使之混合均匀,放置 15 min。

注:放置时间与温度有关,温度低于 20℃时放置 30 min,温度在 30℃~35℃时放置 10 min,温度高于 35℃时,放置 5 min。

6.4 加入 2.0 mL 草酸溶液(3.3.3),充分摇匀,放置 2~15 min,加入 2.0 mL 1,2,4-氨基萘酚磺酸溶液(3.3.4)充分摇匀,放置 5 min。

6.5 在 680 nm 波长处,用 1 cm 比色皿,以纯水作参比测量样品及标准系列的吸光度。

6.6 标准曲线的绘制:以各标准溶液中所含二氧化硅的质量(μg)为横坐标,吸光值为纵坐标绘制标准曲线。

7 计算

水样中 SiO_2 质量浓度的计算见式(1):

$$\rho(\text{SiO}_2) = m/V \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m ——由标准曲线查得水样管中 SiO_2 的质量, μg ;

$\rho(\text{SiO}_2)$ ——水样中 SiO_2 质量浓度, mg/L ;

V ——水样体积, mL 。

8 精密度和准确度

由 6 个实验室用本方法测定了含 0.40 mg/L 和 12.00 mg/L 的合成水样,低浓度的相对误差为 1.2%,相对标准偏差为 6.4%,高浓度相对误差为 2.2%,相对标准偏差为 2.2%;自来水加标 0.60 mg/L,回收率为 100%,自来水加标 6.0 mg/L,回收率为 99.7%。