

Vloei-inspuit turbidimetrisiese analise van sulfaat in water

JF van Staden

Departement Chemie, Universiteit van Pretoria, Pretoria 0002, Suid-Afrika

Abstract

Flow-injection turbidimetric analysis of sulphate in water

Three flow-injection modifications of the basic turbidimetric determination of sulphate are described. The automated prevalve filtration system with activated carbon paper is suitable to remove suspended solids, organic substances and colour in most samples. The single- and double channel flow-injection systems are suitable for the analysis of sulphate in heavy coloured industrial effluents. For samples with a high sulphate content, automated dialysis seems to be the answer.

Inleiding

In die meeste analitiese laboratoriums word monsters met 'n groot verskeidenheid chemiese samestellings ontvang en dit is bykans onmoontlik om 'n analitiese metode te gebruik wat geheel en al vry van sturings is. 'n Opname van probleme by die grootste laboratoriums wat watergehalte bepaal, het getoon dat prosedures vir die bepaling van sulfaat een van die metodes is wat die meeste probleme skep. In die lig hiervan is ondersoek ingestel na die moontlike verbetering van hierdie metodes.

Outomatiese voorklepfiltrasië met geaktiveerde koolstof-filtreerpapier

Die outomatiese bepaling van sulfaat is hoofsaaklik gebaseer op die meting van die turbiditeit van 'n bariumsulfaatsuspensie. Benewens die korrekte verstrooiing van die ligdeeltjies by 420 nm vir akkuraatheid en presisie, is daar een knellende probleem wat inherent is aan hierdie metode en dit is dat bariumsulfaatpresipitaat in die vloei-sel akkumuleer. Dit gee aanleiding tot oordrag van monsters en 'n onstabiele basislyn. Byvoeging van 'n alkaliese buffer-EDTA oplossing deur 'n alternatiewe monsterlus het bogenoemde probleme opgelos (Van Staden, 1982).

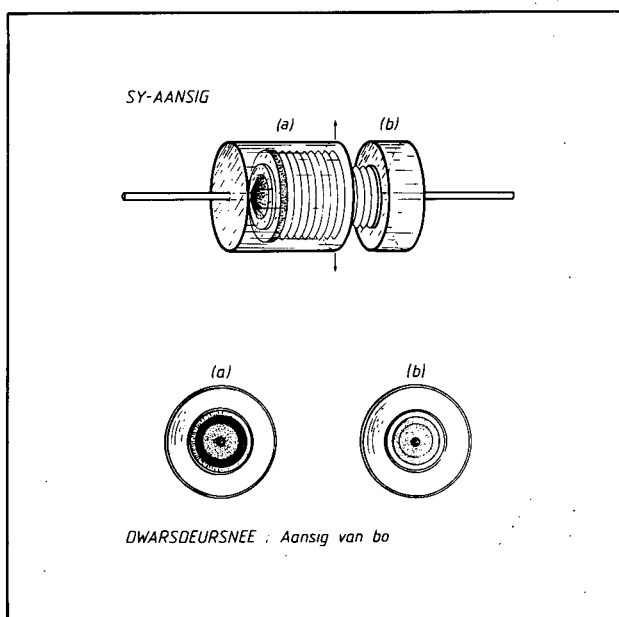
Daar is egter gevind dat gesuspendeerde vaste deeltjies en die teenwoordigheid van organiese stowwe en kleur nog steeds probleme skep in bogenoemde bepaling. Dit steur in die turbidimetrisiese bepaling van sulfaat. Gesuspendeerde vaste deeltjies is verder geneig om in die vloeisisteam en kleplusse te akkumuleer. Dit veroorsaak 'n verandering in die vloedinamika van die sisteam wat weer tot lae presisie lei. Soms word die vloeisisteam heeltemal geblokkeer.

Van Staden (1982) het 'n metode beskryf waardeur gesuspendeerde materiaal en kleur met behulp van outomatiese voorklepfiltrasië verwyder is. In die metode is gebruik gemaak van 'n 12 cm Tygonbuis met 'n binne-deursnee van 2,06 mm wat met korrelrige geaktiveerde koolstof gepak is. Die metode het goed gefunksioneer, maar daar is gevind dat vervanging van die Tygonbuis probleme kan lewer in roetinelaboratoriums. Die pakking van die buis is tydrowend. Dit is nie altyd moontlik om twee buise te pak wat identies is nie. Die buis kan ook te dig gepak word sodat vloei-probleme ontstaan.

Gevolgtlik is hierdie outomatiese voorklepfiltreersisteam nou verder verfyn deur 'n sisteam te ontwikkel waar geaktiveerde koolstof-filtreerpapier gebruik word.

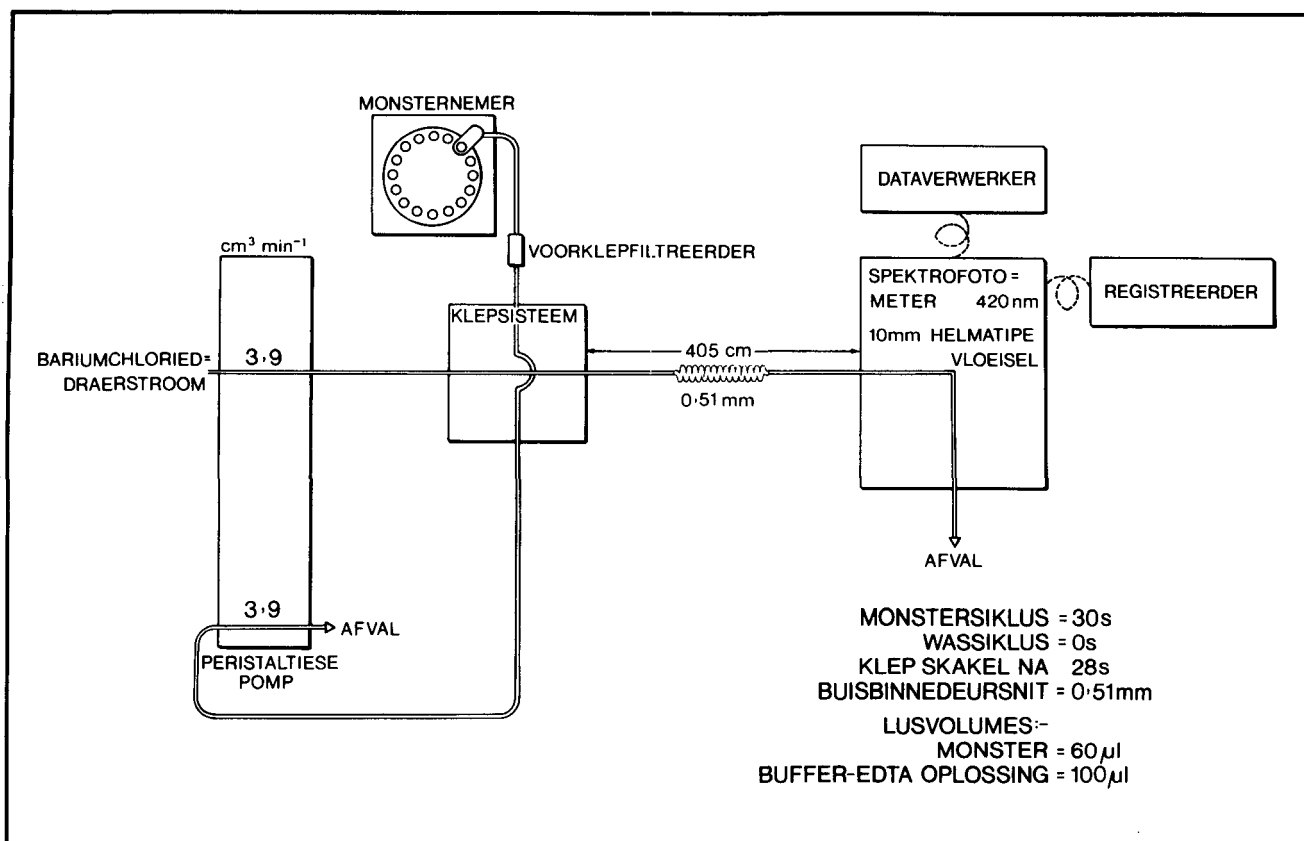
Eksperimenteel

Die geaktiveerde koolstof-filtreersisteam word skematies in Figuur 1 voorgestel. Die sisteam word met een of meer skywe geaktiveerde filtreerpapier (Carl Schleicher and Schüll, Postfach 4, D-3354, West Germany; active carbon paper No. 508) gepak. Die sisteam bestaan uit twee dele a en b wat inmekaar geskroef word. (Kyk sy-aansig Figuur 1). Die dwarsdeursnee van die twee dele a en b met aansig van bo toon die volgende (Figuur 1): Beide gedeeltes is voorsien van siffies wat die ergste gesuspendeerde deeltjies en kleur word deur die geaktiveerde filtreerpapier verwyder. Die siffie by gedeelte a is daar geplaas om te verhoed dat van die geaktiveerde koolstofdeeltjies op die filtreerpapier na die analitiese kanaal beweeg. Die gedeelte a bevat verder ook 'n O-ring (kyk dwarsdeursnee Figuur 1) om lekkasie van lug te voorkom en die sisteam dig te sluit. Hierdie gedeelte is verder effens skuins afgewerk om die sisteam beter te laat funksioneer. Die skoon monster word vanuit hierdie gedeelte aan die analitiese kanaal van die vloeisisteam voorsien. Die filtreersisteam word geïnkorporeer as deel van die vloedigram tussen die



Figuur 1
Skematiese voorstelling van die outomatiese voorklepfiltreersisteam met geaktiveerde koolstof-filtreerpapier.

Ontvang 24 Mei 1984.



Figuur 2
 Vloediagram vir sulfaat. Analisefrekwens 60 monsters per uur. Buis-
 lengte en -binnedeursnit word respektiewelik in cm en mm gegee.

monsternemer en die monsternemingsklepsisteem soos geïllustreer in Figuur 2.

Dieselfde monsternemingsklep en lusse, monsternemer, peristaltiese pomp en spektrofotometer met deurvloei-sel soos voorheen beskryf (Van Staden, 1982), is gebruik. By die vermengingsisteem (Figuur 2) is die enigste verskil die vervanging van die geaktiveerde koolstof-tygonbuis met 'n geaktiveerde koolstof-filtreerpapiersisteem.

Die voorbereiding van die reagense en standaarde is voorheen beskryf (Van Staden, 1982).

Prosedure

Dieselfde prosedure soos voorheen is gevolg (Van Staden, 1982).

Resultate en bespreking

Buffer-EDTA oplossing van die monsterhouers tussen werklike monsters word ook deur die voorklepfiltreersisteem gepomp. Hierdie verbindings kon ook deur die geaktiveerde filtreerpapier geadsorbeer word, wat sou veroorsaak dat die leeftyd van die filtreerpapier drasties ingekort word. Hierdie moontlikheid is ondersoek en daar is gevind dat dit geen invloed uitoefen nie. 'n Tweede moontlikheid is dat die geaktiveerde filtreerpapier sulfaatione kon adsorbeer. Standaard sulfaatoplossings sowel as handgefiltreerde monsters en gewone kraanwater is met en sonder die geaktiveerde voorklepfiltreersisteem ontleed. Geen verskil in absorpsie is waargeneem nie. Die leeftyd van die filtreerpapier word bepaal deur die geartheid van en aantal vaste deeltjies wat in monsters teenwoordig is. Daar is gevind dat

meer as 500 monsters deur die filtreersisteem gepomp kan word voordat die filtreerpapier vervang moet word. Dit moet geskied sodra daar enige tekens is dat die presisie verswak voordat dit blyk of daar 'n aanduiding van blokkasie is. Dit kan gedoen word deur die hele voorklepsisteem te vervang met 'n tweede terwyl die sisteem in bedryf is sonder om die vermengingsisteem te versteur.

Die invloed van monsteroordrag oor die konsentrasiegebied van 50 tot 200 mg · dm⁻³ sulfaat is geëvalueer deur analises na willekeur uit te voer. Oordrag van een monster na 'n tweede is weglaatbaar klein. Geen basislynverskuiwing is ondervind nie.

Die presisie van die metode is op 10 verskillende watermonsters getoets wat oor die konsentrasiegebied van 50 tot 200 mg · dm⁻³ versprei is. Die standaardafwyking vir die watermonsters met verskillende sulfaatkonsentrasies is minder as 1% op 17 toetse vir elke monster.

Die akkuraatheid van die voorgestelde vloei-inspuit analisetegniek (VIA) metode is getoets deur die resultate van 20 oppervlakte-, grond- en huishoudelike watermonsters te vergelyk met 'n vorige VIA metode (Van Staden, 1982) en 'n standaard outomatiese gesegmenteerde metode waar die monsters met die hand gefiltreer is voor analise. (Kyk Tabel 1). Om te toets of die voorgestelde metode geskik is vir toepassing in wateranalise, is die t-distribusietoets (Eckshlager, 1969) op die voorgestelde VIA- en standaard outomatiese gesegmenteerde metode uitgevoer. Daar is gevind dat die eksperimenteel berekende t-waarde van 0,692 kleiner is as die getabuleerde t-waarde van 2,093 op die 95% betroubaarheidsinterval. Daar is dus geen statisties betekenisvolle verskil op bogenoemde betroubaarheidsinterval nie. Die verskil in resultate kan verduidelik word aan die hand van toevallige foute. Die voorgestelde metode is dus geskik vir die bepaling van

TABEL 1
AKKURAAKHEIDSTOETS VAN DIE VOORGESTELDE
VIA-METODE TEEN STANDAARD PROSEDURES

Monster	Voorgestelde VIA-metode Sulfaatkonsentrasie in mg. dm ⁻³	Outomatiese gese-gementeerde metode Sulfaatkonsentrasie in mg. dm ⁻³	VIA-metode alreeds beskryf (Van Staden, 1982) Sulfaatkonsentrasie in mg. dm ⁻³
1	180	183	181
2	53	52	51
3	75	78	76
4	121	120	121
5	173	170	174
6	81	79	82
7	193	196	195
8	172	169	173
9	87	84	84
10	65	65	61
11	195	194	190
12	149	151	151
13	136	136	134
14	59	59	61
15	113	112	110
16	177	178	177
17	96	99	97
18	141	146	142
19	159	157	158
20	119	124	120

sulfaat in water. Die akkuraatheid van die voorgestelde metode is ook getoets deur bekende hoeveelhede sulfaat by watermonsters te voeg en te bepaal hoeveel van die bygevoegde sulfaat herwin is (Tabel 2). Die herwinbaarheid volgens hierdie metode is gemiddeld 99,8%.

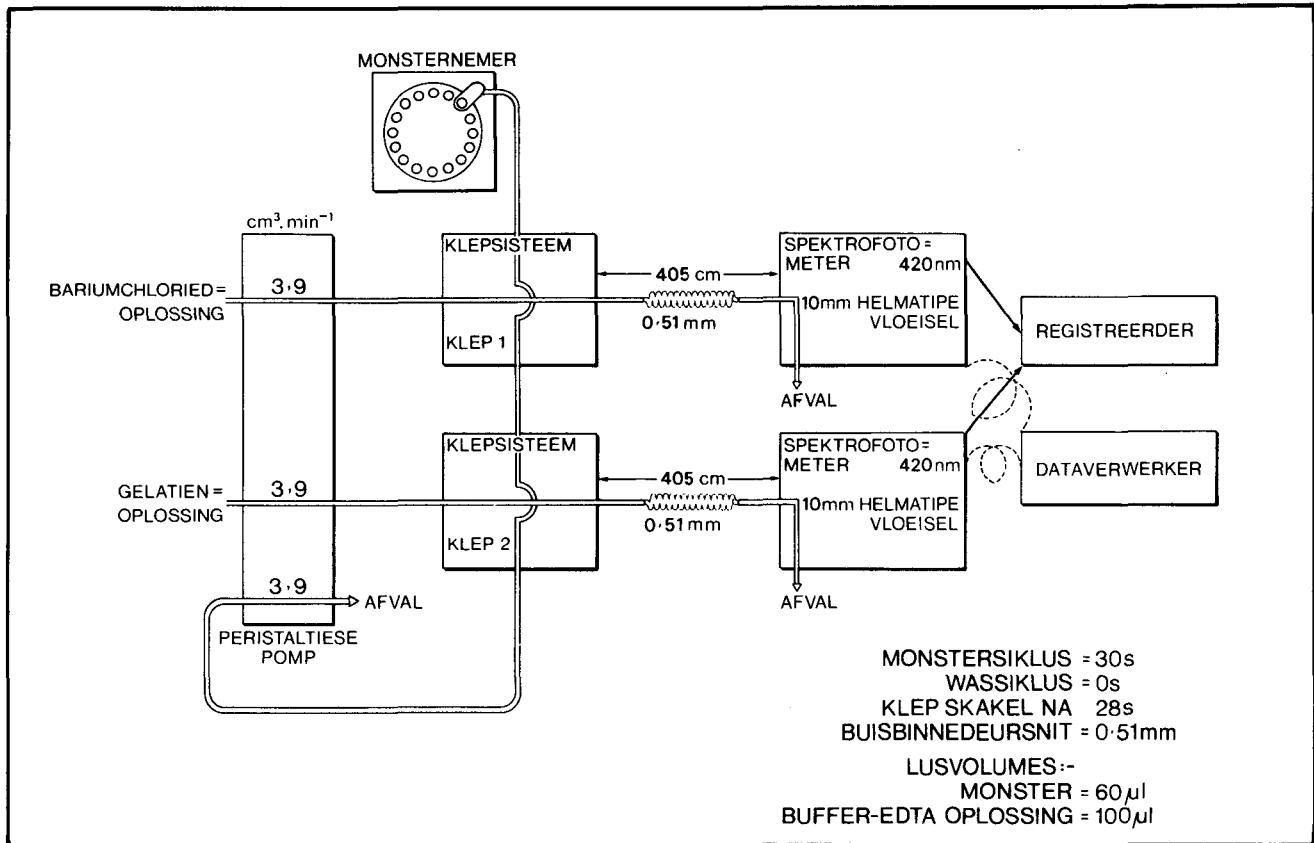
TABEL 2
HERWINNINGSTOETSE MET DIE VOORGESTELDE
VIA-METODE OP DRIE WATERMONSTERS MET
VERSKILLENDE SULFAATKONSENTRASIES

Monster	Herwinningstoets			
	Sulfaatkonsentrasie in watermonster (mg. dm ⁻³)	Sulfaat bygevoeg (mg)	Sulfaat herwin (mg)	% Herwin
1	53	5,0	4,92	98,4
		10,0	9,98	99,8
		15,0	15,02	100,1
2	195	5,0	5,01	100,2
		10,0	10,03	100,3
		15,0	15,01	100,1
3	96	5,0	4,97	99,4
		10,0	9,96	99,6
		15,0	14,99	99,9

Gemiddelde % herwinning = 99,8

Gebruik van 'n enkel- of dubbelkanaalsisteen by industriële afvalwater

Sekere watersisteme, veral industriële afvalwater en water vanuit mynhope, bevat komponente wat intens gekleurde oplossings met water vorm. Monsters van 'n soortgelyke aard kom ook voor in watersisteme wat gevoed word vanuit digbeboste gebiede in Suid-Afrika. Daar is gevind dat die kleurstowwe in bogenoemde monsters nie op die geaktiveerde koolstof-filtreerpapier adsorbeer nie. Gevolglik kan die kleur nie op hierdie wyse verwyder word nie. Bogenoemde monsters kom gewoonlik nie as 'n reël op 'n



Figuur 3
Dubbelkanaalsisteen. Buislengte en -binne-deursnit word respektiewelik in cm en mm gegee.

roetine basis in laboratoriums voor nie, maar verskyn soms wel as uitsonderings, gevolglik moet vir sulke monsters voorsiening gemaak word. Twee tipes vloeisisteme, naamlik 'n analitiese enkel-, sowel as 'n dubbelkanaalsisteem is vir hierdie doel ont-wikkel en aangepas.

By die enkelkanaalsisteem word die sulfaat in die gekleurde monsters saam met die sturings bepaal. 'n Blanko analise word dan outomaties op dieselfde reeks monsters uitgevoer. In die geval van die dubbelkanaalsisteem word 'n blankobepaling gelyktydig uitgevoer deur dieselfde monster met behulp van twee klepsisteme op dieselfde oomblik in twee analitiese kanale te voer na twee gekalibreerde deteksiesisteme.

Ekperimenteel

Die instrumentasie vir die enkel- (Figuur 1) en die dubbelkanaal-sisteem is basies dieselfde as dié wat voorheen (Van Staden, 1982) beskryf is, behalwe dat sommige vir die dubbelkanaalsisteem gedupliseer word (Figuur 3).

Die voorbereiding van reagense soos die bariumchloried-oplossing, bufferoplossing en die standaard sulfaatoplossing is volledig beskryf (Van Staden, 1982). Dit is egter nodig om bykomend 'n gelatienoplossing te berei. Dieselfde prosedure as by die bariumchloriedoplossing is van toepassing, behalwe dat die bariumchloried weggelaat word.

Prosedure

'n Skematiese diagram van die analitiese vloeisisteme verskyn in Figure 1 en 3. Die vermengingsisteme bestaan uit Tygonbuise met 'n binnedeursnee van 0,51 mm. Die buise is as vermengings-poele om 15 mm perspexstawe gedraai. Lynlengtes word in die figuur aangedui.

Werkswyse by die enkelkanaalsisteem

Die sulfaat in 'n reeks gekleurde monsters word saam met die sturings op die gewone wyse bepaal met bariumchloried in die draerstream. Monsters van 'n outomatiese Cenco monsternemer word outomaties met behulp van 'n 60 μ l monsternemingslus in die draerstream ingespuut deur gebruik te maak van 'n Carle mikrovolume twee-positie monsternemingsklep. Dit word afgewissel deur outomaties 100 μ l van 'n alkaliese buffer-EDTA oplossing met die ander monsternemingslus in die draerstream in te spuit. Die wyse waarop dit geskied is volledig deur Van Staden (1982) beskryf.

'n Blanko analise word dan op dieselfde reeks monsters uit-gevoer. Dit geskied deur dieselfde prosedure as hierbo te herhaal met slegs 'n gelatienoplossing, maar sonder 'n bariumchloried-oplossing in die draerstream.

Werkswyse by die dubbelkanaalsisteem

Monsters, afgewissel met alkaliese buffer-EDTA oplossing, van 'n outomatiese Cenco monsternemer word deur die monsternemingslusse van twee verskillende klepsisteme met behulp van 'n peristaltiese pomp gepomp (Figuur 3). Die twee klepsisteme spuit gelyktydig gelyke hoeveelhede in elk van die twee draer-strome. Op hierdie wyse word 60 μ l monster in die analitiese kanaal met bariumchloriedoplossing as draerstream ingelaat. Terselfdertyd word 60 μ l in die blankokanaal met gelatienoplos-sing as draerstream ingelaat. Dit word afgewissel deur outomaties 100 μ l van 'n alkaliese buffer-EDTA oplossing met die alternatiewe monsternemingslusse in beide kanale in te spuit. Die wyse

waarop dit geskied is ook volledig deur Van Staden (1982) beskryf.

Om aanvaarbare pieke te verkry is dit noodsaaklik dat beide die blanko- en analitiese kanale goed gesinchroniseer is. Verder moet die monsternemingslusse en instrumentasie goed gekali-breer wees. Sinchronisering en kalibrasie kan met behulp van 'n verdunde gekleurde indikatoroplossing uitgevoer word.

Resultate en bespreking

Die presisie en akkuraatheid van die voorgestelde VIA-metode is getoets deur die resultate van 12 monsters te vergelyk met resultate wat met die outomatiese voorklepfiltrasiemetode met geaktiveerde koolstof-filtreerpapier verkry is nadat die monsters herhaaldelik behandel is.

TABEL 3
RESULTATE VAN DIE PRESISIE- EN AKKURAATHEIDSTOETS
VIR DIE VOORGESTELDE VIA-PROSEDURES

Monster	VIA-metode alreeds beskryf Sulfaatkonsentrasie in mg. dm ⁻³	Voorgestelde VIA-prosedures Sulfaatkonsentrasie in mg. dm ⁻³	Variasiekoëffisiënt ^a %
Enkelkanaalsisteem			
1	179	180	0,56
2	165	166	0,57
3	132	132	0,61
4	79	76	0,81
5	145	146	0,61
6	168	166	0,59
7	146	140	0,60
8	177	176	0,56
9	186	187	0,56
10	142	144	0,62
11	186	180	0,58
12	133	120	0,65
Dubbelkanaalsisteem			
1	179	178	0,56
2	165	167	0,56
3	132	131	0,60
4	79	77	0,79
5	145	146	0,60
6	168	166	0,58
7	146	141	0,61
8	177	177	0,56
9	186	186	0,59
10	142	144	0,60
11	186	179	0,56
12	133	117	0,66

^aVir 14 toetse op elke monster

Die standaardafwyking is minder as 1% op 14 toetse vir elke monster. Die resultate vergelyk gunstig (Tabel 3), behalwe vir die monsters waar die outomatiese voorklepfiltrasiemetode heeltemal faal. Dit t-distribusietoets (Eckshlager, 1969) is ook op bogenoemde metodes uitgevoer om te toets of die voorgestelde enkel-en dubbelkanaalsisteme geskik is vir toepassing in water-analise. Die eksperimenteel berekende t-waardes van 1,62 vir die enkel-, en 1,66 vir die dubbelkanaalsisteme is kleiner as die getabuleerde t-waarde van 2,201 op die 95% betroubaarheidsinterval. Geen statisties betekenisvolle verskil kom op bogenoemde betroubaarheidsinterval voor nie, sodat die verskil in resultate te wyte is aan toevallige foute. Die voorgestelde sisteme is dus albei geskik vir die bepaling van sulfaat in water. Dit was verder ook nodig om

TABEL 4
HERWINNINGSTOETSE MET DIE VOORGESTELDE ENKEL-
EN DUBBELKANAALSISTEME OP WATERMONSTERS MET
VERSKILLENDE SULFAATKONSENTRASIES

Monster	Sulfaatkonsentrasie in watermonster (mg. dm ⁻³)	Herwinningstoets		
		Sulfaat bygevoeg (mg)	Sulfaat herwin (mg)	% Herwin
Enkelkanaalsisteam				
1	187	5	4,96	99,2
		10	9,92	99,2
		15	15,01	100,0
2	121	5	4,89	97,8
		10	9,88	98,8
		15	14,91	99,4
Gemiddelde % herwinning = 99,1				
Dubbelkanaalsisteam				
1	193	5	4,92	98,4
		10	9,90	99,0
		15	14,97	99,8
2	116	5	4,88	97,6
		10	9,85	98,5
		15	14,94	99,6
Gemiddelde % herwinning = 98,8				

TABEL 5
RESULTATE VAN DIE PREZISIE- EN AKKURAAHEIDSTOETS
VIR DIE VOORGESTELDE PROSEDURE

Monster	VIA-metode alreeds beskryf	Voorgestelde VIA-metode	Variasiëkoëffisiënt ^a
	Sulfaatkonsentrasie in mg. dm ⁻³	Sulfaatkonsentrasie in mg. dm ⁻³	
1	1 950	1 936	0,78
2	3 437	3 451	0,76
3	1 921	1 907	1,03
4	4 071	4 083	0,71
5	1 769	1 760	0,84
6	1 606	1 632	0,97
7	5 130	5 146	0,69
8	4 381	4 730	0,70
9	3 967	3 989	0,77
10	4 206	4 327	0,70

^aVir 15 toetse op elke monster

TABEL 6
HERWINNINGSTOETSE MET DIE VOORGESTELDE VIA-
METODE OP WATERMONSTERS MET VERSKILLENDE
SULFAATKONSENTRASIES

Monster	Sulfaatkonsentrasie in watermonster (mg. dm ⁻³)	Herwinningstoets		
		Sulfaat bygevoeg (mg)	Sulfaat herwin (mg)	% Herwin
1	1 690	50	48	96
		100	98	98
2	4 735	50	49	98
		100	98	98

Gemiddelde % herwinning = 97,5

die monsters herhaaldelik te sentrifugeer en te filtreer voordat die sulfaatinhoud wel bepaal kon word. Omdat die outomatiese voorklepfiltrasiemetode soms gefaal het, was dit nodig om die akkuraatheid van die voorgestelde metode te toets deur bekende hoeveelhede sulfaat by die watermonsters te voeg en te bepaal hoeveel van die bygevoegde sulfaat herwin is. (Tabel 4). Uit die resultate blyk dit dat die herwinbaarheid volgens hierdie prosedures respektiewelik gemiddeld 99,1% vir die enkelkanaal- en gemiddeld 98,8% vir die dubbelkanaalsisteam is. Willekeurige analises toon verder dat oordrag van een monster na 'n tweede weglaatbaar klein is. Geen basislynverskuiwing is ondervind nie.

Bepaling van die hoë sulfaatinhoud in industriële afvalwater

Enkele monsters, veral dié vanaf industriële afvalwater vanuit aanlegte waarin swaelsuur gebruik word, se sulfaatinhoud is relatief hoog sodat dit buite die konsentrasiegebied van bestaande metodes val. Hierdie monsters moet met die hand verdun word voordat die sulfaat in die verdunde monsters dan bepaal kan word volgens bestaande prosedures. Bogenoemde handverdunningsmetode neem egter baie tyd in beslag en dit kan verder ook lei tot 'n verlaging in akkuraatheid en presisie van resultate.

Outomatiese dialise van monsters het verder die volgende voordele wat geïmplementeer is in 'n metode:

- Steuringsmateriaal soos gesuspendeerde deeltjies en organiese kleur word outomaties verwyder;
- verdunning van monsters vind outomaties plaas en dit skakel sleurwerk uit;
- geen verlies in akkuraatheid en presisie kom voor weens verdunning nie want elke standaard en monster word onderwerp aan dieselfde konstante vloeidinamika; en
- produktiwiteit word verhoog.

Eksperimenteel

Instrumentasie

'n Module van 160 × 30 × 25 mm gemasjineer van perspex met 'n 0,50 mm radiaaldiepte groef word in die analitiese kanaal ingesluit vir outomatiese verdunning. (Figuur 4). Die dialiseereenheid is toegerus met 'n *Technicon Pre-mount Dialysis Membrane Type C*.

Dieselfde monsternemingsklep, monsternemer en spektrofotometer met deurvloei-sel as voorheen is gebruik. 'n Cenco peristaltiese pomp wat teen 30 revolusies per minuut funksioneer is egter gebruik. Die vermengingsstelsel verskil ook wat betref die insluiting van 'n dialiseerder asook die analitiese kanale.

Reagense

Analitiese reagense graad reagense is gebruik, tensy dit anders gespesifiseer is.

Soutsuuroplossing

0,01 mol. dm⁻³HCl. Los 80 cm³ gekonsentreerde soutsuur (soortlike gewig = 1,19; pro analysi - Merck) in 500 cm³ gedistilleerde

water op. Verdun kwantitatief na 1 dm³ met gedistilleerde water. Dit lewer 'n 1,00 mol.dm⁻³ stam-soutsuuroplossing. Berei 'n geskikte werkoplossing met 'n konsentrasie van 0,01 mol.dm⁻³ deur verdunning van 'n geskikte alikwot van die stamoplossing.

Bariumchloriedoplossing

Los 0,20 g timolkristalle op in 500 cm³ gedistilleerde water by 'n temperatuur van ongeveer 80 °C. Koel af tot 40 °C. Verdun kwantitatief tot 2 dm³ met gedistilleerde water. Voeg 4 g gelatien stadig by. Skud baie goed totdat alles opgelos het. Voeg 50 g bariumchloriedihidraat (BaCl₂ · 2H₂O) by en los op. Filtreer, indien nodig.

Standaarde

Stam-sulfaatoplossing

Los 27,5112 g (NH₄)₂SO₄ op in gedistilleerde water en verdun kwantitatief na 1 dm³. Die oplossing bevat 20 000 mg.dm⁻³ sulfaat as SO₄²⁻.

Standaard-sulfaatwerkoplossings

Berei die volgende reeks standaardwerkoplossings in 250 cm³ volumetriese flesse.

Nommer	Volume stamoplossing (cm ³)	Sulfaatkonsentrasie in mg.dm ⁻³
1	20	1 600
2	30	2 400
3	40	3 200
4	50	4 000
5	60	4 800
6	75	6 000

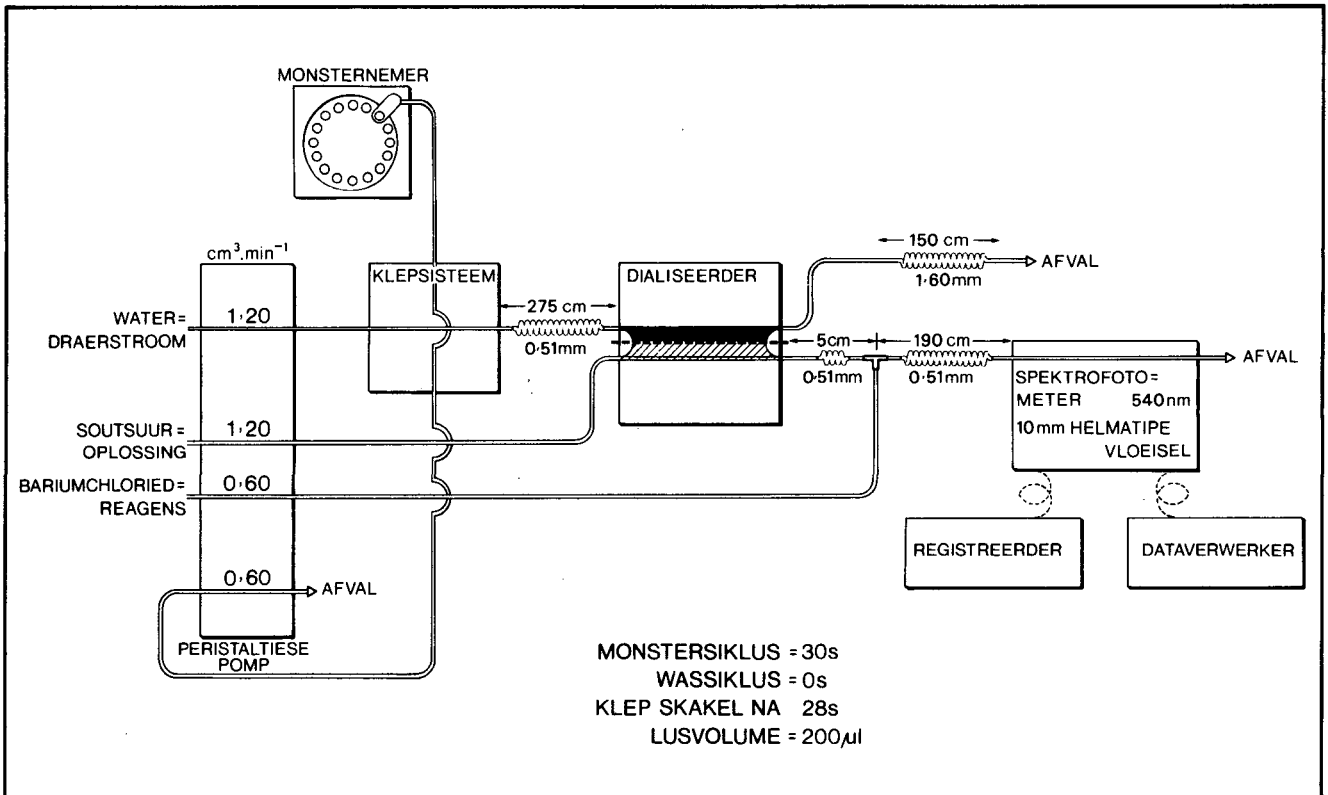
Prosedure

'n Skematiese diagram van die analitiese vloeisisteen wat bedryf word in die bepaling van sulfaat verskyn in Figuur 4. Die vermengingsisteen bestaan uit Tygonbuis met lynlengtes en buisbinnedeursnee soos aangedui in Figuur 4.

Die monsters vanaf die Cenco monsternemer word outomaties in die analitiese kanaal met behulp van 'n 200 µl monsternemingslus ingespuut. 'n Monsternemingsiklus van 30 s word tussen opeenvolgende monsters gehandhaaf. Dit gee 'n kapasiteit van 120 monsters per uur. Die monsternemingsklepsisteen skakel elke 28 s nadat die monsternemer na die volgende monster beweeg het. Die klepsisteen is gesinchroniseer met die monsternemingseenheid.

Resultate en bespreking

'n Tipiese drukstuk van 'n strookkaartregistreerder teen 'n

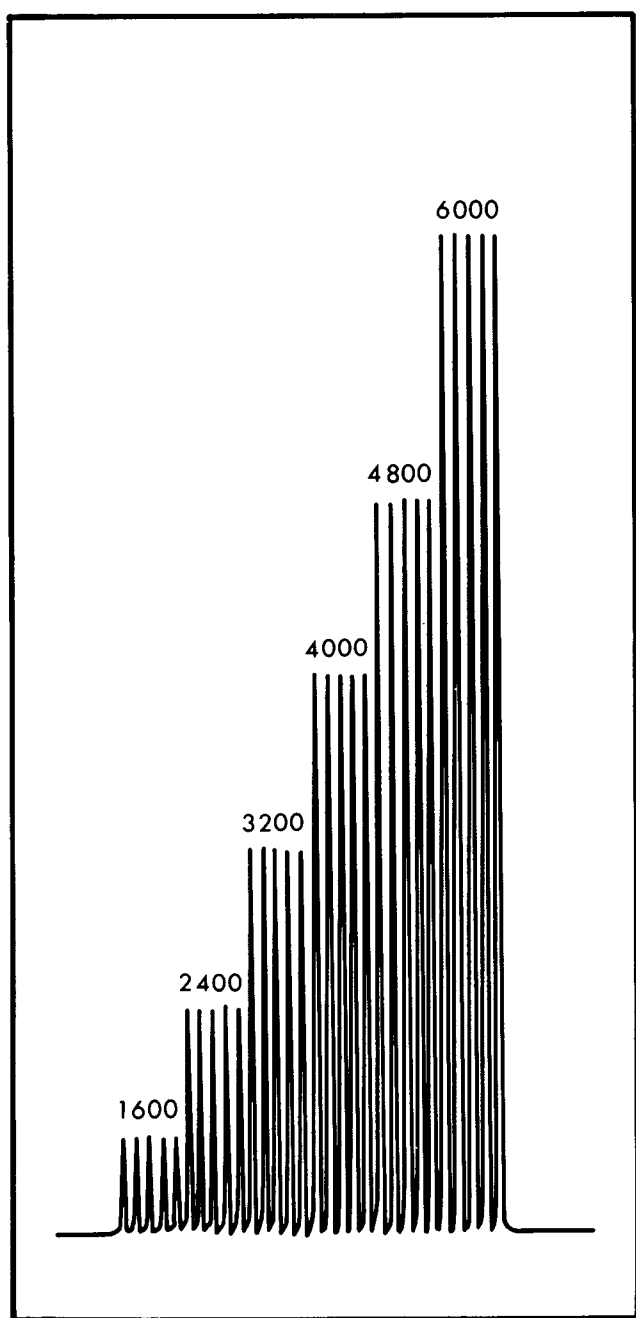


Figuur 4
Analitiese vloeisisteen met outomatiese dialise. Analisefrekwens 120 monsters per uur. Buislengte en -binnedeursnit word respektiewelik in cm en mm gegee.

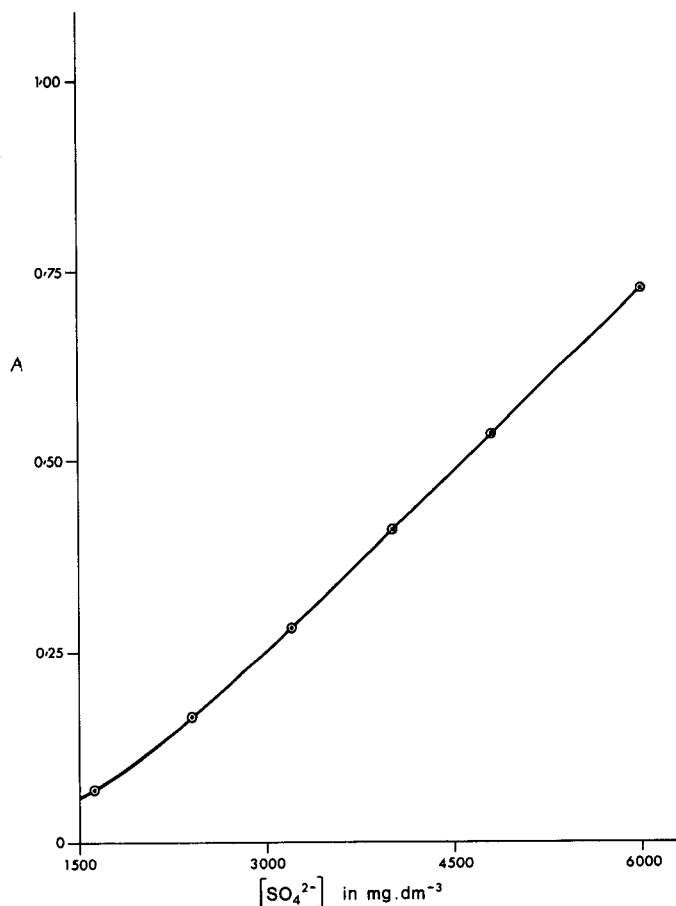
monsternemingstempo van 120 monsters per uur verskyn in Figuur 5. Die kalibrasiekurwe is lineêr van 1 600 tot 6 000 mg. dm^{-3} (Figuur 6).

Die presisie en akkuraatheid van die voorgestelde vloeïnsputprosedure word in Tabel 5 aangetoon. Die standaardafwyking is minder as 1% op 15 toetse vir elke monster. Die akkuraatheid van die voorgestelde VIA-metode is getoets deur die resultate van 10 monsters te vergelyk met die resultate wat met die outomatiese voorklepfiltrasië met geaktiveerde koolstof-filtreerpapier verkry is waar die monsters met die hand verdun is voor analise. Die t-distribusietoets (Eckslager, 1969) is ook op bogenoemde metodes uitgevoer om te toets of die voorgestelde

vloeïnsputprosedure geskik is vir toepassing in wateranalise. Daar is gevind dat die eksperimenteel berekende t-waarde van 1,31 kleiner is as die getabelleerde t-waarde van 2,262 op die 95% betroubaarheidsinterval. Daar is dus geen statisties betekenisvolle verskil op bogenoemde betroubaarheidsinterval nie. Die verskil in resultate kan verduidelik word aan die hand van toevallige foute sodat die voorgestelde VIA-metode dus geskik is. Die akkuraatheid van die voorgestelde metode is ook getoets deur bekende hoeveelhede sulfaat by watermonsters te voeg en te bepaal hoeveel van die bygevoegde sulfaat herwin is (Tabel 6). Die herwinbaarheid volgens hierdie metode is 97,5%.



Figuur 5
Tipiese registreerder strookkaart. Die getalle op die pieke dui sulfaatkonsentrasie as mg. dm^{-3} aan.



Figuur 6
Kalibrasiekurwe.

Gevolgtrekkings

Drie modifikasies van die basiese turbidimetriese spektrofotometriese bepaling van sulfaat is beskryf.

Die outomatiese voorklepfiltreersisteem met geaktiveerde koolstof-filtreerpapier funksioneer goed en kan gebruik word met die volgende voordele –

- Dit kan maklik vervang word;
- opeenvolgende sisteme is meer eenvormig; en
- druk en vloeïnsput in die verskillende sisteme is meer konstant.

Dit kan verder ook vir monsters met ander analiete aange-
wend word, mits –

- gesuspendeerde vaste deeltjies en kleur volledig verwyder kan word sodat dit nie verder steur nie;
- akkuraatheid nie beïnvloed word nie; en
- die monsters nie oplosbare gekleurde deeltjies bevat wat nie verwyder kan word nie.

Die analitiese dubbel- en enkelkanaalsisteem maak voorsie-
ning vir monsters wat nie met die outomatiese voorklepsisteem
hanteer kan word nie. Hoë sulfaatinhoud in monsters kan met
behulp van outomatiese dialise bepaal word.

Erkenning

Hierdie projek is uitgevoer met finansiële ondersteuning van die

Watervorsingskommissie, die Wetenskaplike en Nywerheidsna-
vorsingsraad en die Universiteit van Pretoria.

Die Hidrologiese Navorsingsinstituut, Departement Water-
wese word bedank vir die verskaffing van geanaliseerde water-
monsters.

Verwysings

- ECKSCHLAGER, K. (1969) *Errors, measurement and results in chemical analysis*, Hoofstuk 4, Van Nostrand, London, p. 107.
- VAN STADEN, J.F. (1982) Automated turbidimetric determination of sulphate in surface, ground and domestic water by flow-injection analysis. *Fresenius Z. Anal. Chem.* **310** 239.
- VAN STADEN, J.F. (1982) Automated prevalue sample filtration in flow injection analysis: determination of sulphate in water removing suspended solids and colour before sampling. *Fresenius Z. Anal. Chem.* **312** 438.