

NILU  
Teknisk notat nr 79/74  
Referanse: IO-0-07.73  
Dato: Juni 1974

IGANGKJØRING AV  $\text{Cl}^-$  OG  $\text{NO}_3^-$   
AUTOMATISK

av

Rolf Dreiem

NORSK INSTITUTT FOR LUFTFORSKNING  
POSTBOKS 115, 2007 KJELLER  
NORGE

IGANGKJØRING AV  $\text{Cl}^-$  OG  $\text{NO}_3^-$   
AUTOMATISK

De manuelle metoder for  $\text{NO}_3^-$  og  $\text{Cl}^-$  er meget tidskrevende og tillater ikke store serier av prøver. Et automatisk system var derfor ønskelig. Etter en tur til NIVA for å se hvilket utstyr de hadde og for å dra nytte av de erfaringene NIVA hadde, ble utstyret bestilt i mai 1973. På grunn av store forsinkelser med leveringene var ikke utstyret ferdig oppmontert før i september måned. Etter at utstyret virket tilfredsstillende ble det analysert noen prøver som også var analysert på NIVA.

$\text{NO}_3^-$ $\mu\text{g/ml}$		$\text{NO}_3^-$ $\mu\text{g/ml}$	
NILU	NIVA	NILU	NIVA
2.90	3.00	1.05	1.00
4.35	4.40	1.85	1.75
2.60	2.50	4.00	4.10
6.00	6.50	2.50	2.60
1.10	0.90	2.70	2.70
2.85	2.90	2.25	2.35
0.50	0.65	2.20	2.20
3.75	3.80	4.55	4.35

Ved lagring ble det konstatert stigning i nitratkonsentrasjonen og det ble derfor besluttet å følge noen prøver over lengre tid for å se hvor stor stigningen er ved lagring i kjøleskap.

Stigning av  $\text{NO}_3^-$ -konsentrasjon ved lagring i kjøleskap:

Prøve	11/1	31/1	Analysert					7/3	Stigning i $\mu\text{g/ml}$
			7/2	14/2	21/2	28/2	7/3		
1	1.85	2.00	2.00	2.20	2.20	2.25	2.25	0.40	
2	2.65	2.75	2.75	2.80	2.80	2.95	3.00	0.35	
3	3.35	3.40	3.50	3.50	3.55	3.60	3.60	0.25	
4	3.30	3.25	3.45	3.45	3.50	3.60	3.60	0.30	
5	1.05	1.10	1.10	1.20	1.20	1.25	1.40	0.35	
6	1.05	1.10	1.10	1.20	1.20	1.25	1.40	0.35	

Prøvene er i dette tilfelle filtert fra en high-volume sampler som er utvasket i destillert vann. Det er ikke påvist stigning i kloridkonsentrasjonen ved lagring.

Analyseforskrift er skrevet og analysen går rutinemessig.

Kjeller, den 6 november 1973

Referanse: IO-0-07.73

BESTEMMELSE AV KLORID OG NITRAT  
AUTOMATISK

1 PRINSIPP

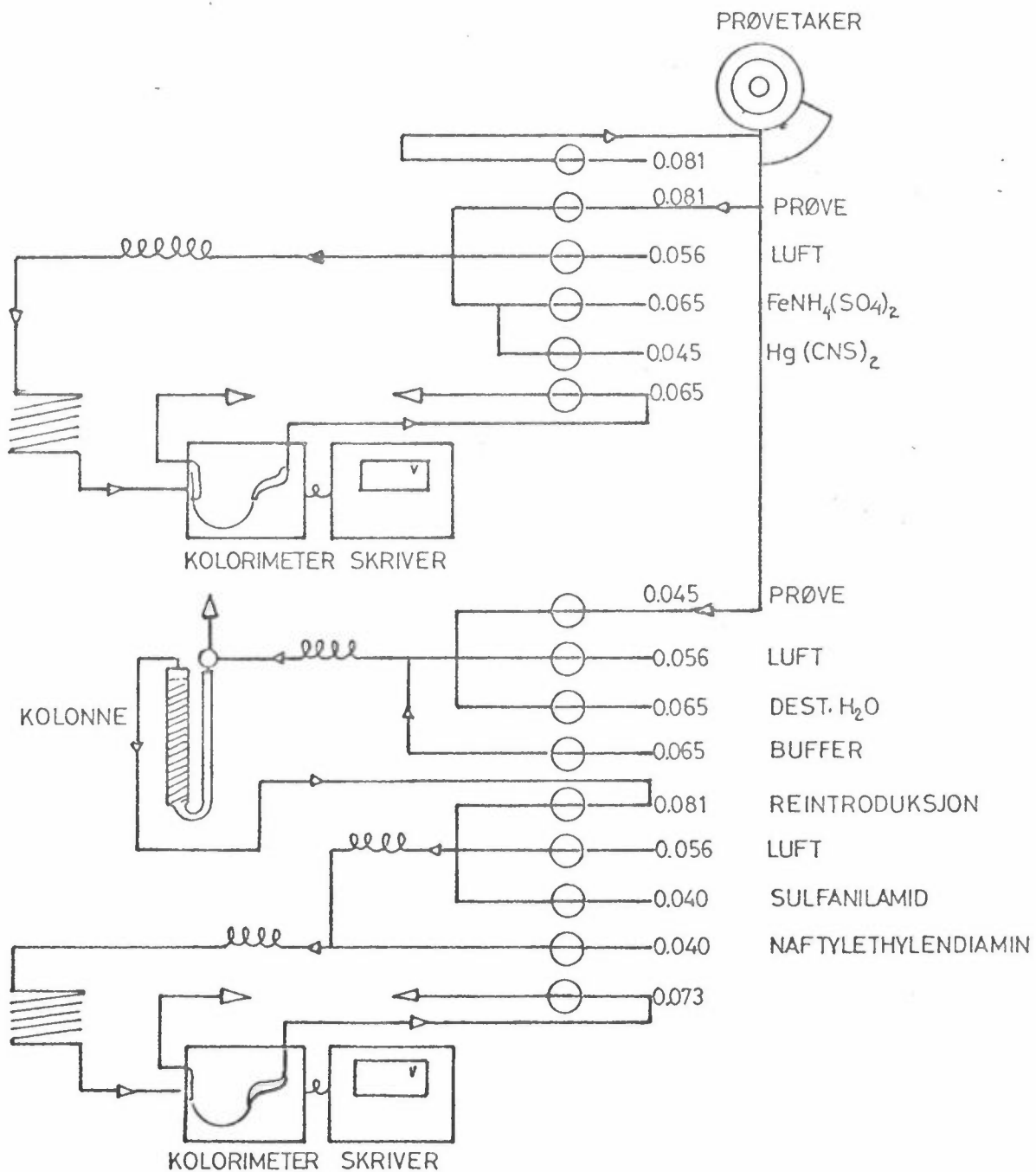
Klorid

Hg (CNS)<sub>2</sub> reagerer med Cl<sup>-</sup> og danner det mindre dissosierte HgCl<sub>2</sub>. Rodanidionet reagerer deretter med treverdige jernioner fra FeNH<sub>4</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> og man får en fargereaksjon ved dannelselse av jernrodanid som måles ved 480 mμ.

Nitrat og nitritt

Nitrat reduseres til nitritt i en kadmium-kobber kolonne ved pH 8.6. Det dannede nitritt diazoteres med sulfanilamid og koples med N-(1-Napthyl)-ethylendiamin. Fargen måles ved 520μm . For bestemmelse av nitritt sløyfes reduksjonskolonnen.

2 KOPLINGSSKJEMA



3 UTSTYR OG INSTRUMENTER

Ismatec 25 kanals mikropumpe,  
Hook and Tucker A40 prøvetaker  
Vitatron UPS fotometer, 2 stk  
Vitatron UR 405 L, 2 stk  
Glassrør og nipler  
Pipetter 50, 25, 20, 10,5, 2,5 og 2 ml  
Målekolber, 2000, 1000 og 100 ml  
Analysevekt  
Eksikator

4 KJEMIKALIER

NaCl p.a.  
KNO<sub>3</sub> p.a.  
FeNH<sub>4</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> p.a.  
HNO<sub>3</sub> p.a.  
Hg(CNS) p.a.  
NH<sub>4</sub>Cl p.a.  
NH<sub>3</sub> p.a.  
Sulfanilamid  
Naftyhlethylendiamin

5 SKYLLEVANN

Destillert H<sub>2</sub>O.

6 REAGENSER6.1 Reagenser til kloridanalysen

FeNH<sub>4</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>-løsning. 60 gram Fe NH<sub>4</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> løses i 1 l 6 N HNO<sub>3</sub>.  
Filtreres før bruk. 6 N HNO<sub>3</sub>: 416 ml konsentrert HNO<sub>3</sub>/l.

Hg(CNS)<sub>2</sub>-løsning. Til 2 l destillert H<sub>2</sub>O tilsettes Hg(CNS)<sub>2</sub>  
til mettet løsning. (Ca 2 gram pr l).

Merknad! Hg(CNS)<sub>2</sub>-løsning må stå minst ett døgn før bruk.  
FeNH<sub>4</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>-løsningen må være klar før bruk. Bruk  
derfor ikke svakere HNO<sub>3</sub>-løsninger enn 6 N. Begge  
løsninger filtreres før bruk.

6.2 Reagenser til nitratanalysen

Buffer: Løs 100 gram NH<sub>4</sub>Cl i ca 700 ml destillert H<sub>2</sub>O.  
Tilsett NH<sub>3</sub> (1:2) til pH 8.6 og fortynn til 1 l.

Sulfanilamid: Løs 10 gram til 1 l i en blanding av 100 ml  
konsentrert HCl og 900 ml destillert H<sub>2</sub>O.

Naftylethylendiamin: Løs 1 gram til 1 l destillert H<sub>2</sub>O.

7 STANDARDER7.1 Standarder til klorid

Hovedstandard. Ca 2,5 gram NaCl tørres 1 time ved 105°C, deretter 20 minutter i eksikator. Fra dette veies ut 1,650 gram NaCl som løses til 1 l destillert H<sub>2</sub>O. Denne løsning inneholder 1000 µg Cl<sup>-</sup>/ml.

7.2 Standarder til nitrat

Merknad! Alt glassutstyr skylles godt med destillert H<sub>2</sub>O.

Hovedstandard. Ca 2,5 gram KNO<sub>3</sub> tørres 1 time ved 105°C, deretter 20 minutter i eksikator. Fra dette veies ut 1,6305 gram KNO<sub>3</sub> som løses til 1 l destillert H<sub>2</sub>O. Denne løsning inneholder 1000 g NO<sub>3</sub><sup>-</sup>/ml.

8 REFERANSESTANDARDER8.1 Klorid

a.	20,0 µg/ml:	av 1000 µg/ml:	20 ml	til 1000 ml	destillert H <sub>2</sub> O		
b.	10,0 "	: "	20 "	: 50 "	" "	100 "	" "
c.	5,0 "	: "	20 "	: 25 "	" "	100 "	" "
d.	2,0 "	: "	20 "	: 10 "	" "	100 "	" "
e.	1,0 "	: "	20 "	: 5 "	" "	100 "	" "
f.	0,5 "	: "	20 "	: 2,5 "	" "	100 "	" "



8.2 Nitrat

a.	10	µg/ml:	av	1000	µg/ml:	10	ml	til	1000	ml	destillert	H <sub>2</sub> O
b.	5	"	:	"	10	"	:	50	"	"	100	"
c.	2,0	"	:	"	10	"	:	20	"	"	100	"
d.	1,0	"	:	"	10	"	:	10	"	"	100	"
e.	0,5	"	:	"	10	"	:	5	"	"	100	"
f.	0,2	"	:	"	10	"	:	2	"	"	100	"

8.3 Bruksstandardene

1	100	ml	av	kloridstandard	a.	blandes	med	100	ml	av	nitratstandard	a.
2	100	"	"	"	b.	"	"	100	"	"	"	b.
3	100	"	"	"	c.	"	"	100	"	"	"	c.
4	100	"	"	"	d.	"	"	100	"	"	"	d.
5	100	"	"	"	e.	"	"	100	"	"	"	e.
6	100	"	"	"	f.	"	"	100	"	"	"	f.

Bruksstandardene har nå fått følgende konsentrasjoner:

Standard	1	2	3	4	5	6	
Cl <sup>-</sup>	10,0	5,0	2,5	1,0	0,5	0,25	µg/ml
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	5,0	2,5	1,0	0,5	0,25	0,1	µg/ml

Bruksstandardene nylages hver 3. uke.

9 UTVASKING

Slangene puttes i destillert H<sub>2</sub>O.

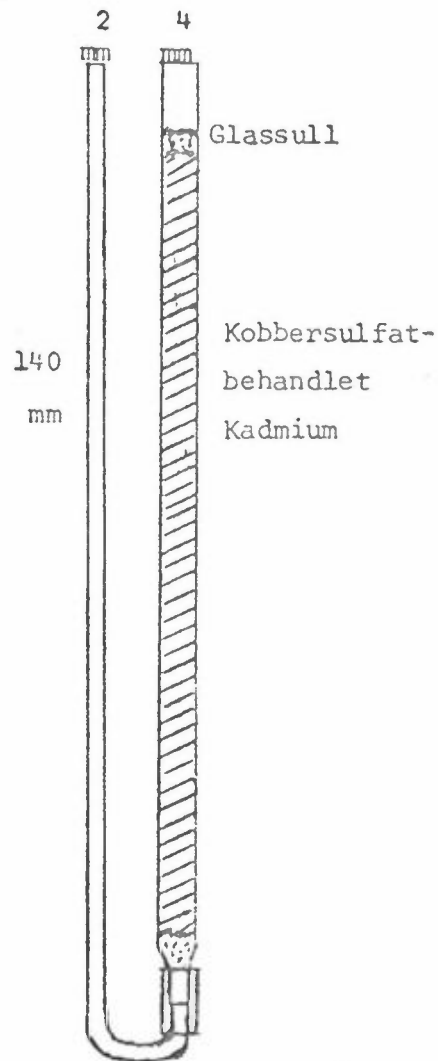
10 MERKNADER

- a. Ved begynnelsen av en analyseserie kjøres alltid først et par standarder. Er standardutslaget på nitrat lavere enn normalt skyldes det forgiftet kolonne, og den må regenereres (se punkt 12).
- b. Unngå luft i kolonnen. Kolonnen skal ikke koples til proporsjoneringspumpen før systemet er blitt fylt med væske.

11 STANDARDER OG AVLESNING

Alle standarder kjøres til å begynne med, og hver 10. prøve kjøres standard nr 1, 3, 5 og en prøvekopp med destillert H<sub>2</sub>O. Høyden på kurvene måles og det tegnes standardkurver på millimeterpapir.

Avleste verdier avrundes til nærmeste 0,05 og benevnes µg/ml.

12 KADMIUM-KOLONNEN

Cd. reagenser. Cd (Merck) siktes til 40-60 mesh, vaskes med HCl og H<sub>2</sub>O. Røres i ca 1 - 2 minutter i 2% CuSO<sub>4</sub>-løsning og vaskes med destillert H<sub>2</sub>O til helt klar løsning.

Regenerering av Cd-kolonnen. Kadmium i kolonnen tas ut og vaskes i 0,1 N HCl. Røres i 2% CuSO<sub>4</sub>-løsning til den blå løsningsfargen forsvinner.

REFERANSER

- (1) Henriksen, A.,  
Selmer-Olsen, A.R. Automatic Methods for Determining  
Nitrate and Nitrite in Water and  
Soil Extracts.  
Analyst, May 1970, Vol 95,  
pp 514 - 518.
- (2) Hefte med analyseforskrifter  
fra Norsk Institutt for Vann-  
forskning (NIVA).