



KIRSTI HAAPALA & MAIJA EURÉN

LUONNONVESIEN JA JÄTEVESIEN KIINTOAINEMÄÄRITYKSEN ONGELMISTA

Sammandrag: Problem vid bestämning av suspenderade ämnen i naturliga vatten och avloppsvatten

VESI- JA YMPÄRISTÖHALLITUS
Helsinki 1991

KIRSTI HAAPALA & MAIJA EURÉN

LUONNONVESIEN JA JÄTEVESIEN KIINTOAINEMÄÄRITYKSEN ONGELMISTA

Sammandrag: Problem vid bestämning av suspenderade ämnen i naturliga vatten och avloppsvatten

Etukannen kuva: Kiintoaineen määrittäminen laboratoriossa
Kuva: Timo Vänni

Tekijät ovat vastuussa julkaisun sisällöstä, eikä siihen voida vedota vesi- ja ympäristöhallituksen virallisena kannanottona.

VESI- JA YMPÄRISTÖHALLINNON JULKAISUJA koskevat tilaukset:
Valtion painatuskeskus, PL 516, 00101 Helsinki
puh. (90) 56 601/julkaisutilaukset

ISBN 951-47-4727-5
ISSN 0786-9592

HELSINKI 1991

Valtion painatuskeskus
Pasilan VALTIMO
Helsinki 1992

Julkaisija

Vesi- ja ympäristöhallitus

Julkaisun päivämäärä

1.6.1991

Tekijä(t) (toimielimestä: nimi, puheenjohtaja, sihteeri)

Haapala, Kirsti & Eurén, Maija

Julkaisun nimi (myös ruotsinkielinen)

Luonnonvesien ja jätevesien kiintoainemäärityksen ongelmista

(Problem vid bestämning av suspenderade ämnen i naturliga vatten och avloppsvatten)

Julkaisun laji

Tutkimusseloste

ToimeksiantajaToimielimen asettamispvmJulkaisun osatTiivistelmä

Tutkimuksessa on verrattu eri valmistajien suodattimien käyttökelpoisuutta määritettäessä kiintoainetta luonnonvesistä ja jätevesistä. Näyttää tarkoituksenmukaiselta tässä vaiheessa rajoittaa kiintoainemäärityksessä käytettävät suodattimet kahteen päätyyppiin - nimittäin lasikuitusuodattimiin ja polykarbonaattikalvoihin. Jokaisen tutkimuksen yhteydessä on asiallista selvittää, mikä suodatin on paras vaihtoehto tutkittavalle vedelle. Tutkimuksen tarkoitus ja veden koostumus ovat ratkaisevia tekijöitä, jotka vaikuttavat suodattimen valintaan. Määrityksen suoritus on helposti standardisoitavissa, mutta suodattimen valinta siis jää tutkimuksen teettäjän ja laboratorion väliseksi sopimukseksi. Markkinoille on tullut ja tulee jatkuvasti uusien valmistajien lasikuitu- ja polykarbonaattisuodattimia, joten määritystä ei voida sitoa yhden valmistajan tuotteisiin. Kiintoainestandardit tarvitaan kaksi - toinen luonnonvesille ja toinen jätevesille. Standardiehdotukset esitetään liitteenä (1 ja 2).

Asiasanat (avainsanat)

kiintoaine, suodatus, suodattimet

Muut tiedotSarjan nimi ja numeroVesi- ja ympäristöhallinnon julkaisuja
sarja A 81ISBN

951-47-4727-5

ISSN

0786-9592

Kokonaissivumäärä

35

Kieli

suomi

HintaLuottamuksellisuus

julkinen

JakajaValtion painatuskeskus
PL 516, 00101 HELSINKIKustantajaVesi- ja ympäristöhallitus
PL 250, 00101 HELSINKI

Utgivare
Vatten- och miljöstyrelsen

Utgivningsdatum
1.6.1991

Författare (uppgifter om organet: namn, ordförande, sekreterare)
Haapala Kirsti & Maija Eurén

Publikation (även den finska titeln)
Problem vid bestämning av suspenderade ämnen i naturliga vatten och effluenter
(Luonnonvesien ja jätevesien kiintoainemäärityksen ongelmista)

<u>Typ av publikation</u>	<u>Uppdragsgivare</u>	<u>Datum för tillsättandet av organet</u>
Forskningsraport		

Publikationens delar

Referat

Filter från olika tillverkare har jämförts för att kunna bedömma deras användbarhet vid bestämning av suspenderade ämnen i vatten. I detta skede är det ändamålsenligt att begränsa filtren till två grupper - nämligen glasfiberfilter och polykarbonatmembraner. Vid varje undersökning bör man komma överens om vilket filter som bäst passar för vattnet i fråga. Bestämningens utförande kan lätt standardiseras. Däremot kan man inte rekommendera att t. ex. ett glasfiberfilter från en bestämd tillverkare skall brukas, ty fullt användbara filter från olika tillverkare finns att få på marknaden. Standarden för bestämning av suspenderat material bör uppdelas i två - en för naturliga vatten och den andra för avloppsvatten. Standardförslagen finns som bilagor (1 och 2).

Nyckelord

suspenderade ämnen, filtrering, filter

Övriga uppgifter

<u>Seriens namn och nummer</u>	<u>ISBN</u>	<u>ISSN</u>
Vatten- och miljöförvaltningens publikationer - serie A 81	951-47-4727-5	0786-9592

<u>Sideantal</u>	<u>Språk</u>	<u>Pris</u>	<u>Sekretessgrad</u>
35	finska		offentlig

<u>Distribution</u>	<u>Förlag</u>
Statens tryckericentral PB 516, 00101 HELSINGFORS	Vatten- och miljöstyrelsen PB 250, 00101 HELSINGFORS

Published by

National Board of Waters and the Environment, Finland

Date of publication

June 1st 1991

Author(s)

Haapala Kirsti & Maija Eurén

Title of publication

Problems in the Determination of Suspended Solids in Natural Waters and Effluents

Type of publication

Report

Commissioned byParts of publicationAbstract

In the study, filters from different producers were compared. It seems appropriate to restrict the use of filters in the determination of suspended solids to two main groups - namely glass fiber filters and polycarbonate membranes. In each study it is necessary to solve which filter is the best for the water in question. The purpose of the study and the composition of the water are the most important factors when choosing the filter. The determination itself is relatively easy to standardize. However, the choice of the filter is a matter to be decided between the orderer of the study and the laboratory performing the determination. It is practical to divide the determination to two standards - one for natural waters and the other for effluents. New glass fiber filters and polycarbonate membranes are continuously marketed so it is not possible to recommend the use of filters from one producer. The drafts for the standards of suspended solids are presented as appendixes.

Key words

suspended solids, filtration, filters

Other informationSeries (key title and no.)

Publications of the Water and the Environment
Administration
-series A 81

ISBN

951-47-4727-5

ISSN

0786-9592

Pages

35

Language

Finnish

PriceConfidentiality

Public

Distributed by

Government Printing Centre
P.O.Box 516 SF-00101 HELSINKI

Publisher

The National Board of Waters and the Environment
P.O.Box 250 SF-00101 HELSINKI

S I S Ä L L Y S		Sivu
1	JOHDANTO	7
2	KIINTOAINEMÄÄRITYKSEN TAUSTAA	8
3	KIINTOAINEEEN STANDARDIMENETELMISTÄ	10
3.1	Suomi	10
3.2	Muut Pohjoismaat	10
3.3	Tietoja muista maista	10
4	SUODATTIMISTA	12
5	SUODATTIMIEN TESTAUSTULOKSIA	13
5.1	Jätevedet	13
5.2	Luonnonvedet	19
5.3	Suodattimien arviointikokeita	21
6	TESTAUSTULOSTEN TARKASTELUA	23
6.1	Jätevedet	23
6.2	Luonnonvedet	24
7	KIINTOAINEMÄÄRITYKSEN STANDARDISOINTI	25
8	YHTEENVETO	25
	SAMMANDRAG	26
	KIRJALLISUUS	26
	LIITTEET	28
1	Luonnonveden kiintoaineen määrittäminen	28
2	Jäteveden kiintoaineen ja kiintoaineen hehkutusjäännöksen määrittäminen	31

1 J O H D A N T O

Kysymys kiintoaineen määrittämisestä vesissä näyttää aina olevan ajankohtainen asia ja muutaman vuoden välein sekä vesistövesien että jätevesien kiintoainemenetelmistä ja niiden sopivuudesta käydään keskustelua. Perusongelmana on, ettei ole olemassa kansainvälisesti yleisesti hyväksyttyä määritelmää sille, mitä veden kiintoaineella tarkoitetaan. Yleinen määritelmä on, että kiintoainetta on se, mikä näytettä suodatettaessa jää suodattimelle. Suodattimen valinnassa vallitsee melkoinen kirjavuus, vaikka vähitellen näyttää yleistyvän käsitys, että kiintoaineen ja liukoisen aineen raja ainakin luonnonvesissä on 0,45 µm. Näin pienihuokoisen suodattimen käyttö saattaa kuitenkin käytännössä osoittautua ongelmalliseksi erityisesti jätevesille.

Sekavasta tilanteesta johtuen ei vuodelta 1976 peräisin olevaa suomalaista standardia kiintoaineelle (SFS 3037) ole saatu uusituksi. Menetelmäohje on tarkoitettu sekä vesistö- että jätevesille. Lausunnonantajilla on kovin erilaisia käsityksiä siitä, millaisen standardimenetelmän kiintoaineelle tulisi olla. Tulosten huono vertailukelpoisuus erilaisten suodattimien käytön seurauksena on ehkä myös vaikuttanut siihen, että kiintoaineen gravimetrinen määrittäminen on jossain määrin menettänyt merkitystään veden laadun kuvaajana. Näytteen jakamisessa liukoiseen fraktioon ja kiintoainefraktioon määrittäyksellä on kuitenkin edelleen merkitystä samoin kuin tiettyjen vesien seurannassa.

Vesi- ja ympäristöhallituksen tutkimuslaboratorio on pyrkinyt seuraamaan kiintoainemäärittämyksen kehittymistä. Tähän on erityistä tarvetta nyt, kun komitea CEN TC 230 "Water Analysis" on v. 1990 perustanut työryhmän, joka valmisteleekin kiintoainemäärittämykselle eurooppalaista standardia (CEN = Comité Européen de Normalisation). Oheisen selvityksen tavoitteena on ollut koota tietoa, jota voitaisiin käyttää hyväksi CEN TC 230-komitean kiintoainetyöryhmässä ja suomalaisen kiintoainestandardin SFS 3037 tarkistuksessa.

Laboratoriotesteistä ja vertailuista on vastannut Maija Eurén ja raportin kokoamisesta Kirsti Haapala. Asiantuntija-apua olemme saaneet seuraavilta henkilöiltä: Juhani Itkonen ja Kalle Noukka teollisuustoimisto, Petri Ekholm ja Heikki Pitkänen vesi- ja ympäristöntutkimustoimisto, Ritva Niemi tutkimuslaboratorio, Oili Toroi Kymen vesi- ja ympäristöpiiri, Marjatta Hämäläinen Vaasan vesi- ja ympäristöpiiri ja Brita Starck Oy Keskuslaboratorio. Brita Starck on ystävällisesti kuvauttanut tutkimuksissa käytetyt suodattimet. Kaikille asiantuntijoille haluamme lausua parhaat kiitoksemme.

Helsingissä toukokuun 9 p:nä 1991

Kirsti Haapala

Maija Eurén

2 K I I N T O A I N E M Ä Ä R I T Y K S E N T A U S T A A

Kiintoaineesta ja sen mittaamisesta on lukuisia raportteja. Starckin et al. (1970) raportissa on luettavissa: "Suoritetun tutkimuksen tuloksena on kuitenkin todettava suodattimien GF/A ja 10 μm soveltuvan kokeiluista suodattimista parhaiten massa- ja paperiteollisuuden jätevesien kiintoaineksen määrittämiseen. Nämä kaksi suodatinta ovat sitä paitsi käytännöllisesti katsoen samanveroisia, niin että on määrittämisen kannalta yhdentekevää, kumpaa käytetään. Vaikka nekin ovat vielä kaukana ihanteellisuudesta, on niitä kuitenkin suositeltava käytettäväksi, kunnes jokin muu parempi menetelmä kiintoaineksen määrittämiseen löydetään."

Tämä suositus lienee vaikuttanut siihen, että metsäteollisuuden jätevesitutkimuksissa on kiintoainemäärittämisessä vakiintunut käytännöksi "huokoskoko 10 μm " ja rinnakkain on käytetty membraanisuodattimia (10 - 12 μm) ja lasikuitusuodatinta GF/A. Sekä massan että paperin valmistusprosessit että jäteveden käsittelymenetelmät ovat kuitenkin muuttuneet ja on osoittautunut, että näillä suodattimilla ei välttämättä saada vertailukelpoisia tuloksia. Lisäksi on usein virheellisesti ajateltu, että lasikuitusuodattimen Whatman GF/A huokoskoko olisi 10 μm .

Hirvikallion et al. (1979) tutkimusten mukaan sekä lasikuitusuodattimet Whatman GF/A ja GF/C että huokoskoko 12 (10) μm olevat kalvosuodattimet antoivat lähes samanlaisia tuloksia tutkituille jätevesille. Viirakankailla saatiin edellisten kanssa vertailukelpoisia tuloksia vain yhdelle puunjalostusteollisuuden jätevedelle (sulfiittimassa, joka nykyisin on vanhentunut prosessi). Em. tutkimuksesta voidaan tehdä se johtopäätös, että kun kiintoaine jätevesissä muodostuu riittävän isoista hiukkasista, jotka eivät tuki suodattimen huokosia, on lähes samantekevää, millaista suodatinta määrittämisessä käytetään eli johtopäätös oli hyvin samansuuntainen kuin Starckin et al. (1970) raportissa.

Luonnonvesille Hirvikallio et al. (1979) suosittelivat lasikuitusuodattimen (GF/C) tilalle polykarbonaattikalvoja, joiden huokoskoko on 0,4 μm . Nämä olivat tutkimuksen teon aikoihin tulleet markkinoille ja niistä oli saatu myönteisiä kokemuksia.

Starckin raportissa vuodelta 1982 todetaan seuraavaa: "Kiintoainemäärittäminen on riippuvainen käytetyn suodattimen rakenteesta. Käsittelyssä syntynyt hyvin hienojakoinen kiintoaine adheroituu suodattimen kanavien seiniin, ja mitä pitempi kanavien yhteispituus on, sitä suurempi on tulos. Samaa huokoskoko olevat, mutta rakenteeltaan erilaiset suodattimet voivat antaa aivan erilaisia tuloksia. Ohuella kapillaarirakenteisella polykarbonaattikalvolla saatu tulos on kymmenesosa lasikuitusuodattimella saadusta tuloksesta." Tuloksiin siis vaikuttavat tutkittavan näytteen koostumus, käytetyn suodattimen huokoskoko ja

suodattimen rakenne.

Erityisesti vesistötutkimuksissa tällaiset erot eri suodattimien välillä olivat jo monissa tutkimuksissa tulleet esille. Vesistönäytteissä kiintoainehiukkasten koko voi vaihdella paljon ja suodatustapahtumassa suodatin tukkeutuu usein helposti, vaikka silmällä on vaikeaa erottaa näytteestä hiukkasia.

Nordmiljö-tutkimuksissa 1980-luvulla (Bethge, P.O. 1986) tultiin siihen tulokseen, että metsäteollisuuden jätevesinäyte voitaisiin jakaa analysoinnissa kahtia karkealla suodattimella (viirakangas 70 µm) ja sen jälkeen tehdä tarvittavat määritykset kummastakin fraktiosta erikseen. Monissa laitemenetelmissä kiintoaine aiheuttaa häiriötä, joten edellä esitetty suositus oli pitkälti käytännön sanelema ratkaisu esimerkiksi TOD- ja TOC-määrityksiä varten. Yleistä hyväksymistä ehdotus ei kuitenkaan ole saavuttanut.

Hemmingin ja Lehtisen raportissa (1987) todetaan: "Kiintoaineita ei ole riittävän selvästi määritelty, ja näin joudutaan käyttämään suhteellisia määritysmenetelmiä, joissa etsityn suureen määrää analysointitapa. Ajateltavissa olevat määritysperiaatteet perustuvat suodatukseen, laskeutus/sentrifugointiin ja optisiin menetelmiin. Metsäteollisuuden vesissä on kiintoaineen mittaaminen useimmiten perustunut suodatukseen, jossa kuitenkin on käytetty erilaisia suodatinmateriaaleja."

Kiintoainemääritys kuuluu siis niihin vesianalytiikan menetelmiin, joissa vertailukelpoisten tulosten saaminen edellyttää määrityksen yksityiskohdista sopimisen (vrt. Methods for the Examination of Waters and Associated Materials, London. Her Majesty's Stationery Office, 1980). Vaikeutena on standardisoinnin kannalta se, että erilaisille näytevesille tulisi käyttää erilaisia suodattimia. Suodattimen valintaan vaikuttavat sekä näytteen laatu että tutkimuksen tarkoitus. Menetelmän standardisointi onkin käytännössä kohdannut suuria vaikeuksia, sillä sopivan suodattimen määrittely vaatii monessa tapauksessa tutkimusta ja sen jälkeen sopimusta itse tarkkailussa käytettävästä suodattimesta. Määrityksen suoritus sen sijaan on helposti standardisoitavissa.

Kun ohuet polykarbonaattikalvot (10 µm) tulivat markkinoille, todettiin, että niillä joissakin tapauksissa saatiin kiintoaineeksi vain murto-osa esimerkiksi lasikuitusuodattimella todetusta kiintoaineesta. Houkutus tällaisen suodattimen käyttöön on suuri, jos kiintoainepäästöt annettuihin ohjearvoihin verrattuina ovat suuria. Standardisointia on myös vaikeuttanut se, ettei ole tuntunut oikealta sitoa määritys vain yhden suodatinvalmistajan valmistamien suodattimien käyttöön. Tämä oli eräs vaihtoehto, kun pohdittiin, miten tulosten vertailukelpoisuus parhaiten voitaisiin taata. Markkinoille on jatkuvasti tullut ja tulee lisää esimerkiksi lasikuitusuodattimia ja polykarbonaattikalvosta tehtyjä suodattimia.

3 KIIINTOAINEEN STANDARDIMENETELMISTÄ

3.1 SUOMI

Suomalainen standardi (SFS 3037/1976) yritettiin 1980-luvulla uusia siten, että olisi standardisoitu vain itse määrittelyn suoritus, mutta jätetty avoimeksi suodattimen valinta. Ajateltiin, että viranomaiset voivat kiintoainepäästöjä koskevissa määräyksissään nimetä ko. tapaukseen sopivan suodattimen. Tätä perusteltiin myös sillä, että tutkimuksen tarkoitus määrää, mikä suodatin kulloinkin on paras mahdollinen. Vesiviranomaiset eivät lausuntokierroksella hyväksyneet ehdotusta. Myöskään standardisointityöryhmän seuraavaksi tarjoamaa vaihtoehtoa, jossa jätevesien suodattimeksi esitettiin yksinomaan lasikuitusuodatinta Whatman GF/A, ei hyväksytty. Jälkimmäisen ehdotuksen kaatoivat metsäteollisuuden laboratoriot, jotka olivat todenneet, että biologisten lammikoiden jätevesille lasikuitu- ja kalvosuodattimet eivät suinkaan antaneet vertailukelpoisia tuloksia. Polyykarbonaattikalvolla (10 µm) saatiin pienimmät tulokset.

Yrityksiä standardin uusimiseksi ei ole sen jälkeen tehty, vaan on jääty odottamaan kansainvälisellä tasolla mahdollisesti annettavia suosituksia. Euroopalaisten standardisointiorganisaation CEN:n tekninen komitea 230 "Vesianalyysi", onkin ottanut työohjelmansa mm. kiintoainemäärittelyn. Kansallisen standardin valmistelussa on tällöin sääntöjen mukaan taukotilanne (standstill) eli saman alan kansallista standardia ei voida tällöin hyväksyä suomalaisiksi standardeiksi. Tavoitteena on saada kiintoaineelle EN-standardi vuoden 1992 loppuun mennessä.

3.2 MUUT POHJOISMAAT

Ruotsi, Norja ja Tanska uusivat kiintoainestandardinsa 1980-luvun alkupuolella, ja ne ovat näissä maissa yhtäpitävät (SS 02 81 12/1983, NS 4733/1983 ja DS 207/1985). Periaatteena jätevesille tarkoitettu standardissa on suodatus lasikuitusuodattimen Whatman GF/A läpi, kuivaus 105 °C lämpötilassa ja jäännöksen hehkutus 550 °C lämpötilassa. Ruotsilla ja Norjalla on lisäksi standardit jäteveden karkeille hiukkasille ja kuiduille (SS 02 81 38/1983 ja NS 4760). Tällöin suodatus tapahtuu viirakankaan (70 µm) läpi.

3.3 TIETOJA MUISTA MAISTA

Standard Methods (1985) suosittelee käyttöön lasikuitusuodatinta (Whatman grade 934AH; Gelman type A/E, Millipore type AP40 tai vastaava) tai jo perinteistä ja kauan käytössä ollutta Gooch'in upokasta. Kuivaus tapahtuu 103 - 105 °C lämpötilassa ja hehkutus 550+50 °C lämpötilassa. Epähomogeenisille jätevesille, kuten käsittelemättömille jätevesille, suositellaan

käytettäväksi läpimitaltaan suuria suodattimia, jotta pystytään suodattamaan edustava näytemäärä.

Saksan Liittotasavallan DIN-standardi (DIN 38 409 Teil 2, 1980) sallii jopa paperisuodattimen käytön. Standardissa suositellaan lasikuitusuodatinta, kun kiintoainepitoisuus on alle 20 mg/l. Hehkutusjäännöksen lämpötilaksi ehdotetaan 500 °C, koska suodatinmateriaalin ei katsota kestävän korkeampaa lämpötilaa.

Englannissa ei ole BS-standardia kiintoaineelle, mutta HMSO-sarjassa (Methods for the Examination of Waters and Associated Materials, London. Her Majesty's Stationery Office, 1980) on kokoelma kiintoainemenetelmiä. Julkaisussa todetaan: "Kaikki kirjan ohjeet ovat empiirisiä. Koska näitä määrityksiä joskus käytetään jätevesipäästöjen kuormitusarvioinneissa, on korostettava, että kiintoainemäärittämiseksi tulisi osapuolten päästömääristä neuvoteltaessa yksityiskohtaisesti sopia määrityksessä käytettävästä menetelmästä."

Englantilainen ohjekirjanen sisältää kolme kiintoainemenetelmää. Koska menetelmät riippuvat suuresta määrin käytetyistä suodattimista, mainitaan menetelmissä ne suodattimet, joita menetelmäkehittelyssä on käytetty. Se ei kuitenkaan merkitse, että nämä suodatinmateriaalit olisivat parempia kuin muut vastaavat. Vastaavat suodatinmateriaalit ovat hyväksyttäviä, mutta on muistettava, että menetelmän ominaispiirteet voivat muuttua ja että eri osapuolten välinen sopimus suodattimista on tärkeä haluttaessa yhteensopivia tuloksia.

Kiintoaineen määrä ja laatu, tutkimuksen tarkoitus ja määrityksen suhteellinen helppous ohjaavat menetelmän valintaa. Kolme kuvattua menetelmää ovat seuraavat:

suodatus lasikuitusuodattimella (GF/C),
määritysraja 2 mg/l,

suodatus selluloosaesterimembraanilla (0,45 µm). Menetelmä sopii luonnonvesille ja liikaantuneille vesille, joiden kiintoainepitoisuus on alle 10 mg/l,

sentrifugointi (1400-3000 x g), määritysraja riippuu näytteestä ja laitteistosta.

Edellä kuvatuilla menetelmillä saadut tulokset eivät ole keskenään vertailukelpoisia. Lasikuitusuodattimen käyttö on laajimmalle levinnyt menetelmä. Kun kiintoaineen määrä on pieni, on syytä harkita membraanisuo-dattimen käyttöä. Sentrifugointia käytetään, kun suodatusmenetelmiä ei voida käyttää, mutta sitä ei voi käyttää näytteille, joissa on pinnalla kelluvaa kiintoainetta. Sentrifugointi on huomattavasti nopeampaa kuin suodatus erityisesti, jos tutkittavana on suuria näytesarjoja. Sentrifugointi antaa yleensä hiukan pienempiä tuloksia kuin suodatusmenetelmät,

koska tällöin ei tule mukaan kolloidista materiaalia, mitä taas tapahtuu em. suodattimia käytettäessä.

Tutkimukset, joihin edellä esitetyt englantilaiset menetelmät perustuvat, on tehty jo 1970-luvulla. Tutkimuksissa ei ole ollut mukana polykarbonaattikalvoja, joita kemiallisesti pidetään kaikkein puhtaimpina.

4 S U O D A T T I M I S T A

Suodattimen vaikutuksen tulokseen ymmärtää hyvin, jos tarkastelee eri suodatintyyppien rakennetta (kuva 1, KCL, 1991). Kiintoainemäärityksessä yleisimmin käytetyt suodattimet voidaan Starckin (1982) mukaan jakaa kolmeen päätyyppiin seuraavasti:

kuitusuodattimet, yleensä sellu- tai lasikuidusta

membraanit, selluloosanitraatista, -asetaatista tai niiden seoksia ja

kapillaarisuodattimet, jotka voivat olla polykarbonaattimembraaneja tai tekokuituviirroja.

Kahdessa ensimmäisessä ryhmässä ei voida puhua suodattimen huokoskoosta (vrt. kuva 1), vaan suodattimia vertaillaan läpäisykyvyn avulla. Joskus puhutaan "nimellisestä huokoskoosta". Suodattimien valmistajat ilmoittavat yleensä, minkä kokoiset hiukkaset jäävät suodattimelle, mutta eivät ota kantaa siihen, jäävätkö ilmoitettua pienemmät hiukkaset suodattimeen. Näin tapahtuu erityisesti kuitumaisia suodattimia, lasikuitua ja selluloosamembraania käytettäessä. Selluloosamembraanit ovat vähitellen karsiutuneet pois kiintoainemäärityksen suodattimina useastakin syystä kuten esimerkiksi kemiallisen epäpuhtauden ja huonon vakio-painoisuuden takia. Kuitumaiset suodattimet ovat paksumpia kuin polykarbonaattista (esim. Nuclepore) tai viirakankaasta tehdyt suodattimet. Viimeksimainitut muistuttavat enemmän seulaa.

On esitetty, että polykarbonaattisuodattimen suodatusominaisuudet säilyvät muuttumattomina siihen asti, kunnes suodatin tukkeutuu (Laxen & Chandler 1982). "Nuclepore-ekvivalentteina" ilmoitettuna lasikuitusuodattimen Whatman GF/A huokoskoko on 0,7 - 1,0 μm . Polykarbonaattisuodattimet ovat hyvin ohuita ja usein sähköisiä, mikä vaikeuttaa niiden käsittelyä. Ne saattavat vaatia oman suodatinlaitteistonsa ohuutensa takia. Ne ovat kalliita, mikä erityisesti tulee esille, kun joudutaan suodattamaan suurempia näytemääriä liukoisten aineiden määrityksiä varten. Tällöin suodattimia tarvitaan usein paljon. Suodatusominaisuuksiensa ja kemiallisen puhtautensa takia polykarbonaattikalvoja pidetään parhaimpina, kun näyte jaetaan kiintoainefraktioon ja liukoiseen fraktioon. Paitsi Nuclepore-merkkisiä polykarbonaattisuodattimia on ainakin Millipore tuonut markkinoille Isopore-

nimisiä polykarbonaatista valmistettuja suodattimia.

Verkkomaisen viirakangassuodattimen (esim. PE 10 HD) käyttö rutiinimäärityksissä on hankalaa, koska suodattimia ei toistaiseksi ole kaupan valmiiksi leikattuna. Tämä ongelma tietysti on helposti poistettavissa, mikäli suodattimien käyttö yleistyisi kiintoainemäärityksessä. Nylonista valmistettua viirakangassuodatinta (NY 10 HC) on erityisen hankalaa käsitellä. Viirakangas on myös seula, mutta se poikkeaa kuitenkin melkoisesti polykarbonaattisuodattimesta (vrt.kuva 1).

Lasikuitusuodattimista on vanhin Whatman (GF/A; GF/C JA GF/F). 1980-luvulla markkinoille on tullut useita uusia lasikuitusuodattimia kuten Millipore AP 200, Gelman type A/E, Toyo GA 100 ja Schleicher & Schüll (GF/50 ja GF/52). Lasikuitusuodattimien (Whatman GF/A) eräänä ongelmana on ollut eri suodatinvalmistuserien epätasainen laatu. Myös tällä voi olla vaikutusta tulosten vertailukelpoisuuteen.

5 S U O D A T T I M I E N T E S T A U S T U L O K S I A

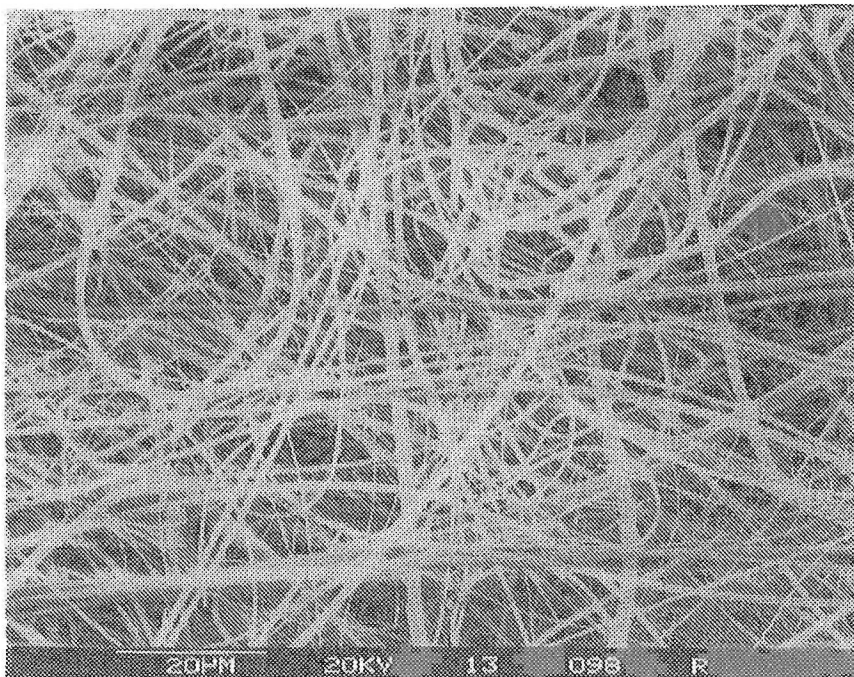
5.1 JÄTEVEDET

Useimmiten käytetty suodatintyyppi jäteveden kiintoaineen mittauksessa on perinteisesti ollut Whatman GF/A, koska tämä suodatin on ollut markkinoilla jo ainakin 1960-luvulta lähtien, ja suodatin on esimerkiksi mainittu standardiohjeessa. Selluloosamembraanien käytön on tässä tutkimuksessa katsottu jo olevan takanapäin ja näitä membraaneja ei enää ole otettu vertailuihin mukaan. Muiden lasikuitusuodatinmerkkien käyttöä kiintoainemäärityksissä on vaikeuttanut se, ettei olla oltu täysin selvillä siitä, miten niillä saadut tulokset suhtautuvat esimerkiksi Whatman GF/A-suodattimen antamiin tuloksiin. Suodatintestauksissa on referenssisuodattimena käytetty Whatman GF/A lasikuitusuodatinta.

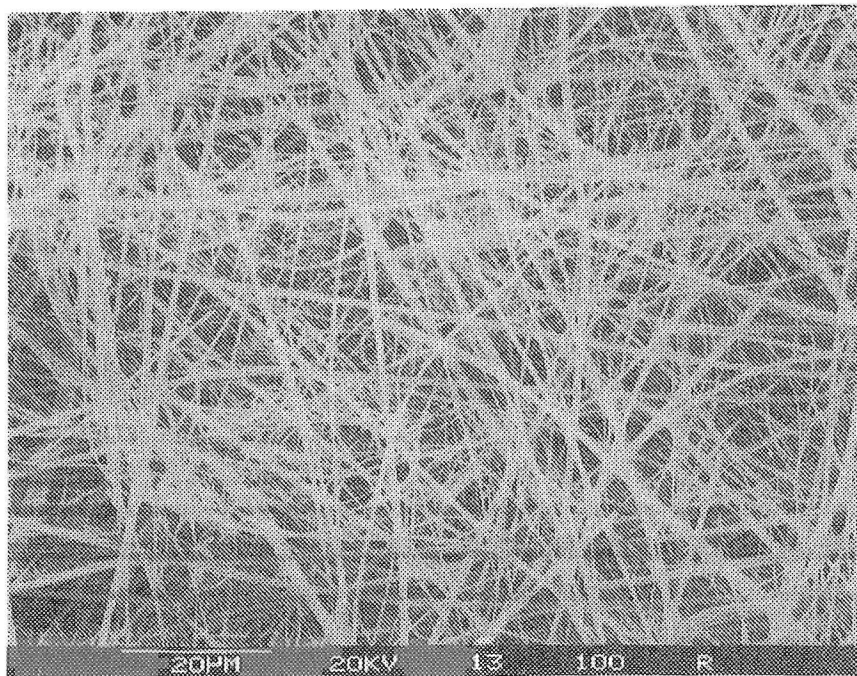
5.1.1 L a s i k u i t u s u o d a t t i m e n , p o l y k a r b o n a a t t i k a l v o n (1 0 μ m) j a v i i r a n (P E 1 0 μ m) v e r t a i l u a

Näytevesi oli biologisesti käsiteltyä metsäteollisuuden jätevettä.

Testauksessa verrattiin kiintoainetuloksia ja eri suodattimilla saatujen tulosten toistuvuutta keskihajonnalla mitattuna. Tulokset esitetään taulukossa 1.

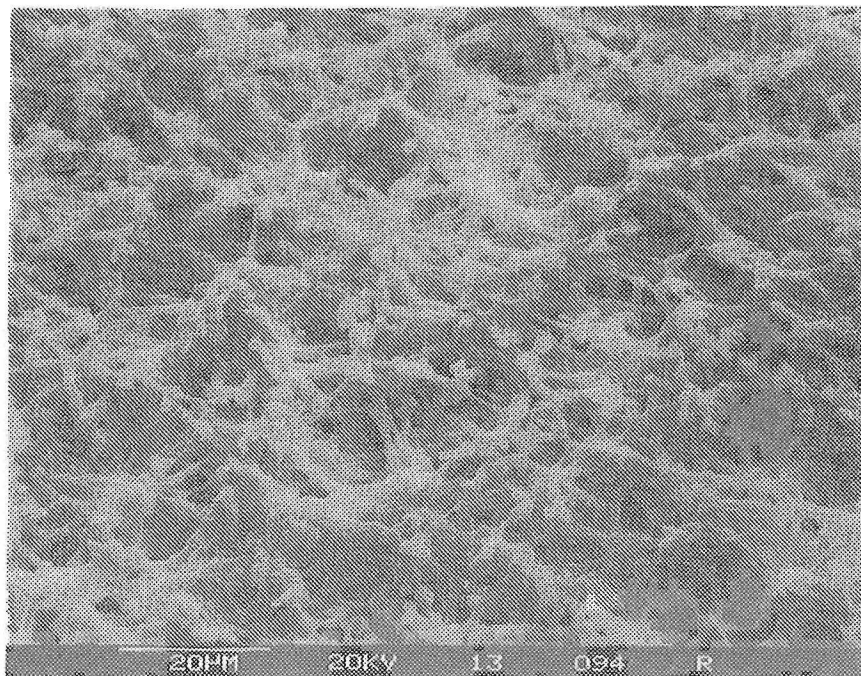


A. Whatman GF/A lasikuitusuodatin.
Suurennus 1000X.

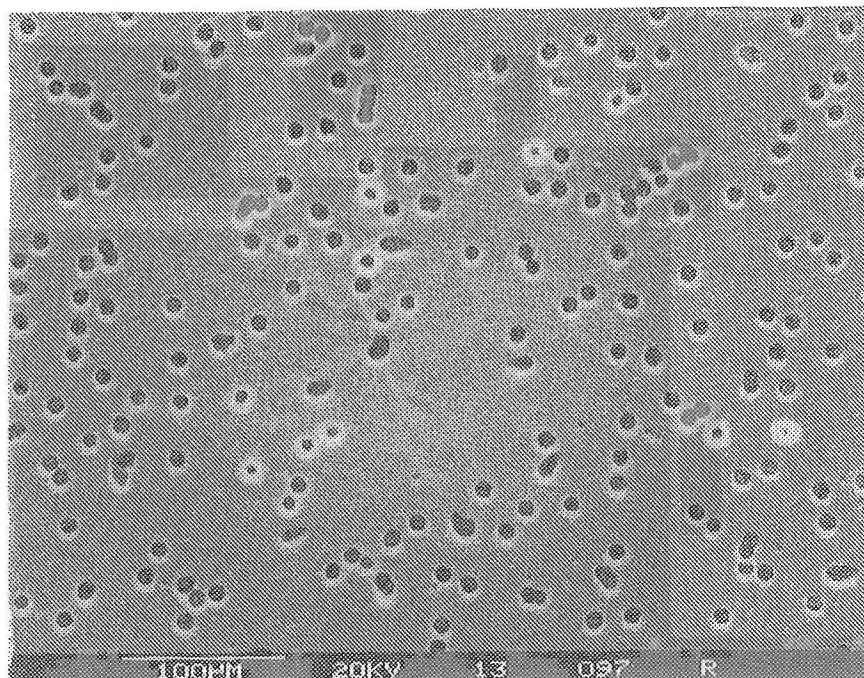


B. Whatman GF/F lasikuitusuodatin.
Suurennus 1000X.

Kuva 1. Kiintoainemäärityksissä käytettyjen suodattimien elektronimikroskooppikuvia (KCL 1991).

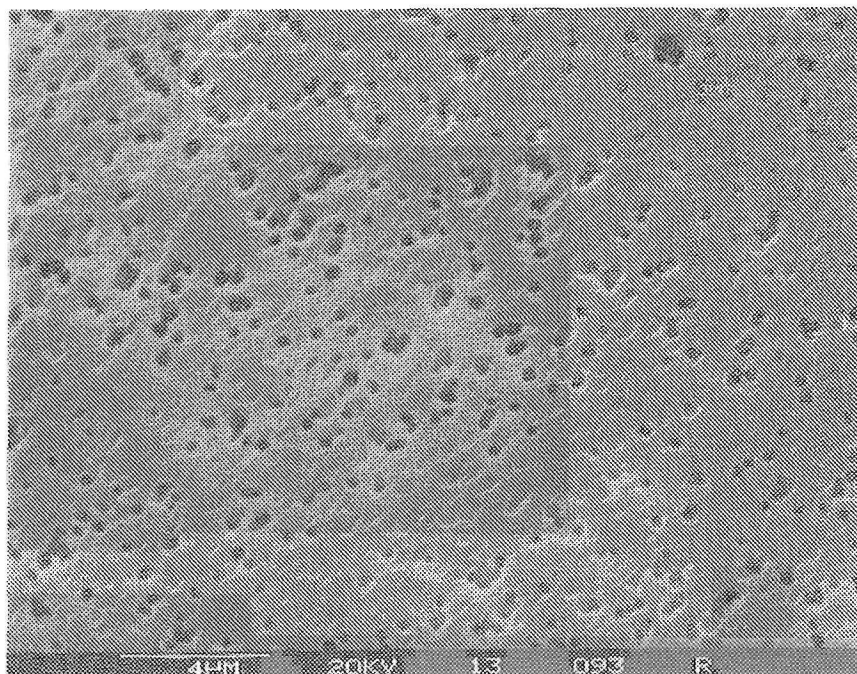


C. Schleicher&Schüll selluloosa-nitraattimembraani.
Suurennus 1000X.

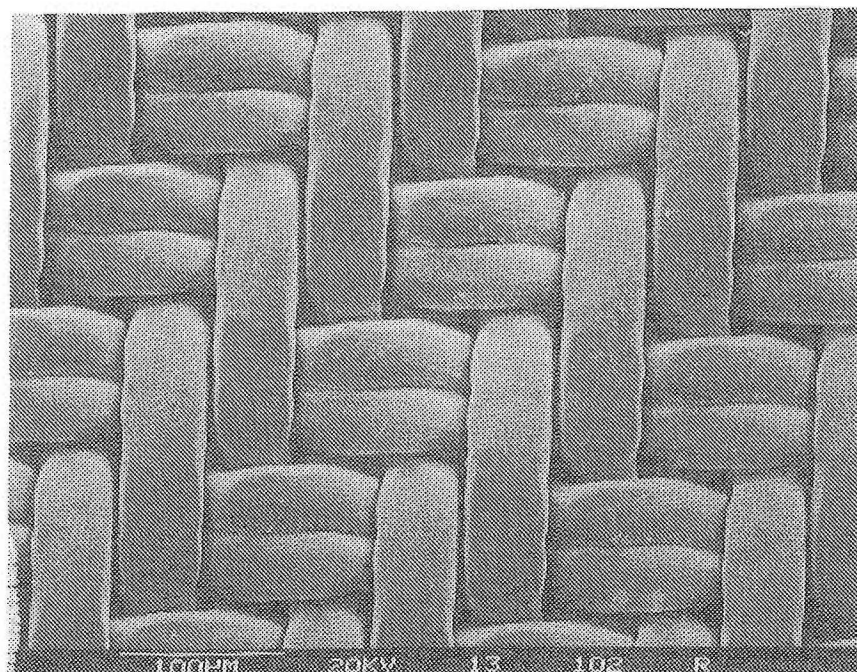


D. Nuclepore 10 polykarbanaattisuodatin.
Suurennus 200X.

Kuva 1. Kiintoainemäärityksissä käytettyjen suodattimien elektronimikroskooppikuvia (KCL 1991).



E. Isopore 0,4 µm polykarbonaattisuodatin.
Suurennus 5000X.



F. Viirakangas PE 10 µm.
Suurennus 200X.

Kuva 1. Kiintoainemäärityksissä käytettyjen suodattimien elektronimikroskooppikuvia (KCL 1991)

Taulukko 1. Metsäteollisuuden biologisesti käsitellyn jäteveden kiintoainetulokset (mg/l) kolmella eri suodatintyypillä.

	Whatman GF/A	Nuclepore 10 µm	Viira 10 µm
\bar{x} mg/l	116	5,5	1,2
s mg/l	4,1	0,6	0,5
CV %	3,5	10,5	39,8
n	12	12	12
näytemäärä, ml	25	100	200
R mg/l	106-121	4,4-6,6	0,4-2,3

\bar{x} keskiarvo
s keskihajonta
CV suhteellinen keskihajonta
n määritysten luku
R tulosten vaihteluväli

5.1.2 Näytemäärän vaikutus kiintoainetulokseen eri valmistajien lasikuitusuodattimilla tarkasteltuna

Näytevesi oli biologisesti puhdistettua metsäteollisuuden jätevettä.

Tulokset (taulukko 2) ovat yleensä kolmen rinnakkaisnäytteen keskiarvoja.

Taulukko 2. Näytemäärän vaikutus eri valmistajien lasikuitusuodattimilla saatuihin kiintoainetuloksiin (mg/l). Whatman-suodattimia oli kolmesta eri erästä.

näytemäärä ml	Whatman GF/A			Toyo GA 100	Millipore AP 200	S&S No.8
	8534	88020	7547			
10	105	89	88	101	99	54
20	150	98	116	94	111	73
25	240	110	115	93	112	78
35	x)	126	129	103	119	72
50		x)	x)			

x) suodatin on tukkeutunut

5.1.3 Schleicher & Schüllin lasikuitusuodattimen (GF/50) ja Whatmanin lasikuitusuodattimen (GF/A) kiintoainetulosten välinen vertailukelpoisuus kolmelle erilaiselle jätevedelle

Näytevedet olivat seuraavat:

1. kunnallisen jätevesipuhdistamon esiselkeytetty jätevesi
2. metsäteollisuuden jätevesi A
3. metsäteollisuuden jätevesi B

Kiintoainetulokset esitetään taulukossa 3.

Taulukko 3. Kahden eri valmistajan lasikuitusuodattimien antamat kiintoainetulokset (mg/l) kolmelle erilaiselle jätevedelle.

näyte	ml	Whatman GF/A				Schleicher & Schüll GF/50			
		n	\bar{x} mg/l	s mg/l	CV %	n	\bar{x} mg/l	s mg/l	CV %
1.	40	10	126	1,9	1,5	10	126	1,8	1,4
	50	2	127			2	127		
2.	15	2	296			2	306		
	25	2	284			2	290		
	35	2	304			2	301		
3.	15	2	193			2	198		
	25	2	183			2	204		
	30	2	191			2	199		

5.1.4 Kemiallisen hapen kulutuksen, kokonaisfosforin, kalsiumin ja AOX-tulokset kiintoainefraktiossa ja liukoisessa fraktiossa, kun suodatus on tehty kolmella erilaisella suodatintyyppillä

Näytevesi oli metsäteollisuuden biologisesti puhdistettu jätevesi. Vertailun kohteena olivat seuraavat suodattimet: lasikuitu Whatman GF/A, polykarbonaattikalvo Nuclepore 10 μ m ja viira 10 μ m (PE 10 HD). Näytemäärät kiintoainemäärityksessä olivat suodattimien mukaisessa järjestyksessä 30 ml, 250 ml ja 250 ml. Huolimatta suhteellisen suuresta näytemäärästä ei viiralla saatu yhdeksässä tapauksessa kolmestatoista punnittavaa tulosta. Suodatin painoi pikemminkin vähemmän suodatuksen jälkeen. Tulokset esitetään taulukossa 4.

Taulukko 4. Eri aineiden jakautuminen kiintoainefraktioon ja liukoiseen fraktioon käytettäessä kolmea erilaista suodatinta. Näytevesi oli metsäteollisuuden biologisesti puhdistettu jätevesi.

määrittäminen	suodattamaton näyte	Whatman GF/A	Nuclepore 10 µm	Viira 10 µm
kiintoaine mg/l		154	1,4	-
n		10	10	13
s mg/l		4,1	0,08	-
CV %		2,7	5,5	-
COD _{c_r} mg/l	1190	970	1150	1160
n	10	10	10	10
s mg/l	28	20	16	13
CV %	2,4	2,1	1,4	1,2
P _{t_ot} mg/l	2,26	1,50	2,11	2,27
n	10	10	10	10
s mg/l	0,03	0,05	0,05	0,04
CV %	1,2	3,4	2,3	2,0
Ca mg/l	120	120	120	119
n	10	10	10	10
s mg/l	2,2	0,9	1,6	1,3
CV %	1,8	0,8	1,3	1,1
AOX mg/l	67,0	60,7	64,9	65,0
n	1	10	10	10
s		0,87	1,1	1,0
CV %		1,4	1,7	1,6

COD_{c_r} kemiallinen hapen kulutus
P_{t_ot} kokonaisfosfori
Ca kalsium
AOX adsorboituvat orgaaniset halogeeniyhdisteet

5.2 LUONNONVEDET

Tässä tutkimuksessa on varsin vähän selvitetty luonnonvesille sopivia suodattimia, koska vesianalytiikassa on jo melko yleisesti hyväksytty kiinteän ja liukoisen aineen rajaksi huokoskoko 0,4 - 0,45 µm. Toinen tärkeä vaatimus suodattimille on niiden kemiallinen puhtaus, sillä suhteellisen harvoin luonnonveistä tehdään pelkkää kiintoainemäärittäystä. Tavallisesti kiintoainemäärittämiseen liittyy erilaisten liukoisten aineiden pitoisuuksien mittausta. Standardissa SFS 3037 (1976) luonnonvesille on suositeltu kiintoainemäärittäykseen lasikuitusuodatinta Whatman GF/C. Laxenin ja Chandlerin (1982) tutkimuksista tiedämme kuitenkin, että lähinnä lasikuitusuodatin Whatman GF/F antaa tuloksia, jotka ovat jokseenkin vertailukelpoisia Nuclepore 0,4 µm polykarbonaattisuodattimen tulosten kanssa.

Kokeiluissa käytettiin siis refenssisuodattimena lasikuitusuodatinta Whatman GF/F paitsi arvioitaessa Schleicher & Schüllin lasikuitusuodatinta GF/52. Viimeksimainitun suodattimen maahantuoja oli ilmoittanut sen vastaavan standardissa mainittua Whatman GF/C suodatinta.

Lasikuitusuodattimella Whatman GF/F pystytään suodattamaan suuria näytemääriä. Kiintoainetulosten toistuvuus on hyvä (suhteellinen keskihajonta 5 - 10 %). Sitä on myös helppo käsitellä, sillä suodatin on tukeva eikä se ole sähköinen. Samat ominaisuudet on suodattimella Whatman GF/C, mutta sen näennäinen huokoskoko on Laxenin ja Chandlerin (1982) mukaan 0,6 - 0,8 μm .

5.2.1 Tulosten vertailukelpoisuus käytettäessä eri valmistajien suodattimia

Vertailtavana olivat lasikuitusuodattimet Whatman GF/C ja Schleicher & Schüll GF/52. Tulokset esitetään taulukossa 5.

Taulukko 5. Kahden eri valmistajan lasikuitusuodattimien vertailu luonnonvesien kiintoainemäärityksessä.

näyte	suodattettu ml	n	Whatman GF/C			S&S GF/52		
			\bar{x} mg/l	s mg/l	CV %	\bar{x} mg/l	s mg/l	CV %
Tuusulanjärvi	150	11	16,2	0,47	2,9	16,8	0,28	1,7
	250	2	16,5			17,1		
Lohjanjärvi	200	3	1,48	0,10		1,75	0,10	
	500	3	1,91	0,19		2,03	0,06	
Rannikkovesi	150	2	13,7			14,2		
	200	2	13,5			13,6		
	250	2	13,2			13,5		

Toisessa vertailussa testattiin kahta polykarbonaattikalvoa (Nuclepore ja Isopore), joiden huokoskooksi on ilmoitettu 0,4 μm . Seurattiin suodatusaikoja ja kiintoainetuloksia näillä suodattimilla ja lasikuitusuodattimella Whatman GF/F. Tulokset on koottu taulukkoon 6.

Taulukko 6. Kiintoainetuloksia (mg/l) lasikuitusuodattimella Whatman GF/F ja kahdella eri valmistajan polykarbonaattikalvolla 0,4 μm näytemäärän (ml) kasvaessa. Näyte Vantaanjoesta.

Whatman GF/F			Nuclepore 0,4 μm			Isopore 0,4 μm		
ml	aika	mg/l	ml	aika	mg/l	ml	aika	mg/l
250	25 s	6,9	25	30 s	8,9	20	40 s	10,5
500	1 min	7,4	35	2 min	10,7	25	3 min	12,4
750	2 min	7,5	50	3 min	10,7	35	5 min	12,1
850	5 min	8,3	75	7 min	11,1	40	7 min	12,0
1000	24 min	8,4						

Toisessa testissä näyte oli rannikkovettä Munkkiniemen rannasta. Erona kahdessa koesarjassa on, että suodatin huuhdeltiin ensimmäisessä koesarjassa pienellä määrällä tislattua vettä (10 ml) ja toisessa sarjassa n. 150 millilitralla tislattua vettä suolojen poistamiseksi suodattimelta. Suodattimen tukkeutumisen takia huuhtominen suurella tislattun veden määrällä on vaikeaa. Tulokset esitetään taulukossa 7.

Taulukko 7. Suolapitoisen luonnonveden kiintoaineen määrittämisen lasikuitusuodattimella Whatman GF/F ja kahden eri valmistajan polykarbonaattikalvolla. Koesarjat on tehty eri päivinä, joten kiintoainemäärät eivät ole keskenään täysin vertailukelpoisia.

Whatman GF/F			Nuclepore 0,4 µm			Isopore 0,4 µm		
ml	aika	mg/l	ml	aika	mg/l	ml	aika	mg/l
Huuhtelu pienellä määrällä tislattua vettä:								
100	20 s	47,9	25	15 s	17,1	15	30 s	17,1
150	45 s	35,8	30	20 s	15,3	20	40 s	16,5
180	1 min	30,3	35	35 s	15,5	25	3 min	16,0
200	3 min	30,4	40	2 min	16,0	30	4 min	16,4
250	14 min	25,8	50	3 min	16,3			
			75	12 min	15,5			
Huuhtelu n. 150 millilitralla tislattua vettä:								
100	15s	13,3	25	20 s	10,4	20	45 s	9,7
150	35s	11,9	35	1 min	9,7	25	1 min	10,4
180	1 min	10,0	50	2 min	10,4	30	2 min	11,0
200	2 min	10,8				35	4 min	10,8

5.3 SUODATTIMIEN ARVIOINTIKOKEITA

5.3.1 Suodattimen vakiopaino

Gravimetrisessä määrittämisessä on tärkeää, ettei suodattimen massa muutu näytettä suodatettaessa ja kuivattaessa. Testeissä tarkastettiin viiran 10 µm (PE 10 HD) ja polykarbonaattisuodattimien Nuclepore 0,4 µm ja Isopore 0,4 µm massan pysyvyyttä suodatusta- pahtumassa. Viira kostutettiin n. 50 millilitralla tislattua vettä, kuivattiin (105 °C), ja punnittiin. Sen jälkeen suodatettiin eri määriä tislattua vettä, kuivattiin ja punnittiin suodattimet. Vastaavasti testattiin polykarbonaattisuodattimia. Tulokset esitetään taulukoissa 8 ja 9.

Taulukko 8. Suodatuksessa käytetyn viiran 10 µm massan tarkistaminen määrityksen alussa ja lopussa.

suodatin	Viira 10 µm PE 10 HD			
	alussa mg	suodattettu ml	lopussa mg	muutos mg
1	125,47	100	125,37	-0,10
2	126,90	200	126,83	-0,07
3	127,57	400	127,48	-0,09
4	128,10	500	128,05	-0,05
5	127,24	800	127,20	-0,04
6	130,20	1000	130,11	-0,09

Taulukko 9. Polykarbonaattikalvojen massan pysyminen kiintoainemäärityksessä.

Nuclepore, 0,4 µm

suodatin	suoraan mg	1 h 105° C mg	muutos mg	kastelu+ 1 h 105° C mg	muutos mg
1	15,69	15,69	0	15,67	-0,02
2	15,72	15,71	-0,01	15,65	-0,07
3	14,92	14,92	0	14,88	-0,04
4	15,23	15,20	-0,03	15,20	-0,03
5	15,92	15,89	-0,03	15,88	-0,04
6	15,73	15,72	-0,01	15,72	-0,01

suodatin	suoraan mg	100 ml H ₂ O 1 h 105° C mg	muutos mg	500 ml H ₂ O 1 h 105° C mg	muutos mg
1	15,69	15,67	-0,02	15,66	-0,03
2	15,72	15,65	-0,07	15,65 ^{x)}	-0,07
3	14,92	14,89	-0,03	14,92	0
4	15,23	15,18	-0,04	15,21	-0,02
5	15,92	15,91	-0,01	-	-
6	15,73	15,70	-0,03	-	-

x) suodatin jäänyt kiinni alustaan

Taulukko 9. Polykarbonaattikalvojen massan pysyminen kiintoainemäärityksessä.

Isopore, 0,4 µm suodatin	suoraan mg	1 h 105°C mg	muutos mg	kastelu+ 1 h 105°C mg	muutos mg
1	16,72	16,38	-0,34	16,41	-0,31
2	16,67	16,45	-0,22	16,49	-0,18
3	16,53	16,51	-0,02	16,47	-0,07
4	16,65	16,67	+0,02	16,65	0
5	16,74	16,69	-0,05	16,67	-0,07
6	16,38	16,38	0	16,38	0

suodatin	suoraan mg	100 ml H ₂ O 1 h 105°C mg	muutos mg	500 ml H ₂ O 1 h 105°C mg	muutos mg
1	16,72	16,40	-0,32	16,43	-0,29
2	16,67	16,52	-0,15	16,51	-0,16
3	16,53	16,45	-0,08	16,49	-0,04
4	16,65	16,67	+0,02	-	-
5	16,74	16,63	-0,11	-	-
6	16,38	16,38	0	-	-

6. TESTAUSTULOSTEN TARKASTELOA

6.1 JÄTEVEDET

Jätevesitutkimusten kiintoainemäärityksissä on Pohjoismaissa eniten käytetty lasikuitusuodatinta Whatman GF/A. Muilla lasikuitusuodattimilla kuten Millipore AP 200, Schleicher & Schüll GF/50 ja Toyo GA 100 suodattimilla voidaan saada ensin mainitun kanssa hyvin vertailukelpoisia tuloksia. Lasikuitusuodattimet saattavat alkaa kerätä suodattimelle kiintoainetta, mikäli huokoskanavat vähitellen tukkeutuvat näytteessä olevilla pienillä hiukkasilla (taulukko 2). Tätä tapahtui testissä erityisesti käytettäessä suodatinta Whatman GF/A. Tulosten vertailukelpoisuutta saattaa myös huonontaa suodatinvalmistuserien erilaisuus, mikä oli selvästi havaittavissa jo esimerkiksi Whatman-suodattimien visuaalisessa tarkastelussa. Siten lasikuitusuodatinta Whatman GF/A ei voida asettaa mitenkään erityisasemaan standardisointia silmälläpitäen. Kun uusi lasikuitusuodatintyyppi otetaan käyttöön, on syytä verrata sillä saatavia tuloksia aikaisemmin käytetyn suodattimen tuloksiin, jottei tulosten tasossa tapahdu yllättäviä muutoksia.

Rakenteeltaan täysin erilaisten suodattimien antamat tulokset voivat olla aivan eri suuruusluokkaa, kuten tulokset taulukossa 1 osoittavat. Yksi syy on se, että paksuissa suodattimissa tapahtuu myös suodatusta suodattimen sisällä kiintoaineen tarttuessa kanaviin. Polykarbonaattikalvot voivat olla kiintoainemäärityksessä käyttökelpoisia, kun sovitaan, että mitataan, miten paljon näytteessä on kiintoainetta, jonka hiuk-

kaskoko on esimerkiksi suurempi kuin 10 µm. Näiden suodattimien hyvänä ominaisuutena on, etteivät ne ohuutensa takia ala kerätä kiintoainetta, vaikka suodatusaika alkaisikin pidentyä. Polykarbonaattisuodattimien käsittely on hankalampaa kuin lasikuitusuodattimien. Käytännössä tämä ei kuitenkaan liene mikään suuri pulma. Määrityksen hintaa nostaa polykarbonaattikalvojen kalleus verrattuna esimerkiksi lasikuitusuodattimiin.

Viiran käyttö kiintoainemäärityksessä sen sijaan ei näytä järkevältä jo sen takia, että suodattimen massa saattaa muuttua suodatuksen ja kuivatuksen aikana (tässä testissä n. 0,07 mg/suodatin). Tulosten toistuvuus oli huono. On kyseenalaista käyttää viirakangasta edes esisuodattimena, koska sen kemiallisesta puhtaudesta ei ole takuita. Viiroja on useita tyyppisiä, mutta niitä ei ole erityisesti tarkoitettu kiintoaineen määrittämiseen.

Koska kiintoainemääritys usein liittyy kysymykseen, mitkä aineet ovat liukoisessa muodossa ja mitkä kiintoaineissa (taulukko 4), on tärkeää muistaa, että suodatin tällöin valitaan erityisen huolellisesti. Paitsi suodattimen suodatusominaisuudet on myös otettava huomioon suodattimen kemiallinen puhtaus, mikäli tarkoituksena on mitata pienissä pitoisuuksissa esiintyviä yhdisteitä.

6.2 LUONNONVEDET

Luonnonvesien kiintoainemäärityksissä on hyvin samantlaisia ongelmia kuin jätevesien kiintoainemäärityksissä. Lasikuitusuodattimella ja polykarbonaattikalvolla saaduissa tuloksissa voi suuruusluokassa olla eroja tai ne voivat olla varsin lähellä toisiaan riippuen näytteen koostumuksesta. Rakenteeltaan samankaltaiset eri valmistajien suodattimet näyttävät antavan suhteellisen vertailukelpoisia tuloksia (taulukot 5 ja 6) olivatpa suodattimet lasikuidusta tai polykarbonaattista. Siten ei yhden valmistajan suodatinta voida asettaa erityisasemaan. Tosin testattujen polykarbonaattikalvojen tulosten perusteella (taulukko 9) on odotettavissa, että Nuclepore-kalvoilla saaduissa kiintoainetuloksissa on pienempi hajonta suodattimien laadun tasaisuuden takia. Nuclepore-suodattimien massan muutos oli tässä tutkimuksessa keskimäärin 0,03 mg/suodatin ja Isopore-suodattimien 0,11 mg/suodatin.

Paksu lasikuitusuodatin kerää helposti suolapitoisista näytteissä suolaa (taulukko 7). Tämä merkitsee, että lasikuitusuodattimella voidaan saada liian suuria tuloksia esimerkiksi meri- ja murtovesiä tutkittaessa ellei huuhteluun kiinnitetä erityistä huomiota. Toisaalta huuhtelu voi käytännössä olla vaikeata suodattimen tukkeutumisen takia.

Koska luonnonvesissä on jo varsin yleisesti hyväksytty

kiinteän aineen ja liukoisen aineen rajaksi 0,4 - 0,45 µm, tämä tietysti ohjaa suodattimen valintaa. Toinen tärkeä tekijä on suodattimen kemiallinen puhtaus, mikäli suodatuksen jälkeen liukoisesta fraktios- ta halutaan tehdä määrityksiä. Polykarbonaattikalvojen hyvänä ominaisuutena on luonnonvesitutkimuksissakin se, ettei kiintoaineen määrä näytä nousevan, vaikka suodatusajat pitenevät (taulukot 6 ja 7). Lasikui- tusuodattimella saattaa helpommin olla kiintoainetta keräävä ominaisuus (taulukko 6). Lasikuitusuodattimen hyvänä puolena on, että kiintoainemäärityksessä voi- daan käyttää todella edustavaa näytemäärää. Polykar- bonaattikalvosta on vaikeaa saada läpi riittävästi näytettä ja on ilmeistä, että eri valmistajien kal- voilla on tässä suhteessa erilaiset ominaisuudet (taulukko 6).

7. K I I N T O A I N E M Ä Ä R I T Y K S E N S T A N D A R - D I S O I N T I

Näyttää tarkoituksenmukaiselta tehdä kaksi standardi- menetelmää, joista toinen on tarkoitettu jätevesille ja toinen luonnonvesille. Jätevesimenetelmään voidaan myös liittää kiintoaineen hehkutusjäännöksen määrittä- minen. Kokemus, kirjallisuus ja tutkimustulokset osoittavat, ettei käytettäviä suodattimia voida tiukasti määritellä eikä esimerkiksi sitoa yhden valmistajan tuottamiin suodattimiin. Sopivimman suo- dattimen valinta riippuu tutkimuksen tarkoituksesta ja näytteen laadusta. Ympäristöviranomaiset voivat määrätä tietyn suodattimen käyttöön esimerkiksi vel- voitetarkkailussa. Standardimenetelmäohjeessa suodat- timista voidaan antaa tietoja standardin "Opastavissa tiedoissa".

Kiintoainemäärityksessä suositeltavat suodattimet voidaan kuitenkin tässä vaiheessa rajoittaa kahteen suodatintyyppiin - nimittäin lasikuitusuodattimiin ja polykarbonaattikalvoihin. Joissakin tapauksissa saat- taan olla välttämätöntä edesauttaa määrittystä sentrifu- goinnilla.

Uusi suomalainen kiintoainestandardi (uudet kiintoai- nestandardit?) tulee luonnollisesti olemaan yhtäpitävä EN-standardin kanssa. Oheisena on kuitenkin esitetty standardiehdotukset luonnonveden kiintoaineelle (lii- te 1) ja jäteveden kiintoaineelle ja sen hehkutus- jäännökselle (liite 2) CEN-työskentelyn pohjaksi.

8 Y H T E E N V E T O

Tutkimuksessa on verrattu eri valmistajien suodattimi- en käyttökelpoisuutta määritettäessä kiintoainetta luonnonvesissä ja jätevesissä. Näyttää tarkoituksenmu- kaiselta tässä vaiheessa rajoittaa käytettävät suodat- timet kahteen päätyyppiin - nimittäin lasikuitusuodat- timiin ja polykarbonaattikalvoihin. Jokaisen tutkimuk- sen yhteydessä on asiallista selvittää, mikä suodatin on paras vaihtoehto tutkittavalle vedelle. Tutkimuksen

tarkoitus ja veden koostumus ovat ratkaisevia tekijöitä, jotka vaikuttavat suodattimen valintaan. Määrityksen suoritus on helposti standardisoitavissa, mutta suodattimen valinta siis jää tutkimuksen teettäjän ja laboratorion väliseksi sopimukseksi. Markkinoille on tullut ja tulee jatkuvasti uusien valmistajien lasikuitu- ja polykarbonaattisuodattimia, joten määrittystä ei voida sitoa yhden valmistajan tuotteisiin. Kiintoainestandardeja tarvitaan kaksi - toinen luonnonvesille ja toinen jätevesille. Standardiehdotukset esitetään liitteenä (1 ja 2).

S A M M A N D R A G

Filter från olika tillverkare har jämförts för att kunna bedömma deras användbarhet vid bestämning av suspenderade ämnen i vatten. I detta skede är det ändamålsenligt att begränsa filtren till två grupper nämligen glasfiberfilter och polykarbonatmembraner. Vid varje undersökning bör man komma överens om vilket filter bäst passar för vattnet i fråga. Bestämningens utförande kan lätt standardiseras. Däremot kan man inte rekommendera att t. ex. ett glasfiberfilter från en bestämd tillverkare skall brukas, ty fullt användbara filter från olika tillverkare har kommit till marknaden. Standarden för bestämningen av suspenderat material bör uppdelas i två standarder - en för naturliga vatten och den andra för avloppsvatten. Standardförslagen finns som bilagor (1 och 2).

K I R J A L L I S U U S

- Bethge, P.O. 1986. Kontroll av utsläpp till vatten. Principer och metoder. SSVL, Rapport 48, 83 pp.
- Hemming, J. och K.-J. Lehtinen 1987. Utvärdering av metoder för karakterisering av skogsindustrins avloppsvatten. Vesi- ja ympäristöhallitus. Monistesarja nro 8. 34 s.
- Hirvikallio, H., Haapala, K. Korhonen, K. ja R. Niemi 1979. Veden kiintoaineen määrittäminen. Vesihallitus. Tiedotus 184. s. 41 - 74.
- Laxen, D.P.H. and I.M. Chandler 1982. Comparison of Filtration Techniques for Size Distribution in Freshwaters. Anal. Chem. 54, 1350 - 1355.
- Starck, B., Passinen, K. ja J.E. Martelin 1970. Jäteveden kiintoainepitoisuuden määrittämisessä käytettyjen suodattimien vertailu. Oy Keskuslaboratorio. Seloste 1021. 67 s.
- Starck, B. 1982. Ilmastetussa lammikossa syntyvät kiintoaineet. Oy Keskuslaboratorio. Seloste 1476. 24 s.
- Her Majesty's Stationery Office 1980. Suspended, Settleable and Total Dissolved Solids in Waters and Effluents. London. 27 pp.

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 1985, 16th Ed. Solids, 92 - 101. American Public Association, Washington Dc.
- DIN 38 409. 1980. Bestimmung des Gehaltes an abfiltrierbaren Stoffen und ihres Glührückstandes. Deutches Institut für Normung e.V. 7 s.
- SFS 3037. 1976. Veden kiintoaineen määrittys. Helsinki, Suomen Standardisoimisliitto. 3 s.
- SS 02 81 12. 1983. Bestämning av i avloppsvatten suspenderad substans och dess glödgningsrest. Standardiseringskommissionen i Sverige. 4 s.
- SS 02 81 38. 1983. Bestämning av grova partiklar och fibrer i avloppsvatten och deras glödgningsrest. Standardiseringskommissionen i Sverige. 4 s.

VESI- JA YMPÄRISTÖHALLITUS
Vesikemiallisten määritys-
menetelmien standardisointi-
työryhmä

STANDARDIEHDOTUS 03-1991
Standardiehdotus saattaa
muuttua. Sitä ei saa
käyttää SFS-standardina.

LUONNONVEDEN KIINTOAINEN MÄÄRITYS

Determination of suspended solids in freshwaters

Sisälllys	1 Yleistä ja käyttöalue
	2 Määritelmä
	3 Periaate
	4 Laitteet ja välineet
	5 Näytteenotto ja näytteiden säilytys
	6 Suoritus
	7 Tulokset
	Opastavia tietoja

1

YLEISTÄ JA KÄYTTÖALUE

Tämä standardi on tarkoitettu käyttöön luonnonveden kiintoaineen määrityksissä ja jaettaessa luonnonnäyte kiintoainefraktioon ja liuokoiseen fraktioon. Määrityksen alaraja on n. 2 mg/l*. Sopivaa suodatinta valittaessa tulisi ottaa huomioon, että suodattimen pitäisi pystyä pidättämään yli 0,4 - 0,45 µm olevat hiukkaset. Suodattimen tulee pysyä vakiopainoisena suodatuksen ja kuivauksen aikana (ks. Opastavia tietoja).

2

MÄÄRITELMÄ

Luonnonveden kiintoainepitoisuus määritellään sen hiukkasmäärän massana näytetilavuutta kohti, mikä suodatettaessa tämän standardimenetelmän mukaisesti jää jäljelle tuloksen yhteydessä ilmoitettavalle suodattimelle. Hiukkasten massa määritetään 105 °C lämpötilassa tapahtuneen kuivauksen jälkeen.

3

PERIAATE

Tunnettu tilavuus näytettä suodatetaan punnitun suodattimen läpi. Kiintoaine mitataan gravimetrisesti sen jälkeen, kun suodatin on pesty ja kuivattu vakiopainoon 105 °C lämpötilassa.

4

LAITTEET JA VÄLINEET

4.1

Suodatin

Luonnonvesille käytetään kemiallisesti mahdollisimman puhtaita suodattimia, joiden huokoskoko on n. 0,4 µm. Suodattimen halkaisija on n. 50 mm. Yleisimmin käytetään polykarbonaattikalvoja tai lasikuitusuodattimia. Ks. Opastavia tietoja.

x) Gravimetrinen määrittäminen edellyttää, että suodattimelle jää luotettavasti punnittavissa oleva määrä kiintoainetta.

4.2 Suodatuslaitteisto

Vakuumisuodatuslaitteisto, joka on tarkoitettu suodattimille, joiden halkaisija on n. 50 mm. Sopivan laitteiston valintaan vaikuttaa käytettävä suodatin. Esimerkiksi polykarbonaattikalvot vaativat niille suunnitellun laitteiston. Suodatin ei saa vaurioitua laitteistoa koottaessa.

4.3 Lämpökaappi

Lämpökaappi, jossa lämpötila on 105 ± 5 °C.

4.4 Vaaka

Analyysivaaka, jonka punnitustarkkuus on ainakin $\pm 0,01$ mg.

4.5 Eksikkaattori

4.6 Atulat

Atulat, joissa on leveä terä ja jotka eivät vahingoita suodatinta.

4.7 Alusta

Sopiva alusta suodattimen kuivatuksessa on esim. petrimalja tai sen kansi.

5 NÄYTTEENOTTO JA NÄYTTEIDEN SÄILYTYS

Kiintoaine määritetään tätä tarkoitusta varten otetusta näytteestä mahdollisimman pian näytteenoton jälkeen. Biologisia, kemiallisia ja fysikaalisia muutoksia voi nopeasti tapahtua näytteessä ja nämä voivat muuttaa näytteen kiintoaineen luonnetta ja määrää. Ellei määrittystä voida tehdä heti, näyte säilytetään 4 °C lämpötilassa ja pimeässä ja määrittys tehdään viimeistään 24 tunnin sisällä näytteenotosta. Näytettä ei saa pakastaa eikä se saa jäätyä.

6 SUORITUS

Näytteen annetaan tasoittua huoneenlämpöiseksi ennen määrittelyn aloittamista. Suppiloon asetettu suodatin kostutetaan tislattulla vedellä, ja imu kytketään muutamiksi sekunneiksi. Suodatin otetaan varovasti pois suppilosta atuloiden avulla, ja sitä kuivataan sopivalla alustalla lämpökaapissa tunnin ajan 105 ± 5 °C lämpötilassa. Suodatin siirretään eksikkaattoriin 30 minuutiksi ja suodatin punnitaan $\pm 0,01$ mg tarkkuudella. Työskentelyn aikana suodatin ei saa pölyttyä.

Punnittu suodatin asetetaan suppiloon, joka on liitetty imuun. Suodatin kostutetaan ja tarkistetaan, että se on tiiviisti suppiloa vasten.

Näytettä ravistetaan voimakkaasti ja homogeenista näytettä kaadetaan välittömästi ja keskeytyksettä mittalasiin sopiva tilavuus. Tilavuus luetaan 2 % tarkkuudella. Tilavuus riippuu käytettävästä suodat-

timesta ja näytteen laadusta. Lasikuitusuodatinta käytettäessä näytemäärä voi olla useita satoja millilitroja, mutta polykarbonaattikalvoja käytettäessä näytemäärät ovat yleensä alle 100 ml. Näytemäärän tulisi olla suhteutettu suodatusaikaan, joka erityisesti lasikuitusuodatinta käytettäessä ei saisi ylittää 2 min. Näytemäärän tulisi olla vähintään 25 ml.

Näyte siirretään kvantitatiivisesti suppiloon. Suodatusaika merkitään muistiin, jos se ylittää 2 min. Mittalasi huuhdotaan 20 millilitralla tislattua vettä ja suodatin pestään samalla vedellä. Suppilon seinämät huuhdotaan tislatulla vedellä. Jos näyte on meri- tai murtovetä, suodatin pestään huolellisesti n. 100 millilitralla tislattua vettä. Tyhjiötä ei poisteta, ennenkuin suodatin on melko kuiva. Suodatin otetaan varovasti pois suppilosta atuloiden avulla ja sitä kuivataan lämpökaapissa kahden tunnin ajan 105+5 °C lämpötilassa. Eksikkaattorissa jäähdytetty suodatin punnitaan kuten edellä. Jos epäillään, ettei näytettä sisältävä suodatin ole vielä saavuttanut vakiopainoa, kuivaus toistetaan.

7

TULOKSET

7.1 Laskeminen Näytteen kiintoainepitoisuus lasketaan seuraavasti:

$$X = 1000 (m_2 - m_1) / V, \text{ jossa}$$

X on kiintoaine, mg/l

m_1 on suodattimen massa, mg

m_2 on suodattimen ja sillä olevan kiintoaineen massa, mg

V on näytetilavuus, ml

7.2 Ilmoittaminen

Tulosilmoituksessa annetaan seuraavat tiedot:

- a) näytteen tunnus
- b) viittaus tähän standardiin
- c) tulos mg/l kahden merkitsevän numeron tarkkuudella
- d) suodattimen valmistaja ja tyyppimerkki
- e) muut tulokseen mahdollisesti vaikuttaneet tekijät.

OPASTAVIA TIETOJA

Luonnonvesissä on varsin yleisesti hyväksytty liukoisien ja kiinteän aineen rajaksi 0,4 - 0,45 µm. Suodattimilta edellytetään lisäksi yleensä, että ne ovat kemiallisesti puhtaita ja että niiden massa pysyy vakiona suodatustapahtuman ja kuivauksen aikana. Polykarbonaattikalvot (0,4 µm) täyttävät parhaiten nämä ehdot. Näiden ohella on luonnonvesitutkimuksissa käytetty myös tiheitä lasikuitusuodattimia (esim. Whatman ja Schleicher & Schüll), joiden etuna on, että suodatetut näytemäärät voivat olla paljon suurempia kuin polykarbonaattikalvoja käytettäessä.

VESI- JA YMPÄRISTÖHALLITUS
Vesikemiallisten määrittä-
menetelmien standardisointi-
työryhmä

STANDARDIEHDOTUS 03-1991
Standardiehdotus saattaa
muuttua. Sitä ei saa
käyttää SFS-standardina.

JÄTEVEDEN KIINTOAINEN JA KIINTOAINEN HEHKUTUSJÄÄNNÖKSEN MÄÄRITYS

Determination of suspended solids in waste water and their residue on ignition

SISÄLLYS

- 1 Yleistä ja käyttöalue
 - 2 Määritelmä
 - 3 Periaate
 - 4 Laitteet ja välineet
 - 5 Näytteenotto ja näytteen säilytys
 - 6 Suoritus
 - 7 Tulokset
- Opastavia tietoja

1

YLEISTÄ JA KÄYTTÖALUE

Tämä standardi on tarkoitettu kiintoaineen määrittämiseen jätevesistä ja hyvin likaantuneista luonnonvesistä. Määrityksen alaraja on n. 2 mg/l. Standardissa on myös kiintoaineen hehkutusjäännöksen määrittämenetelmä. Menetelmä ei sovellu näytteille, joissa on öljyä ja/tai rasvaa.

Vesinäytteiden koostumus voi nopeasti muuttua. Siten kiintoainepitoisuus riippuu mm. näytteen säilytysajasta, kuljetuksesta ja pH-arvosta. Tuloksia arvioitaessa on muistettava nämä seikat.

Sopivaa suodatinta valittaessa on otettava huomioon määrityksen tarkoitus, asiaan mahdollisesti vaikuttavat määräykset tai ohjeet ja erityisesti suodatettavien hiukkasten koko ja laatu (ks. Opastavia tietoja).

2

MÄÄRITELMÄ

Jäteveden kiintoainepitoisuus määritellään sen hiukkasmäärän massana näytetilavuutta kohti, mikä suodatettaessa tämän standardimenetelmän mukaisesti jää jäljelle tuloksen yhteydessä ilmoitettavalle suodattimelle. Hiukkasten massa määritetään 105 °C lämpötilassa tapahtuneen kuivauksen jälkeen.

Kiintoaineen hehkutusjäännös on kiintoaineesta jäljelle jäävä osa, kun kiintoainetta hehkutetaan standardin mukaisesti 500₊₅₀ °C lämpötilassa.

3

PERIAATE

Näyte suodatetaan tunnetulla suodattimella, joka kuivataan 105 °C lämpötilassa ja punnitaan. Suodatin ja sillä oleva kiintoaine hehkutetaan 500₊₅₀ °C lämpötilassa ja jäännös mitataan punnitsemalla. Näytteestä jäljelle jäänyt osa on hehkutusjäännös.

4

LAITTEET JA VÄLINEET

4.1.

Suodatuslaitteisto

Vakuumisuodatuslaitteisto, joka on tarkoitettu suodattimille, joiden halkaisija on n. 50 mm. Erityisesti polykarbonaatista valmistetut suodattimet saattavat vaatia niille tarkoitettun laitteiston käyttöä. Suodatin ei saa vaurioitua laitteistoa koottaessa. Büchnersuppiloa tai vastaavaa ei tule käyttää.

4.2

Suodatin

Pyöreäksi leikatut suodattimet, jotka sopivat suodatuslaitteistoon. Yleisimmin käytetään lasikuitusuodattimia tai polykarbonaattikalvoja, jotka ovat vakio painoisia. Paperisuodattimia ei saa käyttää. Ks. Opastavia tietoja suodatinta valittaessa.

4.3

Lämpökaappi

Lämpökaappi, jossa on 105 ± 5 °C lämpötila.

4.4

Hehkutusuuni

Hehkutusuuni, jossa on lämpötila 500 ± 25 °C tai 550 ± 25 °C (suodattimesta riippuen).

4.5

Vaaka

Analyysivaaka, jonka punnitustarkkuus on ainakin $\pm 0,1$ mg.

4.6

Atulat

Atulat, joissa on leveä terä ja jotka eivät vahingoita suodatinta.

4.7

Eksikkaattori

4.8

Alusta

Sopiva alusta suodattimen kuivatuksessa on esim. petrimalja tai sen kansi.

4.9

Hehkusupokas

Hehkusjäännostä määritettäessä tarvitaan hehkutukseen sopiva astia (esim. platina).

5

NÄYTTEENOTTO JA NÄYTTEIDEN SÄILYTYS

Kiintoaine määritetään tätä tarkoitusta varten otetusta näytteestä mahdollisimman pian näytteenoton jälkeen. Näytteitä ei voi kestäväidä kiintoainemääritystä varten. Biologisia, kemiallisia ja fysikaalisia muutoksia alkaa nopeasti tapahtua näytteessä ja nämä voivat muuttaa näytteen kiintoaineen laatua ja määrää. Ellei määrittystä voida heti aloittaa, näyte säilytetään 4 °C lämpötilassa ja pimeässä, ja määrittys tehdään viimeistään 24 tunnin sisällä näytteenotosta. Näytettä ei saa pakastaa eikä se saa jäätyä.

6 SUORITUS

6.1 Kiintoaineen määrittäminen

Näytteen annetaan tasoittua huoneenlämpöiseksi. Suppiloon asetettu suodatin kostutetaan tislattulla vedellä, ja imu kytketään muutamiksi sekunneiksi. Suodatin otetaan varovasti pois suppilosta atuloiden avulla, ja sitä kuivataan sopivalla alustalla lämpökaapissa tunnin ajan 105 ± 5 °C lämpötilassa. Suodatin siirretään eksikkaattoriin 30 minuutiksi ja suodatin punnitaan 0,1 mg tarkkuudella. Työskentelyn aikana suodatin ei saa pölyttyä.

Punnittu suodatin asetetaan suppiloon, joka on liitetty imuun. Suodatin kostutetaan ja tarkistetaan, että se on tiiviisti suppiloa vasten. Näytettä ravistetaan voimakkaasti ja homogeenista näytettä kaadetaan välittömästi ja keskeytyksettä mittalasiin sopiva tilavuus. Tilavuuden tulisi olla vähintään 25 ml ja se luetaan 2 % tarkkuudella. Sopiva tilavuus riippuu käytettävästä suodattimesta ja näytteen laadusta. Suodatusaika ei saisi ylittää 2 min. Näyte suodatetaan ja suodatusaika merkitään muistiin, jos se on yli 2 min. Joskus näytteen laatu on sellainen, ettei edellä esitettyjä ehtoja voida täyttää. Rinnakkaismäärittäyksillä eri näytemääriä käyttäen voidaan tällöin parhaiten varmistaa tuloksen suuruusluokka.

Huom. Jotkut jätevedet sisältävät pieniä hiukkasia, jotka erityisesti lasikuitusuodattimia käytettäessä voivat tukkia suodattimen huokosia ja pienentää huokosten kokoa. Tällöin suodatusaika helposti pitenee ja kiintoaineen määrä kasvaa näytemäärän kasvaessa. Kun suodatin alkaa kerätä kiintoainetta, on suositeltavaa tehdä määrittäminen vähintään kahdella erilaisella näytemäärällä ja ilmoittaa molemmat tulokset.

Mittalasi huuhdellaan n. 20 millilitralla tislattua vettä ja suodatin pestään samalla vedellä. Suppilon reunat huuhdotaan uudella 20 ml erällä tislattua vettä. Vakuumi poistetaan, kun suodatin on lähes kuiva. Suodatin poistetaan suppilosta varovasti atuloilla ja asetetaan sopivalle, kestävästä aineesta valmistetulle alustalle. Suodatinta kuivataan 2 h lämpötilassa 105 ± 5 °C. Eksikkaattorissa jäädytetty suodatin punnitaan 0,1 mg tarkkuudella. Jos epäillään, ettei näytettä sisältävä suodatin ole vielä saavuttanut vakioainetta, kuivaus ja punnitus toistetaan.

6.2 Kiintoaineen hehkutusjäätännöksen määrittäminen

6.2.1 Polykarbonaattisuodattimet

Platina- tai kvartsiupokasta hehkutetaan 1 h 550+25 °C lämpötilassa. Upokkaan annetaan jäähtyä eksikkaattorissa huoneenlämpöiseksi ja se punnitaan 0,1 mg tarkkuudella. Suodatin ja sillä oleva kiintoaine asetetaan upokkaaseen, jota hehkutetaan 1 h lämpötilassa 550+25 °C. Upokas jäädytetään eksikkaattorissa ja punnitaan kuten edellä.

6.2.2 Lasikuitusuodattimet

Kuivattu ja punnittu suodatin kiintoaineineen asetetaan sopivalle esim. ruostumattomasta teräksestä tai posliinista olevalle alustalle. Suodatinta hehkutetaan 1 h 500+25 °C lämpötilassa. Alusta ja sillä oleva suodatin otetaan uunista ja suodattimen annetaan jäähtyä huoneenlämpöiseksi eksikkaattorissa. Suodatin punnitaan 0,1 mg tarkkuudella.

7

TULOKSET

7.1 Laskeminen Kiintoaine (mg/l) lasketaan kaavasta

$$X = 1000 (m_2 - m_1) / V$$

Kiintoaineen hehkutusjäännös (mg/l) lasketaan kaavasta

$$Y = 1000 (m_3 - m_1) / V$$

X on kiintoaine, mg/l

Y on kiintoaineen hehkutusjäännös, mg/l

m_1 on suodattimen massa, mg

m_2 on suodattimen ja sillä olevan kiintoaineen (+upokkaan) massa, mg

m_3 on suodattimen ja sillä olevan hehkutusjäännöksen (+upokkaan) massa, mg

V on suodatettu näytetilavuus, ml

7.2 Ilmoittaminen

Tulosilmoituksessa annetaan seuraavat tiedot:

- a) näytteen tunnus
- b) viittaus tähän standardiin
- c) tulos mg/l ilmoitettuna kahdella merkitsevällä numerolla
- d) suodattimen valmistaja ja tyyppimerkki
- e) muut määritykseen mahdollisesti vaikuttaneet tekijät.

OPASTAVIA TIETOJA

0.1

SUODATTIMET

Tutkimuksessa käytettävästä suodattimesta tulee aina sopia tutkimuksen teettäjän kanssa, ja se on ilmoitettava tuloksen yhteydessä. Suodattimen massan tulee pysyä vakiona kiintoainemäärityksen suodatuksen ja kuivauksen aikana.

0.1.1 Lasikuitu

Suomessa on jäteveden kiintoaineen määrityksessä eniten käytetty lasikuitusuodatinta Whatman GF/A. Markkinoilla on kuitenkin useita muiden valmistajien lasikuitusuodattimia, joilla saadaan em. kanssa varsin vertailukelpoisia tuloksia. Esimerkkeinä voidaan mainita Toyo GA 100, Millipore AP 200, Gelman type A/E ja Schleicher & Schüll GF/50. Lasikuitusuodattimien hyvänä puolena on niiden helppo käsiteltävyys. Rakenteensa takia niillä ei kuitenkaan voida sanoa olevan tiettyä huokoskokoa, vaan valmistajat ilmoittavat yleensä suodattimille nimellisen huokoskoon. Mikäli näyte sisältää pieniä hiukkasia, ne voivat tukkia suodattimen, jolloin suodatin alkaa pidättää ilmoitettua pienempiä hiukkasia.

Lasikuitusuodattimet eivät yleensä valmistajien mukaan kestä 550 °C hehkutuslämpötilaa, josta syystä hehkutus tehdään 500 °C lämpötilassa.

0.1.2 Polykarbonaattikalvot

Polykarbonaattikalvoilla voidaan niiden valmistamistavan takia sanoa olevan tietty huokoskoko. Jätevesitutkimuksissa on Suomessa usein käytetty huokoskokoa 10 um olevia suodattimia, mutta sopivan suodattimen valintaan vaikuttaa luonnollisesti tutkittavan veden laatu.

Polykarbonaattikalvot ovat ohuita ja usein sähköisiä, mikä saattaa vaikeuttaa niiden käsittelyä. Niitä varten on omia suodatuslaitteistoja. Kalvojen hyvänä ominaisuutena on niiden kemiallinen puhtaus.

VESI- JA YMPÄRISTÖHALLINNON JULKAISUJA

1. Melanen, Matti (toim.): Julkaiseminen vesi- ja ympäristöhallinnossa. Helsinki 1987.
2. Heikkilä, Raimo: Kyrönjoen deltan sedimenttitutkimus 1983 - 1985. Helsinki 1986.
3. Nyman, Kurt; Anttila, Marja-Eliisa; Lax, Hans-Göran & Sarvala, Jouko: Koskien pohjaeläimistö jokien laatuluokittelun perustana. Nyman, Kurt; Anttila, Marja-Eliisa & Lax, Hans-Göran: Pohjaeläinnäytteenotto käsihaavilla virtaavasta vedestä. Helsinki 1986.
4. Vesistöhankeiden vaikutusten arviointi. Helsinki 1986.
5. Talsi, Tuija: Porvoon edustan merialueen tila ja sen kehitys vuosina 1965 - 1984. Helsinki 1987.
6. Lax, Hans-Göran: Vattenkvalitet och longitudinell zonerings hos makrozoobentos i forsavsnitt i Malax å (västra Finland). Helsinki 1987.
7. Korhonen, Markku & Oikari, Aimo: Järvisimpukka (*Anodonta piscinalis*) kloorifenolien ilmentäjänä Etelä-Saimaalla. Helsinki 1987.
8. Pitkänen, Heikki; Kangas, Pentti; Miettinen, Veijo & Ekholm, Petri: The state of the Finnish coastal waters in 1979 - 1983. Helsinki 1987.
9. Forsius, Martin: Suomen järvien alueellinen happamuustilanne. Helsinki 1987.
10. Laikari, Hannu: Aktiivilietepuhdistamon pystyselkeyttimen lietepatjan simulointimalli. Helsinki 1987.
11. Palko, Jukka & Saari, Markus: Lapväärtin-Isojoen vesistöalueella sijaitsevan Storsjön järviuivion happamat sulfaattimaat. Palko, Jukka & Myllymaa, Urpo: Happamien sulfaattimaiden vesistövaikutuksista, esimerkkinä Limingan Tupoksen täydennyskuivatusalue. Palko, Jukka; Räsänen, Matti & Alasaarela, Erkki: Luodon-Öjanjärven valuma-alueen maaperän ja vesistön happamuuskartoitus. Helsinki 1987.
12. Eloranta, Pertti: Hapro-projektin perifytonleviä koskevat tutkimukset vv. 1984 - 1985. Huttunen, Pertti; Hovi, Arto & Hämäläinen, Heikki: Virtaavien vesien pohjaeläimet ja happamoituminen. Kortelainen, Pirkko: Orgaanisen aineen vaikutus pintavesien happamuuteen - kirjallisuusselvitys. Helsinki 1987.
13. Nenonen, Marjaleena (toim.): Kemijärven tila ja kalatalous. Helsinki 1987.
14. Manninen, Pertti: *Gonyostomum semen* (Ehrenb.) Dies. Raphidophyceae kannan tiheys ja elinolosuhteet humuspitoisissa lammissa. Helsinki 1987.
15. Vesihuoltolaitokset 31.12.1986. Helsinki 1987.
16. Nybom, Carita: Vesikasvien poiston koetoiminta vuosina 1972 - 1986. Helsinki 1988.
17. Lax, Hans-Göran & Vainio, Taru: Återhämtning hos makrozoobentos i littoralen och på mjukbotten efter Eira olyckan. Lax, Hans-Göran & Vainio, Taru: Akvarietest av responsen på olja och dispergeringsmedel hos *Lymnaea peregra* (mollusca). Lax, Hans-Göran & Vainio, Taru: Raakaöljyn vaikutus *Lymnaea peregran* käyttäytymiseen akvaariokokeen perusteella. Helsinki 1988.
18. Heikkinen, Kaisa & Alasaarela, Erkki: Happamoituneiden vesistöjen neutralointi - kirjallisuuskatsaus. Helsinki 1988.
19. Palko, Jukka: Happamien sulfaattimaiden kuivatus ja kalkitus Limingan koekentällä 1984 - 1987. Helsinki 1988.
20. Vesistöjen laadullisen käyttökelpoisuuden luokittaminen. Helsinki 1988.
21. Palko, Jukka; Merilä, Eero & Heino, Soini: Maankuivatuksen suunnittelu happamilla sulfaattimailla. Helsinki 1988.
22. Pitkänen, Heikki; Puolanne, Juhani; Pietarila, Matti; Lääne, Ain; Loigu, Enn; Kuslap, Peep & Raia, Tiiu: Pollution load on the Gulf of Finland in 1982 - 1984. Helsinki 1988.
23. Airila, Jukka: Bishopin vakavuuslaskentamenetelmän integraaliratkaisu ja minimivarmuuskertoimen määrääminen gradienttimenetelmällä. Helsinki 1988.

24. Lätti, Mervi: Vesiensuojelu ja kansanliikkeet. Helsinki 1988.
25. Hynninen, Pekka: Veden laadun kehityksestä Kiiminkijoessa vuosina 1971 - 1985. Helsinki 1988.
26. Ruoppa, Marja & Ojala, Tiina: Ahventutkimukset Outokumpu Oy:n Kokkolan tehtaiden edustan merialueella vuosina 1984 ja 1985.
Nakari, Tarja & Ruoppa, Marja: Tervakoski Oy:n jätevesien vaikutuksista seeprakalan mätiin ja kuoriutuneisiin poikasiin sekä kirjolohien elintoi-
mintoihin.
Rekolainen, Seppo & Kauppi, Lea: Arvio Maatalous 2000 -komitean esittä-
mien toimenpiteiden vaikutuksista ympäristöön.
Pitkänen, Heikki & Kettunen, Ilppo: Sorannoston vaikutukset rannikkove-
sialueen tilaan: itäisen Suomenlahden, erityisesti Pyhtään edustan
vedenlaatu ja siihen vaikuttavat tekijät. Helsinki 1988.
27. Heinonen, Pertti & Hongell, Harri: Oulun läänin Pyhäjärven rehevöitymi-
nen kesällä 1985.
Ranta, Eeva: Kuorasjärven ja Iso-Allasjärven vesikasvillisuus vuonna
1984. Helsinki 1988.
28. Vesihuoltolaitokset 31.12.1987. Helsinki 1988.
29. Reinikainen, Asta: Bioroottorit ja biosuodin asumisjäteveden käsittelys-
sä. Helsinki 1988.
30. Nyroos, Hannele: Veden laadun arviointi vesiensuojelun suunnittelussa.
Helsinki 1988.
31. Heitto, Lauri: Vesikasvit ja ilmaperäinen happamoituminen suomalaisissa
metsäjärvissä.
Huttunen, Pertti & Hämäläinen, Heikki: Purojen minimi-pH:n ennustaminen
pohjaeläinten avulla.
Meriläinen, Jarmo & Hynynen, Juhani: Happamien ja happamoitumiselle
herkkien metsäjärvien pohjaeläimistö.
Turkia, Jaana: Sedimentin piilevät ja järvien happamoituminen.
Helsinki 1989.
32. Mononen, Paula: Enso-Gutzeit Oy:n Pankakosken kartonkitehtaan erityis-
haittavaikutukset Lieksanjoessa.
Nakari, Tarja & Miettinen, Veijo: Enso-Gutzeit Oy:n Pankakosken karton-
kitehtaan jätevesien vaikutuksista 2-kesäisten kirjolohien (*Salmo*
Gairdneri R.) elintoi-
mintoihin ja vesikirpun (*Daphnia Magna* L.) poikas-
ten elinkykyyn. Helsinki 1989.
33. Lehtonen, Kari: Öljyn ja dispersantin vaikutuksista Merenkurkun sinisim-
pukoihin. Helsinki 1989.
34. Lakso, Esko; Lindroos, Sirpa & Weppling, Kjell: Neutralointiohjeet
happamien sulfaattimaiden valumavesille. Helsinki 1989.
35. Kännö, Sakari & Salonen, Erno: Kalastus, kalakannat ja istutusten
vaikutukset Kemijoen rakentamattomassa latvaosassa Savukoskella vuosina
1979 - 1985.
Kännö, Sakari & Anttinen, Pertti: Kemijoen vesistön suurimpien jokien
kalataloudellinen tila 1980-luvun alkupuolella. Helsinki 1989.
36. Marja-aho, Jari & Koskinen, Kirsti: Turvetuotannon vesistövaikutukset.
Helsinki 1989.
37. Siirala, Maisa (toim.): Tammisaaren saaristoprojekti. Helsinki 1989.
38. Mäkinen, Päivi: Happamoituminen ja hapan pohjavesi haja-asutusalueiden
vesihuollon ongelmana. Helsinki 1989.
39. Vesilaitosten veden laatu vuonna 1987. Helsinki 1989.
40. Tolonen, Eira & Myllymaa, Urpo: Kiiminkijoen vesistöalueen järvien tila
ja käyttökelpoisuusluokitus. Helsinki 1989.
41. Siuntionjokineuvottelukunta: Siuntionjoen vesistön käytön ja suojelun
yleissuunnitelma. Helsinki 1989.
42. Vilhunen, Oili: Hankoa ympäröivän merialueen tila vuosina 1976 - 1986.
Helsinki 1989.
43. Vantaanjoen vesistön vesiensuojelun toimenpideohjelma. Helsinki 1990.
44. Jeltsch, Ulrich: Saastuneiden maa-alueiden kunnostus. Helsinki 1990.
45. Avohakkuun ja metsäojituksen vaikutukset purovesien laatuun Nurmes-
tutkimuksessa.

46. Heikkilä, Raimo: Vaasan läänin uhanalaiset suokasvit. Helsinki 1990.
47. Korkka-Niemi, Kirsti: Tutkimus kaivovesien happamoitumisesta Suomessa. Helsinki 1990.
48. Kauppi, Lea; Sandman, Olavi; Knuuttila, Seppo; Eskonen, Kristiina; Liehu, Anita; Luokkanen, Sinikka & Niemi, Maarit: Maankäytön merkitys vesien käytölle haitallisten sinileväkukintojen esiintymisessä. Helsinki 1990.
49. Heikkinen, Kaisa & Visuri, Anna: Orgaanisten aineiden merkityksestä ja pidättymisestä virtaavan veden ekosysteemissä.
Heikkinen, Kaisa & Visuri, Anna: Turvetuotannon typpikuormituksen vaikutuksista virtaavissa vesissä. Helsinki 1990.
50. Pitkänen, Heikki; Kangas, Pentti; Sarkkula, Juha; Lepistö, Liisa; Hällfors, Guy & Kauppila, Pirkko: Veden laatu ja rehevyys Itäisellä Suomenlahdella. Raportti vuosien 1987 - 88 tutkimuksista. Helsinki 1990.
51. Hirvi, Juha-Pekka (toim.): Suomenlahden öljyvahinko 1987. Helsinki 1990.
52. Levinen, Riitta: Puhdistamolietteen viljelykäytön edellytykset. Helsinki 1990.
53. Niemi, Reino A: Makrofytyt vesien tilan seurannassa. Helsinki 1990.
54. Lammassaari, Veikko: Uitto ja sen vesistövaikutukset. Helsinki 1990.
55. Kainuun vesi- ja ympäristöpiirin toiminnan suuntaviivat 1990-luvun alkupuoliskolla. Helsinki 1990.
56. Perälä, Jaakko & Reuna, Marja: Lumen vesiarvojen alueellinen vaihtelu Suomessa. Helsinki 1990.
57. Haja-asutuksen vedenhankinnan kehittäminen. Helsinki 1990.
58. Puustinen, Jukka: Typen merkitys rannikkovesien rehevöitymisessä. Helsinki 1990.
59. Oulun vesi- ja ympäristöpiiri: Pohjois-Pohjanmaan vedet ja ympäristö 1990-luvulla. Helsinki 1990.
60. Saviranta, Leena & Katko, Tapio (toim.): Kansainvälinen vesihuollon vuosikymmen 1981 - 1990 Suomessa. Helsinki 1990.
61. Katko, Tapio (ed.): The international drinking water and sanitation decade 1981 - 1990 in Finland. Helsinki 1990.
62. YV-projekti: Kokemuksia osallistumisesta ja vaikutusten arvioinnista vesiensuojelun suunnittelussa. Helsinki 1990.
63. Antikainen, Sari; Smolander, Ulla & Järvinen, Olli: Näytteenottomenetelmän luotettavuus luonnonvesien raskasmetalliseurannassa. Helsinki 1990.
64. Saarela, Jouko: Kaivosjätteiden geoteknisistä ominaisuuksista ja ympäristövaikutuksista. Helsinki 1990.
65. Turun vesi- ja ympäristöpiiri: Vesien käyttö ja hoito 1990-luvulla Varsinais-Suomi ja Etelä-Satakunta. Helsinki 1990.
66. Mukherjee, Arun B: The use of chlorinated paraffins and their possible effects in the environment. Helsinki 1990.
67. Assmuth, Timo: Kaatopaikkojen ongelmajätteiden ympäristövaikutukset. Riskikaatopaikkatutkimuksen pääraportti. Helsinki 1990.
68. Porvoonjoen kuormitusselvitystyöryhmä; Lehtonen, Eija & Penttilä, Sirpa (toim.): Porvoonjoen kuormitusselvitys. Helsinki 1991.
69. Mikkelin vesi- ja ympäristöpiiri: Mikkelin läänin vesien hoito 1990-luvulla. Helsinki 1991.
70. Louekari, Kimmo; Saarikoski, Heli & Joki-Kokko, Eeva: Kadmium ympäristössä. Helsinki 1991.
71. Kokkolan vesi- ja ympäristöpiiri: Keski-Pohjanmaan vedet ja ympäristö. Helsinki 1991.
72. Freindling, Alexander & Heitto, Lauri: Primary production of inland waters. Helsinki 1991.
73. Pennanen, Jussi: Toutain Kokemäenjoen keskiosan ja Loimijoen järjestelyn vaikutusalueella. Helsinki 1991.
74. Hildén, Mikael; Hakaste, Tapio; Korhonen, Pekka & Rahikainen, Eljas: Kokemäenjoen keskiosan ja Loimijoen kalatalouden intressianalyysi. Helsinki 1991.
75. Ihme, Raimo; Heikkinen, Kaisa & Lakso, Esko: Pintavalutus turvetuotantoalueiden valumavesien puhdistuksessa. Helsinki 1991.

ISBN 951-47-4727-5
ISSN 0786-9592