

**By- og Landskabsstyrelsens
Referencelaboratorium**

**Filtrering af vandprøver til bestemmelse af
ammonium**

Filtrering af vandprøver til bestemmelse af ammonium

Strandesplanaden 110
DK-2665 Vallensbæk Strand

Tlf: 70 22 42 30
Fax: 70 22 42 55
E-mail: eurofins@eurofins.dk
Web: www.eurofins.dk

Klient By- og Landskabsstyrelsen	Klientens repræsentant Lis Morthorst Munk
---	--

Projekt By- og Landskabsstyrelsens Referencelaboratorium		Projekt nr. 20414-14			
Forfattere Ulla Lund		Dato 4. november 2008			
		Godkendt af Følger			
	Rapport	UOL	NH	NH	28.11.2008
Revision	Beskrivelse	Udført	Kontrolleret	Godkendt	Dato
Nøgleord Waste water, ammonium, ammonia, filtration, contamination		Klassifikation <input checked="" type="checkbox"/> Åben <input type="checkbox"/> Intern <input type="checkbox"/> Tilhører klienten			

Distribution		Antal kopier	
By- og Landskabsstyrelsen	Lis Morthorst Munk	fil	
Referencelaboratoriets Styringsgruppe		fil	
Eurofins	Ulla Lund	1	

INDHOLDSFORTEGNELSE

1	INDLEDNING	1
2	FREMGANGSMÅDE	2
2.1	Undersøgelser juli 2008	2
2.1.1	Lokaliteter	2
2.1.2	Neddeling	2
2.1.3	Centrifugering og filtrering	2
2.2	Undersøgelser oktober 2008	4
2.2.1	Laboratorier	4
2.2.2	Lokaliteter	4
2.2.3	Neddeling	4
2.2.4	Centrifugering og filtrering	4
3	DATABEHANDLING	7
4	RESULTATER	8
5	KONKLUSIONER OG ANBEFALINGER	11
6	REFERENCER	12

BILAG

A	Rådata, forsøgsserie juli 2008	A-1
B	Rådata, forsøgsserie oktober 2008	B-1
C	Rådata, supplerende forsøg. Miljølaboratoriet I/S	C-1

1 INDLEDNING

Referencelaboratoriet gennemførte i foråret 2008 en undersøgelse af stabilitet af næringsstoffer i marint vand /1/. Ved undersøgelsen blev ammonium undersøgt i både filtreret og ufiltreret prøve. For andre prøvetyper (spildevand, fersk overfladevand, grundvand, drikkevand) foreskriver metodedatablade, at ammonium skal analyseres på en ufiltreret prøve på grund af risikoen for kontaminering. De tidligere udførte undersøgelser i spildevand, fersk overfladevand, grundvand og drikkevand /2/, /3/, /4/ er derfor udført på ufiltrerede prøver.

Undersøgelserne i marint vand viste ingen tegn på kontaminering ved filtrering, men en markant forringet analysekvalitet i ufiltreret prøve. Dette tydede på, at der ikke er grund til at opretholde forbud mod filtrering af prøver til bestemmelse af ammonium, og undersøgelserne, der er beskrevet i nærværende rapport, er iværksat for at be- eller afkræfte dette.

Undersøgelserne er udført på spildevand, idet koncentrationsforskellene mellem forskellige spildevandsprøver, specifikt tilløbs- og afløbsprøver, er større end for fersk overfladevand, grundvand og drikkevand. Risikoen for krydskontaminering er dermed størst for spildevand.

Nærværende rapport beskriver resultaterne af de udførte undersøgelser.

2 FREMGANGSMÅDE

Undersøgelserne er udført af to omgange, idet de første undersøgelser tydede på, at det anvendte foldefilter kontaminerede prøverne. Undersøgelserne blev derfor gentaget med anvendelse af en anden type foldefilter for at belyse, om dette resultat havde almen gyldighed.

2.1 Undersøgelser juli 2008

Der udføres tre forsøgsserier:

1A: Ufiltrerede afløbsprøver, behandlet uden tilstedeværelse af tilløbsprøver.

1B: Ufiltrerede afløbsprøver behandlet i tilstedeværelse af tilløbsprøver.

1C: Fitrerede afløbsprøver behandlet i tilstedeværelse af tilløbsprøver.

Hver serie udføres med seks delprøver af hver afløbsprøve. Undersøgelserne er udført på Eurofins Miljøs laboratorium.

2.1.1 Lokalteter

Kolding (tilløb og afløb)

Vejen (afløb)

Bække (afløb)

2.1.2 Neddeling

Stikprøver af afløbsvand neddeles og fjernes fra lokalet, hvor neddeling er foregået, inden neddeling af tilløbsprøve startes.

Hver stikprøve af afløbsvand opdeles på laboratoriet i 20 delprøver á 300 – 500 mL. To delprøver er reserve.

Stikprøven af tilløbsvand opdeles i 16 delprøver á 300 – 500 mL. To delprøver er reserve.

For at undgå at en eventuel forskel mellem delprøverne får indflydelse på forsøgsresultatet, er det vigtigt, at det *ikke* er f.eks. de første seks ophældte delprøver, der anvendes til forsøgsserie A, men at delprøverne fordeles tilfældigt til de tre forsøgsserier.

2.1.3 Centrifugering og filtrering

Alle forsøg udføres af samme person med henblik på at sikre, at eventuelle personforskelle ikke involveres i forsøgene.

Der anvendes følgende filtre:

foldefilter: Advantec 5B papirfilter, 150 mm. Partikelretention 5 – 10 µm

trykfilter: Whatmann FP 30/ 0,45 μ Weissrand. Celluloseacetat filter. Nominel porestørrelse 0,45 μm .

Forsøgsserie 1A

Formålet med denne forsøgsserie er at give baggrundsinformation for behandling af prøverne uden tilstedeværelse af tilløbsvand. Den omfatter ufiltrerede prøver, hvilket vil sige prøver, der er behandlet på samme måde som under Referencelaboratoriets undersøgelser af stabilitet af næringssalte i spildevandsprøver. Denne serie er dermed forbindelse bagud til tidligere undersøgelser. Det vil være nødvendigt at centrifugere prøverne inden analyse, da prøveslanger ellers risikerer tilstopning.

Forsøgsserie 1A udføres inden forsøgsserie 1B og 1C igangsættes.

Prøverne behandles i rækkefølge som vist på oversigt i Tabel 1.

Forsøgsserie 1B

Forbehandlingen af prøver til forsøgsserie 1B og 1C skal udføres i passende afstand af analyseinstrumentet, således at der ikke risikeres kontaminering under henstand i autosamplers.

Formålet med forsøgsserie 1B er at belyse, om tilstedeværelse af tilløbsprøver giver anledning til kontaminering af afløbsprøver, der behandles i samme serie. Prøverne behandles i øvrigt på præcis samme måde som prøverne i forsøgsserie 1A.

Forsøgsserie 1B og 1C kan gennemføres parallelt eller serie 1B kan gennemføres før serie 1C.

Prøverne behandles i rækkefølge som vist på oversigt i Tabel 1.

Kun den første og den sidste prøve af tilløbsvand analyseres. De øvrige tilløbsprøver behandles, men kan derefter kasseres.

Forsøgsserie 1C

Formålet med forsøgsserie 1C er at belyse, om filtrering af afløbsprøver ved tilstedeværelse af tilløbsprøver giver anledning til kontaminering af afløbsprøverne. Prøverne behandles inden filtrering på præcis samme måde som forsøgsserie 1A, således at den eneste forskel mellem serie 1B og 1C er filtreringen.

Filtrering udføres ved at prøverne først filtreres gennem et foldefilter i en filtertragt (Advantec 5B, 150 mm) og filtratet herfra filtreres yderligere ved hjælp af engangsfilerenhed (Whatman FP 30, 0,45 μ) monteret på engangssprøjter. Denne dobbelte filtrering har til formål at sikre, at forsøget er udført under betingelser, som giver størst mulig risiko for kontaminering.

Prøverne behandles i rækkefølge som vist på oversigt i Tabel 1.

Tabel 1 Oversigt over indholdet i forsøgsserier, juli 2008.

Forsøgs-serie	tilløb	3 stk afløb 1	tilløb	3 stk afløb 2	tilløb	3 stk afløb 3	tilløb	3 stk afløb 1	tilløb	3 stk afløb 2	tilløb	3 stk afløb 3	tilløb
1A		x		x		x		x		x		x	
1B	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
1C	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x

2.2 Undersøgelser oktober 2008

Den første undersøgelse indeholdt en forsøgsserie af afløbsprøver, som ikke blev filtreret, og som blev analyseret uden tilstedeværelse af tilløbsprøver (serie 1A), samt en serie hvor tilløbsprøver indgik i analyseserien (serie 1B). Der var ikke forskel på de to analyseserier, hvorfor den anden undersøgelse udføres med tilstedeværelse af tilløbsprøver i alle analyseserier.

Der udføres tre forsøgsserier:

2A: Ufiltrerede afløbsprøver behandlet i tilstedeværelse af tilløbsprøver. Forsøgsplan er identisk med serie 1B.

2B: Filtrerede afløbsprøver (trykfilter) behandlet i tilstedeværelse af tilløbsprøver.

2C: Filtrerede afløbsprøver (foldefilter+trykfilter) behandlet i tilstedeværelse af tilløbsprøver. Forsøgsplan er identisk med serie 1C.

Hver serie udføres med seks delprøver af hver afløbsprøve.

Afløbsprøverne analyseres i én analyseserie, efterfulgt af tilløbsprøver. Tilløbsprøver analyseres alene med det formål at kende tilløbsprøvens koncentration og dermed koncentrationsforskellen til afløbsprøverne.

2.2.1 Laboratorier

Undersøgelserne udføres på henholdsvis Miljølaboratoriet I/S og Eurofins Miljø A/S. De to laboratorier anvender i nuværende rutine henholdsvis filtrering gennem foldefilter og trykfiltrering. Inden undersøgelsen udveksler laboratorierne filtre, således at begge laboratorier råder over identiske filtre.

2.2.2 Lokalteter

Vejen (afløb)

Holsted (tilløb og afløb)

Nykøbing F. (tilløb og 2 afløbsprøver)

2.2.3 Neddeling

Gennemføres på samme måde som undersøgelser i juli 2008.

2.2.4 Centrifugering og filtrering

Alle forsøg udføres af samme person med henblik på at sikre, at eventuelle personforskelle ikke involveres i forsøgene.

Der anvendes følgende filtre:

foldefilter: Advantec GA-55 glasfiberfilter, 150 mm. Nominel porestørrelse 1,6 µm.

trykfilter: Whatmann FP 30/ 0,45 µ Weissrand. Celluloseacetat filter. Nominel porestørrelse 0,45 µm.

Forsøget omfatter to serier blindprøver: Blind 1 (3 stk) har til formål at belyse eventuel kontaminering fra reagenser, udstyr og filtre. De håndteres derfor fysisk adskilt fra det resterende forsøg i et lokale, hvor der ikke er andre kilder til forurening med ammonium. De sættes først i serien på analyseinstrumentet. Blind 2 (3 stk) har til formål at belyse i hvilket omfang en eventuel krydskontaminering belyses i en blindprøve. Resultaterne af blindprøverne rapporteres og blind 1 for hver forsøgsserie anvendes i beregning af resultaterne for den pågældende serie.

Forsøgsserie 2A

Formålet med forsøgsserie 2A er at give baggrundsinformation til sammenligning med forsøgsserierne med filtrering.

Forsøgene gennemføres efter samme forsøgsplan som serie 1B. Prøverne behandles i rækkefølge som vist i Tabel 2.

Tabel 2 Oversigt over indholdet i forsøgsserier, oktober 2008

tilløb	3 stk afløb 1	tilløb	3 stk afløb 2	tilløb	3 stk blind 2	tilløb	3 stk afløb 1	tilløb	3 stk afløb 2	tilløb
--------	------------------	--------	------------------	--------	------------------	--------	------------------	--------	------------------	--------

Forsøgsserie 2B

Formålet med forsøgsserie 2B er at belyse, om trykfiltrering af afløbsprøver ved tilstedeværelse af tilløbsprøver giver anledning til kontaminering af afløbsprøverne. Prøverne behandles inden filtrering på præcis samme måde som forsøgsserie 2A, således at den eneste forskel mellem serie A og B er trykfiltreringen.

Filtrering udføres med engangfilterenhed (Whatmann FP 30/ 0,45 µ Weissrand) monteret på en engangssprøjte.

Prøverne behandles i samme rækkefølge som i serie 2A (se Tabel 2).

Forsøgsserie 2C

Formålet med forsøgsserie 2C er at belyse, om foldefiltrering af afløbsprøver ved tilstedeværelse af tilløbsprøver giver anledning til kontaminering af afløbsprøverne ud over eventuel kontaminering ved trykfiltrering.

Forsøgene gennemføres efter samme forsøgsplan som serie 1C, idet der anvendes foldefilter af mærket Advantec GA-55 Glasfiber 150 mm.

Prøverne behandles i samme rækkefølge som i serie 2A og 2B (se Tabel 2).

2.3 Supplerende forsøg

Efter gennemførelse af undersøgelserne i oktober 2008 har Miljølaboratoriet I/S udført supplerende forsøg, og disse resultater er stillet til rådighed for Referencelaboratoriet.

Ved forsøgene er udført gentagne filtreringer på én spildevandsprøve. I én forsøgsserie er filtreret med foldefilter og i en parallelt udført serie er filtreret gennem trykfilter.

Alle prøver er filtreret af den samme person og alle prøver er analyseret i samme analyseserie.

Der er anvendt samme typer filtre, som ved undersøgelserne i oktober 2008:
foldefilter: Advantec GA-55 glasfiberfilter, 150 mm. Nominel porestørrelse 1,6 μm .
trykfilter: Whatmann FP 30/ 0,45 μ Weissrand. Celluloseacetat filter. Nominel porestørrelse 0,45 μm .

3 *DATABEHANDLING*

Databehandlingen udføres ved t-test med hypotesen, at øget behandling under tilstedeværelse af tilløbsprøver medfører kontaminering. De sammenligninger, der foretages er beskrevet nedenfor.

Forsøg juli 2008:

Serie 1A med serie 1B: Vil tilstedeværelse af tilløbsprøver medføre målelig kontaminering af afløbsprøver alene ved den mindst mulige håndtering?

Serie 1B med serie 1C: Vil filtrering (foldefiltrering plus trykfiltrering) medføre målelig kontaminering af afløbsprøver sammenlignet med mindst mulig håndtering?

Forsøg oktober 2008:

Serie 2A med serie 2B: Vil trykfiltrering under tilstedeværelse af tilløbsprøver medføre målelig kontaminering af afløbsprøver?

Serie 2B med serie 2C: Vil foldefiltrering plus trykfiltrering medføre målelig kontaminering af afløbsprøver sammenlignet med trykfiltrering alene?

For hver afløbsprøve udføres seksdobbelts forsøg i hver serie. Det vil herved være statistisk muligt at erkende en forskel mellem to serier på 2%, dog ikke mindre end 0,004 mg/L N, med højst 5% risiko for at overse en faktisk tilstedeværende kontaminering, og højst 10% risiko for fejlagtigt at erklære en prøveserie kontamineret. Forudsætningen herfor er, at analyserne ved forsøgene udføres med samme kvalitet som ved Referencelaboratoriets undersøgelser af stabiliteten af ammonium i spildevand i 2005, hvilket i praksis har vist sig at være tilfældet.

4 RESULTATER

Resultaterne af de tre forsøgsserier, der blev gennemført i juli 2008, er vist i Tabel 3. De data, der ligger til grund for resultaterne er samlet i bilag A.

Tabel 3 Ammonium i spildevandsprøver med varierende håndtering og tilstedeværelse af mulighed for krydskontaminering. Forsøgsserie juli 2008.

	Ammonium (mg/L N)						
	Vejen, afløb		Bække, afløb		Kolding, afløb		Blindprøve
	Middel-værdi	Spred-ning [#]	Middel-værdi	Spred-ning [#]	Middel-værdi	Spred-ning [#]	
Ufiltrerede prøver uden tilstedeværelse af tilløbsvand	0,271	0,0021	0,023	0,0023	1,215	0,0203	
Ufiltrerede prøver med tilstedeværelse af tilløbsvand	0,272	0,0048	0,022	0,0012	1,183	0,0115	0,002
Prøver filtreret gennem foldefilter ^α og trykfilter med tilstedeværelse af tilløbsvand	0,478 ***	0,0775 ***	0,329 ***	0,0457 ***	1,546 ***	0,0793 ***	0,064

[#]Spredning mellem gentagne målinger, inklusive gentagne filtreringer

^α Advantec 5B papirfilter

***: værdien er signifikant forskellig fra den ovenstående værdi på 99,9% signifikansniveau

Som det fremgår af tabellen sker der ingen kontaminering alene ved tilstedeværelse af prøver af tilløbsvand. Krydskontaminering mellem prøver med høj koncentration og prøver med lav koncentration synes derfor ikke at være et problem, når prøverne behandles mindst muligt.

Det fremgår ligeledes, at der sker en betydelig kontaminering, når der er tilløbsvand til stede og prøverne filtreres under anvendelse af både foldefilter og trykfilter. Laboratoriet havde imidlertid ikke tidligere anvendt foldefiltre, hvorfor det ikke kunne udelukkes, at foldefiltrene i sig selv forårsagede kontaminering. Blindværdiens størrelse kan ikke alene forklare den observerede forskel, hvilket muligvis kan skyldes at blindprøver let filtreres og derfor har kortere kontaktid til filteret og atmosfæren. Det fremgår tillige, at spredningen mellem gentagne målinger øges markant.

Referencelaboratoriet udførte efterfølgende et mindre opklarende forsøg til adskillelse af kontaminering ved de to anvendte filtertyper. Forsøget blev udført uden tilstedeværelse af tilløbsvand. Resultatet er vist i Tabel 4.

Tabel 4 Ammonium i afløbsvand med forskellige typer filtrering. Forsøgsserie juli 2008.

	Ammonium (mg/L N)			
	Afløbsvand	Øgning ved trykfil-trering	Øgning ved folde-filtrering	Blindprøve, folde-og trykfiltreret
Ingen forbehandling	0,132			
Trykfiltreret	0,146	0,014		
Filtreret, foldefilter og trykfil-ter	0,292		0,146	0,076

Som det fremgår af Tabel 4 sker der markant øgning i ammoniumkoncentrationen ved introduktion af filtrering gennem foldefilter, og øgningen er større end det alene kan forklares ved blindværdiens størrelse.

Det anvendte foldefilter var således ikke egnet til filtrering af prøver til analyse for ammonium, og kontamineringen var større ved filtrering af afløbsvand end filtrering af blindprøve. Forsøgene tydede på, at kontaminering skyldtes det anvendte foldefilter, men krydskontaminering fra de samtidig behandlede tilløbsprøver kunne dog ikke udelukkes, idet blindprøven på grund af hurtig filtrering har kortere kontakttid til atmosfæren end spildevandsprøver.

Ved den gentagne forsøgsserie i oktober 2008 blev anvendt et filter, som var testet for kontaminering af blindprøve. Resultatet af denne forsøgsserie er vist i Tabel 5. De data, der ligger til grund for resultaterne, er samlet i bilag B.

Tabel 5 Ammonium i spildevandsprøver med varierende håndtering ved tilstedeværelse af mulighed for krydskontaminering. Forsøgsserie oktober 2008.

	Ammonium (mg/L N)								
	Vejen, afløb		Holsted, afløb		Nykøbing F, afløb		Nykøbing F, afløb		Blindprøve
	Middelværdi	Spredning [#]	Middelværdi	Spredning [#]	Middelværdi	Spredning [#]	Middelværdi	Spredning [#]	
Ufiltrerede prøver med tilstedeværelse af tilløbsvand	0,497	0,0022	0,707	0,0068	1,666	0,0133	1,653	0,0084	0,0023 0,0028
Prøver filtreret gennem trykfilter med tilstedeværelse af tilløbsvand	0,492 *	0,0048	0,714	0,0062	1,664	0,0063	1,648	0,0084	0,0027 0,0015
Prøver filtreret gennem foldefilter [□] og trykfilter med tilstedeværelse af tilløbsvand	0,388 ***	0,0113 *	0,575 ***	0,0346 ***	1,501 *	0,102 ***	1,498 ***	0,0510 ***	0,0047 0,0057

[#]Spredning mellem gentagne målinger, inklusive gentagne filtreringer

[□] Advantec GA-55 glasfiber

*: værdien er signifikant forskellig fra den ovenstående værdi på 95% signifikansniveau

***: værdien er signifikant forskellig fra den ovenstående værdi på 99,9% signifikansniveau

Resultaterne viser, at filtrering med den anvendte type trykfilter ikke har betydning for analysekvaliteten, mens filtrering med både foldefilter og trykfilter medfører signifikant tab af ammonium i alle fire prøver og tillige en signifikant stigning i spredningen mellem gentagne målinger. Prøven fra Vejen Renseanlæg giver signifikant lavere resultat efter trykfiltrering på 95% niveau. Forskellen er dog så lille (1% af måleværdien), at der ses bort herfra. Ved anvendelse af både foldefilter og trykfilter ses lidt større blindværdier end for ufiltrerede prøver og prøver, der kun er filtreret gennem det anvendte trykfilter, men forskellen er ikke signifikant.

De anførte blindværdier er fremkommet ved filtrering af blindprøverne sammen med de øvrige prøver, dvs. med tilstedeværelse af tilløbsvand. Det er tillige forsøgt at filtrere blindprøverne adskilt fra det øvrige forsøg. Det gav ingen forskel i den målte blindværdi og størrelsen af blindværdien tilskrives derfor de anvendte filtre og kemikalier.

Miljølaboratoriet I/S har stillet resultater af supplerende forsøg til rådighed for Referencelaboratoriet. De data, der er opnået, findes i bilag C, og resultatet af databehandlingen ses i Tabel 6. Ved forsøgene er sammenlignet resultater ved foldefiltrering alene og trykfiltrering alene.

Tabel 6 Ammonium i afløbsvand med forskellige typer filtrering. Forsøgsserie november 2008.

	Ammonium (mg/L N)		
	Nykøbing F Renseanlæg, afløb		
	Middelværdi	Spredning [#]	Forskel
Prøver filtreret gennem foldefilter [⌘]	1,472	0,0507	0,137 *
Prøver filtreret gennem trykfilter	1,610	0,0854	

[#]Spredning mellem gentagne målinger, inklusive gentagne filtreringer

⌘ Advantec GA-55 glasfiber

*: forskellen er signifikant forskellig fra nul på 95% signifikansniveau

Resultaterne viser en signifikant forskel mellem de målte koncentrationer efter filtrering gennem foldefilter og gennem trykfilter. Forsøget omfatter ikke ufiltrerede prøver. Forsøgene i Tabel 5 viste, at den valgte type foldefilter gav lavere resultater end både prøver, der ikke var filtreret (men var centrifugeret) og prøver, der var filtreret gennem den valgte type trykfilter. Ved analogislutning fra disse resultater antages det derfor, at forskellen mellem de to filtertyper i Tabel 6 skyldes tab ved foldefiltrering. Forskellen mellem de to typer filtrering er af samme størrelsesorden, som set i Tabel 5. Der er ikke signifikant forskel mellem spredningen for de to filtertyper.

Undersøgelserne viser samlet, at samtidig filtrering og analyse af prøver med høj og lav koncentration af ammonium ikke har indflydelse på analysekvaliteten. Krydskontaminering er derfor ikke en betydende risiko ved analyse, herunder filtrering, af prøver for ammonium.

Undersøgelserne viser tillige, at to af de undersøgte typer filtre (begge foldefiltre) ikke er velegnede til filtrering af prøver til analyse for ammonium, mens den tredje undersøgte filtertype ikke har negativ indflydelse på den opnåede analysekvalitet.

5 **KONKLUSIONER OG ANBEFALINGER**

De udførte undersøgelser give anledning til følgende konklusioner:

- Filtrering ved tilstedeværelse af prøver med væsentligt højere koncentration end de undersøgte afløbsprøver giver ikke anledning til ændret koncentration eller spredning i forhold til prøver, der ikke er filtreret, eller hvor der ikke har været prøver med høj koncentration til stede i samme analyseserie. Krydskontaminering synes således ikke at være et betydeligt risikomoment.
- Ved den rette valg af filter er det muligt at filtrere prøver til bestemmelse af ammonium uden kontaminering eller tab og uden øget spredning i forhold til prøver, der ikke er filtreret.
- Uhensigtsmæssigt valg af filter kan give anledning til enten kontaminering med eller tab af ammonium.

For visse prøvetyper er det nødvendigt at fjerne partikler inden analyse, fordi partiklerne interfererer på den spektrofotometriske måling, eller fordi analyse er teknisk umulig på grund af tilstopning. Metodedatablad for ammonium (ej marint) beskriver i dag, at partikler fjernes ved centrifugering og at der korrigeres for eventuelle tilbageværende partikler. Kravet er formuleret således på grund af den formodede risiko for kontaminering. Filtrering er imidlertid en enklere og mere reproducerbar metode til partikelfjernelse.

De ovenstående konklusioner viser, at filtrering af prøver til ammonium er mulig uden forringelse af analysekvaliteten, men at der er behov for påpasselighed ved valg af filter. Det anbefales derfor, at prøver til ammonium filtreres i lighed med de øvrige uorganiske næringssalte. For at sikre mod ændring af prøvernes ammoniumindhold ved filtrering stilles krav om validering af filtre med anvendelse af naturlige prøver. Det giver anledning til følgende ændringer i metodedatablade:

- I metodedatablad for ammonium i marint vand tilføjes under Filtrering følgende sætning: "Filtre og filtreringsprocedure skal være valideret for kontaminering og tab med anvendelse af naturlige prøver."
- Metodedatablad for ammonium (ej marint) ændres under punktet Filtrering, Øvrige prøvetyper, således at teksten bliver identisk med teksten under Filtrering i metodedatablad for ammonium i marine prøver.

6 *REFERENCER*

- /1/ By- og Landskabsstyrelsens Referencelaboratorium: Stabilitet af uorganiske næringssalte i marint vand. Udkast til rapport april 2008.
- /2/ Miljøstyrelsens Referencelaboratorium: Stabilitet af næringssalte og pH i spildevand. Rapport 2006.
- /3/ Miljøstyrelsens Referencelaboratorium: Stabilitet af næringssalte og alkalinitet i fersk overfladevand. Rapport 2006.
- /4/ Miljøstyrelsens Referencelaboratorium: Stabilitet af næringssalte, alkalinitet og pH i drikkevand og råvand. Rapport 2007.

B I L A G

B I L A G A

Rådata, forsøgsserie juli 2008

Resultater - Forsøgsserie 1A

Prøver er centrifugeret uden tilstedeværelse af tilløbsvand

Parameter, enhed

Ammonium-N, mg/L N

Renseanlæg		Bestemmelse 1	Bestemmelse 2
Vejen	1	0,272	0,272
	2	0,268	
	3	0,269	
	4	0,274	
	5	0,271	
	6	0,271	
Bække	1	0,021	0,023
	2	0,022	
	3	0,023	
	4	0,021	
	5	0,021	
	6	0,027	
Kolding	1	1,250	1,188
	2	1,199	
	3	1,224	
	4	1,193	
	5	1,212	
	6	1,214	

Resultater - Forsøgsserie 1B

Prøver er centrifugeret med tilstedeværelse af tilløbsvand

Parameter, enhed Ammonium-N, mg/L N

Renseanlæg		Prøvetagning dato kl.	Bestemmelse 1	Bestemmelse 2
Vejen	1	8/7-08 8.30	0,272	0,269
	2		0,280	
	3		0,268	
	4		0,271	
	5		0,267	
	6		0,275	
Bække	1	8/7-08 8.15	0,024	0,020
	2		0,022	
	3		0,021	
	4		0,022	
	5		0,021	
	6		0,021	
Kolding	1	8/7-08 9.30	1,198	1,169
	2		1,168	
	3		1,175	
	4		1,186	
	5		1,179	
	6		1,194	
			Blindprøve	0,002

Resultater - Forsøgsserie 1C

Prøver er filtreret med tilstedeværelse af tilløbsvand

Foldefilter

Advantec 5B Papirfilter 150 mm

Trykfilter

Whatmann FP 30/ 0,45 µ Weissrand

Parameter, enhed

Ammonium-N, mg/L N

Renseanlæg		Bestemmelse 1	Bestemmelse 2
Vejen	1	0,421	0,417
	2	0,470	
	3	0,419	
	4	0,477	
	5	0,451	
	6	0,628	
Bække	1	0,349	0,354
	2	0,305	
	3	0,400	
	4	0,281	
	5	0,289	
	6	0,352	
Kolding	1	1,646	1,613
	2	1,631	
	3	1,482	
	4	1,549	
	5	1,519	
	6	1,449	
	Blind 1		0,060
	Blind 2		0,059
	Blind 3		0,074

B I L A G B

Rådata, forsøgsserie oktober 2008

Resultater - Forsøgsserie 2A

Prøver er centrifugeret med tilstedeværelse af tilløbsvand

Parameter, enhed

Ammonium-N, mg/L N

Renseanlæg		Prøvetagning dato kl.	Bestemmelse 1	Bestemmelse 2	Bestemmelse 3
Vejen	1	20/10-08 Kl 9	0,496	0,496	0,499
	2		0,499		
	3		0,497		
	4		0,498		
	5		0,493		
	6		0,495		
Holsted	1	20/10 kl 9.20	0,715	0,700	0,715
	2		0,699		
	3		0,699		
	4		0,708		
	5		0,708		
	6		0,713		
Blindprøve	1		0,003		
	2		0,002		
	3		0,002		
Nykøbing F	1	27-10-08, 07:15	1,67	1,69	1,67
	2		1,66		
	3		1,68		
	4		1,66		
	5		1,64		
	6		1,66		
Nykøbing F	1	27-10-08, 07:35	1,66	1,65	1,64
	2		1,65		
	3		1,65		
	4		1,65		
	5		1,65		
	6		1,67		
Blindprøve	1		0,0020		
	2		0,0024		
	3		0,0039		
Blindprøve behandlet uden tilstedeværelse af tilløbsvand	1		0,0002		
	2		0,0019		
	3		0,0035		

Resultater - Forsøgsserie 2B

Prøver er filtreret med tilstedeværelse af tilløbsvand

Trykfilter

Whatmann FP 30/ 0,45 µ Weissrand

Parameter, enhed

Ammonium-N, mg/L N

Renseanlæg		Bestemmelse 1	Bestemmelse 2	Bestemmelse 3
Vejen	1	0,496	0,497	0,490
	2	0,491		
	3	0,488		
	4	0,486		
	5	0,498		
	6	0,488		
Holsted	1	0,723	0,705	0,713
	2	0,713		
	3	0,712		
	4	0,714		
	5	0,722		
	6	0,707		
Blindprøve	1	0,004		
	2	0,002		
	3	0,002		
Nykøbing F	1	1,66	1,67	1,68
	2	1,66		
	3	1,67		
	4	1,66		
	5	1,66		
	6	1,65		
Nykøbing F	1	1,65	1,66	1,65
	2	1,66		
	3	1,64		
	4	1,64		
	5	1,64		
	6	1,64		
Blindprøve	1	0,0020		
	2	0,0009		
	3	0,0016		
Blindprøve behandlet uden tilstedeværelse af tilløbsvand	1	0,0021		
	2	0,0022		
	3	0,0033		

Resultater - Forsøgsserie 2C

Prøver er filtreret med tilstedeværelse af tilløbsvand

Foldefilter Advantec GA-55 Glasfiberfilter 150 mm

Trykfilter Whatmann FP 30/ 0,45 µ Weissrand

Parameter, enhed Ammonium-N, mg/L N

Renseanlæg		Bestemmelse 1	Bestemmelse 2	Bestemmelse 3
Vejen	1	0,378	0,376	0,376
	2	0,412		
	3	0,386		
	4	0,392		
	5	0,392		
	6	0,393		
Holsted	1	0,543	0,544	0,602
	2	0,558		
	3	0,574		
	4	0,639		
	5	0,553		
	6	0,584		
Blindprøve	1	0,005		
	2	0,004		
	3	0,005		
Nykøbing F	1	1,47	1,46	1,46
	2	1,49		
	3	1,72		
	4	1,49		
	5	1,44		
	6	1,48		
Nykøbing F	1	1,55	1,48	1,56
	2	1,46		
	3	1,45		
	4	1,56		
	5	1,45		
	6	1,47		
Blindprøve	1	0,0030		
	2	0,0081		
	3	0,0059		
Blindprøve behandlet uden tilstedeværelse af tilløbsvand	1	0,0048		
	2	0,0053		
	3	0,0037		

B I L A G C

Rådata, Supplerende forsøg november 2008

Resultater – Supplerende forsøg, Miljølaboratoriet I/S

Parameter, enhed Ammonium-N, mg/L N

Renseanlæg	Prøvetagning dato		Foldefilter	Trykfilter
Nykøbing	03-11-2008	1	1,39	1,62
		2	1,50	1,62
		3	1,51	1,42
		4	1,48	1,71
		5	1,45	1,61
		6	1,47	1,55
		7	1,46	1,67
		8	1,49	1,68
		9	1,48	
		10	1,59	
		11	1,49	
		12	1,41	
		13	1,42	1,61