



中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.10 — 2012
代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 10 部分: 二氧化硅的测定

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 10: determination of silica (silica dioxide)

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言61

1 范围62

2 规范性引用文件62

3 方法概要62

4 试剂62

5 仪器63

6 分析步骤63

7 结果的表述65

8 测定结果的允许差65

前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 10 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 加入氢氟酸在水浴中加热，将胶体硅转变为活性硅，测定全硅的含量；
- 用草酸替代酒石酸作为掩蔽剂；
- 用沉淀分离方法去除铜铁离子对测试的干扰。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：安徽省电力科学研究院。

本部分主要起草人：赵炜、郑敏聪、李建华、张达光。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 10 部分：二氧化硅的测定

1 范围

本部分规定了火力发电厂垢和腐蚀产物等样品中二氧化硅含量的测定方法。

本部分适用于热力系统内聚集的水垢、盐垢、水渣和腐蚀产物中二氧化硅含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

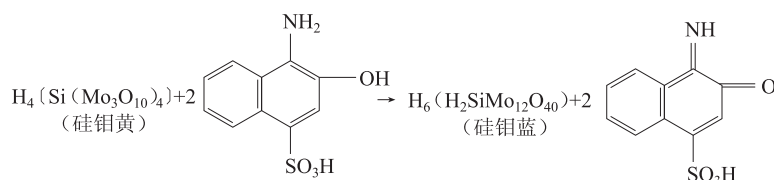
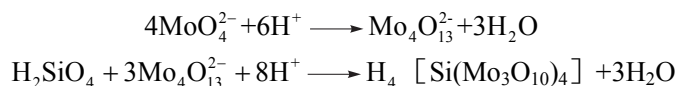
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

DL/T 502.3 火力发电厂水汽分析方法 第 3 部分：全硅的测定（氢氟酸转化分光光度法）

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 1 部分：通则

3 方法概要

已经酸化的样品加入氢氟酸后在沸腾的水浴锅上加热，氢氟酸将胶体硅转化为氟硅酸，然后加入三氯化铝，掩蔽过剩的氢氟酸并将氟硅酸解离，使之成为活性硅。活性硅与钼酸铵反应形成硅钼黄，再用 1, 2, 4 酸还原剂把硅钼黄还原成硅钼蓝。此蓝色溶液的吸光度与试样中二氧化硅的含量有关，用分光光度法测定其含量。加入草酸可防止试样中磷酸盐的干扰，防止过剩的钼酸铵被还原。试样中铜铁离子的干扰，可以通过调节样品溶液的 pH 值至中性，过滤沉淀后测试滤液的方法去除。其反应如下：



4 试剂

4.1 试剂水：应使用 GB/T 6682 规定的一级试剂水进行试样分析。

4.2 二氧化硅标准储备溶液的配制。

4.2.1 储备液（1mL 含 0.1mgSiO₂）：准确称取 0.100 0g 已研磨细并经 700℃～800℃灼烧过的二氧化硅（优级纯），与 1.0g～1.5g 已于 270℃～300℃焙烧过的粉状无水碳酸钠（优级纯）置于铂坩埚内混匀，在上面加一层碳酸钠，在冷炉状态放入高温炉升温至 900℃～950℃下熔融 30min。冷却后，将铂坩埚放入聚乙烯塑料烧杯中，用 70℃～80℃的试剂水溶解熔融物，待熔融物全部溶解后取出坩埚，以热试剂水仔细淋洗坩埚的内外壁，待溶液冷却至室温后，定量移入 1L 容量瓶中，定容，混匀后移入聚乙烯塑料瓶中储存。此溶液应完全透明，如有浑浊须重新配制。

4.2.2 二氧化硅标准溶液。

4.2.2.1 标准溶液 I (1mL 含 0.05mgSiO₂): 取储备液 (1mL 含 0.1mgSiO₂) 25.00mL, 移入 50mL 容量瓶中, 用试剂水定容。

4.2.2.2 标准溶液 II (1mL 含 0.005mgSiO₂): 取标准溶液 I (1mL 含 0.05mgSiO₂) 10.00mL, 移入 100mL 容量瓶中, 用试剂水定容 (此溶液应在使用时配制)。

4.3 氢氟酸 (HF) 溶液 (1+7): 优级纯或更高级别试剂。

4.4 三氯化铝溶液 (1mol/L): 称取结晶三氯化铝 (AlCl₃ · 6H₂O) 241g 溶于约 600mL 试剂水中, 稀释至 1L。

4.5 盐酸溶液 (1+1): 优级纯或更高级别试剂。

4.6 草酸 (H₂C₂O₄) 溶液 (100g/L)。

4.7 钼酸铵 [(NH₄)₆Mo₇O₂₄ · 4H₂O] 溶液 (100g/L)。

4.8 1-氨基-2 萘酚-4 磺酸还原剂 (简称 1, 2, 4 酸还原剂)。

4.8.1 称取 1.5g 的 1-氨基-2 萘酚-4 磺酸 (H₂NC₁₀H₅ (OH) SO₃H) 和 7g 无水亚硫酸钠 (Na₂SO₃), 溶于约 200mL 试剂水中。

4.8.2 称取 90g 亚硫酸氢钠 (NaHSO₃), 溶于约 600mL 试剂水中。

4.8.3 将 4.8.1 和 4.8.2 配制的两种溶液混合, 并用试剂水稀释至 1L。若溶液浑浊, 则应过滤后使用。将所配溶液储存于温度小于 5℃ 的冰箱中避光保存。

注: 本部分涉及的所有试剂均应储存于聚乙烯塑料瓶中。

5 仪器

5.1 分光光度计: 可在波长 660, 750nm 使用, 配有 10, 30mm 比色皿。

5.2 多孔水浴锅。

5.3 5mL 有机玻璃移液管 (分度值 0.1mL)。

5.4 10mL 移液管 (分度值 0.1mL)。

5.5 50mL 滴定管 (分度值 0.1mL)。

5.6 150mL 或 250mL 聚乙烯塑料瓶或密封聚乙烯塑料杯。

5.7 实验所用器皿应在使用前用 (1+1) 盐酸溶液进行浸泡处理, 用试剂水反复冲洗后备用。

6 分析步骤

6.1 工作曲线的绘制

6.1.1 含硅量为 0mg~0.05mg 二氧化硅样品的测定

6.1.1.1 按照表 1 的规定取二氧化硅标准溶液 II (1mL 含 0.005mgSiO₂), 注入一组聚乙烯塑料瓶中, 用滴定管添加试剂水, 使其体积为 50.0mL。

表 1 0mg~0.05mg SiO₂ 工作溶液的配制

标准溶液 II 体积 mL	0	2.00	4.00	6.00	8.00	10.00
添加试剂水体积 mL	50.0	48.0	46.0	44.0	42.0	40.0
SiO ₂ 含量 mg	0.0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050

6.1.1.2 样品瓶置于 25℃~30℃ 的水浴中至温度恒定。分别加入三氯化铝溶液 3.0mL, 摇匀, 用有机玻璃移液管准确加氢氟酸溶液 1.0mL, 摇匀, 放置 5min。

6.1.1.3 加入盐酸溶液(1+1) 1.0mL, 摇匀, 加钼酸铵溶液 2.0mL, 摇匀, 放置 5min, 加草酸溶液 2.0mL, 摇匀, 放置 1min, 再加 1, 2, 4 酸还原剂 2.0mL, 摇匀, 放置 8min。

6.1.1.4 在分光光度计上用 750nm 波长、30mm 比色皿, 以试剂水作参比测定吸光度, 根据测得的吸光度绘制工作曲线或回归方程。

6.1.2 含硅量为 0mg~0.25mg 二氧化硅样品的测定

6.1.2.1 按照表 2 的规定取二氧化硅标准溶液 I (1mL 含 0.05mgSiO₂) 注入一组聚乙烯塑料瓶中, 用滴定管添加试剂水, 使其体积为 50.0mL。

表 2 0mg~0.25mg SiO₂ 工作溶液的配制

标准溶液 I 体积 mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
添加试剂水体积 mL	50.0	49.0	48.0	47.0	46.0	45.0
SiO ₂ 含量 mg	0.0	0.050	0.10	0.15	0.20	0.25

6.1.2.2 样品瓶置于 25℃~30℃ 的水浴中至温度恒定。分别加入三氯化铝溶液 3.0mL, 摇匀, 用有机玻璃移液管准确加氢氟酸溶液 1.0mL, 摇匀, 放置 5min。

6.1.2.3 加入盐酸溶液(1+1) 1.0mL, 摇匀, 加钼酸铵溶液 2.0mL, 摇匀, 放置 5min, 加草酸溶液 2.0mL, 摇匀, 放置 1min, 再加 1, 2, 4 酸还原剂 2.0mL, 摇匀, 放置 8min。

6.1.2.4 在分光光度计上用 660nm 波长、10mm 比色皿, 以试剂水作参比测定吸光度, 根据测得的吸光度绘制工作曲线或回归方程。

6.2 试样的测定

6.2.1 试样的吸取。

6.2.1.1 直接吸取: 适用于垢和腐蚀产物中氧化铁和氧化铜的含量小于 70% 时。应根据含硅量的大小, 准确吸取多项分析试液 V_1 mL (0.5mL~5.0mL, 含 SiO₂ 小于 0.25mg), 注入聚乙烯塑料瓶中。

6.2.1.2 预处理法: 适用于垢和腐蚀产物中氧化铁和氧化铜的含量大于 70% 时。准确吸取 100mL 多项分析试液于烧杯中, 用 10% 氢氧化钠溶液和 1mol/L 盐酸溶液调整试液的 pH 值至中性 (用 pH 计控制 pH 值为 6~8), 此时样品溶液中的铜铁离子形成絮状沉淀, 静置一会儿, 用快速滤纸过滤, 滤液及沉淀洗涤滤液收集于 200mL 容量瓶中, 用试剂水定容。摇匀, 根据含硅量的大小, 准确吸取滤液 V_2 mL (5.0mL~50.0mL, 含 SiO₂ 小于 0.25mg), 注入聚乙烯塑料瓶中。

6.2.2 根据试样的吸取体积, 用滴定管添加试剂水, 使其体积为 50.0mL。加入盐酸溶液 (1+1) 1.0mL, 摇匀, 用有机玻璃移液管准确加氢氟酸溶液 1.0mL, 摇匀, 盖好瓶盖, 置于沸腾水浴锅里加热 15min。

6.2.3 将加热好的样品冷却, 置于 25℃~30℃ 的水浴中至温度恒定, 然后加入三氯化铝溶液 3.0mL, 摇匀, 放置 5min。

6.2.4 加钼酸铵溶液 2.0mL, 摇匀, 放置 5min, 加草酸溶液 2.0mL, 摇匀, 放置 1min, 再加 1, 2, 4 酸还原剂 2.0mL, 摇匀, 放置 8min。

注: 1, 2, 4 酸还原剂有强烈的刺激性气味, 也可以用 4% 的抗坏血酸 (加入量为 3.0mL) 代替, 但是抗坏血酸溶液不稳定, 宜使用时配制。

6.2.5 用分光光度计, 选择 750nm 波长、30mm 比色皿或 660nm 波长、10mm 比色皿, 以试剂水作参比测定吸光度, 根据测出的吸光度从相应的工作曲线上查出二氧化硅含量。

7 结果的表述

7.1 直接吸取多项分析试液二氧化硅的含量 X 按式 (1) 计算, 即

$$X = \frac{m_{\text{样}}}{m} \times \frac{500}{V_1} \times 100\% \tag{1}$$

式中:

- m ——垢和腐蚀产物试样的质量, mg;
- $m_{\text{样}}$ ——从工作曲线上查出 SiO_2 含量, mg;
- V_1 ——吸取多项分析试液的体积, mL;
- 500 ——垢和腐蚀产物多项分析试液的定容体积, mL。

7.2 多项分析试液经过预处理二氧化硅的含量 X 按式 (2) 计算, 即

$$X = \frac{m_{\text{样}}}{m} \times \frac{500}{V_2} \times 2 \times 100\% \tag{2}$$

式中:

- V_2 ——吸取预处理后滤液的体积, mL;
- 500 ——垢和腐蚀产物多项分析试液的定容体积, mL。

8 测定结果的允许差

测定结果的允许差如表 3 所示。

表 3 二氧化硅测定结果的允许差

含量范围 %	同一试验室 %	不同试验室 %
≤2	0.2	0.4
2~5	0.3	0.6
5~10	0.5	0.8
10~20	0.6	1.0
≥20	0.8	1.4