

Fe-mæling í litrófsgreini

Auður Ingimarsdóttir, Kristján Hrafn Sigurðsson

Greinargerð AI-KHS-86-01

Fe-MÆLING Í LITRÓFSGREINI

Hér verður lýst aðferð til magngreiningar á járni (Fe^{2+}) í vatni. Aðferðin var reynd á lághitasýnum með Cl-styrk á bilinu 10 ppm - 20.000 ppm.

Tæki: Litrófsgreinir

Aðferð:

Aðferðin byggir á því að í súrri lausn ($\text{pH} = 3,5-5,8$) myndar Fe^{2+} fjólubláan kompleks með 2,4,6-tripyrídyll-1,3,5-triazín (TPTZ). C-vítamín er notað til að afoxa Fe^{3+} yfir á tvígilt form. Réttu sýrustigi er náð með ammoníumacetat- og NaOH-lausnum. Styrkur litarkomplexins er mældur með litgreiningu við 595 nm.

Hvarfefni:

2N NaOH-lausn: Leysið 80 g NaOH í vatni og þynnið í 1 lítra.

C-vítamínlausn: Leysið 7 g C-vítamín (ascorbic-acid) í 100 ml vatns. Lausnin er stöðug svo lengi sem hún helst litlaus. Geymist í kæli.

Ammoníumacetat-lausn: Leysið 5 g af ammoníumacetati ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) í 100 ml vatns.

TPTZ-lausn: Út í 0,08 g TPTZ (2,4,6-tripyrídyll-1,3,5-triazín) er bætt 0,5 ml conc. HCl. Þynnt í 100 ml með vatni. Lausnin er stöðug svo mánuðum skiptir.

Fe-staðallausn: Útbúið 20 ppm Fe-staðallausn úr 1000 ppm stofnlausn (þynning $\times 50$). Blandið nýja lausn ~~virkilega~~ daglega. $5/250 \times 1000 = 20 \text{ ppm}$

Framkvæmd:

- Útbúið staðlaröð (0,025 ppm - 1,0 ppm) úr Fe-staðallausninni, sýrið staðlana (1 ml 6N HCl í 500 ml)
- Pípettið 25 ml skammta af stöðlum og sýrðum sýnum í 100 ml plastbrúsa.
- Bætið 0,125 ml af 2N NaOH-lausn út í, hristið.
- Bætið 0,5 ml af C-vítamínlausn út í, hristið.
- Að 30 sek. liðnum, bætið 0,5 ml af TPTZ-lausn út í,
- og 0,5 ml af ammoníum-acetat bufferlausninni. Hristið.

Sýnin eru mæld gegnum flæðisellu ("sipper") innan 1 klst. frá því að hvarfefnunum er blandað í.

Umræða:

Vert er að benda sérstaklega á nokkur atriði varðandi aðferð þessa.

Í fyrstu voru sýnin mæld í 4 sm kúvettum. Við þá mælingu þarf 2 sinnum meira magn af sýni og hvarfefnum. Aðferðin hefur þann kost að hægt er að mæla sýni með Fe-styrk niður í 0,01 ppm. Hins vegar er mælingin seinleg og þar sem litarstyrkur komplexins er háður tíma takmarkar það mjög þann fjölda sýna sem hægt er að mæla hverju sinni. Því var brugðið á það ráð að nota flæðiselluna en þar er lægsti staðall 0,025 ppm - (abs = 0,008).

Staðalkúrfan er línuleg upp í 1,00 ppm; sýni með hærri styrk Fe þarf því að þynna.

Mæliaðferðin er óháð seltu.

Ef niðurstaða mælingar virðist vafasöm, sýni litað eða undarlegt í einhverju öðru, er rétt að framkvæma svokallaða litarmælingu. Út í sýnið er þá eingöngu bætt C-vítamíni og gleypnin mæld. Litarmælingin kemur síðan til frádráttar Fe-styrk sýnisins.

Ýtrasta hreinlætis skal gæta til að forðast Fe-mengun. Verið er að mæla járn í snefilmagni og má því oft lítið út af bera svo styrkurinn tvöfaldist. Ílát skulu þvegin vandlega úr eimuðu vatni og ný ílát sýrupvegin. Ekki skal nota ílátin undir aðrar efnagreiningar. Mælt er með notkun PVC-plastvara.

Auður Ingimarsdóttir
Kristján H. Sigurðsson

Heimildir:

Grasshoff, K., Ehrhardt, M., Krenning, K. (eds.), 1983. Methods of Seawater Analysis 2nd Ed. Verlag Chemie, Weinheim, 236-239.