

分光光度法测定脱盐水微量二氧化硅的实践和应用

王素荣

(山西兰花煤化工有限责任公司)

摘 要:本文详细介绍了用分光光度法测量微量二氧化硅的在实际生产中的应用,有效地缓解了微量二氧化硅测量仪故障或检修期间微量二氧化硅检测难的难题,为水系统安全运行提供了可靠地保障。

关键词:分光光度法;倒加液

在化工生产中,脱盐水作为锅炉供水,对二氧化硅的指标有严格的控制,在正常运行时,一般要求混床出水和锅炉给水二氧化硅小于20微克每升,这样才能保证锅炉产汽二氧化硅指标合格,对各个等级的锅炉或者汽包的安全稳定运行和对后工序用蒸汽驱动的汽轮机组的安全稳定运行起到保障的作用。在化工厂或者各个发电厂中,测量微量二氧化硅一般采用专用的微量二氧化硅测定仪,以此来满足测量精度需求。本文所提出的是用分光光度法测定微量二氧化硅的方法,此法在二氧化硅分析仪故障、检修或者不具备二氧化硅分析仪的实验场所实现微量

二氧化硅的测量需求。

1 测定方法介绍

1.1 试验原理

PH(1.2~1.3)条件下,水中可溶性硅与钼酸盐反应生成硅钼黄,用1—2—4磺酸将硅钼黄还原成硅钼蓝,以蓝色的色度与水样中的活性二氧化硅的量成正比,达到检测的目的。

1.2 仪器与试剂

(1)721分光光度计

- (2)1+1 盐酸
- (3)10% 钼酸铵溶液
- (4)10% 酒石酸溶液
- (5)1000 $\mu\text{g/L}$ 硅标液
- (6)1.5g/L1-2-4 磺酸

1.3 仪器标定

(1)分别取 1000 $\mu\text{g/L}$ 硅标液 1;2;4;6;8;10ml 硅标液于塑料瓶,用高纯水稀释至 100ml,另取两个 100ml 高纯水做空白,一空白与各硅标液稀释液分别加 1+1 盐酸 1ml,加 10% 钼酸铵溶液 2ml 等 5min,加 10% 酒石酸溶液 3ml 等 1min,加 1.5g/L1-2-4 磺酸 2ml 等 10min。每次加试剂均混匀。另一空白按试剂倒顺序叠加做倒加液。

(2)待试剂显色完成后,在分光光度计在波长 815nm 处,以倒加试剂为空白,用 5cm 比色皿比色分别测得吸光度绘制标准曲线。

得标准曲线方程 $C=534.73A-0.71$

2 样品测定

取样液 100ml,以高纯水做空白,分别加 1+1 盐酸 1ml,加 10% 钼酸铵溶液 2ml 等 5min,加 10% 酒石酸溶液 3ml 等 1min,加 1.5g/L1-2-4 磺酸 2ml 等 10min。在波长 815nm 处用 5cm 比色皿比色测得吸光值,代入方程即得被测样液的二氧化硅值。

3 方法精密度和准确度试验结果

分别取不同水质三份水样,用二氧化硅专用测定仪和此法比较,结果如下($\mu\text{g/L}$)

分析点	2#混床出水	3#混床出水	脱盐水箱	锅炉给水	饱和蒸汽冷凝液	过热蒸汽冷凝液	10 $\mu\text{g/L}$ 硅标液
硅酸根仪	2.0	3.1	3.5	7.3	9.7	9.9	11.0

分析点	2#混床出水	3#混床出水	脱盐水箱	锅炉给水	饱和蒸汽冷凝液	过热蒸汽冷凝液	10 $\mu\text{g/L}$ 硅标液
分光光度法	2.2	2.7	3.2	6.9	9.3	10.2	10.5
	2.3	2.6	3.2	6.6	9.2	10.3	10.6
同一方法极差	0.1	0.1	0.0	0.3	0.1	0.1	0.1
不同方法差值	0.2	0.4	0.3	0.5	0.5	0.3	0.5

从以上数据说明分光光度法测量微量二氧化硅完全满足测量要求

4 测定注意事项

- (1)取样容器与分析容器用塑料瓶,尽可能不用玻璃容器以免带来结果影响
- (2)水样中存在的干扰用酒石酸来掩蔽
- (3)用倒加液空白消除了试剂水中所含二氧化硅的干扰
- (4)加试剂后要混匀严格按时间要求进行
- (5)标定所需硅标液浓度尽可能接近被测值,更能提高精度要求

5 结束语

该厂在今年微量二氧化硅仪器故障期间,因为是单台仪器,面临分析中断的现状,脱盐水混床运行无法实施监控的危险,用此法后,仍能以准确的数据监控水质安全运行,为系统安全稳定运行提供了可靠地数据保障,且此法操作简便,仪器费用低,操作过程相比微量二氧化硅分析仪能节约大量样品与样品间隔冲洗水,值得同行业推广和应用。