

## Fysikalske applikasjoner

pH

Alkalitet

Turbiditet

Konduktivitet

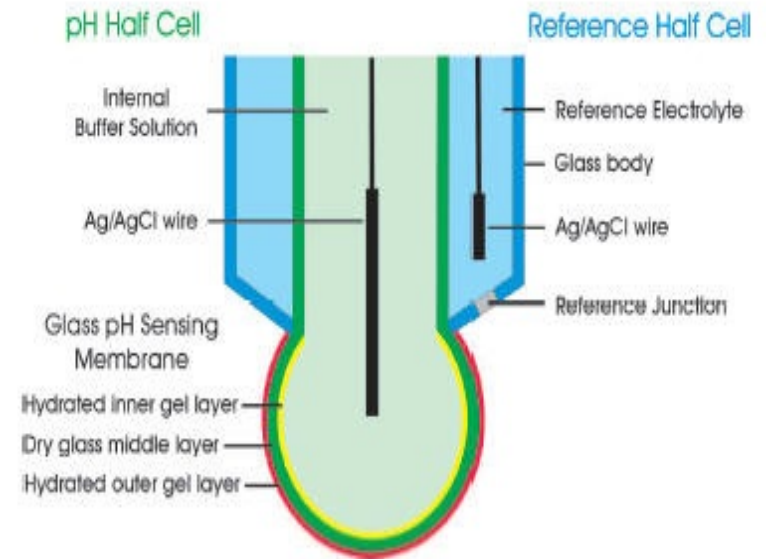
Farge

## pH – Prinsipp

- pH er definert som  $-\log [H^+]$
- Skalaen er derfor logaritmisk, med nullpunkt på pH 7.
- I dag brukes det for det meste glasselektroder til måling av pH. Disse oppfører seg etter Nernst likning:

$$E = E_0 - \frac{RT}{nF} \ln(Q)$$

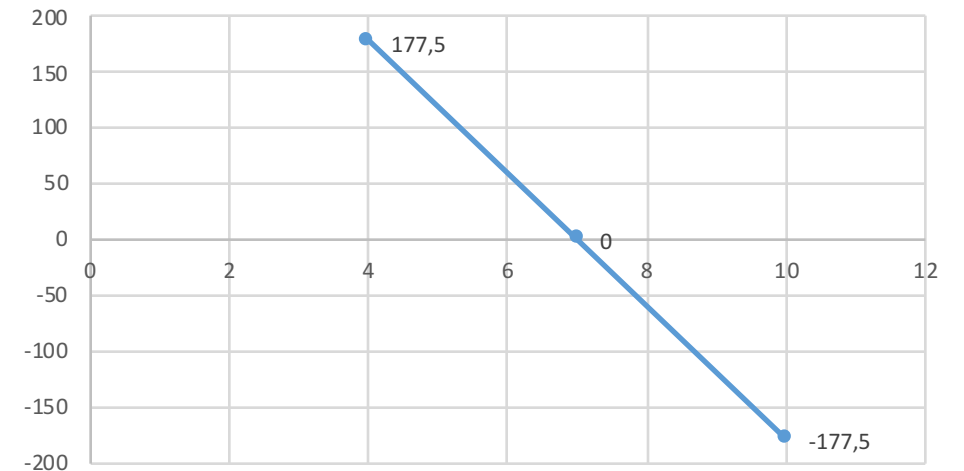
- Moderne pH elektroder er «kjent Nernstiske» så lenge de brukes riktig.
- Moderne pH elektroder er nøyaktige over pH 1 og opp til pH 10-11. Utover disse intervallene har elektrodene ofte en bias.



## pH – Kalibrering

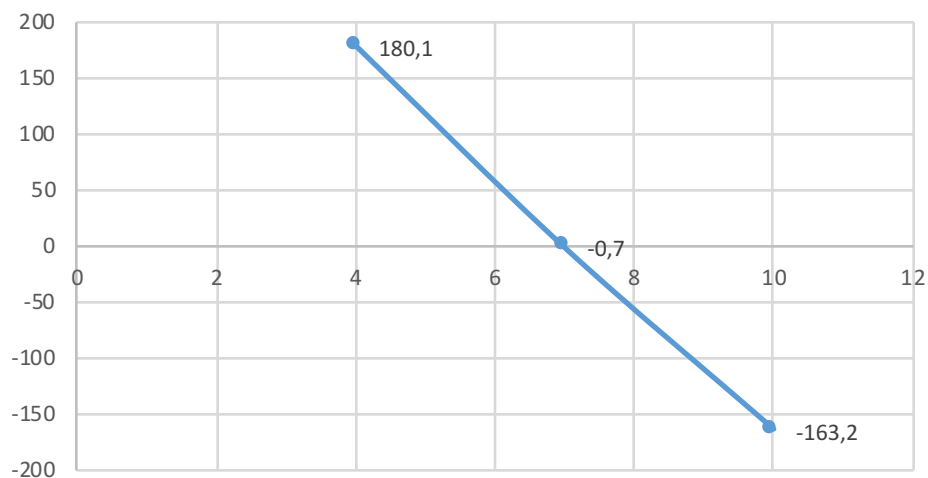
- pH må kalibreres hver gang elektroden skal brukes.
- Estimeres at en kalibrering er gyldig 12-24 timer, avhengig av mengden prøver som måles.
- Kalibreres ofte med 2 eller 3 punkt kalibrering. Krav i ISO standard er nullpunktmåling (pH 7) og en måling for slope (f.eks pH 4).
- Ideell slope for en pH elektrode ved 25 grader er  $-59,16$  mv/pH enhet
- Det er ikke alltid hensiktsmessig å kalibrere med pH 10 eller 11.

pH Kalibrering 3 pkt. Ideell



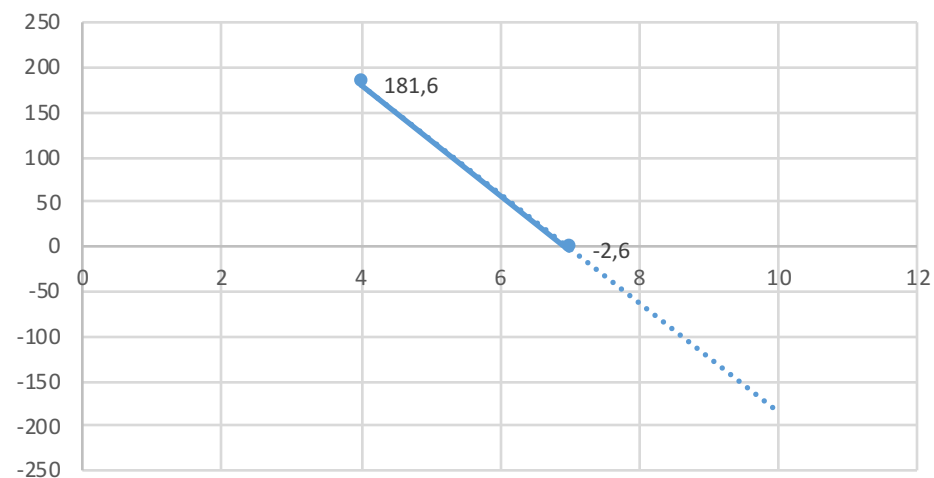
## pH – Kalibrering – Linearisering og pH 10

pH Kalibrering 3 pkt. avvik pH 10



Slope fra 4-7:	-60.26 mv/enhet
Slope fra 7-10:	54.63 mv/enhet
Gjennomsnittlig slope:	62.63 mv/enhet

pH Kalibrering 3 pkt. avvik pH 10



Slope fra 4-7:	61.4 mv/enhet
Linearisert slope 7-10:	61.4 mv/enhet

## pH – Tips

- Velg riktig elektrode til riktig jobb.
- Vær sikker på at kalibreringen er hensiktsmessig til bruken.
- Noen prøver er ømfintlige for luft – dette gjelder også ofte internkontroller!
- pH kontroller:
- Buffere skal treffe på verdi +/- 0,03, ihht standard
- Ved bruk av naturlige kontroller, tenk luftpåvirkning
- Stabilisert springvann – Bruk riktig beholder



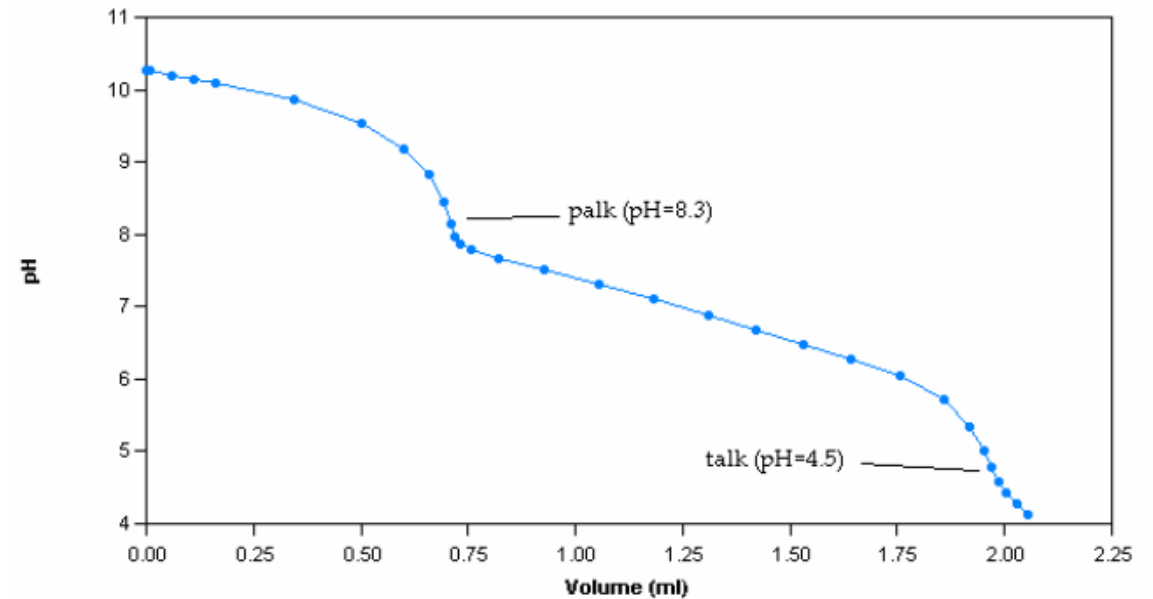
## Alkalitet - Prinsipp

- Alkalitet er den evnen vann har til å motsette seg endringer i pH.
- Alkalitet består av alle negative ioner som er titrerbare med sterk syre ned til en angitt pH.

Partiell alkalitet er pH 8.3 (Phenolptalein alkalitet)

Total alkalitet er pH 4.5

- Titreres vanligvis med en sterk syre som HCl eller tilsvarende. Andre syrer kan også brukes, men dette gjøres sjeldent.
- Helt avhengig av en nøyaktig pH kalibrering.



## Alkalitet - Tips

- Nedre deteksjonsgrense er avhengig av prøvevolum – For økt nedre bestemmelsesgrense kan titrert volum økes.
- Utregningene angitt i ISO-9963-1:1994, som er gyldig standard, gir unøyaktige resultater i lavt område. Dette er fordi den ikke korrigerer for titrering ned til pH 4.2, men isteden kutter titreringen på pH 4.5
- Dette kan korrigeres ved å titrere ned til pH 4.2 og bruke følgende utregning:

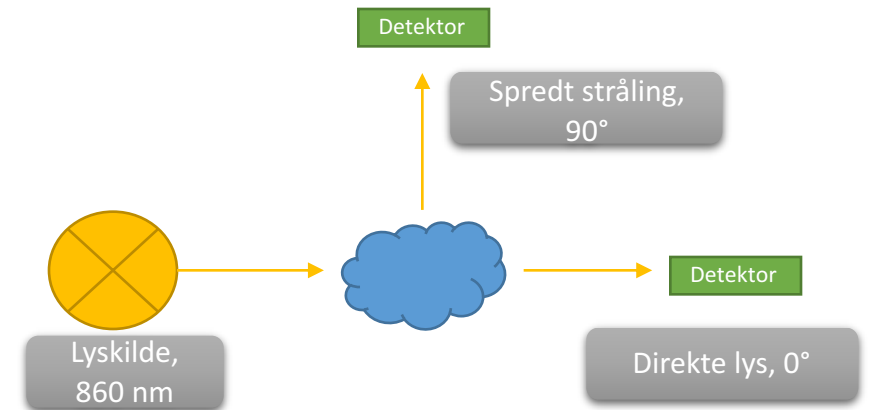
$$T_{\text{alk}} = \frac{((2 * [\text{ph } 4.2]) - [\text{ph } 4.5]) * [\text{HCl}] * 1000}{(\text{Titrert volum})}$$

Denne korreksjonen gir mer nøyaktig resultat i lavt område, og er godkjent av Norsk Akkreditering som modifikasjon til ISO-9963-1:1994



## Turbiditet – Prinsipp

- Turbiditet er reduksjon av gjennomsiktighet i en væske forårsaket av forekomst av uoppløst materiale.
- En prøve bestråles med lys på 860 nm, og hvor mye lys som spres av prøven måles av detektorer som står 90° på lysretningen.
- 860 nm er valgt for å hindre at prøvens egenfarge interfererer med målingen.
- Enkelt i prinsipp, vanskelig i praksis.

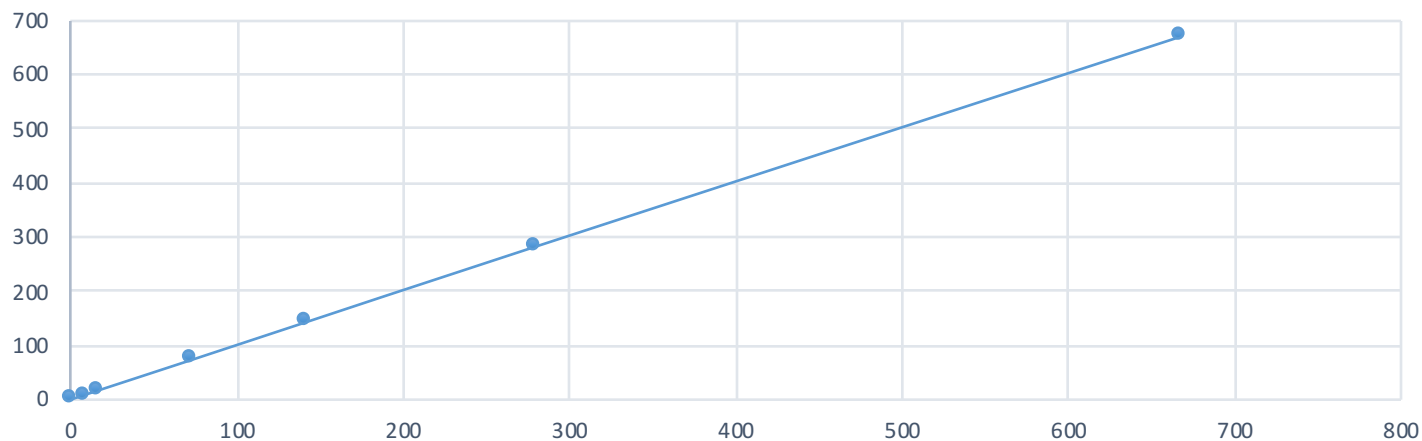




## Turbiditet - Kalibrering

- Kalibreres med mange punkter lavt i område (<1 FNU), og få punkter høyt i området.  
Gyldighet av kalibreringen vil være avhengig av internkontroller, apparatur og mengde prøver kjørt.  
For automatisk analyseutstyr kan den være stabil i tre måneder eller mer.
- Ekstremt avhengig av flow til kyvette. Innsnevringar bør unngås.
- Lampe svekkes over tid – vær obs på dette og recalibrer om nødvendig!

Turbiditetskalibrering



Standard	Målt verdi
0.02	0.087
0.1	0.147
0.25	0.323
0.5	0.557
1	1.053
5	4.987
10	9.887
100	99.794

## Turbiditet - Tips

- Nedre deteksjonsgrense kan ikke være lavere enn 0,02.
- Ny ISO Standard i 2017, ingen funksjonelle endringer i hvordan turbiditet skal måles, men tillater utvidet bruk av standarder (styrobenzenepolymer) uten å måtte ha modifikasjon.
- Det anbefales at alle laboratorier som kjører med formazin bytter til den nye typen av HMS hensyn.
- Kyvetterengjøring:  
Først sprit (antibac er faktisk bedre), så ionebyttet vann til utslag faller under 0,1.

Generelt bør nullprøve kjøres, og den bør være under 0,1 FNU

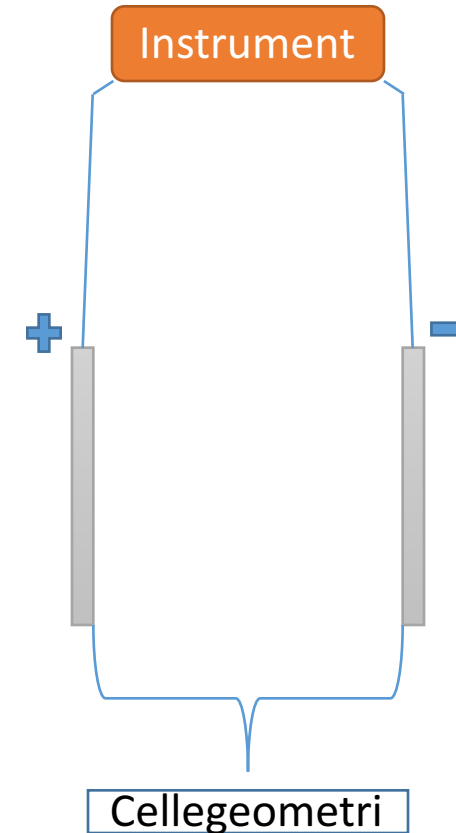


## Konduktivitet – Prinsipp

- Det settes spenning på to (eller flere) plater, og strømmen mellom platene måles.
- Gir et totalt mål på oppløste stoffer i prøven som leder strøm.

For enkelte prøvetyper kan dette brukes til å estimere TDS (Totalt Dissolved Solids), hvis man etablerer korrelasjon mellom de to parameterene.

- Platene i en konduktivitetcelle er som regel patinert med et platinabelegg, og dette blir slitt over tid ved bruk. Dette gjør at cellekonstanten må justeres i takt med prøvemengden.



## Konduktivitet - Kalibrering

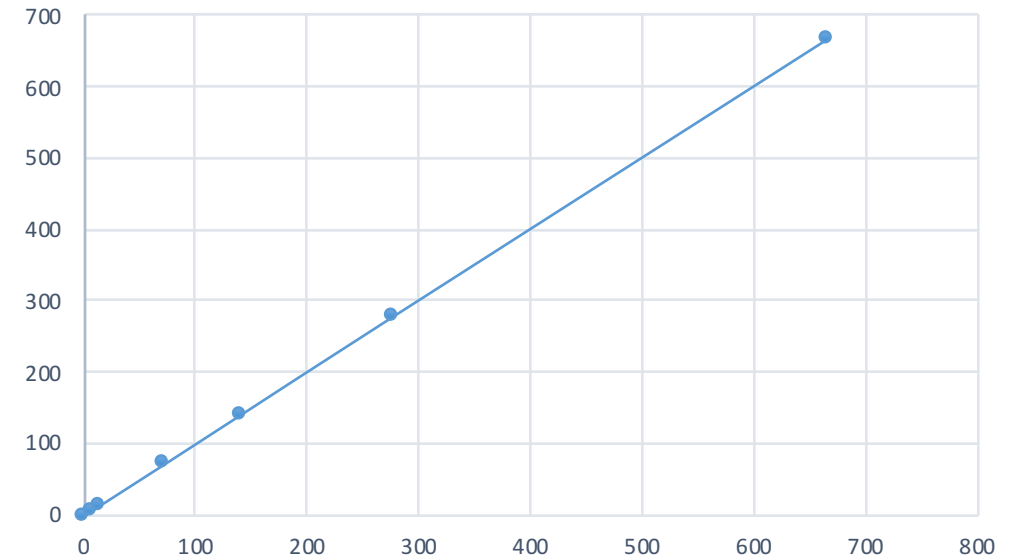
- Kalibreres direkte med tørket KCl ihht. NS-ISO 7888:1985

Det er viktig å notere at konduktivitet ikke er lineært med fortynning.

En 0,1M løsning av KCl gir dermed ikke halve konduktiviteten til en 0,2M løsning.

Det er angitt konsentrasjoner og konduktiviteter for KCl i NS-ISO 7888:1985, eller de kan kjøpes ferdig laget.

### Konduktivitetskalibrering



Standard	Målt verdi
0	0
7.4	7.35
14.7	14.87
72	72.14
141	141.67
278	279.51
667	666.55
1290	1295.21

## Konduktivitet - Tips

- Nedre deteksjonsgrense er avhengig av vannet laboratoriet har. ASTM Type 1 vil gi grenser ned i 0,05 mS/m, mens ASTM Type 2 vil gi 0,2 mS/m.
- Kalibreringer på konduktivitet er meget stabile.

Avhengig av instrumentering vil kalibreringen holde veldig lenge hvis cellekonstanten kan justeres uavhengig av kalibreringen.

- Sjøvann har en konduktivitet på litt over 4000 mS/m. Det vil ofte være unødvendig å kalibrere høyere enn dette i praksis.
- Prøver til konduktivitet bør ikke fortynnes, siden konduktivitet ikke er linært med fortynning.
- De fleste instrumenter måler temperatur, og korrigerer konduktivitet til 25 grader C.

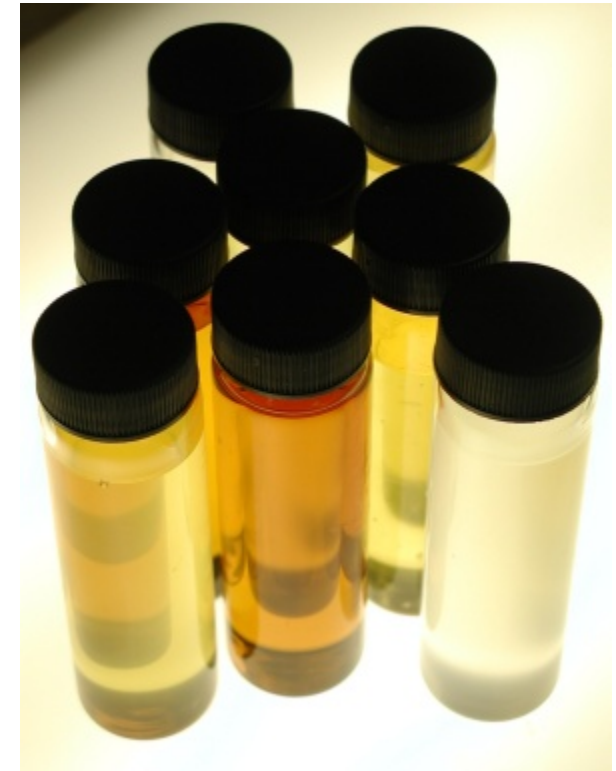


## Farge - Prinsipp

- Farge på vann forårsakes i hovedsak av jern, mangan og humusstoffer.
- «Fargetall» er et samleparameter, og er en ren spektrofotometrisk måling.
- Prøven filtreres med 0,45 $\mu$ m filter, før den måles på 410 nm med 5 cm kyvette.

Absorbansen leses av og plottes mot en standardkurve.

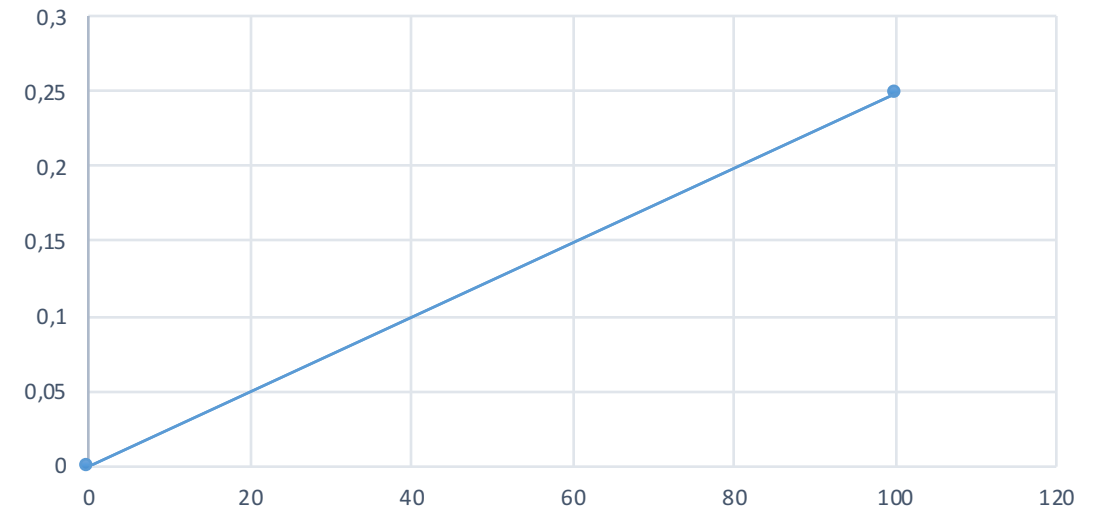
- Angis som «mg Pt/L», også kalt «Platina ekvivalenter».



## Farge - Kalibrering

- Kun to punkts kalibrering.
- Er en ren slope-beregning, ingen flere punkter er nødvendige.
- Standard angir også en slope som kan brukes hvis man ikke har mulighet til å kalibrere utstyret.
- Ideelt vil en løsning på 100 mg Pt/L gi 0,249 Abs.
- Det vil si at man vanligvis kan lese av opptil 400 mg Pt/L (1,0 Abs) før man må fortynne prøven.
- Kalibreres med Koboltkloroheksaplatinat (APHA standard)

### Fargekalibrering



Standard	Målt verdi
0	0
100	0.249

## Farge - Tips

- Nedre deteksjonsgrense vil alltid være 2 mg Pt/L. Dette er angitt av standard, uhensiktsmessig å validere lavere.
- Man bør ikke bruke koboltkloroheksaplatinat til internkontroller, da denne er giftig og kreftfremkallende. Bruk internkontroll av humussyre og natriumkarbonat slik standard foreskriver.
- Fargeprøver bør ikke fortynnes hvis det er mulig å unngå.
- Løsning til internkontroller er Humussyre og Natriumkarbonat. Denne \*må\* innstilles før bruk. Ta ut 0,33 mL til 100 mL, mål den som prøve. Du vil vanligvis få utslag på ca 70, istedenfor 100. Snu likningen, bruk fortynningsloven til å beregne faktisk konsentrasjon på stamløsning
- Beregn kontroller ut fra dette.





## Andre analyser verdt å nevne

### Biokjemisk Oksygenforbruk

- Samleparameter som gir pekepin på vannkvalitet og forurensingsgrad.
- Måler hvor mye av oksygenet i vannet som forbrukes i løpet av en kjent tid, ved hjelp av bakteriologisk nedbrytning.

### Kjemisk oksygenforbruk

Samleparameter som angir hvor mye oksygen som kreves for å bryte ned prøven kjemisk.

Tradisjonelt brukt dikromat og kvikksølv.

Ny teknikk er på vei inn på markedet, måler COD på 15 minutter.

