

Application Bulletin



Von Interesse für:
Mineralwasserindustrie, Heilbäder, Trinkwasseranalytik,
Laboratorien für Kesselwasserüberwachung

Nr. 45/1 d

Kolorimetrische Bestimmung von Kieselsäure

Zusammenfassung

Die Bestimmung der Kieselsäure ist sowohl in Mineralwässern wie auch in Grundwässern wichtig. Besondere Bedeutung kommt dem Kieselsäuregehalt auch in Kraftwerken zu, wo wegen der Dampflichkeit der Kieselsäure Höchstwerte nicht überschritten werden dürfen und deshalb das Kesselwasser und Kesselspeisewasser überwacht werden müssen.

Die klassische gravimetrische Methode ist aufwendig und benötigt mehrere Liter Wasser zur Analyse. Gemäss der in den "Deutschen Einheitsverfahren" verwendeten Methode lässt sich kolloidale Kieselsäure mit Natriumkarbonat aufschliessen. Fresenius und Schneider haben in einer Publikation einen kalten Aufschluss mit Flussäure-Perchlorsäure-Mischung beschrieben, der auch Kieselsäuremengen erfasst, die nach Behandlung mit Natriumkarbonat noch nicht mit Ammoniummolybdat reagieren.

1. Kieselsäurebestimmung nach "Deutschen Einheitsverfahren"

Reagenzien

- ▶ Salzsäure verdünnt (420 mL konz. HCl + 260 mL dest. Wasser)
- ▶ Oxalsäurelösung 10%
- ▶ Ammoniummolybdatlösung 10%
- ▶ Natriumkarbonat 0.25 mol/L
- ▶ Kieselsäurestandardlösung:
100 mg SiO₂ werden im Platintiegel mit 2 g Soda geschmolzen und anschliessend mit Wasser gelöst. Diese Lösung wird auf 1 Liter in einem Messkolben aufgefüllt. 1 mL enthält 100 µg SiO₂.

Alle hergestellten Lösungen sind in Kunststoff-Flaschen aufzubewahren.

Geräte

2.662.0010 Photometer mit 6.1108.010 Lichtleiter

Analyse

- ▶ 50 mL Probe werden in einem Nesslerzylinder nacheinander unter jeweiligem gutem Vermischen mit 2.5 mL Ammoniummolybdatlösung, 1 mL verdünnter Salzsäure und 1 mL Oxalsäurelösung versetzt.
 - ▶ Nach 15 min wird die Extinktion mit dem Photometer bei einer Wellenlänge von 400 nm gemessen.
- Von 0 ... 10 mg/L SiO₂ ist das Lambert-Beer'sche Gesetz erfüllt.

Berechnung

Die Berechnung erfolgt mittels einer Kalibrierkurve.

Bestimmungsgrenze

0.5 mg/L SiO₂

Bemerkungen

- ▶ Mit dieser Methode kann nur die gelöste Kieselsäure erfasst werden. Liegt ein Teil kolloidal vor, wird nach folgender Vorschrift analysiert:
50 mL Probe werden mit 10 mL Natriumkarbonat 0.25 mol/L versetzt und auf dem Wasserbad in einer Platinschale auf die Hälfte des Volumens eingedampft. Die erkaltete Probe wird mit dest. Wasser auf 50 mL aufgefüllt und wie oben beschrieben weiterbehandelt.
- ▶ Proben, die mehr als 10 mg/L SiO₂ enthalten, werden entsprechend verdünnt.
- ▶ Die Angabe der Resultate erfolgt auf 0.1 mg genau.

Kolorimetrische Bestimmung von Kieselsäure

2. Kieselsäurebestimmung nach Fresenius/Schneider

Reagenzien	<ul style="list-style-type: none"> ▶ Flussäure-Perchlorsäure-Mischung: 45 mL 40%ige Flussäure + 45 mL 70%ige Perchlorsäure + 10 mL dest. Wasser ▶ Ammoniummolybdatlösung 10% (die Lösung ist mit NaOH auf pH = 8.2 einzustellen) ▶ Natronlauge 20% ▶ Borsäure fest ▶ Salpetersäure (verdünnt 1:1) ▶ Natriumacetatlösung 1 mol/L ▶ Kieselsäurestandardlösung: 100 mg SiO₂ werden im Platintiegel mit 2 g Soda geschmolzen und anschliessend mit Wasser gelöst. Diese Lösung wird auf 1 Liter in einem Messkolben aufgefüllt. 1 mL enthält 100 µg SiO₂.
Geräte	2.662.0010 Photometer mit 6.1108.010 Lichtleiter
Analyse	<ul style="list-style-type: none"> ▶ 50 mL der Probe werden am Probenahmeort in einem Kunststoff-Fläschchen mit 2 mL der Säuremischung versetzt. ▶ Zu 10 mL dieser Lösung werden in einem Polyethylenbecher 2 mL Natronlauge und 1 g Borsäure gegeben und gut gemischt. ▶ Nach 15 min werden 5 mL Natriumacetatlösung zugegeben. Der pH-Wert sollte nun ca. 1 ... 1.2 betragen. ▶ Nach Zugabe von 10 mL Ammoniummolybdatlösung wird die Mischung in einen Nesslerzylinder überführt und auf 50 mL aufgefüllt. ▶ Nach 15 min wird mit dem Photometer 662 bei einer Wellenlänge von 400 nm die Extinktion gemessen. <p>Von 1 ... 10 mg/L SiO₂ ist das Lambert-Beer'sche Gesetz erfüllt.</p>
Berechnung	Die Berechnung erfolgt mittels einer Kalibrierkurve.
Bestimmungsgrenze	1.0 mg/L SiO ₂
Bemerkungen	<ul style="list-style-type: none"> ▶ Proben, die weniger als 1 mg/L SiO₂ enthalten, werden konzentriert, solche die mehr als 10 mg/L SiO₂ enthalten, entsprechend verdünnt.
Störungen	<p>Die beiden Methoden werden durch Phosphatgehalte > 1 mg/L P empfindlich gestört. Phosphate können nach folgender Methode entfernt werden:</p> <p style="padding-left: 20px;">Die Proben werden jeweils wie unter "Analyse" beschrieben mit den Reagenzien versetzt und gemischt. Die Mischung wird quantitativ in einen Scheidetrichter überführt, der 25 mL Benzol-Isopropanol 1:1 enthält. Nach 1 min kräftigem Schütteln wird der Phosphatmolybdatkomplex in die organische Phase überführt. Man lässt zur Schichttrennung 10 min stehen und kolorimetriert dann die wässrige Phase, wobei bei Verwendung der Methode 2 vorher auf 50 mL aufgefüllt werden muss.</p>
Literatur	<ul style="list-style-type: none"> ▶ <i>Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung</i> 3. Auflage, Verlag Chemie GmbH, Weinheim ▶ W. Fresenius, W. Schneider Fresenius, Z. Anal. Chem. <u>207</u>, 16 (1965) ▶ W. Geilmann, G. Tölg Glastech. Ber. <u>33</u>, 245 (1960)