

## Mælingar á Rhodamin í Svartsengi

**Sigurður Ingvar Sigurðsson**

**Greinargerð SIS-84/01**

*Sigurður Ingvar Sigurðsson*

## Mælingar á Rhodamin í Svartsengi

### Inngangur

Í sumar hefur verið unnið að niðurdælingu í Svartsengi og í sambandi við hana var dælt niður Rhodamin WT í tilraunaskyni. Aðallega var tilgangurinn reyndar sá að athuga hvort Rhodaminið kæmi virkilega fram eftir niðurdælingu, þ.e. hvort það myndi þola hið háa hitastig vatnsins, brotna niður eða verða fyrir ýmsum áhrifum annarra efna eins og t.d. súlfíðs og kísils.

### Framkvæmd

Til greiningar á Rhodamin var notuð sú aðferð að mæla flúrljómun þess og var það gert á Perkin-Elmer flúrljómunarmæli sem var í láni hér á Orkustofnun frá Landsvirkjun.

Rhodamin hefur þann eiginleika að gleypa í sig ljós af ákveðinni bylgjulengd og senda frá sér ljósorkuna aftur sem ljós af lengri bylgjulengd. Flúrljómun er í réttu hlutfalli við magn gleyptrar geislunar og fyrir lágan styrk efnis einnig í hlutfalli við styrk efnisins.

Til ljósörvunar á Rhodamin WT var valin bylgjulengdin 556 nm og til mælingar bylgjulengdin 580 nm.

Þar sem samband styrks og flúrljómunar er ekki línulegt nema upp að ca. 100 ppb í styrk lausnar voru staðlar útbúnir á bilinu 1,0 ppb upp í 100,0 ppb ásamt blindum. En í blindum og til þynningar á stöðlum var notað sýni úr Svartsengi sem var tekið áður en ferlun hófst. Þar sem blindur gaf svipaða svörun og 0,1 ppb staðall var engin ástæða til að nota það veikan staðal.

Þegar byrjað er að mæla staðla og sýni er tekið fyrst núllstillt og flúrljómun blinds og staðla síðan mæld til að finna heppilegt næmni-svið. Þá er teiknað upp graf af flúrljómun sem fall af styrk Rhodamins og athugað hvort línulegt samband fæst.

Lausnir eru mældar í kvarts kúvettum, slípuðum á öllum hliðum, og verður að gæta þess að ekki séu rispúr í þeim.

Þegar sýni eru mæld verður að velja heppilegt mælisvið þannig að ljómunin sé á línulegu sviði. Ef svo er hins vegar ekki, þá verður að þynna sýnin þannig að styrkur þeirra sé undir 100 ppb. Athuga verður einnig að ljómunin er háð hitastigi lausnar og pH-gildi hennar. Gæta verður því þess að sýnin hafi næð stofuhita áður en mælt er og að pH-gildið liggja innan bilsins 5,5-11,0. Í sambandi við mælinn sjálfan má nefna það að sé breytt um næmnisvið þá vill núllpunkturinn einnig breytast, þannig að réttast er að athuga hann sé einhverju breytt á mælinum.

### Niðurstöður

Mælingarnar gengu nokkuð vel enda aðferðin sem slík nokkuð fljótvirk, þar sem ekkert þarf að meðhöndla sýnin fyrir mælingu. Þó kom í ljós að kísill féll út í sýnunum, og olli það nokkrum vandræðum við mælingar. Vildi hann setjast innan á kúvettturnar þannig að þær urðu mattar og einnig hafði hann áhrif á sýnin sem slík. Eins og sjá má á meðfylgjandi grafi fyrir niðurstöður úr holu 6, sem var næsta holan við holu 12 þar sem dælt var niður, þá kemur fram nokkur tröppugangur á milli mælinga og mikil stökk í ljómun milli sýnahópa eða þeirra safna af sýnum sem voru greind hvern einstakan dag. Innan hvers sýnahóps leið yfirleitt um einn sólarhringur frá því fyrsta sýnið var tekið og að því síðasta. T.d. má taka sýni sem tekin voru frá kl. 19.00 30/7. til kl. 12.00 31/7. og frá kl. 13.00 31/7. til kl. 15.00 1/8. Hér eru áður nefnd áhrif mjög greinileg.

Líklegar skýringar á þessu eru þær að kísillinn hafi valdið ljósdreifingu (scatter) þannig að geislun frá sýni til nema hafi ekki eingöngu verið vegna ljómunar Rhodamins heldur einnig vegna dreifingar ljóss frá fjölliðuðum kísli. Þó ætti mismunur á bylgjulengd örvunarljóss og mældrar ljósorku að koma í veg fyrir mestan hluta þessara áhrifa. Einnig má telja líklegt að í of miklu magni hafi hann byrgt að hluta fyrir önnunarljós þannig að styrkur Rhodamins hafi mælst minni en hann í raun var.

Önnur áhrif sem kísillinn gæti hafa haft eru að vegna fjölliðunar kísils og stærðar Rhodamins sameindanna hafi verkað eitthvað aðsog (absorbtion) þannig að Rhodaminið hafi fallið út með kíslinum. Að lokum má síðan nefna atriði sem gæti haft talsverð áhrif á niðurstöður en það er að Rhodaminið sjálft brotni niður vegna utanaðkomandi geislunar í þann tíma sem líður milli sýnatöku og mælingar. Gæta verður því þess að geyma bæði sýni og staðla þar sem ljós kemst ekki að.

Til að fá aðeins betri hugmynd um áðurtalin atriði var gerð smá

athugun, þar sem blandaðir voru staðlar (5,0 ppb og 10,0 ppb) annars vegar í eimuðu vatni og hinsvegar í Svartengisvatni. Staðall 2,0 ppb var einnig hafður með til hliðsjónar en hann var blandaður nýr fyrir hvern dag.

Í eftirfarandi töflu koma síðan fram niðurstöður athugunarinnar sem breyting í flúrljómun með tíma.

Staðlar		10.08.1984		
-----				
Flúrljómun				
-----				
		Tími	Í tví- eimuðu	Í Svarts- engisv.
-----				
5,0 ppb	10/8	16.20	33,7	37,3
10,0 ppb	-	-	69,0	70,7
2,0 ppb st.	-			15,1
5,0 ppb	11/8	12.45	35,9	50,1
10,0 ppb	-	-	72,0	92,3
2,0 ppb st.	-	-		15,0
5,0 ppb	13/8	9.00	37,5	53,3
10,0 ppb	-	-	76,0	97,9
2,0 ppb st.	-	-		16,0
-----				

Eins og sést í töflu þá virðist flúrljómun hækka með tíma og virðist hún hækka hlutfallslega jafn mikið bæði í 5,0 ppb staðlinum og 10,0 ppb staðlinum eða um ca 40%. Þetta er í raun mjög athyglisvert og mætti gjarnan athuga betur.

## Lokaorð

Hér á eftir verða ræddar nokkrar leiðir sem nota mátti til að bæta aðferðina sem notuð var.

Í sambandi við kísilinn sem settist innan á kúvettunna má nefna það, að besta leiðin til að ná honum af var að láta kúvettunna í sápuþað í nokkurn tíma. Einnig var hægt að nota CONC.  $H_2SO_4$  sem var nokkuð fljótvirkt en spurning er hvernig það fer með kúvettunna.

Aðeins meira mál er hins vegar að losna við hin áhrifin sem kísillinn hefur á sýnin. Að losna við kísilinn sjálfan er nokkuð erfitt þar sem ekki dugir að sía hann frá. Prófað var að sía staðla sem þynntir höfðu verið með Svartsengisvatni og kom þá í ljós að liturinn dofnaði verulega. Síupappír sem notaður var, var af stærðinni 0,22 míkróm og 0,45 míkróm. Ekki var talið mögulegt að sía kísilinn frá í gegnum venjulegan síupappír svo sem Whatman. Reyna mátti þó að veiða hreina lausn af sýni ofan af til dæmis með 5 ml sprautum.

Ein besta leiðin til að fá nokkuð góðar niðurstöður er að hafa sýnin alltaf jafn gömul þegar þau eru mæld og mæla sýnin sem fyrst eftir að þau hafa verið tekin. T.d. í þessu tilfelli í Svartsengi hefði verið betra að hafa mann á staðnum sem hefði getað greint sýnin jafnóðum og þau komu.

Við svona mælingar er einnig möguleiki að nota flæði"sellu" og sírita, en hér voru tekin stöðugt sýni úr 6 holum, svo að ekki var hægt að koma því við. Einnig mátti búast við vandræðum við slíkar mælingar vegna hugsanlegrar útfellingar kísils.

15 JHD · JEF · 2300 · J08  
84.08.0972 T

