

地下水水质检验方法

硅钼蓝比色法测定硅酸

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硅钼兰比色法测定硅酸的方法。

本标准适用于地下水中能与钼酸铵起反应的可溶性硅酸含量的测定。测定结果以偏硅酸形式表示。最低检测量为 $3.0\mu\text{g}$ 。测定最佳浓度范围为 $0.06\sim 20\text{mg/L}$ 。

2 方法提要

在盐酸溶液 [$c(\text{HCl})=0.1\sim 0.2\text{mol/L}$] 中,可溶性硅酸与钼酸铵生成硅钼黄络合物。将酸度提高 [$c(\text{HCl})=0.3\sim 3\text{mol/L}$] 时,用抗坏血酸将硅钼黄络合物还原成硅钼蓝,借此进行比色。

3 仪器

分光光度计。

4 试剂

4.1 盐酸溶液 ($c(\text{HCl})=1\text{mol/L}$)。

4.2 钼酸铵溶液 [$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$] (50g/L)。

4.3 抗坏血酸溶液 (2g/L):称取抗坏血酸 0.2g ,先用少量蒸馏水使其溶解,再用硫酸溶液 (1+1) 稀释至 100mL (用时现配)。

4.4 二氧化硅标准贮备溶液:称取已在 950°C 灼烧过的二氧化硅粉 0.1000g 于铂坩埚中,加入无水碳酸钠 5g ,搅匀。再复盖一层碳酸钠,置于高温炉中,于 $950\sim 1000^\circ\text{C}$ 熔融 30min ,取出,冷却后,将坩埚置塑料烧杯中,并以蒸馏水浸取,冲洗坩埚,定容于 1000mL 容量瓶中,摇匀。贮存于塑料容器中。此溶液 1mL 含 0.10mg 二氧化硅。

4.5 二氧化硅标准溶液:将二氧化硅标准贮备溶液 (4.4) 稀释 10 倍,此溶液 1mL 含 $10\mu\text{g}$ 二氧化硅。

5 分析步骤

5.1 样品分析

取水样 $5\sim 50\text{mL}$ (视二氧化硅含量而定) 于 100mL 容量瓶中,加入盐酸溶液 (4.1) 7mL ,用蒸馏水稀释至约 50mL ,摇匀。加入钼酸铵溶液 (4.2) 5mL ,摇匀。放置 $15\sim 20\text{min}$,加入抗坏血酸溶液 (4.3) 10mL ,摇匀。冷后用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。放置 $1.5\sim 2.0\text{h}$,于分光光度计上波长 680nm 处,用 1cm 比色杯,以试剂空白作参比,测量吸光度。

5.2 空白试验

取 50mL 蒸馏水代替水样,按 5.1 步骤进行。

5.3 标准曲线的绘制

准确分取二氧化硅标准(4.5)0、3.0、5.0、10.0……100.0 μg 于一系列100mL容量瓶中,加蒸馏水至50mL左右,以下步骤同5.1。以二氧化硅浓度对吸光度,绘制标准曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算偏硅酸的质量浓度:

$$\text{H}_2\text{SiO}_3(\text{mg/L}) = \frac{m}{V} \times 1.3$$

式中: m ——从标准曲线上查得的二氧化硅量, μg ;

V ——所取水样体积,mL;

1.3——二氧化硅换算为偏硅酸的因数。

7 精密度和准确度

同一实验室对矿化度为6g/L、含偏硅酸为130mg/L的水样,批内16次测定统计,相对标准偏差为0.4%。对矿化度为70mg/L、含偏硅酸为23.4mg/L的水样,批内13次测定,相对标准偏差为0.25%,回收率为98.5%~101.5%。

附 录 A
标准的有关说明
(参考件)

A1 硅钼黄络合物的生成与酸度、温度、时间均有密切的关系。在所定酸度下,当室温在 20℃ 以下时,加入钼酸铵后,需要 30min 硅钼黄络合物才能完全形成,此时,方可加入抗坏血酸溶液;当室温在 20~30℃ 时,需要 15min 后才可加入抗坏血酸溶液;而当室温在 30℃ 以上时,只需要 7~10min 就可加入抗坏血酸溶液。本法给定 15~20min。

A2 硅钼蓝很稳定,在 10h 内颜色强度不变。

A3 铁对本法无干扰。

附加说明:

本标准由地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部水文地质工程地质研究所归口。

本标准由地质矿产部辽宁省中心实验室负责起草。

本标准主要起草人王裕宣。