

## HZ-HJ-SZ-0148

### 水质—二氧化硅的测定—硅钼蓝光度法

#### 1 范围

本法最小检出浓度为  $40\text{ }\mu\text{g/L}$  二氧化硅，检出上限  $2\text{mg/L}$  二氧化硅。

色度及浊度干扰测定，可以采用补偿法(不加钼酸铵的水样为参比)予以消除。

丹宁，大量的铁、硫化物和磷酸盐干扰测定，加入草酸能破坏磷钼酸，消除其干扰并降低丹宁的干扰。在测定条件下，加入草酸( $3\text{mg/mL}$ )，样品中含铁  $20\text{mg/L}$ ；硫化物  $10\text{mg/L}$ ；磷酸盐  $0.8\text{mg/L}$ ；丹宁酸  $30\text{mg/L}$  以下时，不干扰测定。

样品贮存及试验过程中尽量少与玻璃器皿接触。用玻璃器皿时，应先进行全程序空白试验，用扣除空白的方法消除玻璃器皿的影响。

#### 2 原理

硅钼酸盐光度法原理，适用于本法。在形成黄色硅钼杂多酸后，加入 1, 2, 4-氨基萘酚磺酸还原剂时，被还原成硅钼蓝，可提高测定的灵敏度。

#### 3 试剂

##### 3.1 还原剂

溶解  $500\text{mg}$  1-氨基-2-萘酚-4-磺酸(1-amino-2-naphthol-4-sulfonic acid)和  $1\text{g}$  亚硫酸钠于  $50\text{mL}$  水中。必要时稍加温，然后将此溶液加入含有  $30\text{g}$  亚硫酸氢钠( $\text{NaHSO}_3$ )的  $150\text{mL}$  水溶液中，过滤入聚乙烯瓶中。放入冰箱并避光保存。当发现溶液颜色变深即不宜使用。

##### 3.2 二氧化硅标准溶液

取每毫升含  $1.00\text{mg}$  二氧化硅的贮备液  $10.00\text{mL}$  移入  $1000\text{mL}$  容量瓶中，稀释到标线，用聚乙烯瓶密封保存。此溶液每毫升含  $10.0\text{ }\mu\text{g}$  二氧化硅。

其余试剂同钼酸盐比色法 (HZ-HJ-SZ-0147，水质 二氧化硅的测定 硅钼黄光度法)。

#### 4 仪器

同钼酸盐比色法 (HZ-HJ-SZ-0147，水质 二氧化硅的测定 硅钼黄光度法)。

#### 5 操作步骤

##### 5.1 校准曲线的绘制

取二氧化硅标准溶液  $0$ 、 $0.10$ 、 $0.50$ 、 $1.00$ 、 $3.00$ 、 $5.00$ 、 $7.00$ 、 $10.00\text{mL}$ ，分别移于  $50\text{mL}$  比色管中，加水稀释至标线。迅速顺次加入  $1+1$  盐酸溶液  $1.0\text{mL}$  和钼酸铵试剂  $2.0\text{mL}$ 。至少上下倒转 6 次使之混合均匀，然后放置  $5\sim 10\text{min}$ 。加入  $2.0\text{mL}$  草酸溶液，充分混匀。从加入草酸计算时间，在  $2\sim 15\text{min}$  内加入  $2.0\text{mL}$  还原剂，充分混匀。5min 后，在  $660\text{nm}$  波长处，用  $10\text{mm}$  比色皿，以水为参比，测定吸光度。经空白校正后绘制校准曲线。

##### 5.2 水样的测定

取适量清澈透明水样(或经  $0.45\text{ }\mu\text{m}$  滤膜过滤)于  $50\text{mL}$  比色管中，按与校准曲线绘制相同的操作方法进行测定。

若水样稍带颜色，则取水样两份，其中一份供测定用，另一份除不加钼酸铵试剂外，其余操作均相同。由前者测得的吸光度，减去不加钼酸铵的水样的吸光度后，查得二氧化硅含量，以消除色度的影响。

#### 6 结果计算

同硅钼黄光度法 (HZ-HJ-SZ-0147，水质 二氧化硅的测定 硅钼黄光度法)。

#### 7 精密度和准确度

人工配制的浓度为  $2.5\text{mg/L}$  的统一标样，经 7 个实验室进行验证，室内相对标准差为  $1.01\%$ ；室间相对标准差为  $4.03\%$ ；相对误差为  $-2.4\%$ ；加标回收率为  $100.6 \pm 5.26\%$ 。

对江、河、湖泊、水库 19 个样点的实际水样进行了测定，浓度范围  $0.65\sim 9.1\text{mg/L}$ ，相对

标准偏差为 0.58~5.4%；加标回收率为 93.0~104.2%。对含二氧化硅 63.40mg/L 的矿泉水，6 次测定相对标准偏差为 0.88%；加标回收率 102.5%。

注意事项：

(1) 高盐浓度的水，对色度可造成影响，使强度增加。测定此类样品时，应使用样品离子强度大致相同的标准溶液以消除其影响。

(2) 硅钼蓝最大吸收波长位于近红外区，在波长 600~815nm 范围内均可进行测定，加大波长可以提高灵敏度。

(3) 显色时间及稳定时间经实验表明，加入显色剂 15min 后即发色完全，显色溶液可继续保持稳定达 24h。

(4) 溶液的酸度对吸光度有明显影响，因此应严格按规程要求准确加入一定量盐酸溶液，使 pH 保持在 1~2。

(5) 新配制的还原剂应为浅黄色，颜色变深即不宜使用，有沉淀析出时，可经过滤后再用。还原剂应在冰箱中低温避光保存。

## 8 参考文献

《水和废水监测分析方法》编委会编，水和废水监测分析方法（第三版），pp. 343~344，中国环境科学出版社，北京，1997。