

NILU  
Teknisk notat nr 51/73  
Referanse: IO 001271  
Dato: April 1973

BESTEMMELSE AV  
SVOVELDIOKSYD I LUFT OG SULFAT I NEDBØR

Utprøving av nefelometrisk metode

av

Jorunn Bysveen Larsen

NORSK INSTITUTT FOR LUFTFORSKNING  
POSTBOKS 15, 2007 KJELLER  
NORGE

INNHOLDSFORTEGNELSE

	Side
1 <u>INNLEDNING</u> .....	2
2 <u>ANALYSE</u> .....	2
3 <u>FAKTORER SOM VIRKER INN PÅ NØYAKTIGHETEN AV METODEN...</u>	5
4 <u>REPRODUSERBARHET</u> .....	6
5 <u>BESTEMMELSE AV SVOVELDIOKSYD I LUFT</u> .....	7
5.1 <u>Indikatorens egenskaper</u> .....	7
5.2 <u>Forsøk med inndampning av absorpsjonsløsninger..</u>	7
5.3 <u>Sammenligning av den nefelometriske metoden og         Thorin-metoden</u> .....	8
6 <u>BESTEMMELSE AV SULFAT I NEDBØR</u> .....	11
6.1 <u>Sammenligning av den nefelometriske metoden og         Thorin-metoden</u> .....	11
7 <u>SAMMENDRAG</u> .....	13
7.1 <u>Reproduserbarhet</u> .....	13
7.2 <u>Sammenligning, Thorin-metoden (Auto Analyzer) og         nefelometrisk metode</u> .....	13
8 <u>KOMMENTARER OG KONKLUSJON</u> .....	13
9 <u>LITTERATURHENVISNINGER</u> .....	14
Bilag 1 .....	15
Bilag 2 .....	20

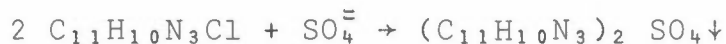
BESTEMMELSE AV  
SVOVELDIOKSYD I LUFT OG SULFAT I NEDBØR  
Utprøving av nefelometrisk metode

1 INNLEDNING

Utprøving av nefelometrisk bestemmelse av sulfat ble satt i gang etter ønske om å finne frem til en alternativ metode til Thorin-metoden.

Vi har her tatt utgangspunkt i en artikkel av William I. Stephen "A new reagent for the detection and determination of small amounts of the sulphate ion" (1).

Prinsippet ved metoden er at 2-aminoperimidinhydroklorid reagerer med sulfat i vannløsning og danner et lite løselig salt. Bunnfallet er tungt og silkehvitt med en partikkelstørrelse mindre enn 2  $\mu\text{m}$ . Suspensjonen av partiklene måles nefelometrisk. Reaksjonsligningen blir lik



Løseligheten av  $(\text{C}_{11}\text{H}_{10}\text{N}_3)_2 \text{SO}_4$  er lik 20 mg pr liter.

2 ANALYSE

Analysen er utført på samme måte som beskrevet i artikkelen til W. I. Stephen (1). Det er også blitt anvendt samme type av instrumenter. 2-aminoperimidinhydroklorid ble fremstilt av cand. real. Sverre Schjelderup ved Apothekernes Laboratorium, Oslo (se Bilag 1).

Reagens; 2-aminoperimidinhydroklorid-løsning: Løs 0,5 gram  $C_{11}H_{10}N_3Cl$  i 100 ml varmt, destillert, ionebyttet vann. Filtrér den varme løsningen gjennom et sortbåndsfiler. Oppbevar filtratet i mørk flaske med propp. Holdbar opptil 4 dager.

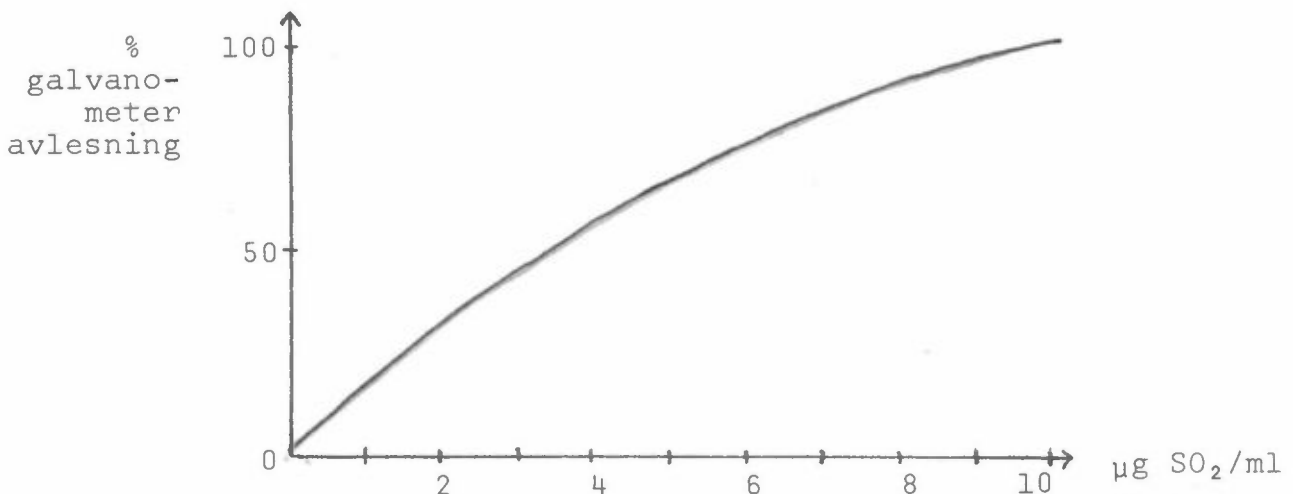
Tillaging av standardløsninger: Lag en sulfatløsning (av titrisol svovelsyre) med en konsentrasjon på  $\{100 \mu g SO_2/ml\}$ ,  $150 \mu g SO_4^-/ml$ . Jeg vil heretter operere med alle verdiene omregnet til  $\mu g SO_2/ml$ .

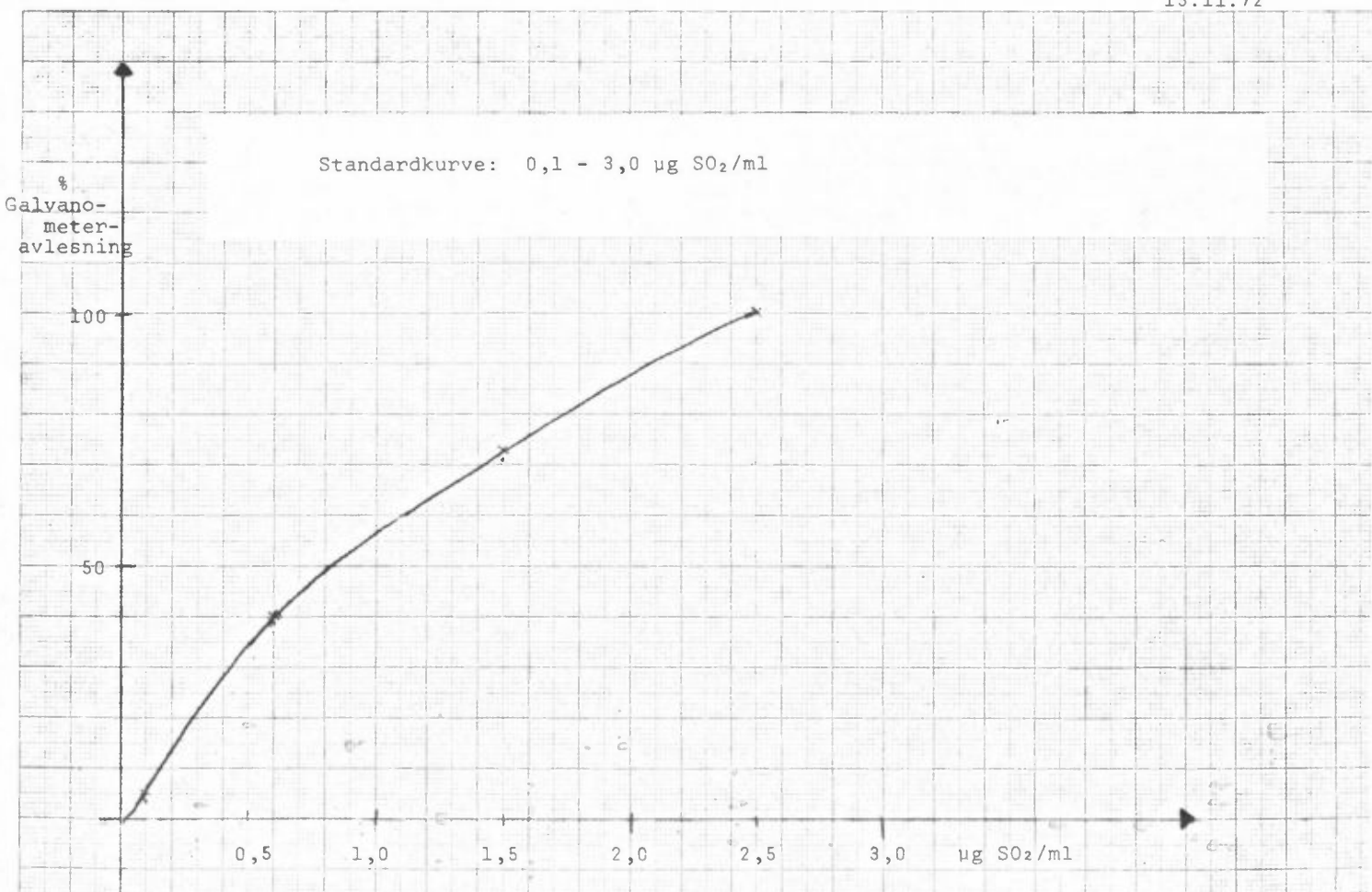
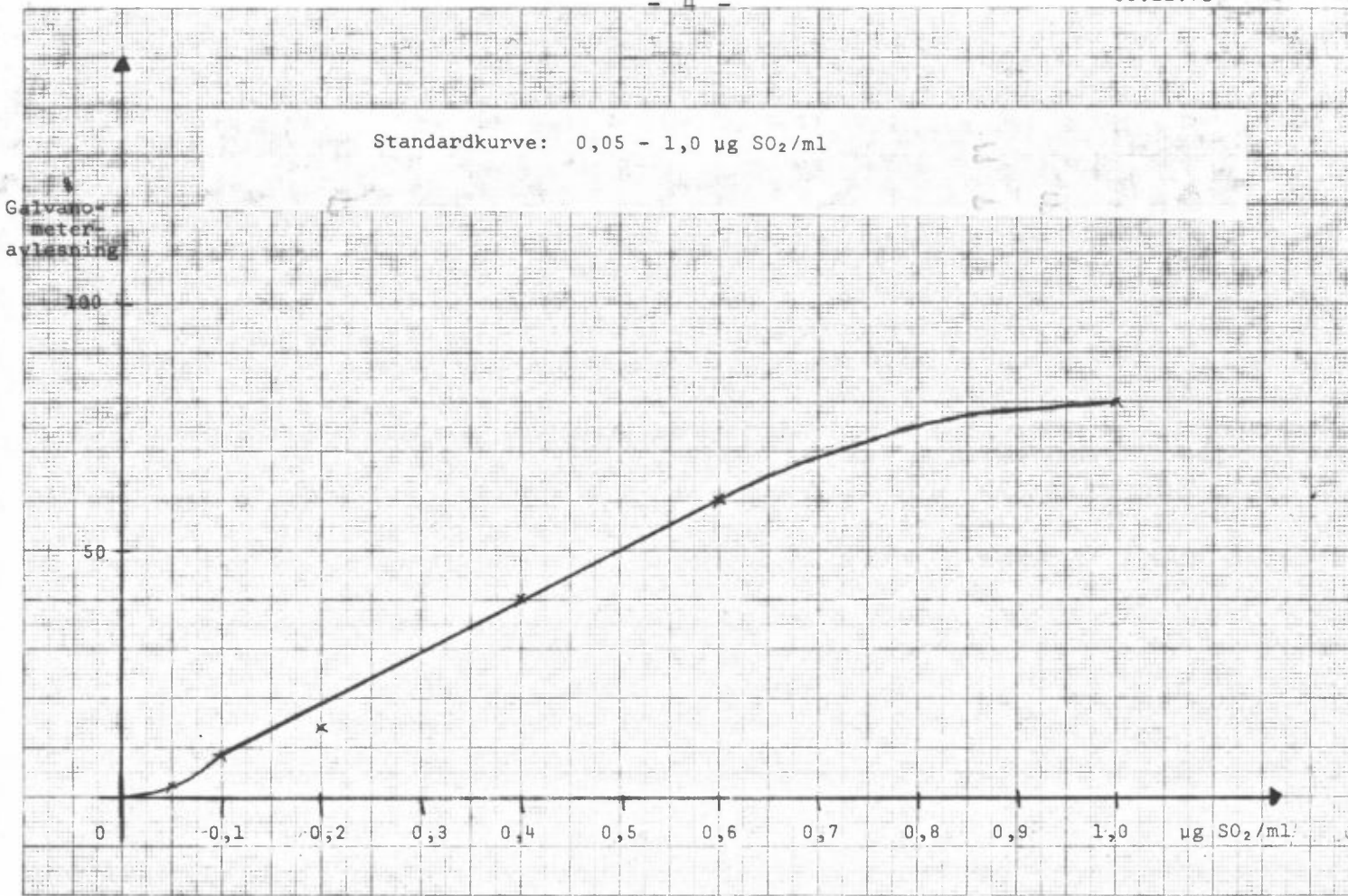
Standardløsninger i området 1 - 10  $\mu g SO_2/ml$  lages ved å pipettere fra 1 - 10 ml av 100  $\mu g SO_2/ml$  og fortynde til 100 ml med destillert, ionebyttet vann.

Blindprøve lages av 6 ml destillert, ionebyttet vann og 4 ml reagensløsning.

Prosedyre for blanding av reagens- og prøve (standard)-løsning er følgende: Pipettér ut 6 ml prøve (standard)-løsning og ha det i et 30 ml reagensglass av borsilikatglass. Tilsett 4 ml reagensløsning og ryst det hele i en "Whirlmixer" (type FISONs). La det stå i 10 minutter. Mål prøvene etter forskrifter for EEL nefelometerhode.

Tegn standardkurve med galvanometeravlesningen på y-aksen og sulfatkonsentrasjonen ( $\mu g/ml$ ) på x-aksen.





Figur 1

3 FAKTORER SOM VIRKER INN PÅ NØYAKTIGHETEN AV METODEN

Generelt for nefelometri må følgende kontrolleres for å oppnå en suspensjon med noenlunde uniform karakter:

1. Konsentrasjonen av de to ioner som forbindes (i forhold til hverandre).
2. Måten, rekkefølgen og hastigheten som ionene blandes på.
3. Interfererende stoffer.
4. Temperaturen.
5. pH.

I prosedyren brukes en reagenskonsentrasjon på 0,5% i vandig løsning.

Tilsats av 4 ml reagens til 10 ml sluttvolum tilsvarer en reagenskonsentrasjon på  $4,10^{-3}$  M.

Når det gjelder måten, rekkefølgen og hastigheten prøve og reagens blandes på, må den være lik for både prøve- og standardløsninger.

De fleste anioner interfererer i mer eller mindre grad.

- $\text{NO}_3^-$  : Ingen interferens <100 ppm.
- $\text{Br}^-$  : Ingen interferens ved 10 ppm. Ved 100 ppm er det en positiv feil på ca 20%.
- $\text{I}^-$  : Ved 10 - 100 ppm er det en positiv feil på ca 10%.
- $\text{F}^-$  eller fluorsilikat: Ved 1 ppm er det en positiv feil på ca 10%, ved 10 ppm 15%.
- $\text{PO}_4^{3-}$  : Ved 1 ppm er det en positiv feil på 25%.
- $\text{Cl}^-$  : Ved 10 ppm er det ingen interferens. Ved 100 ppm er det en positiv feil på 5 - 15%.

Temperaturen bør holdes innen  $\pm 1^\circ\text{C}$  under målingene. Best utfelling oppnås ved pH 5. pH på standarder og prøver må holdes i samme område. Reagenset har en pH rundt 4,8.

4 REPRODUSERBARHET

For å undersøke reproduserbarheten på metoden har jeg brukt en standardløsning av sulfat. Konsentrasjonen i prøven skulle teoretisk ligge på 1,5  $\mu\text{g SO}_2/\text{ml}$ .

Resultat:

Prøve nummer	$\mu\text{g SO}_2/\text{ml}$
1	1,36
2	1,44
3	1,48
4	1,46
5	1,44
6	1,44
7	1,60
8	1,60
9	1,78
10	1,68
11	1,46
12	1,38
$\bar{x}$	1,51

Varians  $S^2 = 0,01$   
Standardavvik  $S = \pm 0,12$   
Spredningen  $R = 1,78 \div 1,36 = 0,42$   
Midlere avvik  $\bar{S} = \pm 0,13$

Dette gir omtrent det samme avviket som vi har ved den manuelle Thorin-metoden.

## 5 BESTEMMELSE AV SVOVELDIOKSYD I LUFT

### 5.1 Indikatorens egenskaper

2-aminoperimidinhydroklorid oksyderes lett og kan derfor ikke brukes sammen med sterke oksydasjonsmidler, eksempelvis peroksyder. Dette vil med andre ord si at man ikke kan blande indikatoren med den nåværende absorpsjonsløsning for luft som brukes ved NILU. (0,3% peroksyd i 0,001 N HClO<sub>4</sub>). For å fjerne peroksyden kan prøvene dampes inn til tørrhet ved ca 70°C. Forsøk viser at man ikke blir kvitt peroksyden før prøvene er blitt dampet inn til tørrhet.

### 5.2 Forsøk med inndampning av absorpsjonsløsninger

100 ml av hver prøve ble dampet inn til tørrhet ved 70°C og løst i 10 ml destillert, ionebyttet vann.

Det ble kjørt standardløsninger mellom 0,1 og 2,5 µg SO<sub>2</sub>/ml. Verdiene er oppgitt i µg SO<sub>2</sub>/ml.

#### Resultat:

Prøver	Uinn- dampet	Inn- dampet
0,3% H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> i 0,001 N HClO <sub>4</sub> (NILU's abs1)	1)	0,7
0,3% H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> i 0,001 N HCl	2)	0,9
0,3% H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> i destillert, ionebyttet vann	3)	0,6
0,001 N HClO <sub>4</sub>	0	1,3
0,001 N HCl	0	0,7
0,01 N HClO <sub>4</sub>	0	-
0,01 N HCl	0	-
Destillert, ionebyttet vann	0	0,6

1) 2) og 3): Disse prøvene kan ikke analyseres uinndampet på grunn av peroksyden i løsningen.

Alle inndampede prøver ble testet for peroksyder med KI og stivelse. Ingen av prøvene inneholdt peroksyder etter inndampningen.



Kommentarer: De verdiene av  $\mu\text{g SO}_2/\text{ml}$  som man finner etter inndampning skyldes i det vesentligste sulfat i vannet. Konsentrasjonen av perklorsyre i absorpsjonsløsningen har ingen betydning for de nefelometriske målingene. Selv ikke når den er oppkonsentrert 10 ganger til 0,01 N  $\text{HClO}_4$ .

### 5.3 Sammenligning av den nefelometriske metoden og Thorin-metoden

Luftprøvene er dampet inn til tørrhet ved  $70^\circ\text{C}$  og løst i det samme volum som før inndampning. Verdiene er oppgitt i  $\mu\text{g SO}_2/\text{ml}$ .

Til standardkurve er brukt standardløsninger av svovelsyre. De samme standarder er brukt ved den nefelometriske metoden og den automatiske Thorin-metoden.

Blindprøve: Destillert, ionebyttet vann.

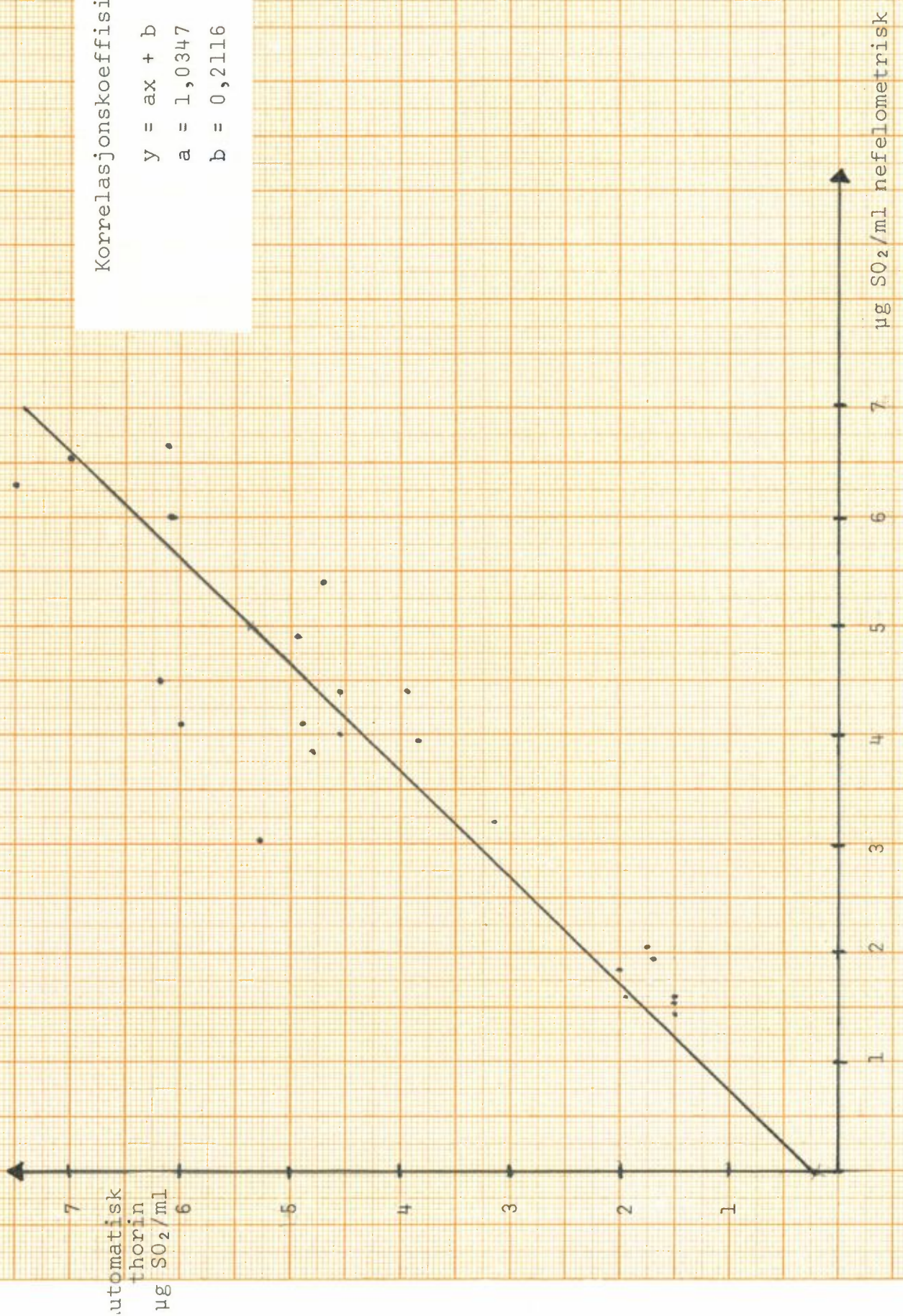
(Det mest korrekte ville vært å bruke en inndampet absorpsjonsløsning som blindprøve, men det er uten betydning for sammenligningen).

Resultat:

Mikrogram SO<sub>2</sub> pr. ml.

Prøve År 1972		Nefelometrisk metode	Automatisk metode (Thorin- indikator)	Différanse nefelometr- isk/automa- tisk metode (Thorin)
Årdal, R	7 - 8/9	4,90	4,95	0,05
	8 - 9/9	6,30	7,50	1,20
	9 - 10/9	4,00	4,55	0,55
	10 - 11/9	6,55	7,00	0,45
	11 - 12/9	4,10	6,00	1,90
	12 - 13/9	4,50	6,20	1,70
	13 - 14/9	3,05	5,30	2,25
	14 - 15/9	6,65	6,10	0,55
Farnes	7 - 8/9	6,00	6,10	0,10
	8 - 9/9	4,40	3,95	0,45
	9 - 10/9	3,85	4,70	0,85
	10 - 11/9	4,10	4,90	0,80
	11 - 12/9	4,40	4,45	0,05
Øygården	7 - 8/9	1,85	2,00	0,15
	8 - 9/9	1,60	1,95	0,35
	9 - 10/9	1,60	1,50	0,10
	10 - 11/9	1,45	1,50	0,05
Vasser	13 - 14/9	3,95	3,85	0,10
	22 - 23/9	3,20	3,15	0,05
	23 - 24/9	5,40	4,70	0,70
A 1	15 - 16/9	1,95	1,70	0,25
C 5	11 - 12/9	1,55	1,50	0,05
D 8	14 - 15/9	2,05	1,75	0,30

Korrelasjonskoeffisient: 0,9138  
 $y = ax + b$   
 $a = 1,0347$   
 $b = 0,2116$



Figur 2

6 BESTEMMELSE AV SULFAT I NEDBØR

6.1 Sammenligning av den nefelometriske metoden og Thorin-metoden

Nedbørprøvene er analysert uten noen form for forbehandling før nefelometrisk bestemmelse, og ionebyttet før analyse etter

Thorin-metoden. Verdiene er oppgitt i ug SO<sub>2</sub>/ ml.

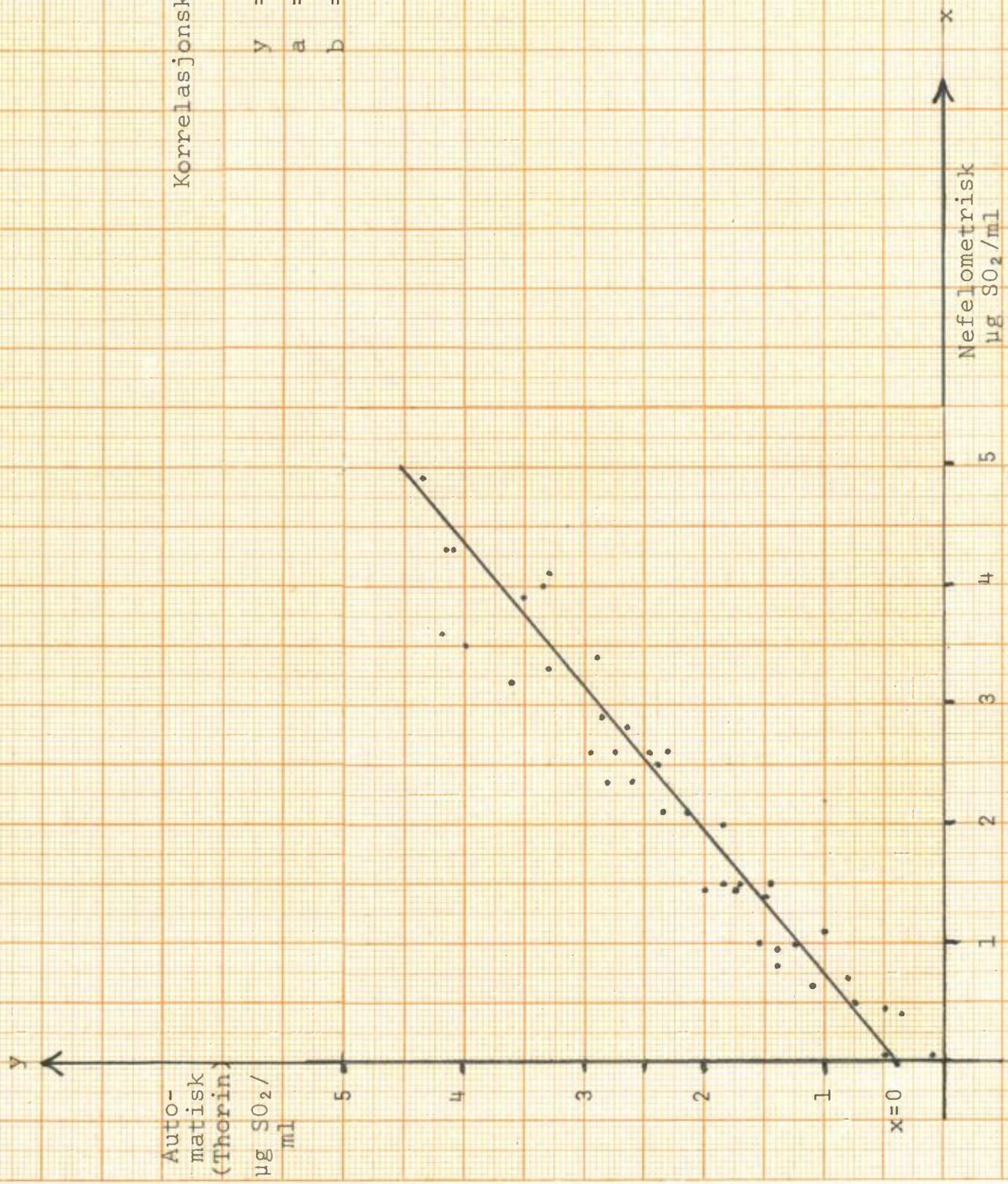
Prøve	År 1972	Nefelometrisk metode	Automatisk metode (Thorin-indikator)	Differanse nefelometrisk/automatisk metode (Thorin)
Kjeller	24-28/3	3,20	3,60	0,40
Tovdal	26-27/3	4,30	4,10	- 0,20
Flødevigen	2-3/4	2,60	2,30	- 0,30
Kjeller	1-4/4	1,50	1,45	- 0,05
Tovdal	2-3/4	1,10	1,00	- 0,10
"	4-5/4	1,40	1,50	0,10
"	5-6/4	2,00	1,85	- 0,15
"	6-7/4	4,10	3,30	- 0,80
Birkeland	2-3/4	1,00	1,25	0,25
"	4-5/4	2,10	2,15	0,05
"	5-6/4	2,10	2,35	0,25
"	6-7/4	2,60	2,75	0,15
"	7-8/4	3,30	3,30	0
Mandal	4-5/4	2,80	2,65	- 0,15
"	6-7/4	2,60	2,45	- 0,15
"	7-8/4	3,90	3,50	- 0,40
Lista	10-11/4	2,90	2,85	- 0,05
"	11-12/4	3,40	2,90	- 0,50
"	14-15/4	4,30	4,15	- 0,15
Gjerstad	10-11/4	4,90	4,35	- 0,55
"	11-12/4	-	7,30	-
"	12-13/4	4,00	3,35	- 0,65
Bygland	10-11/4	1,50	1,85	0,35
"	11-12/4	3,50	4,00	0,50
"	15-16/4	2,35	2,80	0,45
"	16-17/4	0,65	1,10	0,45
Bjørkhaug	4-5/4	0,40	0,35	- 0,05
"	5-6/4	0,70	0,80	0,10
"	6-7/4	0,50	0,75	0,25
"	7-8/4	0,45	0,50	0,05
Løken	5-6/4	0,80	1,40	0,60
Grimelid	6-7/4	2,35	2,60	0,25
Førde	7-8/4	1,00	1,55	0,55
Skreådalen	5-6/4	1,45	1,75	0,35
Søyland	29-30/3	1,50	1,70	0,20
Finnsland	26-27/3	3,60	4,20	0,60
Skreådalen	2-3/4	0,05	0,50	0,45
Bjørkhaug	2-3/4	0,05	0,10	0,05
Søyland	4-5/4	0,95	1,40	0,45
Lista	4-5/4	2,60	2,95	0,35
Finnsland	4-5/4	1,45	2,00	0,55
Flødevigen	19-20/4	2,50	2,40	- 0,10

Korrelasjonskoeffisient: 0,9437

$$y = ax + b$$

$$a = 0,8231$$

$$b = 0,4100$$



Figur 3

7 SAMMENDRAG

7.1 Reproduserbarhet

1,5  $\mu\text{g SO}_2/\text{ml}$  prøve.

Middelverdi	$\bar{x}$	= 1,51
Varians	$S^2$	= 0,01
Standardavvik	S	= $\pm$ 0,12
Spredning	R	= 0,42
Midlere avvik	$\bar{S}$	= $\pm$ 0,13

7.2 Sammenligning, Thorin-metoden (Auto Analyzer) og nefelometrisk metode

Ved bestemmelse av  $\text{SO}_2$  i luft viser metodene dårlig overensstemmelse. Differansen mellom de to metodene viser gjennomsnittlig 0,6  $\mu\text{g SO}_2/\text{ml}$ . Spredningen er imidlertid meget stor fra 0,05 og opp til 2,25  $\mu\text{g SO}_2/\text{ml}$ . Dette kan muligens skyldes interferens fra andre anioner i absorpsjonsløsningen. Korrelasjonsfaktoren er lik 0,9138.

Ved bestemmelse av  $\text{SO}_4^{=}$  i nedbør viser metoden god overensstemmelse. Differansen mellom de to metodene viser gjennomsnittlig 0,3  $\mu\text{g SO}_2/\text{ml}$ , og med spredning fra 0,05 - 0,80. Korrelasjonsfaktoren er lik 0,9437.

8 KOMMENTARER OG KONKLUSJON

Den nefelometriske metode egner seg bra til bestemmelse av sulfat i nedbør. Metoden er imidlertid tidkrevende (20 minutter pr analyse) og vil følgelig egne seg dårlig til rutineanalyser.

Når det gjelder bestemmelse av svoveldioksyd i luft, med NILU's nåværende prøvetakingsmetode (med absorpsjonsløsning av peroksyd), er metoden lite egnet. Ved å dampe prøvene inn til tørrhet får vi

i tillegg problemer med det tidligere omtalte stigningsfenomen (se teknisk notat nr 50/73 av O Anda).

Siden dette er en lite aktuell metode er det ikke foretatt nærmere undersøkelser om eventuell interferens fra andre anioner.

Metoden bør anvendes i området 0,1 - 3,0  $\mu\text{g SO}_2/\text{ml}$ .

Over 3,0  $\mu\text{g SO}_2/\text{ml}$  er det vanskelig å oppnå stabile avlesningsverdier.

Påvisningsgrense: 0,05  $\mu\text{g SO}_2/\text{ml}$ .

Bilag 1: Brev med kurver fra Cand real Sverre Schjelderup  
Apothekernes Laboratorium for Specialpræparater  
Harbitzalleen 3, Oslo 2

Bilag 2: Analyseforskrift: "Nefelometrisk bestemmelse av sulfat i nedbør" av J.B.Larsen.

9 LITTERATURHENVISNINGER

- (1) Stephen, William, I.: "A new reagent for the detection and determination of small amounts of the sulphate ion".  
Analytica Chimica Acta, 50 (1970) 413 - 442.
- (2) Vogel, Arthur, I.: "A Text-book of Quantitative Inorganic Analysis".
- (3) Wilson, C.L.: "Nephelometry". Annual Reports on the Progress of Chemistry 1953, 50, 367.
- (4) Anda, O.: Teknisk notat nr 9/71, NILU.  
"Automatisk kvantitativ bestemmelse av  $\text{SO}_2$  i luft (Thorin-metoden)".
- (5) Argirowa, M.: "Vergleichende Untersuchungen über die Bestimmungsmethoden von Schwefeldioksyd in der atmosphärischen Luft".  
Wissenschaftliche Zeitschrift der Humboldt-Universität zu Berlin.  
Math.-Nat.R XIX (1970) 5.

Cand.Real Sverre Schjelderup  
Apothekernes Laboratorium For Specialpreparater  
Harbitzalleen 3  
Oslo 2

- 15 -  
Bilag 1

Cand.mag. Karin E.Thrane  
Norsk Institutt For Luftforskning  
Postboks 15  
2007 Kjeller

Deres referanse: KET/LJH/35

Oslo, 19. februar 1972

Jeg legger ved 25 g 2-aminoperimidin som bestilt i brev av 5. januar, bestillingsnummer 1484.

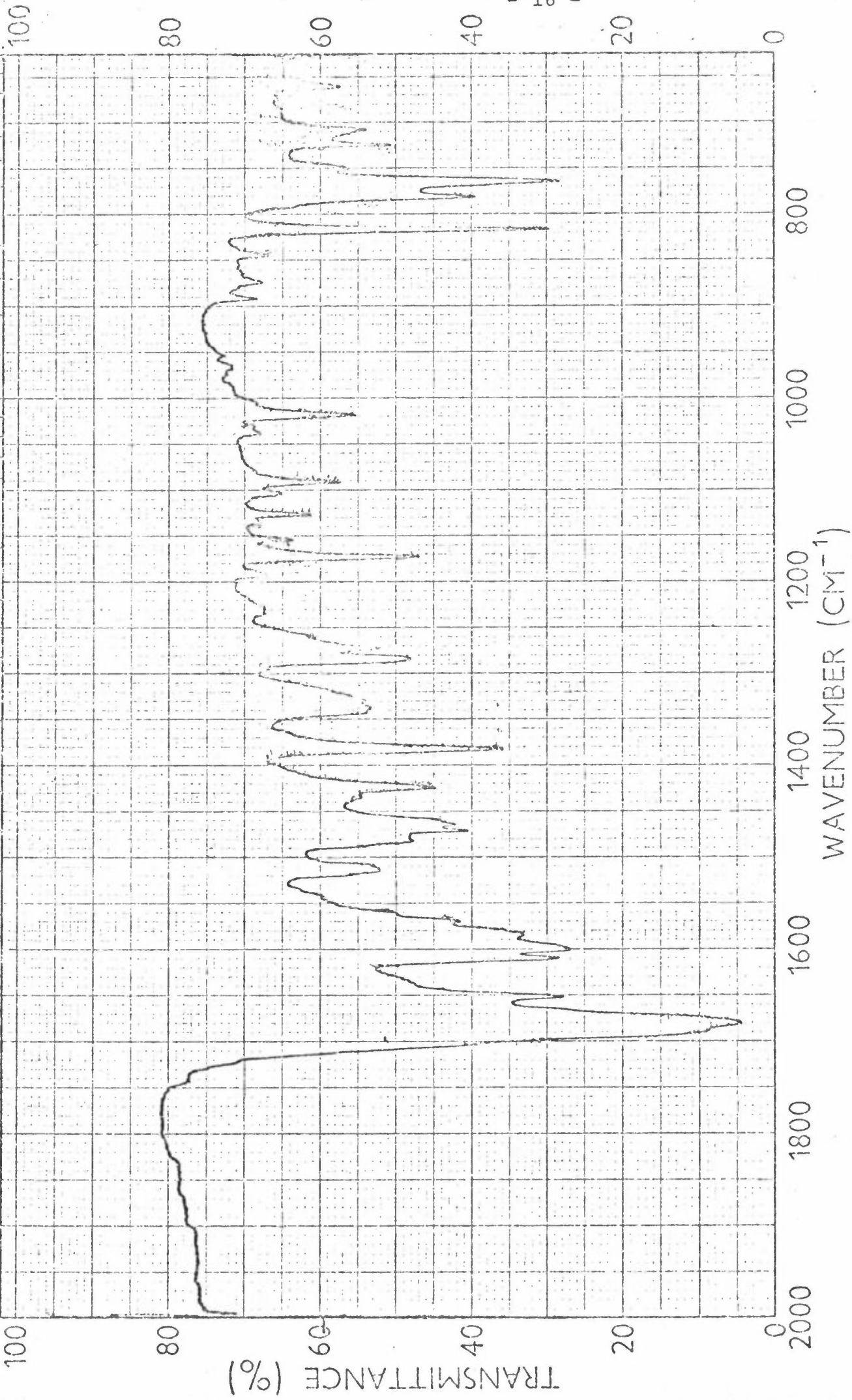
Produktet er rensed ved 2xomkr. fra vann i overenstemmelse med Stephen W. (Anal.Chim.Acta, 50,413 (1970)). Dette tiltross, har det ikke vart mulig å oppnå et sm.p. som stemmer med det oppgitt i litteraturen. Forøvrig stemmer alle karakteristika med de angitt i Stephens publikasjon.

Til identifisering av forbindelsen har jeg fått en prøve av ~~2~~ 2-aminoperimidine syntetisert av Stephen. Dette har samme sm.p.karakteristikk som mitt eget produkt. IR-spektra av de to fprodukter er vedlagt. Det skulle ikke være tvil om identiteten av mitt produkt.

Vennlig hilsen

Sverre Schjelderup

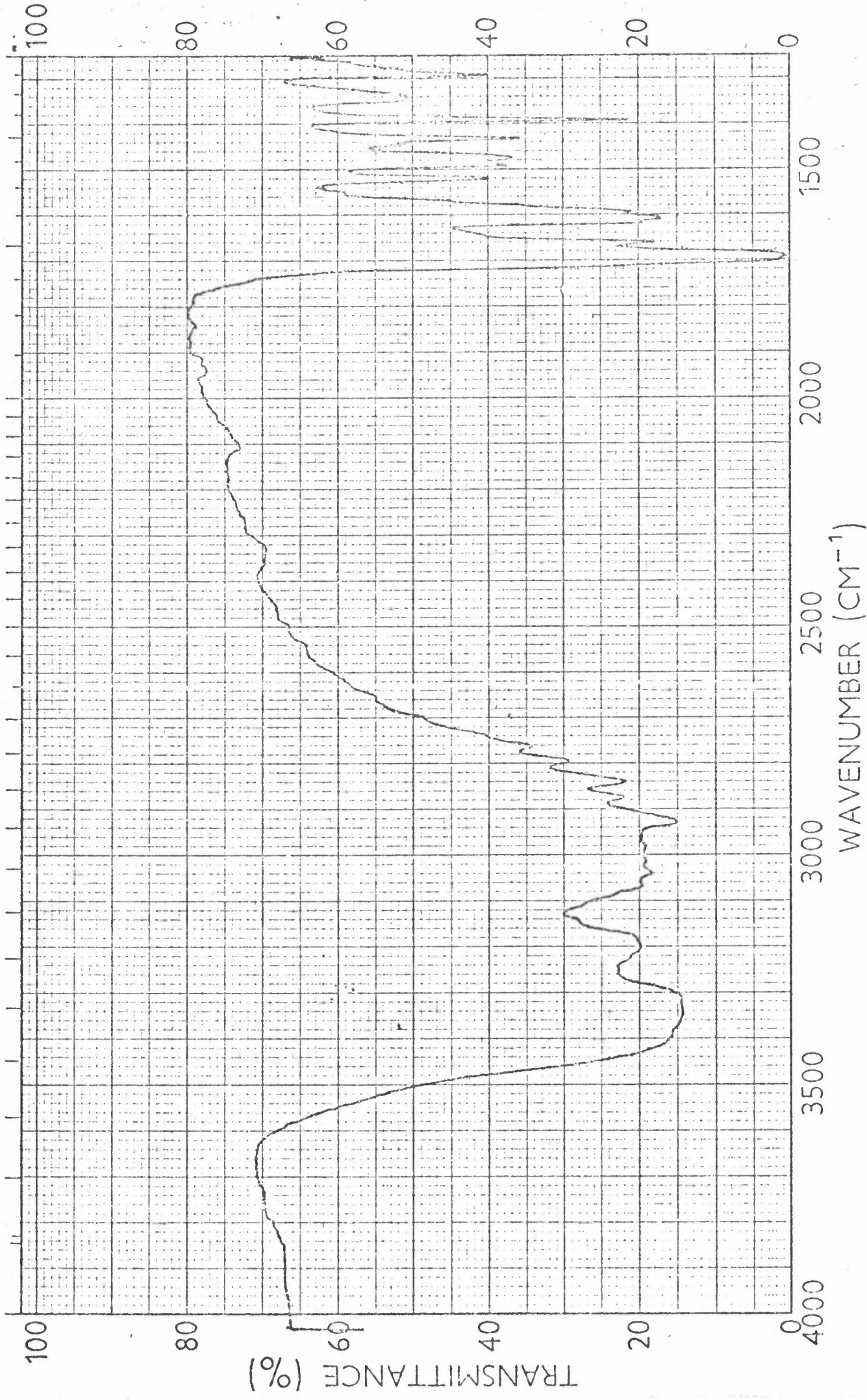




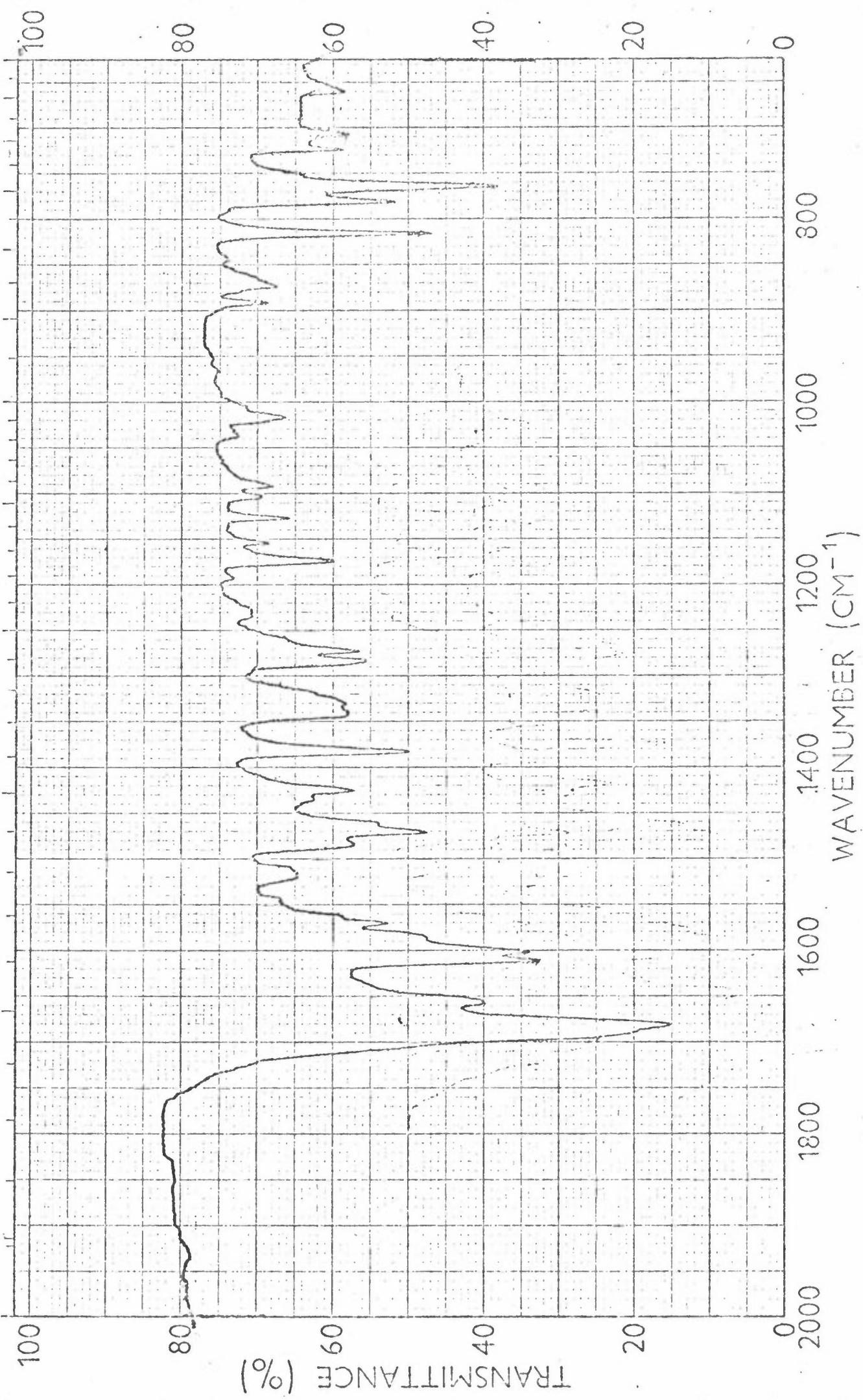
SAMPLE <u>2-aminoperimidine</u> <u>S. Schjelderup</u>	SOLVENT <u>CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub></u> CONC. <u>6%</u> CELL PATH _____ REFERENCE <u>55170</u>	SCAN SPEED <u>M.</u> SLIT _____ REMARKS _____	OPERATOR <u>S.A.</u> DATE _____
--	---	---	------------------------------------

No. \_\_\_\_\_

ORIGIN \_\_\_\_\_

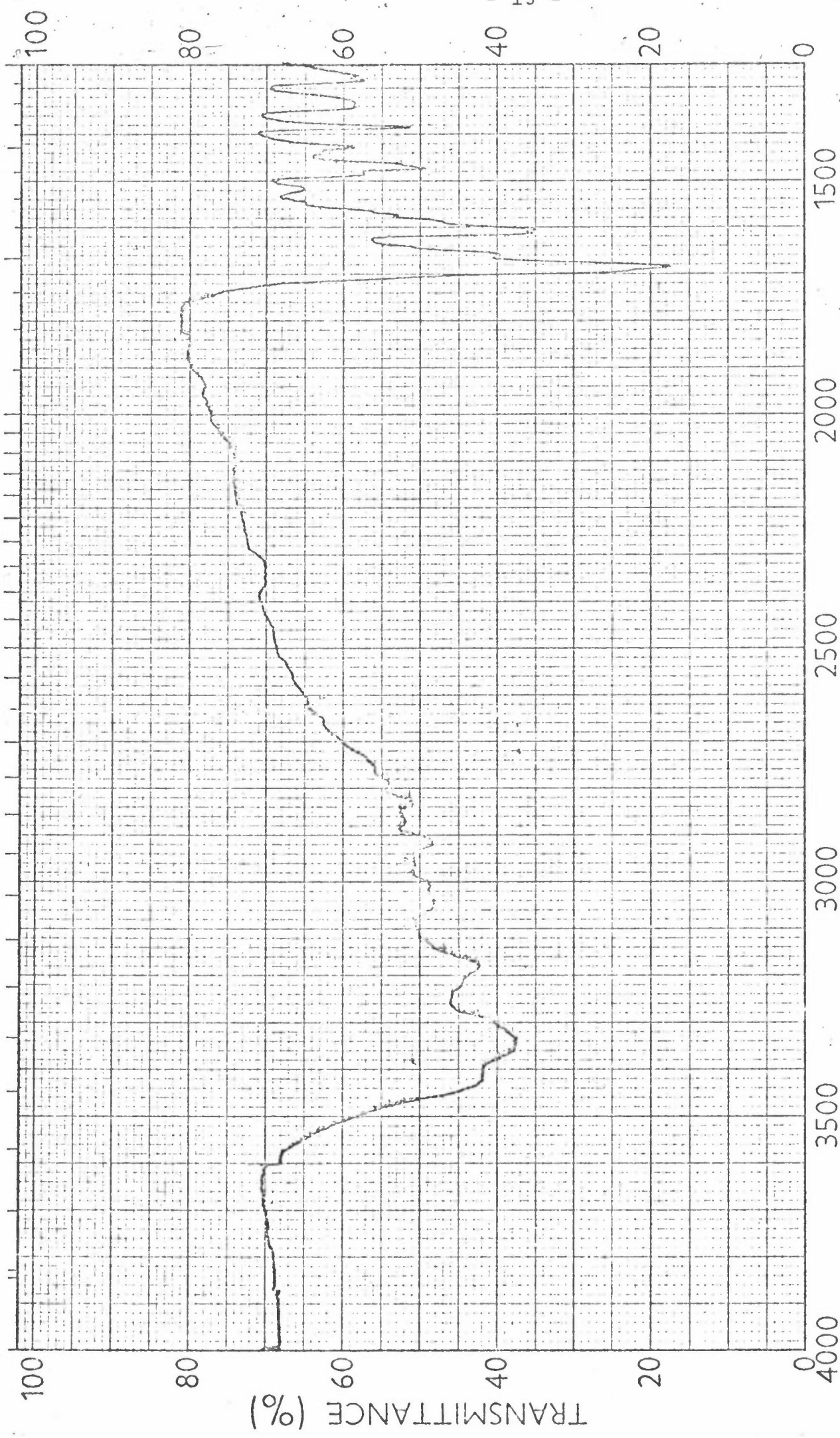


SAMPLE 2-aminoperimidine.HCl S. Schjelderup ORIGI	SOLVENT	SCAN SPEED	OPERATOR
	CONC. 0.4%	SLIT	DATE
	CELL PATH	REMARKS	
	REFERENCE		




SAMPLE <i>14-10-50</i> <i>10-10-50</i> ORIGIN <i>61 270 P-20-20</i>	SOLVENT <i>10/10</i> CONC. <i>0.05%</i> CELL PATH _____ REFERENCE _____	SCAN SPEED <i>M</i> SLIT _____ REMARKS _____	OPERATOR <i>SS</i> DATE <i>2.2.1972</i>
---	--	--	--

NO. \_\_\_\_\_



WAVENUMBER (CM<sup>-1</sup>)

SAMPLE <i>acetone</i> <i>acetone</i>  ORIGIN <i>CSIR IITR</i>	SOLVENT <i>CCl4</i>	OPERATOR <i>SC</i>	NO.
	CONC. <i>0.4%</i>	SCAN SPEED <i>1</i>	
CELL PATH		REMARKS	
REFERENCE			

Referanse: IO 001271

Dato: Mars 1973

## NEFELOMETRISK BESTEMMELSE AV SULFAT I NEDBØR

1 PRINSIPP

Nedbøren samles opp i kar av polyetylen (NILU's prøvetakingsutstyr for nedbør). Sulfatet i nedbøren reagerer med 2 aminoperimidinhydroklorid og danner et lite løselig salt. Suspensjonen av sulfatpartiklene måles nefelometrisk.

2 INTERFERENS

De fleste anioner interfererer i mer eller mindre grad. Av de mest aktuelle ioner kan nevnes:

- $\text{NO}_3^-$  : Ingen interferens < 100 ppm.
- $\text{Br}^-$  : Ingen interferens ved 10 ppm. Ved 100 ppm er det en positiv feil på ca 20%.
- $\text{I}^-$  : Ved 10 - 100 ppm er det en positiv feil på ca 10%.
- $\text{F}^-$  (fluorosilikat): Ved 1 ppm er det en positiv feil på 10%, ved 10 ppm 15%.
- $\text{PO}_4$  : Ved 1 ppm er det en positiv feil på 25%.
- $\text{Cl}^-$  : Ved 10 ppm finnes ingen interferens. Ved 100 ppm er det en positiv feil på 5 - 15%.

3 INSTRUMENTER OG UTSTYR

Filterpapir: S S 589-1, Ø 9 cm, sortbånd  
Nefelometerhodet, EE1 (Evans Electroseleniuns LTD)  
Galvanometer, Unigalvo, EE1  
Whirlmixer, FISONS  
Optiske prøverør for nefelometerhode, EE1  
Målekolber, 10, 100, 1000 ml  
Fullpipetter: 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 25 ml  
Begerglass: 250 ml  
Målesylinder: 100 ml  
Byrette: 50 ml  
Vekt

Alt glassutstyr må være av borsilikatglass.

4 KJEMIKALIER

2-aminoperimidinhydroklorid,  $C_{11}H_{10}N_3Cl$   
Svovelsyre, 0,1N  $H_2SO_4$ , Titrisol, Merck

5 REAGENSER

5.1 2-aminoperimidinhydrokloridløsning:

Løs 0,5 gram 2-aminoperimidin HCl i 100 ml varmt destillert, ionebyttet vann. (Bruk målesylinder). Filtrer den varme løsningen gjennom et sortbåndsfiler. Oppbevar filtratet i mørk flaske med propp. Holdbar opptil 4 dager.

5.2 Standardløsning sulfat

100  $\mu g SO_4^{=}$ : 46,88 ml 0,1N  $H_2SO_4$  (Titrisol, Merck) fortynnes til 1000 ml med destillert, ionebyttet vann. (Bruk målekolbe).

Lag standarder mellom 0-5  $\mu\text{g SO}_4^{=}/\text{ml}$

1  $\mu\text{g SO}_4^{=}/\text{ml}$ : 1 ml av punkt 5.2 fortynnes til 100 ml med destillert,  
ionebyttet  
vann

2	"	"	:	2	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"
3	"	"	:	3	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"
4	"	"	:	4	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"
5	"	"	:	5	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"

Blindprøve: Destillert, ionebyttet vann.

Konsentrasjonen av standardløsningene bør ligge nær opptil konsentrasjonene av prøvene.

6 UTFØRELSE

Standarder og prøver må blandes og måles på samme måte. Temperaturen bør ikke variere med mer enn  $\pm 1^{\circ}\text{C}$ . pH bør holdes på omtrent samme nivå for standarder og prøver. Best utfelling oppnås ved pH 5.

Pipetter ut 6 ml prøve (standardløsning) pluss 4 ml reagensløsning og ha det i ett 30 ml reagensglass. Ryst 5 ganger ved bruk av "whirlmixeren" og la det stå i ca 10 minutter. Overfør til optisk prøverør.

Blindprøve består av 4 ml reagensløsning pluss 6 ml destillert, ionebyttet vann.

Juster galvanometeret til 0 med "Zero" kontrollknappen. Koble sammen nefelometerhodet og galvanometeret. Fjern dekslet over nefelometerhodet og sett i det optiske prøverøret med den høyeste standardløsning ( $5,0 \mu\text{g SO}_4^{=}/\text{ml}$ ).

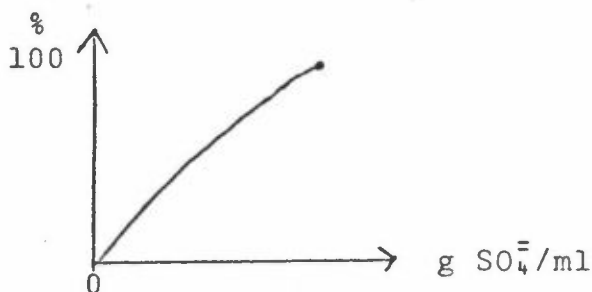
Velg det filteret som er nærmest fargen på løsningen. Juster galvanometeravlesningen til 100 med "Zensitiv" kontrollknappen. Fjern standarden.

Sett i et optisk prøverør med en blindprøve ( $0 \mu\text{g SO}_4^{2-}/\text{ml}$ ) og juster til 0 med "Zero" kontrollknappen.

Sjekk avlesningen på den høyeste standarden (100 galvanometeravlesning). Gjenta justeringsprosedyren, 0 og 100 galvanometeravlesning inntil 0 og 100 innstillingen er oppnådd.

Mål fire standarder med galvanometeravlesning mellom 0 og 100.

Tegn standardkurve med galvanometeravlesningen på y-aksen og sulfatkonsentrasjonen på x-aksen ( $\mu\text{g}/\text{ml}$ ).



7 UTREGNING

Les av antall  $\mu\text{g SO}_4^{2-}/\text{ml}$  på standardkurven. Totalt innhold av antall  $\mu\text{g SO}_4^{2-}/\text{ml}$  i prøven = antall  $\mu\text{g SO}_4^{2-}/\text{ml}$   $\times$  totalvolumet av prøven (ml).

8 MERKNADER

Metoden bør anvendes ved sulfatkonsentrasjoner  $< 5,0 \mu\text{g SO}_4^{2-}/\text{ml}$ . (Over  $5,0 \mu\text{g SO}_4^{2-}/\text{ml}$  er det vanskelig å oppnå stabile avlesningsverdier).

Påvisningsgrense:  $0,1 \mu\text{g SO}_4^{2-}/\text{ml}$

Reproduserbarhet:

Standardavvik :  $\pm 0,2 \mu\text{g SO}_4^{2-}/\text{ml}$



9 LITTERATURHENVISNINGER

- (1) Stephen, William, I.: "A new reagent for the detection and determination of small amounts of the sulphate ion". Analytica Chimica Acta, 50 (1970) 413 - 422.
- (2) Vogel, Arthur, I.: "A Text-book of Quantitative Inorganic Analysis".
- (3) Wilson, C.L.: "Nephelometry". Annual Reports on the Progress of Chemistry 1953, 50, 367.
- (4) Anda, O.: Teknisk notat nr 9/71, NILU. "Automatisk kvantitativ bestemmelse av SO<sub>2</sub> i luft (Thorin-metoden)".
- (5) Argirowa, M.: "Vergleichende Untersuchungen über die Bestimmungsmethoden von Schwefeldioksyd in der atmosphärischen Luft". Wissenschaftliche zeitschrift der Humboldt-Universität zu Berlin. Math.-Nat.R XIX (1970) 5.

JBL