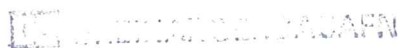




Mn-mæling á vatnssýnum með litrófsgreini

Auður Ingimarsdóttir, Kristján H. Sigurðsson

Greinargerð Aul-KHS-87-01



Mn-MÆLING Á VATNSSÝNUM MEÐ LITRÓFSGREINI

Hér verður lýst aðferð til magngreiningar á mangan (Mn) í vatni. Aðferðin var reynd á lághitasýnum frá Kalmanstjörn á Reykjanesi. Cl-styrkur sýnanna var í kringum 20.000 ppm.

Tæki: Litrófsgreinir

Aðferð:

Í basískri lausn ($\text{pH} = 10,5$) myndar mangan (II, III, IV) rauðbrúnan kompleks með formaldoxime ($\text{H}_2\text{C}=\text{NOH}$). Réttu sýrustigi er náð með citrat- og NaOH-lausnum. Styrkur litarkomplexins er mældur með litgreiningu við 450 nm.

Hvarfefni

4,5 M H_2SO_4 -lausn: Blandið 250 ml conc. H_2SO_4 varlega saman við 750 ml vatns. Látið kólna og þynnið í 1 lítra.

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

Mettuð natrium-citrat-lausn: Leysið 24 g trisodium citrate dihydrate ($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) í 40 ml vatns. Lausnin er stöðug.

Formaldoxime-lausn: Leysið 10 g hydroxylamine hydrochloride ($\text{NH}_2\text{OH HCl}$) í 80 ml vatns. Bætið í 5 ml af 35% formaldehyde-lausn (HCHO , $\rho = 1,08$ g/ml). Þynnt í 100 ml með vatni. Lausnin skal geymd á dimmum stað, hún er stöðug svo mánuðum skiptir.

Mn-staðallausn: Útbúið 20 ppm lausn Mn-staðallausn úr 1000 ppm stofn-lausn (bynning $\times 50$). Blandið nýja lausn vikulega.

Framkvæmd:

- Útbúið staðlaröð (0,05 ppm - 0,5 ppm) úr Mn-staðallausninni, sýrið staðlana (1 ml 6N HCl í 500 ml). Útbúið einnig blindan úr eimuðu vatni og sýrið.
- Pipettið 25 ml skammta af blindum, stöðlum og sýrðum sýnum í 100 ml plastbrúsa.

- c) Bætið í 0,5 ml af citrat-laun, hristið.
- d) Bætið í 0,5 ml af formaldoxime-laun, hristið.
- e) Bætið í 0,535 ml af 2N NaOH-laun, hristið.

Sýnin eru mæld í gegnum flæðisellu ("sipper") innan 1 klst. frá íblöndun hvarfefna.

Í lokin er bætt út í sýnin 0,4 ml af 4,5 M H_2SO_4 -laun og gleypnin mæld aftur. Þetta er svokölluð litarmæling og kemur hún til frádráttar Mn-styrk sýnisins.

Í aðferðalýsingu Grasshoff et al. (1983) eru sýnin mæld í 10 sm kúvettum. Til þess þarf 2 sinnum meira magn af sýni og hvarfefnum. Ef mælt er í kúvettu skal hella sýninu til baka í brúsann og framkvæma síðan litarmælingu.

Athugasemdir:

Mæliaðferðin er óháð seltu. Staðalkúrfan er línuleg upp í fáein ppm (Grasshoff et al. 1983).

Aðrir málmar þ.e. Fe, Ni, Co og Cu, mynda litaða komplexa með formaldoxime. Í aðferðalýsingu Grasshoff et al. (1983) segir að sýnin skuli hituð í 80°C til að eyða þessum samböndum að mestu, að Fe-komplexunum undanskildum. Fe-styrkurinn kemur til frádráttar Mn-styrk sýnanna. Fyrir Járn-styrk á bilinu 0-1 ppm samsvara 100 g Fe 0,015 g Mn. Fyrir járn-styrk á bilinu 1-10 ppm samsvara 100 g Fe hinsvegar 0,02 g Mn. Við efnagreiningu Kalmanstjarnarsýnanna voru nokkur sýni hituð upp í tilskilið hitastig og gleypni þeirra borin saman við gleypni óhitaðra sýna. Enginn munur kom fram.

Öll ílát skulu þvegin vandlega úr eimuðu vatni og ýtrasta hreinlætis gætt til að forðast hverskonar mengun. Ekki skal nota ílátin undir aðrar efnagreiningar. Mælt er með notkun PVC-plastvara.

Heimild

Grasshoff, K., Ehrhardt, M., Krennling, K. (eds.), 1983. Methods of Seawater Analysis 2nd Ed. Verlag Chemie, Weinheim, 239-242.