



ORKUSTOFNUN
Jarðhitadeild

MÆLINGAR Á SiO_2 Í JARÐHITAVATNI

Jón Benjamínsson

JBen-79/01

Júní 1979

Greinargerð

MÆLINGAR Á SiO_2 Í JARÐHITAVATNI

Jón Benjamínsson

JBen-79/01

Júní 1979

EFNISYFIRLIT

I	Hvarfefni	Bls. 2
II	Undirbúningur lausnar	" 3
III	Undirbúningur staðla	" 4
IV	Frankvæmd mælingar	" 4
V	Gravimetrisk mæling á SiO_2	" 5
VI	Viðauki	" 6
	Eðlisviðnám	
	Uppleyst efni	

1979-06

MÆLING Á SiO_2 Í JARÐHITAVATNI.

Aðferðin byggir á því að ammonium molybdat hvarfast við ein-liða kísil við pH 1,5-1,7 og myndar gulleitan kísilmólybdat complex. Litstyrkurinn er síðan mældur við 410 nm bylgjulengd á litrófsmæli og borinn saman við styrk þekktrar lausnar.

I HVARFEFNI10% Ammonium Molybdat

20 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{D}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ leyst í eimuðu vatni. Þynnt í 200 ml.

6 N Saltsýra

240 ml HCl conc. sp. gr. 1,18

200 ml eimað vatn.

1 N Saltsýra

40 ml HCl conc. sp. gr. 1,18

400 ml eimað vatn.

1 N Natriumhydroxíð

40 g NaOH

1000 ml eimað vatn.

0,1 N Joðlausn

25 g KI leyst í 10 ml af eimuðu vatni

17,7 g I_2 bætt út í og lausnin síuð.

Þynnt í 1000 ml eimaðs vatns

0,05 M Natriumthiosúlfat

1,25 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

100 ml eimað vatn.

1979-06

II UNDIRBÚNINGUR LAUSNAR

Notaðar eru 50 ml kolbur og skulu þær skolaðar vel úr eimuðu vatni fyrir notkun.

- 1) a. Ef um þynnt háhitasýni er að ræða er 10 ml sýni pípettað í kolbuna. Síðan er bætt út í 1 dropa af 0,1 N jöðlausn eða þar til sýnið litast daufrúnt. Þá er 1 dropa af 0,5 M natrium-thiosúlfati bætt út í eða þar til sýnið verður tært. Þar næst er settur um 10 ml slurkur af eimuðu vatni út í.
- 1) b. Þegar um lághitasýni er að ræða er fyrst sett um 20 ml af eimuðu vatni í kolbuna. Síðan er 10 ml af sýni pípettað úti.
- 2) 2 ml af 10% ammóníum molybdati bætt út í.
- 3) 1 ml af 6 N saltsýru bætt út í
- 4) Fyllt að merki með eimuðu vatni. Kolburnar hristar og látnar standa í 20 mínútur fyrir mælingu.

Þau sýni sem hafa verið þynnt við söfnun ber að mæla í ÞRÍTAKI.
Lághitasýni eru ýmist mæld í TVÍTAKI eða ÞRÍTAKI.

Ef vatnshiti er mjög hár og líkur á miklum kísilstyrk (>110 ppm), þarf að þynna vatnið við sýnatöku til að hindra fjölliðun (t.d. 5/55 eða 10/60 sbr. Kröflusýni). Hafi það ekki verið gert þarf að meðhöndla sýnið á eftirfarandi hátt fyrir mælingu:

- i 0,5 ml af 1 N NaOH er sett í litla platínuskál.
- ii 1-5 ml sýni pípettað úti
- iii 5 ml af eimuðu vatni bætt úti
- iiii Lok sett á skálina og hún hituð í 10 mín. á sandbaði fast að suðu
- iiiii Sýnið látið kólna og þá sett í kolbu með 20 ml af eimuðu vatni í ásamt 0,5 ml af 1 N HCl. Síðan er farið yfir í lið 2) og haldið áfram.

1979-06

III UNDIRBÚNINGUR STAÐLA

Til viðmiðunar er notuð lausn úr borholuvatni frá Spóastöðum. Við grafimetriska ákvörðun (fellingu) fékkst að Spóastaðastaðallinn inniheldur 104,5 ppm (mg/l) af SiO_2 (sjá þá aðferð síðar). Venjan er að nota 2 styrkleikalausnir t.d. 5 ml og 10 ml sem eru meðhöndlaðar eins og sýnin sbr að framan. Jafnframt er búinn til blindur, þ.e. lausn sem inniheldur einungis eimað vatn auk hvarfefna.

IV FRAMKVÆMD MÆLINGAR

Mælt er á litrófsmæli af gerðinni Perkin Elmer 2000, og notuð "flow cell".

- A. Tengja SIPPER CELL UNIT
- B. POWER sett á ON.
- C. Straumur settur á lampa tækisins.
- D. Kveikt á 0-stillingar einingunni og AUTO ZERO sett á ON:
- E. Kveikt á SIPPER CONTROLLER og sogið stillt ≈ 30 cm Hg með VACUUM ADJ. Hæfilegur sogtími (SIPPING TIME) er stilling 4. Hæfilegur mælitími (DELAY TIME) er stilling 1-2.
- F. Stillt á bylgjulengdina 410 nm og LAMP-takkinn hafður á VIS 370-900. Hæfilegt SLIT er 1,0-2,0 nm.

Tækið þarf helzt að hitna í 30 mín. fyrir notkun.

- 1) Eimað vatn er sogið upp í smástund til skolunar.
- 2) Blindur soginn upp.
- 3) CONC HIGH haft niðri og CONC skrúfað niður. Stillt þar til gegnsæið (transmission) er 100,0, en styrkurinn (concentration) 0.
- 4) %T haft niðri og stillt á 100,0 með 100% T/O ABS. Stillt þar til gegnsæið (transmission) er 100,0 en styrkurinn (concentration) 0.
- 5) Hæsta staðallausnin sogin upp og stillt á 104,5 (10 ml Spóastaðastandard) með CONC:
- 6) Blindur soginn upp og núll-stillt með AUTO ZERO. Rétt þykir að athuga í leiðinni hvort tækið sýni ekki áfram 100,0% transmission.

1979-06

- 7) Hæsta staðallausn sogin upp aftur og stillt ef á þarf að halda. Síðan eru hinar staðallausnirnar mældar hver af annari og eiga að liggja á beinni línu.
- 8) Sýni sogin upp og mæld. Staðallausn jafnframt mæld öðru hvoru.
- 9) Áður en slökkt er á tækinu er eimað vatn sogið í gegn dágóða stund.
VACUUM ADJ. skrúfað niður.
Slökkt á AUTO ZERO - einingunni.
Slökkt á lömpum.
POWER sett á OFF.
Tækið aftengt.

V GRAVIMETRISK MÆLING Á SiO₂

- 1) Eima upp 200 ml af sýni í platínuskál yfir vatnsbaði.
 - 2) Setja 20 ml 1:1 HCl á þurrefnið og þurreima aftur.
 - 3) Leysa botnfallið upp í 0,5 M HCl, skola skálina mjög vel og filtrera alla lausnina (nota Whatman medium).
 - 4) Brjóta filterpappírinn varlega saman, setja í platínudeiglu og þurrka hann og brenna í mjög veikum loga. Auka síðan logann og aska.
 - 5) Fullaska við u.þ.b. 1000°C í glæðiofni í 30 mín.
 - 6) Kæla deiglu í desiccator.
 - 7) Vigta deiglu.
-
- 8) Hella 5 ml HF varlega á botnfallið og þurreima á sandbaði.
 - 9) Glæða í ofni við 1000°C í 30 mín eftir að sýni er vel þurr-eimað.
 - 10) Kæla í desiccator
 - 11) Vigta
 - 12) $\frac{\text{mg}}{\text{Vigtun I} - \text{Vigtun II}} \times 5 = \text{SiO}_2 \text{ ppm (mg/l)}$.

1979-06

VI VIÐAUKI

Eðlisviðnám

Notuð er leiðnibrú frá Electronic Switchgear. Mælihylkið er fyrst skolað með viðeigandi sýni og síðan fyllt með sýninu þannig að bæði skautin (dökku hringirnir) séu á kafi. Við mælinguna er ON-takka haldið niðri meðan viðnámssnerill er stilltur þar til jafnvægisvísir (RANGE SELECTOR) er fyrir miðju. Er þá lesin sú tala sem snerillinn bendir á og margfölduð með hlutfalli þeirrar brúar sem valin hefur verið (efsti snerillinn) og er þá fengin μmos . Þá er hitastig lausnarinnar í hylkinu mæld.

Eðlisviðnám (í Ωm) er síðan reiknuð þannig:

$$\Omega\text{m} = \frac{10000}{\mu\text{mos}}$$

Uppleyst efni

- 1) Hrein og þurr teflon- eða platínuskál er tekin með tóng úr "desiccator" og vegin (vigtnun I).
- 2) Skálin er sett á sand- eða vatnsbað. Í henni eru þurreimaðir 100 ml af háhitasýnum, en 200 ml af lághitasýnum.
- 3) Skálin tekin af sandbaðinu. Þurrkuð neðan og sett um stund í þurrkskáp við 100°C.
- 4) Kæld í "desiccator".
- 5) Skálin vigtuð (vigtnun II).
- 6) $(\text{Vigtun II} - \text{Vigtun I}) \cdot k = \text{ppm}$
 $k = 5$ ef eimaðir eru 200 ml
 $k = 10$ ef eimaðir eru 100 ml.

Ath. Skálin skal ávallt færð til með tóng.