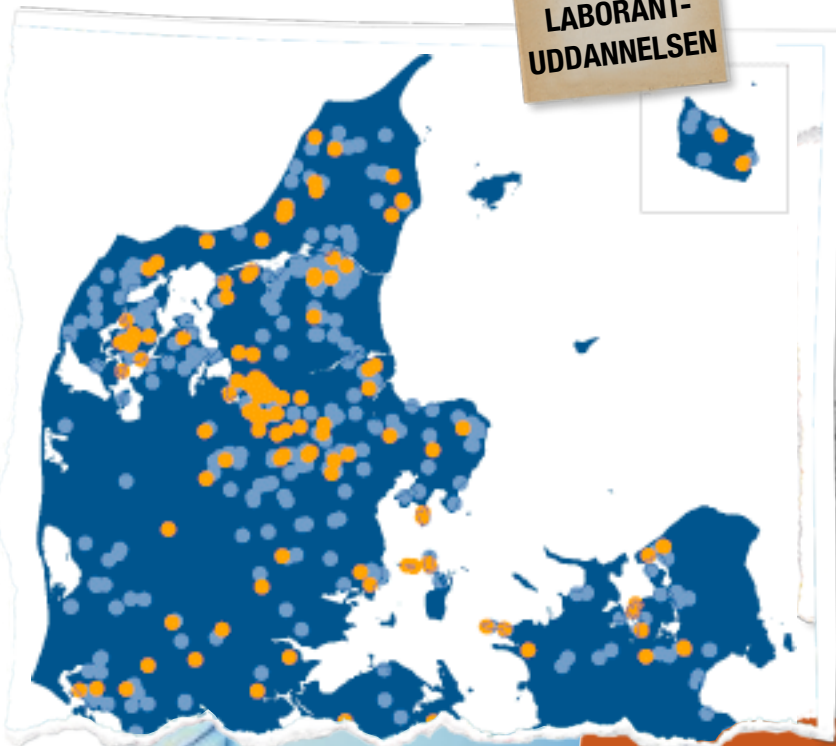


NOEA

**LABORANT-
UDDANNELSEN**



ANALYSE AF DRIKKEVAND FRA RØMØGADE

AF:
TINA ARENDSSEN
SANNE PEDERSEN
KENNETH JOHANSEN

PERIODE:
NOVEMBER 2007
1. SEMESTER

TEMA
DRIKKEVAND

Nordjyllands Erhvervsakademi
Laborantskolen
Sofiendalsvej 60
9100 Aalborg



Titel: Analyse af drikkevand fra Rømmøgade

Tema: Drikkevand

Projektperiode: November 2007, 1. semesters

Hold: 11aba0807

Projektgruppen:

Tina Arendtsen
Sanne Pedersen
Kenneth Johansen

Synopsis:

En drikkevandsprøve fra Rømmøgade i Aalborg er udtaget, og kvaliteten af denne ønskes bestemt. Prøven testes bl.a. for indholdet af forskellige typer metaller og for indholdet af bakterier. Til disse analyser benyttes Dansk Standard-metoder.

Det viser sig at indholdet af nitrat er meget højt. Med 43,7mg/L er prøven meget tæt på grænseværdien på 50mg/L. Til gengæld er der ingen tegn på bakterier i prøven. pH'en i vandet er ret lav og rammer 6,9, men er trods alt tæt på grænseværdien på 7.

Det må konkluderes at drikkevandsprøven overholder alle de kvalitetskrav, der er analyseret for.

Forord

Nærværende rapport er resultatet af temaet "Drikkevand" på 1. semester for laborantstuderende på NOEA, efteråret 2007.

Igennem rapporten vil referencer til anden litteratur blive skrevet ved hjælp af forkortelser, f.eks. AA07, som henviser til "Drikkevands-analyse for Rønmøgade, 9000 Aalborg" i litteraturlisten.

Tina Arendtsen

Sanne Pedersen

Kenneth Johansen

Indhold

INTRODUKTION	1
1 ANALYSEMETODER.....	1
1.1 ALKALITET	2
1.2 FOSFOR.....	2
1.3 HÅRDHED	3
1.4 JERN.....	4
1.5 KALIUM	4
1.6 KONDUKTIVITET	5
1.7 NITRAT.....	5
1.7.1 UV-metoden.....	5
1.7.2 Ionselektiv elektrode.....	6
1.7.3 Strips.....	6
1.8 PH	6
1.9 SULFAT	6
1.10 CLOSTRIDIUM PERFRINGENS.....	7
1.11 COLIFORME BAKTERIER 37°C	8
1.12 ENTEROKOKKER	10
1.13 KIMTAL VED 22°C OG 37°C	10
2 BEREGNING OG RESULTATER	11
2.1 ALKALITET	11
2.2 FOSFOR.....	12
2.3 HÅRDHED	12
2.4 JERN.....	13
2.5 KALIUM	13
2.6 KONDUKTIVITET	13
2.7 NITRAT.....	14
2.7.1 UV-metoden.....	14
2.7.2 Ionselektiv elektrode.....	14
2.8 PH	15
2.9 SULFAT	15
3 DISKUSSION	17
3.1 ALKALITET	17
3.2 FOSFOR.....	17
3.3 HÅRDHED	17
3.4 JERN.....	18
3.5 KALIUM	18

3.6	KONDUKTIVITET	18
3.7	NITRAT.....	18
3.7.1	<i>UV-metoden</i>	18
3.7.2	<i>Ionselektiv elektrode</i>	19
3.7.3	<i>Strips</i>	19
3.7.4	<i>Sammenligning af nitrat-metoderne</i>	19
3.8	PH	20
3.9	SULFAT	21
3.10	MIKROBIOLOGISKE ANALYSER.....	21
4	KONKLUSION	21
5	REFERENCER	22
6	BILAG	24

Introduktion

En drikkevandsprøve er udtaget fra Rønmøgade i Aalborg, og prøvens kvalitet skal bedømmes. Drikkevand i Danmark skal overholde de krav, som forefindes i Miljøministeriets bekendtgørelse (BEK06). Bekendtgørelsen sætter nogle grænseværdier for indholdet af bl.a. metaller og bakterier i drikkevand.

Drikkevandet fra Rønmøgade er sidst blevet undersøgt i marts 2007 af Forsyningsvirksomhederne (AA07), og denne rapport vil drage parallel mod de resultater, der blev fundet ved den analyse. Det skal dog bemærkes at AA07 er målt ved udledning fra vandværket og altså ikke ved vandhanen i Rønmøgade – det må altså forventes, at der kan være forskel på analyseresultaterne.

Igennem denne rapport vil drikkevandet blive undersøgt for egenskaberne i tabel Tabel 0.1.

Kemiske egenskaber:
Alkalitet, hårdhed, jernindhold, kaliumindhold, konduktivitet, nitratindhold, fosforindhold, pH og sulfatindhold.
Biologiske egenskaber:
Clostridium perfringens, coliforme bakterier, enterokokker, kimtal v. 22°C og kimtal v. 37°

Tabel 0.1 Egenskaber, drikkevandet vil blive undersøgt for.

Analyserne bliver for størstedelen gennemført ved brug af forskrifter fra Dansk Standard. Kontrolopløsninger er fremstillet på forhånd.

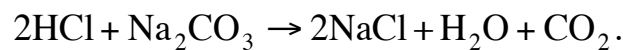
1 Analysemetoder

Dette kapitel beskriver de valgte metoder og teorien bag.

1.1 Alkalitet

Alkalitet er den kapacitet, prøven har til at reagere med H⁺-ioner. Alkaliteten analyseres vha. DS/EN ISO 9963. Her er tale om en titrering, som kan foretages potentiometrisk. Ved brug af TimTalk måles prøvens pH automatisk fra start, hvorfor det ikke er nødvendigt at foretage andre pH-analyser.

Først skal pH-metret kalibreres, og så skal titranten indstilles. Saltsyren titreres ned i en opløsning af natriumcarbonat, og volumenet af forbrugt HCl noteres. Saltsyrens koncentration kan da beregnes. Indstillingen har følgende titrerligning:



Nu kan alkaliteten bestemmes. Der startes med at titrere til pH 8,3 for at bestemme phenolphthaleinalkaliteten. Da der i dette tilfælde er tale om drikkevand med pH omkring 7, vil phenolphthaleinalkaliteten være 0. Nu fortsættes titreringen til pH 4,5 for at bestemme totalalkaliteten.

1.2 Fosfor

En analyse for indholdet af Orthofosfat laves, for derudfra at bestemme indholdet af fosfor i drikkevand. Fosfor forekommer i vores drikkevand i forskellige forbindelser, hvoraf Orthofosfat er en af disse.

Fosfor kan have geologisk oprindelse i drikkevand, men det kan også være tegn på overfladeforurening. Fosfor kan være næringsstof for bakterievækst, og kan derfor være indikator for forurenede drikkevand. Den højeste tilladte værdi for fosfor er 0,15 mg/L.

Bestemmelsen af fosfor laves ved Fotometrisk metode, hvilket vil sige at man analyserer prøverne ved hjælp af et spektrofotometer, der måler absorbansen i prøverne.

Der laves en kalibreringsrække først, så der er en skala at sammenligne prøveresultaterne med (bilag 3).

Fast fosfat kommes i en svovlsur opløsning. Altså blandes 0,2197g KH_2PO_4 med 10 ml 4M H_2SO_4 op i 1000 ml demineraliseret vand. Svovlsyren er også med til at konservere opløsningen og hæmmer mikrobiel omdannelse. Denne opløsning fortyndes og deles ud i en kalibreringsserie bestående af syv opløsninger med forskellig koncentration. Disse opløsninger tilsættes yderligere 1 ml svovlsyre, før der udtages 25 ml af hver til den sidste opløsningsrække. Denne række tilføres alle reagensopløsning, der består af antimon(III) og molybdat, og disse to danner i svovlsur opløsning med fosfat en forbindelse. Denne forbindelse skal reduceres, hvilket opnås ved tilsætning af ascorbinsyre, som også danner molybdænblåt. Dette kompleks er hvad der skal måles på i spektrofotometeret.

Fra prøven udtages 100 ml og konserveres med 1 ml svovlsyre. Den konserverede prøve opdeles i 3 opløsninger med 25 ml prøve i hver og tilføjes ascorbinsyre og reagensopløsning før måling. Ud over standarden og prøven laves der en blindprøve (25 ml 0,04M svovlsyre opløst i 100 ml, tilsat ascorbinsyre og reagensopløsning), og der måles på en i forvejen fremstillet kontrol.

1.3 Hårdhed

Vands hårdhed måles i Danmark (og Tyskland) i $^{\circ}\text{dH}$, hvor 1°dH svarer til den hårdhed, som forårsages af 10mg/L CaO (dvs. 0,178mmol/L CaCO_3).

Hårdheden af drikkevandsprøven bestemmes ved brug af et Test-kit og også ved hjælp af DS250. DS250 går ud på at lave en titrering, hvor man titrerer drikkevandsprøven (tilsat buffer og indikator) med EDTA. Ved brug af volumenet af forbrugt EDTA kan hårdheden beregnes.

Som indikator bruges erichromsort, som er en metalindikator. For at sikre tilstedeværelsen af Mg^{2+} er bufferopløsningen tilsat en lille mængde Mg-komplex. Herved sikrer man sig at indikatoren farver sig rød. Ved titreringen bindes først prøvens frie Ca^{2+} , og dernæst frie Mg^{2+} , hvorved indikatoren afgiver de bundne Mg^{2+} og skifter farve.

Test-kittet giver et estimat af hårdheden. Man opløser en tablet i prøven og tilsætter et antal dråber af en syre. Antallet af dråber svarer til hårdhedsgraden.

1.4 Jern

Drikkevandsprøven analyseres for jernindhold ved brug af DS259, idet der bruges et atomabsorptionsspektrofotometer (AAS). Kalibreringsrækken fremstilles ved brug af DS263. Kalibreringsrækker og prøve opløses i syre for at frigøre alt Fe, således at der bliver målt på alt Fe. AAS-apparatet virker på den måde, at prøven forstøves i en flamme. Fe går da på atomform:

$\text{Fe}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Fe}$. Fe-atomerne exciteres ved bestråling med Fe-lys:

$\text{Fe} + \text{h} \cdot \nu \rightarrow \text{Fe}^*$. På den måde vil prøvens atomer absorbere noget af lyset fra apparatets lampe. Jo højere koncentration af Fe, jo mere lys vil der absorberes. AAS'et måler altså hvor meget lys, lampen "får lov" at sende igennem prøven.

1.5 Kalium

Flammefotometri er en flammeemissionsteknik, som er specielt velegnet til kvantitativ bestemmelse af metallerne i første hovedgruppe og til dels også i anden hovedgruppe. Metoden er meget præcis, og man kan derfor bestemme koncentrationerne helt ned under ppm-området.

Selve teknikken bag flammefotometri går ud på, at en opløsning med metalioner forstøves op i en flamme, hvor de omdannes til gasformige atomer, som udsender et lys med en bestemt bølgelængde. Herefter kan intensiteten af lyset måles. Intensiteten af det målte lys er proportional med koncentrationen på den metalion, der måles på – i dette tilfælde Kalium, som har en bølgelængde på 589,0nm.

AnE-K benyttes. Der fremstilles en stamopløsning indeholdende 100mg/L Kalium. Ud fra denne opløsning fremstilles en kalibreringsrække (bilag 7).

Flammefotometeret kalibreres således, at demineraliseret vand sættes til 0, og lysintensiteten for den stærkeste opløsning sættes til 100, uanset koncentrationen. Af denne grund bliver der ikke brugt nogen bestemt enhed til denne skala. Resultaterne kaldes derfor udsving. Kalibreringsrækken, blindprøve og vandprøve måles, og der laves en trippelbestemmelse. Blindprøven blev fortyndet, da den viste sig at være stærkere end den opløsning, som flammefotometeret blev kalibreret efter.

1.6 *Konduktivitet*

Konduktivitet eller ledningsevne måles i mS/cm og kan bruges som et mål for koncentrationen af den del af prøven, som kan bringes på ionform. DS/EN 27888 metoden benyttes til analysen, hvor man dypper en elektrode i prøven og et apparat måler ledningsevnen. Apparatet kalibreres først ved hjælp af en kaliumchloridopløsning.

1.7 *Nitrat*

For meget nitrat i drikkevandet er sundhedsfarligt, især for spædbørn. For meget nitrat kan give blå børn, hvilket vil sige at børnene får en blålig hud, da nitrat hæmmer optagelsen af ilt i blodet.

Prøven analyseres med tre forskellige analysemetoder; UV-metoden, ionselektiv elektrode og strips.

1.7.1 *UV-metoden*

Første metode kaldes UV-metoden og er Standard Method 418A, som er en analyse ved brug af spektrofotometri. Der måles ved bølgelængderne 220nm og 275nm, hvilket svarer til det ultraviolette område. Ved 220nm måles absorbansen af NO_3^- , og ved 275nm måles interferensen fra opløste organiske stoffer. Bemærk at standardopløsningen af nitrat skal konserveres med chloroform, som udvikler giftige dampe og tidligere er blevet brugt som bedøvelsesmiddel – der skal altså bruges stinkskab!

1.7.2 Ionselektiv elektrode

En ionselektiv elektrode er selektivt følsom overfor en bestemt ion, men ikke specifikt selektivt. Dvs. at den er bestemt til at reagere på en bestemt ion, men at det ikke kan udelukkes at andre ioner kan influere på signalet fra elektroden.

Der benyttes AnE-N. Der fremstilles en kalibreringsrække (bilag 9), og der måles på hver af dem samt på prøver og kontrollen. Målingerne returneres i mV.

1.7.3 Strips

Nitratbestemmelse ved hjælp af strips er ikke en særlig præcis metode. Det giver en tilnærmet værdi af indholdet af nitrat i de prøver, der bliver testet. På strips'ene er der felter, som reagerer med nitraten i vandprøverne og får derved en violet farve. Jo mørkere, des større nitratindhold.

Der blev testet på fire prøver, demineraliseret vand, en prøve med kendt nitrat indhold taget fra kalibreringsrækken fra 418A, en blindprøve, ligeledes tager fra 418A og drikkevandsprøven.

1.8 pH

pH'en måles af TimTalk ved analysen for alkalitet.

1.9 Sulfat

Indholdet af sulfat i drikkevand analyseres, da overskridelse af grænseværdien på 250 mg/L kan indikere en overudnyttelse af grundvandet, som forekommer ved for kraftig pumpning, og herved sænkes grundvandsspejlet. I tilfælde af dette, vil der ske en ekstra iltning af jordlagene, og mængden af sulfat, der frigives til vandet, vil stige. Forhøjet mængder af sulfat kan også indikere, at der muligvis trænger nitrat ned igennem jordlagene. Nitrat reduceres i jorden af pyrit (et mineral), som ved oxidation frigiver sulfat.

Derudover er det vigtigt at observere indholdet af sulfat, da stoffet sammen med et forhøjet indhold af magnesium kan virke afførende. I tilfælde af

forekomsten af disse to stoffer i forhøjet mængde vil smagen af vandet være bitter.

Til denne analyse anvendes Nefelometrisk metode, hvilket betyder, at turbiditeten af prøven måles ved hjælp af et nefelometer.

Fremgangsmåden og detaljeret beskrivelse af de enkelte opløsninger findes i forskriften DS286.

Før undersøgelsen af prøven laves en stamopløsning, hvorefter der kan laves målinger, som giver en standard at sammenligne prøven med.

Stamopløsningen er fast natriumsulfat opløst i demineraliseret vand, og yderligere fortyndet til en koncentration på 100 mg/L.

Ud fra denne opløsning laves 5 nye opløsninger, alle med forskellige koncentrationer, og til dem tilsættes der et stabiliseringsreagens, der gør blandingerne sur og, i dette tilfælde, ethanol, som øger præcisionen af metoden i det lave koncentrationsområde.

Umiddelbart før måling tilsættes bariumchlorid, som bevirker, at sulfaten i opløsningerne binder sig til barium'en, hvorved der dannes bariumsulfat, som er målelig.

Efter målingerne laves der en kalibreringskurve (se bilag 10), der sætter standarden for resultaterne fra prøven.

Prøven behandles ligesom stamopløsningen, men der laves kun 4 opløsninger med ens koncentration, hvorefter den ene skal bruges til blindværdibestemmelse, og derfor ikke tilsættes bariumchlorid.

Efter første måling erfarer, at en fortynding af prøven var nødvendig, da målingsresultaterne lå højt i forhold til standardmålingerne. Der fortyndes derfor i forholdet 1:2.

1.10 *Clostridium perfringens*

Clostridium perfringens er en ubevægelig, stavformet og sporedannende bakterie, der forefindes både i tarmfloraen og i jordbunden. Da *C. perfringens* er anaerob findes den i stor mængde i tyktarmen (10^{10} - 10^{11} pr. gram tarmindehold), hvor der er iltfrie forhold. Denne bakterie vokser bedst ved 12-

50°C og har derfor optimale forhold i en menneskekrop, der har en temperatur på 37°C.

Findes der *C. perfringens* i drikkevand, er det en indikator for fækal forurening og måske endda ældre fækal forurening. Foruden risikoen for at indtage *C. perfringens* gennem drikkevandet fra hanen, kan man også risikere at indtage det gennem fødevarer, da virksomheder, der arbejder med fødevarer, også bruge vand, hvilket kan være forurennet.

Til påvisning af forekomst af *C. perfringens* i drikkevand, udpodes en prøve i jernsulfitagar. Denne agar er en kødpeptonagar, og ved forekomst af *C. perfringens* i vandet dannes der sortsværtede plamager i agaren. Dette skyldes FeS, som giver en sortfarvning. FeS samles omkring bakterierne, hvilket gør, at de kan tælles som liggende i kolonier. Der skal efter størkning tilsættes yderligere 1ml jernsulfid agar, der skal agere som prop og sørge for at agaren med prøve holdes anaerob. Efter ca. 24 timer noteres mulig sortsværtning. Hvis det er muligt tælles antal sorte kolonier. Efter 48 timer aflæses det endelige resultat.

1.11 Coliforme bakterier 37°C

I denne standard blev der testet for *Escherichia coli* (*E. coli*) og *Klebsiella*. Disse tilhører begge bakteriefamilien *Enterobacteriaceae*. Kendetegnet for denne familie er at deres naturlige miljø først og fremmest er tarmkanalen. Desuden har denne familie nogle yderligere karaktertræk såsom;

- At være katalasepositive
- At være oxydase negative
- At være galdetolerante
- At være glucoseforgærende
- At være nitratreducerende
- At de ofte er bevægelige

Enterobakterierne har fået begrebet coliforme bakterier, derved forstås at de er lactoseforgærende enterobakterier. De coliforme bakterier omfatter den egentlige colibakterie *Escherichia coli* og nogle andre slægter, hvor der her i denne standard er fokuseret på *Klebsiella*. De coliforme bakterier har stor betydning ved den bakteriologiske kontrol af drikkevand og fødevarer mm.

E. coli er en del af den normale tarmflora, først og fremmest i tyktarmen hos varmblodede dyr. Varmblodvarianten af E. coli kan kun formere sig i tarmkanalen hos varmblodede dyr og kan kun eksistere uden for tarmkanalen i kortere tid. Hvis der findes E. coli i drikkevand, indikerer det at der har fundet frisk fækalforurening sted, (altså forurening med tarmindehold). Da E. coli er meget nem at påvise, bruges den ofte som indikator for fækal forurening, idet den fortæller noget om hygiejnen på de eventuelle vandforsyninger. E. coli er egentlig ikke grunden til at man er så interesseret i at afsløre fækal forurening, da den som regel er apatogen (ikke sygdomsfremkaldende), men at der ved fækal forurening er chance for at overføre andre patogene bakterier. Nogle varianter af E. coli findes i patogene udgaver, som kan forårsage forskellige former for diarrésygdomme.

Klebsiella, der også tilhører de coliforme bakterier, ligner meget E. coli. Denne bakterie er også en del af tarmfloraen, men i modsætning til E. coli, kan denne formere sig udenfor tarmfloraen. Når den påvises, kan den derfor ikke betragtes som et bevis på frisk fækalforurening, som E. coli kan.

I denne standard bliver disse to coliforme bakterier dyrket i MacConkey bouillon, som kun tillader vækst af galdetolerante bakterier, hvilket var en af kendetegnene for denne bakteriefamilie, hvormed man tillige kan se om de er lactosepositive ved syredannelse og gasudvikling.

MacConkey bouillon

MacConkey bouillon er et lilla, flydende substrat, som består af en vandig opløsning af næringsstoffer, der i denne standard blev brugt til dyrkning i præparatglas. MacConkey er et selektivt substrat, hvilket vil sige at, der kun tillades vækst af en bestemt type mikroorganisme, imens andre forhindres i at vokse. MacConkey bouillon tillader kun vækst af galdetolerante bakterier, dvs. at det tilsatte galdesalt er det, der gør dette substrat selektivt og særdeles effektivt, da det hovedsageligt er bakterier, som normalt lever i tarmkanalen, der kan leve i substrater med galdesalte. MacConkey bouillon har desuden den indikative egenskab, at bouillonens farve bliver gul ved dannelse af syre.

Princip

Der blev udpodet vandprøve fra Rømhøgade i både dobbeltstyrke og enkeltstyrke MacConkey bouillon. Flere detaljer om, hvor mange glas og eventuelle fortyndinger kan læses i DS2255.

Disse blev sat ved 37°C, hvor de blev kontrolleret efter 24 timer. Da de ikke var positive, fik de lov at stå yderligere 24 timer. For at kunne se, om de var positive for syredannelse, skulle den lilla bouillon blive gul og det omvendte durhamrør skulle indeholde luft.

1.12 Enterokokker

Enterokokker er ubevægelige, grampositive bakterier, som forefindes i tarmkanalen hos mennesker og dyr. Enterokokker omdanner/nedbryder kulhydrater og laver mælkesyre. Enterokokker er ydermere i stand til at formere sig udenfor tarmsystemet, og de tåler nedfrysning, hvilket gør at de bl.a. bliver brugt som indikatorer for forurening i dybfrostvarer. Findes disse i drikkevandet er det en indikation på fækal forurening.

Enterokokker kræver både aminosyrer og vitaminer for at vokse, derfor bruges Slanetz agar til at påvise forekomsten af disse bakterier i drikkevand. Den filtrerede prøve udpodes på Slanetz agar og inkuberes ved 37°C i 48 timer. Ved forekomst af kolonier, flyttes disse til en petriskål med Galde-aesculin-syre agar. Efter 2 timer tælles antal kolonier, der forekommer vha. sortsværtning. Galde-aesculin-syre agaren hæmmer væksten af gramnegative bakterier. Enterokokker hydrolyserer esculinen til glucose og esculetin. Esculetin giver en sort vækst på agarpladen, hvis der findes Fe^{3+} .

1.13 Kimtal ved 22°C og 37°C

Vand indeholder forskellige mængder og former for mikroorganismer, som kommer fra forskellige kilder som for eksempel jord og planter. Et estimat af det samlede antal mikroorganismer giver brugbar information til overvågning af vandkvaliteten. Der bliver foretaget forskellige tællinger ved 22°C og 37°C, da de forskellige mikroorganismer ikke alle vokser ved samme temperatur. Kolonitællingerne er meget hjælpsomme og kan for eksempel bruges til at bedømme hvorvidt drikkevandet kan bruges til madlavning uden at inficere

det med mikroorganismer, så mad og drikke ikke bliver ødelagt. Derfor bør drikkevand indeholde så få mikroorganismer som muligt.

Gærekstraktagar

Gærekstraktagar fremstilles ud fra bage- eller bryggerigær. Ekstrakten bruges til berigelse af grundsubstrater, idet den indeholder rigelige mængder af vækststoffer i form af aminosyrer og B-vitaminer.

Gærekstraktagar er derfor ikke et selektivt substrat, da det giver så mange forskellige bakterier gode muligheder for at vokse på det, og ligeledes er det heller ikke et indikativt substrat, da der ikke bliver tilsat specielle ting til substratet, der gør at nogle bakterier skiller sig ud fra de andre, som eventuelt ville vokse i petriskålen.

Princip

Der blev udpodet 1 mL ufortyndet prøve ud på 4 petriskåle og 1 mL fortyndet prøve ud på 4 andre petriskåle til dybdeudsæd, hvorefter to fortyndet og to ufortyndet blev sat i varmeskab ved 22°C i 3 dage og de andre petriskåle ved 37°C i to døgn. Nærmere beskrivelse kan læses i DS/EN ISO 6222.

2 Beregning og resultater

Dette kapitel indeholder beregningseksempler samt resultater for analyserne. Først er beregningseksemplerne beskrevet, og til sidst i dette kapitel er der en tabel med alle analyseresultaterne.

2.1 Alkalitet

Indstillingen af saltsyren gav et forbrug på 8,8292 mL, og ved en titrering på demineraliseret vand blev der brugt 0 mL. Koncentrationen af saltsyren er da

$$\begin{aligned}c_{\text{HCl}} &= \frac{m \cdot V_{\text{NaCO}_3}}{53 \cdot (V_{\text{HCl}} - V_{\text{HCl,blank}})} = \frac{2,65\text{g} \cdot 25,0\text{mL}}{53 \cdot (8,8292\text{mL} - 0,00\text{mL})} \\ &= 0,141576\text{mol/L} \approx 0,142\text{mol/L}.\end{aligned}$$

Titrationen gav et forbrug på 10,740mL til 100,0mL prøve. Alkaliteten kan beregnes:

$$A_t = \frac{c_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}} \cdot 1000}{V_{\text{prøve}}} = \frac{0,142 \text{ mol/L} \cdot 10,740 \text{ mL} \cdot 1000 \text{ mmol/mol}}{100,0 \text{ mL}}$$
$$= 15,2508 \text{ mmol/L} \approx 15,3 \text{ mmol/L}.$$

2.2 Fosfor

Kalibreringskurven har ligningen $ABS = 0,0007 \cdot \text{konc} - 0,003$, og med en prøve med absorbansen 0,006 kan koncentrationen beregnes:

$$\text{konc} = \frac{ABS + 0,003}{0,0007} = \frac{0,006 + 0,003}{0,0007}$$
$$\approx 13 \mu\text{g/L} = 0,013 \text{ mg/L}.$$

2.3 Hårdhed

Først skal calciumstandardopløsningens koncentration beregnes. Der er afvejet 1,0004g CaCO_3 . Koncentrationen er da

$$c_{\text{Ca}} = \frac{m \cdot 1000}{V \cdot M} = \frac{1,0004 \text{ g} \cdot 1000 \text{ mL/L}}{1000 \text{ mL} \cdot 100,09 \text{ g/mol}} = 0,009995 \text{ mol/L} \approx 0,01 \text{ mol/L}.$$

Så skal EDTA'en indstilles mod calciumstandardopløsningen. Man kan så beregne EDTA-opløsningens koncentration med formlen

$$c_{\text{EDTA}} = \frac{c_{\text{Ca}} \cdot V_{\text{Ca}}}{V_{\text{EDTA}}} = \frac{0,01 \text{ mol/L} \cdot 20,0 \text{ mL}}{19,92 \text{ mL}} = 0,01004 \text{ mol/L} \approx 0,01 \text{ mol/L}.$$

Herefter kan titrationen på prøven udføres. Volumen af EDTA findes, og hårdheden kan nu bestemmes med formlen

$$\begin{aligned}
\text{Hårdhed} &= \frac{c_{\text{EDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}} \cdot 1000}{V_{\text{prøve}}} \cdot 5,61^{\circ}\text{dH} \\
&= \frac{0,01 \text{ mol/L} \cdot 11,05 \text{ mL} \cdot 1000}{50,0 \text{ mL}} \cdot 5,61^{\circ}\text{dH} \\
&= 12,3981^{\circ}\text{dH} \\
&= 1 \cdot 10^1 \text{ }^{\circ}\text{dH}.
\end{aligned}$$

Med testkittet er beregningen ligetil; én dråbe svarer til 1°dH, og der blev brugt 12 dråber.

2.4 Jern

AAS-apparatet laver selv beregningerne, korrigerer fra blindprøven og returnerer koncentrationen af Fe i prøverne, når kalibreringsopløsningerne er blevet målt.

2.5 Kalium

Kalibreringsdataene viste sig at stemme bedst overens med et 2.gradspolynomie. Ligningen for denne er $y = 0,0535x^2 + 3,5949x + 1,2695$.

Koncentrationen kan nu beregnes:

$$\begin{aligned}
5,8666 &= 0,0535x^2 + 3,5939x + 1,2695 \\
D = b^2 - 4ac &= 3,5949^2 - 4 \cdot 0,0535 \cdot (-4,5972) = 13,9071 \\
x = \frac{-b \pm \sqrt{D}}{2 \cdot a} &= \begin{cases} 1,2553 \\ -68,450 \end{cases}
\end{aligned}$$

Det er naturligvis kun resultatet $\text{konc} = 1,2553 \text{ mg/L} \approx 1 \text{ mg/L}$, der kan bruges.

2.6 Konduktivitet

Kaliumchloriden havde en temperatur på 20,3°C, hvilket ved tabelopslag betyder en konduktivitet på 1286 μS/cm. Dette indstilles apparatet på.

Drikkevandsprøven gav da et udslag på
 $480\mu\text{S}/\text{cm} = 0,480\text{mS}/\text{cm} = 48,0\text{mS}/\text{m}$.

2.7 Nitrat

2.7.1 UV-metoden

UV-metoden giver en mængde absorbanser for kalibreringsopløsningerne, som kan plottes som en kalibreringskurve (se bilag 8). Kurvens ligning er $\text{ABS} = 0,0468 \cdot \text{konc} - 0,0075$. Med en prøve fortyndet 5 gange er absorbansen målt til 0,401, og koncentrationen kan nu beregnes:

$$\begin{aligned}\text{ABS} &= 0,0468 \cdot \text{konc} - 0,0075 \\ \Rightarrow \text{konc}_{\text{fortyndet}} &= \frac{\text{ABS} + 0,0075}{0,0468} = \frac{0,401 + 0,0075}{0,0468} = 8,7286\text{mg}/\text{L} \\ \text{konc}_{\text{ufortyndet}} &= 5 \cdot 8,7286\text{mg}/\text{L} = 43,643\text{mg}/\text{L} \approx 43,6\text{mg}/\text{L}.\end{aligned}$$

Kalibreringskurven for 275nm er blevet meget ustabil. Det skønnes derfor at se bort fra interferenser fra opløste organiske stoffer.

2.7.2 Ionselektiv elektrode

Kalibreringsdataene plottes og tilpasses en logaritmisk tendenslinie. Ligningen for kurven bliver da $y = -25,168 \cdot \ln x + 399,51$, og koncentrationen for en prøve med 348mV kan beregnes:

$$\begin{aligned}\ln x &= \frac{y - 399,51}{-25,168} \\ \Leftrightarrow x &= e^{\frac{y-399,51}{-25,168}} = e^{\frac{348-399,51}{-25,186}} = 7,742\text{mg}/\text{L NO}_3 - \text{N}\end{aligned}$$

Koncentrationen kan omregnes til mg/L NO₃:

$$\begin{aligned}\text{mg}/\text{L NO}_3 &= \frac{[\text{mg}/\text{L NO}_3 - \text{N}] \cdot M_{\text{NO}_3}}{M_{\text{N}}} = \frac{7,742\text{mg}/\text{L} \cdot 62,00494\text{g}/\text{mol}}{14,00674\text{g}/\text{mol}} \\ &= 34,2722\text{mg}/\text{L} \approx 34\text{mg}/\text{L NO}_3.\end{aligned}$$

2.8 pH

TimTalk har målt pH'erne 6,862, 6,852 og 6,137. Gennemsnittet er 6,617.

2.9 Sulfat

Kalibreringskurven har ligningen $FNU = 2,2774 \cdot \text{konc} - 1,1069$. Med en fortyndet prøve på 25,84FNU kan koncentrationen beregnes:

$$\text{konc}_{\text{fortyndet}} = \frac{FNU + 1,1069}{2,2774} = \frac{25,84 + 1,1069}{2,2774} = 11,832\text{mg/L.}$$

Ufortyndet er koncentrationen af sulfat så

$$\text{konc}_{\text{ufortyndet}} = 2 \cdot 11,832\text{mg/L} = 23,664\text{mg/L} \approx 24\text{mg/L.}$$

Analyse	Metode	Enhed	Resultat (gennemsnit)	Grænseværdi	Resultat iflg. AA07	CV%	RF%	Bilag
Alkalitet	DS/EN ISO 9963	mmol/L	15,3	-	-	0,2	-	2
Fosfor	DS291	mg/L	0,014	0,15	0	10%	-	3
Hårdhed	DS250	°dH	12,5	5-30	11	0,3	13,6	4
	Test-kit	°dH	12	5-30	11	0,0	9,1	4
Jern	DS259+DS263	mg/L	<0,2	0,2	<0	-	-	5
Kalium	AnE-K	mg/L	1	10	1	2,6	0,0	6+7
Konduktivitet	DS/EN 27888	mS/m	48,0	≥30mS/m	47 (12°C)	-	2,1	6
Nitrat	418A	mg/L	43,7	50	37	0,14	18	8
	AnE-N	mg/L	32	50	37	13	-14	9
	Strips	mg/L	50	50	37	-	-	8
pH	DS/EN ISO 9963	-	6,6	7-8,5	7	6,3	-5,5	2
Sulfat	DS286	mg/L	25	250	20	5,4	25	10
Clostridium perfringens	DS2256	pr. 50mL	Ikke målelig	Ikke målelig	-	-	-	11
Coliforme bakterier 37°C	DS2255	pr. 100mL	Ikke målelig	Ikke målelig	<1	-	-	11
Enterokokker	DS/EN ISO 7899-2	pr. 100mL	Ikke målelig	Ikke målelig	<1	-	-	11
Kimtal 22°C	DS/EN ISO 6222	pr. mL	Ikke målelig	200	2	-	-	11
Kimtal 37°C	DS/EN ISO 6222	pr. mL	Ikke målelig	20	<1	-	-	11

Tabel 2.1 Resultater ved analyse af drikkevand fra Rømqgade i Aalborg

3 Diskussion

I dette kapitel bliver metoder og resultater vurderet.

3.1 Alkalitet

Potentiometrisk metode må siges at være temmelig stabil med en CV% på 0,2%. Det er også nemt at udføre analysen, da det meste foregår automatisk.

3.2 Fosfor

Ved at se på kalibreringskurven for standarden (bilag 3) ses det, at der ikke er nogle betydelige afvigelser, og standardmålingerne har en korellationskoefficient på 1 ved 10mm kuvetten og en korellationskoefficient ved 40mm kuvetten på 0,9994. Især kalibreringskurven for 10mm kuvetten er yderst tilfredsstillende.

Blindprøvens absorbans fratrækkes absorbansen for prøven, hvilket giver et fosforindhold på gennemsnitligt 14 $\mu\text{g/L}$. Da grænseværdien for fosfor er 0,15 mg/L omregnes prøvens værdi til mg. Altså er fosforindholdet af prøven 0,014 mg/L, hvilket ligger langt under den maksimale værdi og tæt på AA07's værdi på 0. Man kan dog ikke beregne en RF%, da man så kommer til at dividere med nul.

3.3 Hårdhed

Test-kittet er en hurtig måde at få en ide om hårdheden. Man kan dog ikke være sikker på hvor præcis metoden er, da den er baseret på hvor mange dråber man kommer i opløsningen, og dråberne kan godt være af forskelligt volumen. Kittet har dog givet en hårdhed på 12°dH ligesom titreringen.

Titreringen kan udføres med temmelig stor præcision (i dette tilfælde er CV%'en 0,29%). Det er straks lidt sværere at udtale sig om nøjagtigheden. Forsyningsvirksomhederne (AA07) har målt en hårdhed på 11°dH, men analysen er også foretaget i marts, hvor denne analyse er foretaget i november. Desuden er AA07 også en analyse, der er lavet ved afgang fra vandværket. Alt i alt må det konkluderes, at hårdhedsanalysen i denne rapport er temmelig troværdig trods en RF% på 13,6%.

3.4 Jern

AAS-apparatet fortæller efter kalibrering, at koncentrationen af jern i prøven er under nul (se bilag 5). Dette kan tolkes som et tegn på, at koncentrationen er så lille, at man når udenfor kalibreringskurven. Ved så små koncentrationer skal der heller ikke meget til, før man får en vis usikkerhed i den målte absorptions. Det antages altså, at koncentrationen er i intervallet $0 \text{ mg/L} \leq \text{konc.} < 0,20 \text{ mg/L}$. Dette stemmer fint overens med grænseværdien på $0,2 \text{ mg/L}$. Kalibreringskurven (bilag 5) er blevet acceptabel. Korrelationskoefficienten er meget tæt på 1, men især ved små koncentrationer (under 1 mg/L), er der en vis usikkerhed.

Det kunne tyde på, at Forsyningsvirksomhederne (AA07) også er kommet under deres kalibreringskurve – de har nemlig angivet en målt værdi på $< 0 \text{ mg/L}$. Da resultaterne ligger udenfor kalibreringskurven, er det heller ikke muligt at beregne CV% og RF%.

3.5 Kalium

Metoden virker ikke så præcis, da resultaterne svinger meget. Det tager også en god mængde tid inden apparatet er kalibreret. Med passende afrundinger er resultatet det samme som i AA07 og langt under grænseværdien. Der er altså meget lidt kalium i drikkevandet.

3.6 Konduktivitet

Apparatet er lidt forvirrende at finde ud af, men når man har forstået det, er det ganske nemt og hurtigt at bruge. Resultatet på $48,0 \text{ mS/m}$ stemmer fint overens med AA07's konduktivitet på 47 mS/m . RF%'en er også kun på 2,1%.

3.7 Nitrat

3.7.1 UV-metoden

Spektrofotometeret er nemt at bruge og temmelig præcist. Det har også produceret en lav CV% på 0,1%. RF%'en på 18% er temmelig høj, men der er generelt et højt nitratindhold i Aalborg, og AA07, som der sammenlignes med, er trods alt en $\frac{1}{2}$ år gammel analyse, som er foretaget ved afgang fra

vandværket. Det skønnes at UV-metodens resultat er troværdigt. Kontrollen på 10mg/L blev målt til 10,5mg/L. Det skal dog bemærkes at målingerne ved 275nm er blevet meget ustabile. Dette kan skyldes den lave koncentration, der skal måles på – jo lavere absorbans, jo dårligere er præcisionen.

3.7.2 Ionselektiv elektrode

Metoden er meget usikker, da den mindste bevægelse af elektroderne giver et stort udslag. Metoden har også givet en CV% på 13%. Der er opnået et lavere nitratindhold end AA07 (og UV-metoden), hvilket betragtes som usikkerhed i metoden. UV-metoden betragtes som mere troværdig end denne metode. Dog skal det bemærkes, at kontrollen på 10mg/L blev målt til 9,4mg/L, hvilket kunne tyde på at metoden giver et lavere resultat, end den burde.

3.7.3 Strips

Strips'ene er en hurtig metode til at finde et estimat for indholdet af nitrat i drikkevandsprøven. I dette tilfælde siger metoden, at indholdet af nitrat er tæt på 50mg/L (som er grænseværdien), og det stemmer fint overens med f.eks. UV-metoden.

3.7.4 Sammenligning af nitrat-metoderne.

UV-metoden betragtes som mest præcis, men det kan heldigvis testes, om det er statistisk korrekt at sige at UV-metoden og ionselektiv elektrode-metoden giver et ens resultat. t-test benyttes, da spredningen er ukendt:

$$H_0 : \mu = \mu_0$$

$$H_1 : \mu \neq \mu_0$$

Teststørrelsen kan beregnes, idet $\mu_0=43,7$ (UV-metoden), $\bar{x} = 32$ (ionselektiv) og $s = 0,948$ (ionselektiv):

$$t = \frac{\bar{x} - \mu_0}{s} \cdot \sqrt{n} = \frac{32 - 43,7}{0,948} \cdot \sqrt{3} = -21,377^{**}.$$

Acceptområdet er $|t| \leq t_{1-\alpha/2}(n-1)$.

95%-accept: $|t| \leq t_{0,975}(2) = 4,303$.

99%-accept: $|t| \leq t_{0,995}(2) = 9,925$.

99,9%-accept: $|t| \leq t_{0,9995}(2) = 31,599$.

H_0 accepteres først ved 99,9%-accept, og der er altså statistisk bevis for at de to metoder ikke har givet et ens resultat.

Det antages at ionselektiv elektrode-metoden har givet et for lavt resultat. Kontrollen for denne metode blev bestemt til en for lav koncentration, så det er rimeligt at antage, at nitratkoncentrationen er mere realistisk ved UV-metoden.

3.8 pH

TimTalk har målt en pH på 6,6, hvilket er uacceptabelt i forhold til grænseværdien. En CV% på 6,3% tyder på, at noget kan være gået galt, da potentiometrisk metode burde være temmelig præcis. Den ene af de tre målte pH'er (6,862, 6,852 og 6,137) ser ud til at falde en del udenfor. Det undersøges ved brug af Dixons Outlayer-test, om den suspekte værdi kan afvise, hvilket vil få pH'en op på 6,9.

H_0 : Den suspekte værdi kan ikke afvises ($Q \leq Q_0$).

H_1 : Den suspekte værdi kan afvises ($Q > Q_0$).

Teststørrelsen beregnes:

$$Q = \frac{|X_{\text{suspekt}} - X_{\text{nærmeste}}|}{X_{\text{max}} - X_{\text{min}}} = \frac{|6,137 - 6,852|}{6,862 - 6,137} = 0,986.$$

Den kritiske værdi $Q_0=0,970$ er fundet på DIX91 s. 142.

$Q > Q_0$, så H_0 forkastes. Der er altså et svagt statistisk bevis for, at den suspekte værdi kan afvises.

pH'en kan altså fastsættes til 6,9. Dette lyder acceptabelt, da der f.eks. kan være sket en kalibreringsfejl for pH-elektroden.

3.9 Sulfat

Metoden er nem at bruge, man skal dog være opmærksom på at overholde de tidskrav, der er på blandingen samt prøvemålingerne. CV%'en på 5,4% er forholdsvis høj, og ligeledes er RF%'en på 25%, men sulfatindholdet er meget lavt i forhold til grænseværdien. Det konkluderes at resultatet er acceptabelt, da de 25mg/L trods alt ligger tæt på AA07's sulfatindhold på 20mg/L.

3.10 Mikrobiologiske analyser

Der blev fundet en enkelt koloni i en af fortyndingerne for kimtalsbestemmelsen. Eftersom det kun var en enkelt koloni og den var påvist i en af fortyndingerne, kan der med stor sandsynlighed antages, at det er en forurening, som er kommet udefra. Der er ikke fundet yderligere bakterier af nogen slags i prøven, hvilket egentlig passer fint med resultaterne fra AA07.

4 Konklusion

Drikkevandsprøven overholder de krav, som Miljøministeriet har fastsat. Ydermere ligger resultaterne ganske tæt på målingsresultaterne fra AA07's analyserapport, hvilket er en indikator for, at der ikke er en betydelig forurening af drikkevandet fra, at det forlader vandværket til det løber ud af hanen på tredje sal i Rømmøgade. Dog skal det bemærkes, at nitratindholdet i drikkevandsprøven ligger tættere på grænseværdien end AA07's analyse. Det er en positiv overraskelse, at der ikke er fundet spor af bakterier i drikkevandsprøven.

5 Referencer

Nedenfor ses listen over referencer.

Forkortelse	Titel	Forfatter	Årstal
418A	Ultraviolet Spectrophotometric Screening Method	Standard Methods	-
AA07	Drikkevands-analyse for Rømmøgade, 9000 Aalborg http://www.aalborgkommune.dk/tankegang/app.aspx?page=4&vej=Roem%F8gade,%20Aalborg&nummer=1&vid=851-01-1001-12 Se bilag 1	Forsyningsvirkso mhederne, Aalborg Kommune	18/4 - 2007
AnE-K	Kaliumbestemmelse ved flammefotometri.	Anton Eliassen	2007
AnE-N	Nitratbestemmelse med ionselektiv elektrode.	Anton Eliassen	24/10 - 2007
BEK06	Bekendtgørelse om vandkvalitet og tilsyn med vandforsyningsanlæg https://www.retsinformation.dk/Forms/R0710.aspx?id=12976&exp=1	Miljøministeriet	14/12 - 2006
DIX91	Statistical Treatment for Rejection of Deviant Values: Critical Values of Dixon's "Q" Parameter and Related Subrange Ratios at the 95% Confidence Level http://www.flworkshop.com/sscs/dixon_test.pdf	David B. Rorabacher	1991
DS250	Vandundersøgelse – Bestemmelse af summen af calcium og magnesium	Dansk Standard	August 1973
DS259	Vandundersøgelse. Metal ved atomabsorptionsspektrofotometri i flamme. Almene principper og retningslinier.	Dansk Standard	januar 1982
DS263	Vandundersøgelse. Cadmium, cobalt, kobber, jern, nikkel, bly og zink ved atomabsorptionsspektrofotometri i flamme	Dansk Standard	Januar 1982
DS286	Vandundersøgelse – Sulfat – Nefelometrisk metode	Dansk Standard	Maj 1990
DS287	Vandundersøgelse pH	Dansk Standard	Juni 1978
DS291	Vandundersøgelse. Orthophosphat-phosphor. Fotometrisk metode.	Dansk Standard	Marts 1985
DS2255	Vandundersøgelse – Bestemmelse af coliforme bakterier og termotolerante coliforme bakterier –	Dansk Standard	19/12 – 2001

DS2255	Vandundersøgelse – Bestemmelse af coliforme bakterier og termotolerante coliforme bakterier – Fortyndingsmetoden (MPN-metoden).	Dansk Standard	19/12 – 2001
DS2256	Bestemmelse af Clostridium Perfringens.	Dansk Standard	Januar 1983
DS/EN ISO 6222	Vandundersøgelse – Bestemmelse af antal mikroorganismer i gærekstratar ved 22°C og 36°C – Dybdeudsæd.	Dansk Standard	14/3 - 2000
DS/EN ISO 7899-2	Vandundersøgelse – Påvisning og bestemmelse af enterokokker – Del 2: Membranfiltreringsmetode	Dansk Standard	5/9 - 2000
DS/EN ISO 9963-1	Vandundersøgelse Bestemmelse af alkalitet – Del 1: Totalalkalitet og phenolphthaleinalkalitet.	Dansk Standard	24/5 - 1996

6 Bilag