

NGU Rapport 97.074

Effekt av filtrering på vannanalyse

II: Videre undersøkelser

Rapport nr.: 97.074		ISSN 0800-3416	Gradering: Åpen
Tittel: Effekt av filtrering på vannanalyse. II: Videre undersøkelser			
Forfatter: Sheila B. Banks		Oppdragsgiver: NGU	
Fylke:		Kommune:	
Kartblad (M=1:250.000)		Kartbladnr. og -navn (M=1:50.000)	
Forekomstens navn og koordinater:		Sidetall: 9	Pris: 30,-
Feltarbeid utført:		Rapportdato: 21.04.97	Prosjektnr.: 0027.14
		Ansvarlig: <i>Kristin Bjørkli</i>	
<p>Sammendrag:</p> <p>Det er tidligere påvist at filtrering av vannprøver gjennom ikke forvasket kvantitativt filterpapir har en målbar påvirkning på pH, ledningsevne, klorid og sulfat (Banks, 1997). I denne rapporten beskrives arbeid som ble utført etter at NGU-Lab fikk en forespørsel om måling av bl.a. alkalitet i vannekstrakter, hvor filtrering bør utføres pga et stort innhold av fine, syreløselige partikler. Alkalitet, pH, anion- og kationverdier for ufiltrerte Milli-Q vannprøver ble sammenlignet med verdier for Milli-Q vannprøver filtrert gjennom (i)forvasket kvantitativt filterpapir, (ii) 0.45µm celluloseacetat sprøytefilter og (iii) 8µm membranfilter.</p> <p>Resultatene viser at forvasking av kvantitativt filterpapir minsker innvirkningen på pH og anioninnhold i vannekstraktene ved filtrering. En viss påvirkning av alkalitet ved filtrering skal ikke være av betydning for aktuelle prøver.</p> <p>Relativt høye standardavvik på pH og alkalitet ved filtrering gjennom 8µm membranfilter indikerer at slike filter ikke bør brukes.</p> <p>Som en regel, anbefales filtrering kun gjennom 0.45µm celluloseacetat filter så lenge som filteret ikke blir tett for raskt.</p> <p>Den tidligere registrerte forminking i sinkkonsentrasjoner ved filtrering gjennom 0.45µm celluloseacetat filter ble ikke reproduisert i dette forsøket.</p>			
Emneord: Vannanalyse		filtrasjon	pH
alkalitet			
			fagrapport

INNHold	SIDE
Innledning	4
Metodikk	4
Resultater	5
Kommentarer	7
 TABELL	
Tabell 1 pH og alkalitet etter behandling med forskjellige typer filter	5
Tabell 2 Klorid, sulfat, kalium og sink etter behandling med forskjellige typer filter	7
 REFERANSER	 9

INNLEDNING

I en tidligere rapport (Banks, 1997) var det påvist at bruk av kvantitativt filterpapir kan ha en betydelig innvirkning på pH, ledningsevne, klorid og i mindre grad, sulfat. Derimot, hadde filtrering gjennom kun 0.45µm celluloseacetat filter ikke noen målbar effekt på disse parametere.

Det tidligere arbeidet ble utført spesielt for å vurdere om filtrering kan være nyttig ved fremstilling av vannekstrakter av jordprøver.

I denne rapporten beskrives et forsøk som ble satt i gang etter en forespørsel om måling av pH og alkalitet i vannekstrakter av faste restprodukter fra et forbrenningsanlegg. Da bestemmelse av alkalitet kan bli påvirket av små partikler som kan oppløses under titrering med syre, var filtrering av vannekstraktene regnet som nødvendig. Fordi NGU-lab ikke hadde erfaring med slike materialer (bunn- og flygveaske), ble det bestemt å foreta en undersøkelse av eventuell påvirkning av forskjellige typer filter på pH og alkalitet.

METODIKK

Tre forskjellige filtertyper ble testet:

- kvantitativt filterpapir (Schleicher & Schuell No 589/2, hvittbånd), forvasket med 4 x 25 ml Milli-Q vann og tørket over natten i tørkeskap ved 105°C
- 0.45µm celluloseacetat (CA) sprøytefilter (ARL filter, type C045A047A)
- 8 µm membranfilter (Sartorius, type 11301)

18 x 60 ml prøver Milli-Q vann ble preparert som viste i tabell 1 og 2. pH og alkalitet bestemmelser ble utført på NGU-Labs Titrallab-94 system ved en koblet pH-alkalitetmetode. I tillegg ble blankprøvene og prøvene som var filtrert gjennom forvasket filterpapir lagret i kjøleskap ved + 4°C og analysert innen en uke med IC. Blankprøvene og prøvene som var filtrert gjennom 0.45µm CA sprøytefilter ble også lagret ved +4°C og analysert med ICP-AES.

RESULTATER

pH og alkalitet

pH og alkalitet resultatene vises i tabell 1 nedenfor.

Tabell 1. pH og alkalitet etter behandling med forskjellige typer filter

Behandlingsmåte	Prøve nr	pH	alkalitet mmol/l
Ufiltrert (BLANK)	1	5.61	0.096
	10	5.62	0.084
	18	5.66	0.098
	Gjennomsnitt	5.63	0.093
	Std. avvik	0.03	0.008
Filtrert gjennom S&S hvittbånd			
filterpapir No. 589/2,	3	5.24	0.084
forvasket med 4X25 ml Milli-Q vann	5	5.25	0.081
og tørket @ 105°C over natten	6	5.38	0.083
	13	5.30	0.081
	14	5.31	0.083
	Gjennomsnitt	5.30	0.082
	Std.avvik	0.06	0.001
Filtrert gjennom 0.45µm sprøytefilter	2	5.69	0.098
	4	5.69	0.103
	8	5.79	0.100
	11	5.77	0.106
	12	5.81	0.101
	Gjennomsnitt	5.75	0.102
	Std.avvik	0.57	0.003
Filtrert gjennom 8µm membran filter	7	5.42	0.077
	9	5.48	0.079
	15	5.52	0.084
	16	5.70	0.091
	17	5.92	0.128
	Gjennomsnitt	5.61	0.092
	Std.avvik	0.20	0.021

Resultatene i tabell 1 viser, som ventet, at filtrering gjennom 0.45µm CA sprøytefilter ikke har noen målbar innvirkning hverken på pH eller alkalitet. Filtrering gjennom kvantitativt filterpapir hadde en liten, men målbar påvirkning på resultatene, selv om filterpapiret ble forvasket. Likevel var påvirkningen på pH noe mindre enn da filterpapiret ikke ble forvasket (se tidligere forsøk, Banks 1997).

Man bør merke seg at pH verdiene oppgitt i tabell 1 for blank prøvene er noe lavere enn verdiene rapportert i det tidligere forsøk (tidligere målte gjennomsnitt pH: 6.2 ± 0.1). Men, utfra synspunktet at verdiene ble bestemt med utstyr som er rutinemessig vedlikeholdt, som en del av NGU-Labs kvalitetkontroll kan man likevel stole på de analytiske resultatene. Vannet som ble brukt i dette forsøk var blitt lagret i en lukket vannbeholder og sannsynligvis hadde kommet i likevekt med atmosfæren i vannbeholderen; forskjellig lagringstid kan være en grunn til de forskjellige pH verdier fra de to forsøk.

Filtrering gjennom $8\mu\text{m}$ membranfilter gir et standard avvik som er relativt høyt sammenlignet med de andre filtermaterialene. Årsaken til dette er ukjent, men indikere at slike membranfilter ikke bør brukes.

Anion- og kationinnhold

Samlete resultater fra IC analyse (bestemmelse av 6 anioner: fluorid, klorid, bromid, nitrat, orto-fosfat og sulfat) og ICP-AES analyse (30 kationer) finnes i NGU-lab analyserapport 1997.0052. Konsentrasjoner av de fleste anioner og kationer i prøvene som ble analysert, lå under deteksjonsgrensene for de enkelte ioner.

Det tidligere forsøk (Banks, 1997) viste at klorid- og sulfatkonsentrasjoner ble betydelig påvirket av filtrering gjennom kvantitativt filterpapir som ikke hadde blitt forvasket. Resultatene i tabell 2 viser at sulfatinnhold i Milli-Q vann filtrert gjennom forvasket filterpapir lå under deteksjonsgrensene, i likhet med sulfatinnhold i de ufiltrerte blankprøvene. Kloridkonsentrasjoner i Milli-Q vann filtrert gjennom forvasket filterpapir var målbare, men mye lavere enn da uforvasket filterpapir ble brukt (0.408 ± 0.1 ppm i tidligere forsøk). Den laveste deteksjonsgrensen for klorid, når et ekstrakt filtreres gjennom forvasket filterpapir, kan angis til ca. 0.16 ppm, sammenlignet med 0.62 ppm når uforvasket filterpapir blir brukt.

Med hensyn til kationer, hadde to av de fem prøvene som var filtrert gjennom $0.45\mu\text{m}$ CA sprøytefilter kaliuminnhold litt over deteksjonsgrensen (se tabell 2). I det tidligere forsøk, viste en av de ti prøvene filtrert på denne måten et målbart kaliuminnhold. Det ser derfor ut som om kalium *kan* påvirkes, men bare i noen få tilfeller.

Det viste seg også i det tidligere forsøk at ufiltrerte blankprøver innholdt målbare konsentrasjoner av sink, mens ingen av de prøvene som ble filtrert gjennom $0.45\mu\text{m}$ CA filter hadde målbare sinkkonsentrasjoner. I dette forsøk innholdt hverken blankprøvene eller de filtrerte prøvene målbare sinkkonsentrasjoner. Det er derfor enda ikke påvist om $0.45\mu\text{m}$ CA sprøytefilter har evne til å forminske sinkkonsentrasjoner i vannprøver.

Tabell 2. Klorid, sulfat, kalium og sink etter behandling med forskjellige typer filter

Behandlingsmåte	Prøve nr	Cl ⁻ ppm	SO ₄ ²⁻ ppm	K ppb	Zn ppb
Ufiltrert (BLANK)	1	<0.1	<0.1	504	<2.0
	10	<0.1	<0.1	<500	<2.0
	18	<0.1	<0.1	<500	<2.0
Gjennomsnitt		<0.1	<0.1	501	<2.0
Std. avvik		0.000	0.000	2.3	0
Filtrert gjennom S&S hvittbånd					
filterpapir No. 589/2,	3	0.116	<0.1	nd	nd
forvasket med 4X25 ml Milli-Q vann	5	0.109	<0.1	nd	nd
og tørket @ 105°C over natten	6	0.154	<0.1	nd	nd
	13	0.110	<0.1	nd	nd
	14	0.101	<0.1	nd	nd
Gjennomsnitt		0.118	<0.1		
Std. avvik		0.021	-		
Filtrert gjennom 0.45µm sprøytefilter	2	nd	nd	<500	<2.0
	4	nd	nd	658	<2.0
	8	nd	nd	<500	<2.0
	11	nd	nd	660	<2.0
	12	nd	nd	<500	<2.0
Gjennomsnitt				564	<2.0
Std. avvik				87.1	-
Filtrert gjennom 8µm membran filter	7	nd	nd	nd	nd
	9	nd	nd	nd	nd
	15	nd	nd	nd	nd
	16	nd	nd	nd	nd
	17	nd	nd	nd	nd
Gjennomsnitt					
Std. avvik					

nd: ikke bestemt

KOMMENTARER

Fra resultatene i dette forsøket ser det ut som at forvasking av kvantitativt filterpapiret i stor grad kan minske innvirkningene på pH og anioninnhold i vannekstrakter, blant annet fra oppslemming av jordprøver, ved filtrering. Alkalitet er påvirket i en viss grad, men vil vanligvis ikke være av betydning for aktuelle prøver. Dette betyr at, dersom prøvene er vanskelige å filtrere gjennom 0.45µm CA sprøytefilter på grunn av feks. rask tetting av filter ved større partikler, kan grov filtrering gjennom forvasket filterpapiret vanligvis være akseptabelt. Likevel, bør man ta hensyn til følgende:

- bruk av kun 0.45µm CA sprøytefilter til filtrering anbefales så lenge dette er praktisk.
- alle filtertyper kan påvirkes av forurensing i laboratoriets atmosfære, og alle filter bør derfor lagres på en slik måte at forurensning så langt som mulig unngås .
- under fremstilling av vannekstrakter til analyse må blankprøver alltid fremstilles på nøyaktig samme måte, også filtrering, som prøvene .

REFERANSER

Banks SB 1997: Effekt av filtrering på vannanalyse. I: Preliminær undersøkelse. *NGU Rapport 97.073*