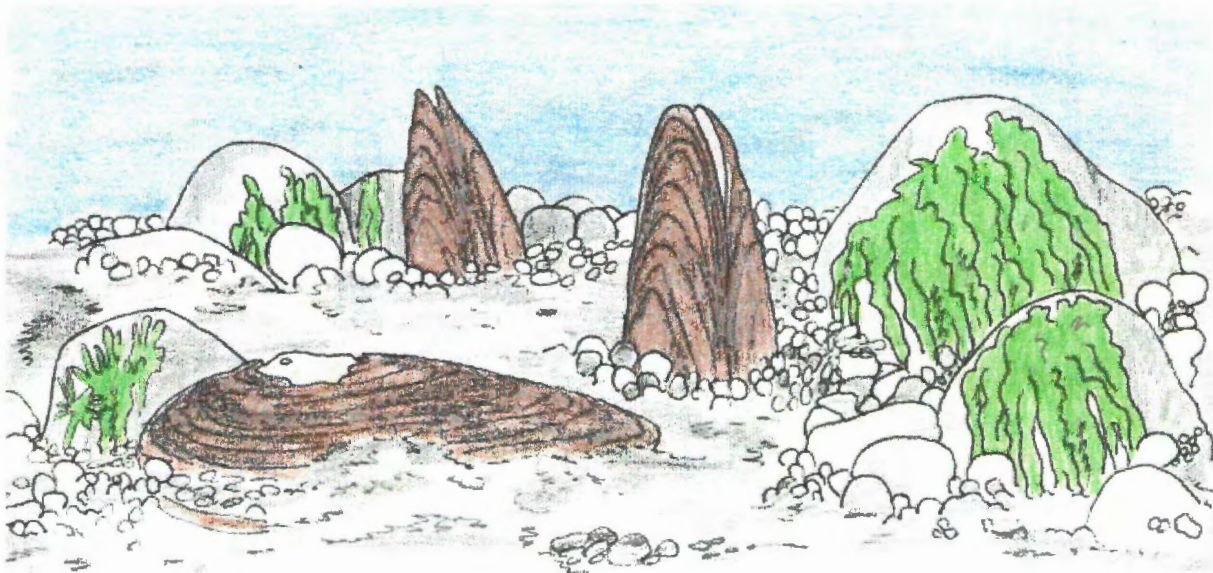


HOVEDOPPGAVE VÅREN 1999

Analyse av tungmetallinnhold i elvemusling *Margaritifera margaritifera* L.



Utført av
Tove Marie Hervik, Gerd Annbjørg Norum og Torunn Lillian Norum



Høgskolen i Nord-Trøndelag, avdeling for ingeniørutdanning

Forord

Elvemusling *Margaritifera margaritifera* L. er ført opp på rødlisten over truede arter i Norge med betegnelsen sårbar. Bestandsutviklingen har vært negativ i lang tid, men på tross av dette har ikke elvemuslingen vært gjenstand for forskning og undersøkelser i særlig grad i Norge. En av årsakene til tilbakegangen kan være miljøgifter som tungmetaller. Som en følge av dette ble denne oppgaven gitt av Nord-Trøndelag Fylkeskommune ved miljøvernavdelingen. Det ble analysert på innhold av tungmetallene bly, kobber og kadmium i muskelvev fra muslinger innsamlet fra elva Ogna i Steinkjer kommune. Muslingene ble innsamlet oppstrøms og nedstrøms for Tranamarka fyllplass i forbindelse med eventuell tungmetallforurensning fra fyllplassen.

Vi vil takke miljøvernavdelingen i Nord-Trøndelag for oppgaven. Vi takker også vår veileder siv.ing. Kari H. Hermansen ved Høgskolen i Nord-Trøndelag avd. for ingeniør for verdifull veiledning og støtte underveis i oppgaven. I tillegg vil vi rette en takk til siv.ing. Siri Steinnes ved samme avdeling for utrettelig tålmodighet og innsats for å få instrumentet samarbeidsvillig. Allforsk i Trondheim har bistått med tips og veiledning og Steinkjer Jeger og Fiskeforening bistod ved innsamlingen av musling i Ogna. Vi vil også rette en stor takk til disse.

Illustrasjonen på forsiden er omarbeidet fra tegning av L. Öhman (Eriksson *et al.* 1983).

Levanger, 28.05.99

Tove M. Hervik
Tove Marie Hervik

Gerd Annbjørg Norum
Gerd Annbjørg Norum

Torunn L. Norum
Torunn Lillian Norum

Sammendrag

Tranamarka avfallsplass ble etablert ved elva Ognå i Steinkjer kommune i 1968. I 1993 ble det registrert at utslaget av forurenset sigevann til Ognå like øst for fyllingen var svært lite. På et område nord-øst for fyllingen var det betydelige mengder forurenset sigevann. I 1994 ble det nedlagt slamlagune på avfallsplassen. I perioden 1984 og frem til i dag er det blitt foretatt vannanalyser med hensyn på tungmetaller i Ognå. Disse analysene viser at innholdet av tungmetaller er forholdsvis lite, og at forskjellene mellom oppstrøms og nedstrøms målinger er små.

Formålet med oppgaven var å utarbeide en metode for bestemmelse av tungmetallinnhold i biologisk materiale ved hjelp av atomabsorpsjon spektrofotometer med grafittovn. I analysene ble det brukt muskellev fra elvemusling, *Margaritifera margaritifera* L. I oktober 1998 ble det innsamlet 20 muslinger oppstrøms og 20 nedstrøms for avfallsplassen, for å undersøke om bly, kobber og kadmium var akkumulert i elvemuslingen. Dette ble gjort for å undersøke om det var noen påviselig sammenheng mellom habitat og tungmetallinnhold i muslingen.

Atomabsorpsjon spektrofotometri er en av de viktigste analysemetodene for kvalitative undersøkelser av elementer, samt de tilhørende kvantitative bestemmelser. Teknikken er basert på analyse av frie atomer i gassfase ved at atomene absorberer elektromagnetisk stråling.

I denne oppgaven ble det benyttet GBC 908 dobbeltstråle atomabsorpsjon spektrofotometer med grafittovn av type GBC GF 3000. Bruk av grafittovn er en utfyllende teknikk til konvensjonell flamme atomabsorpsjon spektrofotometri. Her dannes frie atomer i grunntilstand i en elektrisk oppvarmet grafittovn. Grafittovnanalyse er 100 ganger mer følsom enn flammeanalyse. Dette resulterer i at det ved grafittovnanalyse trengs mye mindre prøvevolum.

Muskellev fra 10 muslinger oppstrøms og 10 nedstrøms ble oppsluttet på sandbad i 65% Scan Pure HNO₃. For analysene av bly-, kobber- og kadmiuminnholdet i muskellev hos musling ble det optimalisert en metode for de enkelte metallene. For kadmium og bly ble det optimalt å bruke plattform for å unngå kondens i prøven, og matrix modifier for å minimalisere bakgrunnsstøy. For kobber ble resultatet best uten bruk av plattform og matrix modifier.

Det ble funnet at konsentrasjonene av bly, kobber og kadmium i muskellev fra elvemusling hentet oppstrøms og nedstrøms for Tranamarka fyllplass ikke varierte vesentlig. Middelverdi for kadmium oppstrøms ble funnet å være 0.35 mg/kg, og nedstrøms 0.33 mg/kg tørrvekt. For kobber ble middelverdi oppstrøms funnet å være 3.21 mg/kg, og nedstrøms 3.94 mg/kg tørrvekt. For bly ble middelverdi oppstrøms funnet å være 0.18 mg/kg og nedstrøms 0.15 mg/kg tørrvekt.

Innholdet av bly, kobber og kadmium i vannet i Ognå viser lavere konsentrasjoner enn i elvemusling. Dette tyder på at muskellev i elvemusling akkumulerer disse tungmetallene.

Ettersom konsentrasjonene av kobber, bly og kadmium i muskellev fra elvemusling innsamlet oppstrøms og nedstrøms for fyllplassen ikke varierte vesentlig, tyder det på at elvemuslingen i Ognå er lite påvirket av forurensning av kobber, bly og kadmium fra Tranamarka fyllplass.

Synlige observasjoner som ble gjort under dissekering av muslingene, var at muskelvevet i muslingene nedstrøms for fyllplassen var av en løsere konsistens enn oppstrøms. Det var også mer forurensing av partikler som sand og mudder i muslingene nedstrøms. De fleste muslingene nedstrøms inneholdt flere små perler av ulikt utseende i en og samme musling enn oppstrøms.

FORORD	1
SAMMENDRAG	2
1 INNLEDNING	6
1.1 Elvemuslingen, <i>Margaritifera margaritifera</i> L.	6
1.1.1 Historie	6
1.1.2 Anatomi	6
1.1.3 Alder	7
1.1.4 Ernæring	8
1.1.5 Bioakkumulasjon	9
1.1.6 Giftvirkninger av tungmetaller	9
1.2 Tranamarka avfalls plass i Steinkjer kommune	10
1.3 Atomabsorpsjon spektrofotometri - AAS	11
1.3.1 Prinsipp for atomabsorpsjon spektrofotometri	11
1.3.2 Instrumentet	11
1.3.3 Fordeler og ulemper ved bruk av GF-AAS	14
1.4 Optimalisering av metode	15
1.5 Formålet med oppgaven	16
2 MATERIALER OG METODER	17
2.1 Prøvetaking	17
2.2 Syrevasking	18
2.3 Forundersøkelse	18
2.4 Prøvepreparering	18
2.5 Optimalisering av GF-AAS	19
2.6 Analyse	19
3 RESULTAT	20
3.1 Utvikling av metode	20
3.2 Funn av metallene Cu, Cd og Pb i elvemusling	21
3.3 Visuelle observasjoner	21
4 DISKUSJON	22
4.1 Aldersbestemmelse	22
4.2 Forprosjekt	22
4.3 Visuelle observasjoner	22

4.4 Erfaringer underveis i forbindelse med analysen	23
4.5 Standardavvik samt usikkerhet ved analysen	23
4.6 Sammenligning med tungmetallinnhold i Oгна	24
4.7 Videre arbeid	24
5 KONKLUSJON	26
REFERANSELISTE	27
VEDLEGGSLISTE	29

1 Innledning

1.1 Elvemuslingen, *Margaritifera margaritifera* L.

Elvemuslingen *Margaritifera margaritifera* L. er kjent fra Nord-Europa, Eurasia og østlige Nord-Amerika, i følge Bjørn Mejdell Larsen som i 1997 foretok en grundig litteraturstudie av elvemusling, med oppsummering av nasjonal og internasjonal kunnskapsstatus. I Norge finnes arten i et ukjent antall vassdrag i alle landets fylker. Bestandsutviklingen har imidlertid vært negativ i lang tid, men best synes situasjonen å være i Trøndelagsfylkene. På tross av dette har ikke elvemuslingen vært gjenstand for forskning og undersøkelser i særlig grad i Norge.

Årsaken til tilbakegangen kan lokalt skyldes utfisking på jakt etter perler, men i større grad kan tilbakegangen trolig tilskrives miljøforringelser og biotopødeleggelser. Forsuring, utrydding av vertsfisk, vassdragsregulering, eutrofiering, giftutslipp, kanalisering, bekkelukking, drenering av myrer og utmark, erosjon fra land- og skogbruksområder og snauhogst har vært og er viktige faktorer. Tilbakegangen har medført at elvemuslingen nå er ført opp på rødlisten over truede arter i Norge, med betegnelsen sårbar.

1.1.1 Historie

Elvemuslingens historie går tilbake til antikken, og har elementer av både kunst, samfunnsøkonomi og –struktur i seg (Larsen 1997). Interessen var opprinnelig knyttet til perlenes og perlemorens skjønnhet. Det er antatt at da Julius Cæsar i årene 55 og 54 f. Kr. invaderte England, var en av årsakene de rike perleforekomstene i elvene der. Konger, fyrster og geistlige i hele Europa brukte perler som gaver, til utsmykning og pynt, og etterspørselen var stor.

I de nordiske landene var etterspørselen også stor, og kongene på 1600- og 1700-tallet ville ha kontroll over all perlefangst. I 1845 ble retten til perlefisket overlatt til grunneierne.

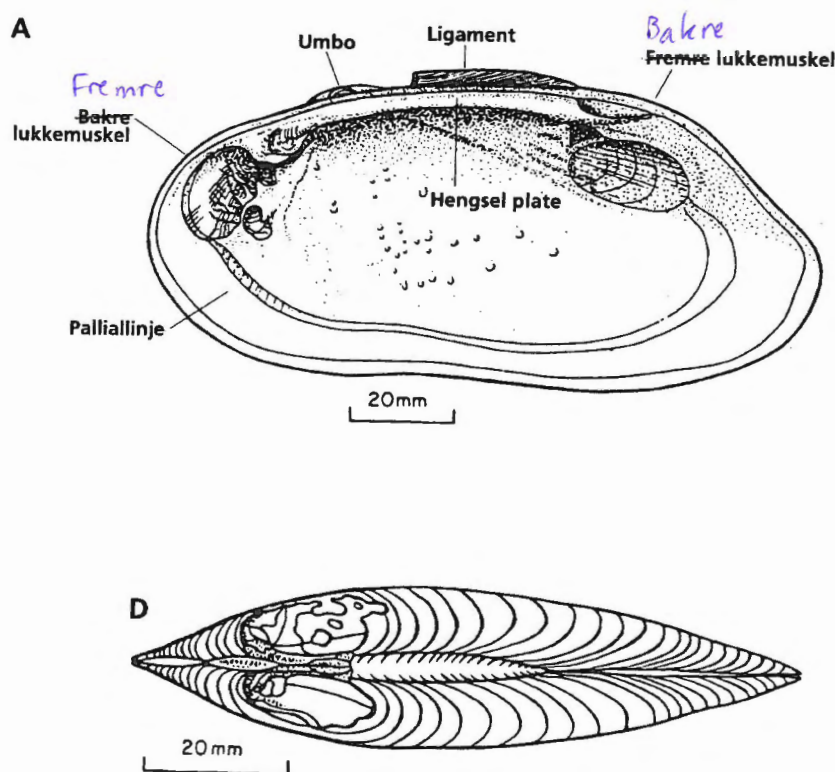
Perlefisket handlet også om eventyrlyst, og en drøm om lykke og rikdom. Gårder ble forlatt, og enkelte lykkejegere kunne gjøre en formue som gjorde at drømmen levde videre. De fleste perlene som ble funnet var små, brune korn uten verdi. Etter erfaringer som ble gjort i Bayern på 1800-tallet ble det sagt at man måtte åpne 2701 muslinger for å finne en god perle, 2215 for å finne en middels god, og 103 for å finne en dårlig perle. Andre undersøkelser viser at man kanskje må åpne så mye som 10 000 før man finner en verdifull perle.

1.1.2 Anatomi

Maksimal størrelse på voksne muslinger er 15-16 cm (Larsen 1997). Arten er normalt tokjønnnet og utseendemessig er de to kjønnene like. Skallet er mørkt, nesten svart hos eldre individer. På grunn av høy alder vil holdbarheten i skallet når vannet ofte er kalkfattig og hurtigrennende bli dårlig, og skallet blir da slitt og porøst. Dette fører til at det etter hvert ser avnagd ut ved umbo, og hos eldre dyr kan skallet bli gjennomhullet. Et elastisk bånd, ligament, holder skallene sammen på ryggsiden, og åpner dem automatisk når lukkemusklene slapper av. Muslingen har en fremre og en bakre lukkemuskel.

Kappen er festet på innsiden av skallene, og danner der en markert linje parallell med skallkanten, palliallinjen. Den muskuløse foten inneholder fordøyelseskjertel, deler av tarmen og kjønnsorganene. Muslingen kan strekke foten ut mellom skallene og derved forankre seg i bunnet eller forflytte seg på elvebunnen. I løpet av en bestemt syklus på ca. halvannet minutt kan en musling på 10 cm forflytte seg ca. 0.5 cm. En slik forflytning vil vanligvis avsluttes ved at muslingen graver seg ned i substratet igjen.

Gjellene ligger på begge sider av foten og består av fire flate gjelleblader, derav to på hver side. En elvemusling kan filtrere 50 liter vann over gjellene i løpet av et døgn. Hjertet ligger på ryggsiden, og slår med 4-6 slag i minuttet, avhengig av vanntemperatur og dyrets aktivitet. Nervesystemet består av tre par ganglier. (Figur 1.1)



Figur 1.1

Indre del av høyre skallhalvdel viser muskelavtrykk og palliallinje (A). Muslingen sett ovenfra viser at skallene er erodert ved umbo (D) (Larsen 1997).

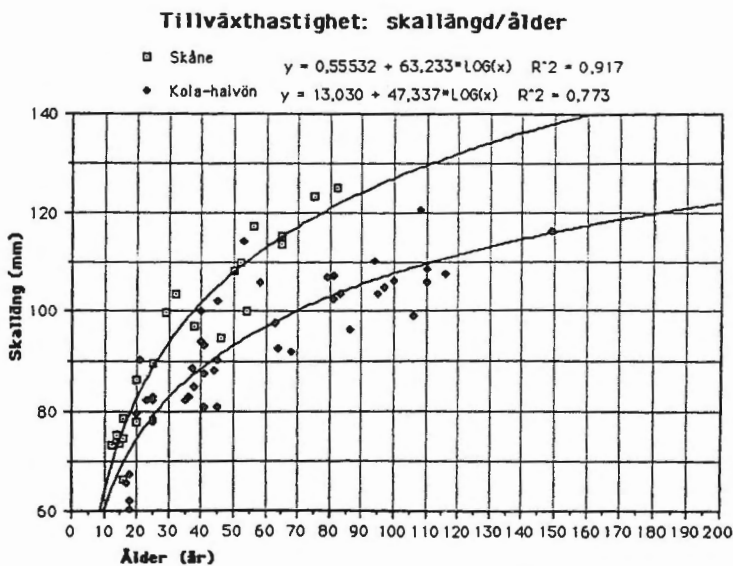
1.1.3 Alder

Maksimal levealder for elvemusling er forskjellig i ulike deler av utbredelsesområde, og avtar normalt sydover (Larsen 1997). Dette skyldes stoffomsetningen som er betydelig høyere i sør med varmere klima, enn i nord. Muslingen har et parasittisk larvestadium på fisk som normalt varer 9 til 10 måneder. Etter at de har forlatt vertsfisken lever småmuslingene nedgravd i substratet de første 4 til 5 årene før de kommer opp til overflaten. Det er antatt at

elvemuslingen maksimalt kan bli nær 200 år. Den eldste som er aldersbestemt med stor grad av nøyaktighet var 156 år, og fra Nord-Sverige.

Muslingens alder kan bestemmes ved telling av antall vintersoner direkte på skallets utside, i snitt av skallet preparert for lysmikroskopiske studier, eller i snitt av skallets hengselled. En nøyaktig aldersbestemmelse er imidlertid tidkrevende og vanskelig. En enklere metode som kan beskrive bestandens alderssammensetning vil være en presentasjon av lengdefordelingen som et relativt mål på aldersfordelingen. Forholdet mellom alder og lengde vil imidlertid variere mellom ulike lokaliteter, og blir usikker hos større muslinger.

Veksthastigheten hos elvemusling varierer med habitat og alder. Mange miljøfaktorer virker inn på veksthastigheten, som vanntemperatur, vannkvalitet, næringstilgang, substrat, vannhastighet, lys, dyp og populasjonstetthet. En sammenligning av tilveksthastighet uttrykt ved skallengde og alder, er foretatt av muslinger fra Skåne i Sverige og Kolahalvøya i Russland. (Figur 1.2)



Figur 1.2

En sammenligning av tilveksthastighet uttrykt ved skallengde og alder fra Skåne i Sverige og Kolahalvøya i Russland (Mutvei & Dunca 1995).

1.1.4 Ernæring

Elvemuslingen tar opp både oksygen og næringspartikler fra vannet som pumpes over gjellene (Larsen 1997). Planktonmateriale, celler fra høyere planter, pollen og ekstremiteter fra insektlarver er blitt funnet i magen til muslingen. Dyr som filtrerer næring fra vann som strømmer over gjellene assimilerer den organiske delen, og skiller ut den uorganiske komponenten som synker til bunns som pseudofeces. På denne måten kan muslingene rense 92-100 % av de oppløste stoffene i vannet.

Generelt har de store muslingene lav produksjonseffektivitet. Halvparten av energiinnholdet i partiklene som suges inn blir støtt ut igjen som pseudofeces. Av den assimilerte energien går 92 % til respirasjon og bare 8 % til produksjon.

1.1.5 Bioakkumulasjon

Bioakkumulasjon er akkumulasjon av forurensning i organismer fra kilder som vann, næringsmidler og i tilfellet musling, bunnsedimenter (Tatem 1994).

Det finnes lite informasjon om akkumulering av tungmetaller i elvemuslingen *Margaritifera margaritifera* L. Det kan være mulig å sammenligne med Zebramusling, *Dreissena polymorpha*, som også er en ferskvannsmusling. Zebramuslingen ankom Nord-Amerika rundt 1986 og forårsaket store problemer allerede i 1989 og 1990. Muslingene angrep harde substrater i et stort antall. Små larver kom inn i vanninntak til vann- og kraftkilder og forårsaket senere tetting av rørettet. Under fjerning av muslingene var det bekymring angående muslingenes tungmetallinnhold i forbindelse med dumping. Dette resulterte i opprettelsen av Zebramusling Research Program, iverksatt av US Army Engineer Waterways Experiment Station at Vicksburg, MS. Zebramuslingen er senere også blitt studert i Nederland.

Nylige studier av Zebramuslingens bioakkumulasjon i Nord-Amerika har påvist målbare, moderate nivåer av forurensninger i muslingen. Zebramusling er også blitt studert i Nord-Europa, hovedsakelig i Nederland, som potensiell indikator på forurensningskonsentrasjoner. Det kommer klart fram fra analyser av Zebramusling fra nederlandske sjøer, at arten kan akkumulere mange forurensninger, som tungmetallene kadmium, bly og kobber. Kadmium ble brukt som et eksempel på forurensning, og det ble funnet at det tar fra 40-60 dager for Zebramusling å nå metningspunktet, når den blir eksponert for kadmium (Henry 1995). Tester av Zebramuslingpopulasjoner viser at selv om muslingen akkumulerer forurensninger, er konsentrasjonen av komponentene i de bløte delene bare noe forhøyet i forhold til bakgrunnskonsentrasjonene.

I et annet forsøk ble det vist at bioakkumulasjon hos Zebramusling er relatert til temperatur og pH (Tatem 1994). Bioakkumulasjonen er størst ved høy temperatur. Den relative vevsoppsamling av forurensninger er også høy ved lave temperaturer, dette fordi forurensninger som er akkumulert forløses sakte ved temperaturer lavere enn 10°C.

Zebramuslingen kan unngå midlertidige fysiske eller kjemiske forhold ved å lukke seg sammen. De kan dermed overleve i områder som er forbundet med forurensning, og også danne tette populasjoner i slike områder.

1.1.6 Giftvirkninger av tungmetaller

Bruken av ulike dyrearter til å forutsi helserisikoen for mennesker når det gjelder eksponeringsnivå av tungmetaller, er basert på forutsetningen om at den toksiske virkningen i dyr er lik den hos mennesker (Ballentyne *et al.* 1995). Til tross for likheter i pattedyrenes biologi er det stor forskjell mellom ulike dyrearter og mellom dyr og mennesker i fysiologiske

prosesser. Det er også ulikhet i biokjemiske prosesser så som metabolismen av fremmedartede stoffer. Konsekvensen av dette er at ved all sammenligning med dyr må det tas hensyn til disse ulikhetene.

Det skilles vanligvis mellom essensielle og ikke essensielle metaller (Pedersen *et al.* 1991). De essensielle, for eksempel jern, kopper og sink inngår i flere livsnødvendige prosesser. Bly, kvikksølv og kadmium har ingen kjente livsnødvendige funksjoner. I toksikologisk sammenheng er det de ikke-essensielle elementene som er viktige, da selv meget små konsentrasjoner kan føre til forgiftningseffekter.

Ferskvannsmuslinger som tar til seg næring ved å filtrere vann, er eksponert for metaller som er løst i vann, og avleiret i bunnsedimenter (Naimo 1995). Ferskvannsmusling kan akkumulere spesielle metaller til konsentrasjoner som overskrider de som er løst i vann. I voksne muslinger er det i hovedsak gjeller, kappe og nyrer som tar opp metallforurensninger. De giftige effektene av tungmetaller på ferskvannsmusling er blitt undersøkt i noen få akutte gift-tester, men den dødelige effekten av lang tids eksponering av lave miljøkonsentrasjoner er lite forstått.

I menneskekroppen er halveringstiden i skjelettet 2 år for bly (Birgerson *et al.* 1987). For kadmium er halveringstiden i menneskekroppen 30 år. Kobber er viktig for oppbygging av enzymer i menneskekroppen. Mennesket får mangelsykdommer ved for lite kobber.

1.2 Tranamarka avfallsplass i Steinkjer kommune

Avfallsplassen ble etablert ved elva Oгна på Tranamarka i 1968 (Reitan 1998). I 1991 ble det etablert sigevannsledning for overføring til kommunalt renseanlegg beliggende ved elva Figga på Steinkjer.

I 1993 foretok Steinkjer kommune en befaring rundt Tranamarka avfallsplass, der det ble registrert at utslaget av forurenset sigevann til Oгна like øst for fyllingen var svært lite. På et område nord-øst for fyllingen var det betydelige mengder forurenset sigevann. Sigevannet gikk først til lokale kanaler og bekker, og videre til Oгна. Gjennomførte tiltak for oppsamling av sigevann var således ikke tilstrekkelige på dette området.

I 1994 ble det nedlagt slamlagune på avfallsplassen etter en befaring foretatt av Fylkesmannen, som en etterkontroll av pålegg gitt 17.06.93.

Fra 1984 og frem til i dag er det blitt foretatt vannanalyser med hensyn på tungmetaller i Oгна. Disse analysene viser at innholdet av tungmetaller er forholdsvis lite, og at forskjellene mellom oppstrøms og nedstrøms målinger er små.

I 1997 ble det foretatt omfattende miljøtekniske undersøkelser. Analyseresultatene for Oгна både oppstrøms og nedstrøms viste et lavt tungmetallinnhold. (Tabell 1.1).

Metaller	Ogna oppstrøms µg/l	Ogna nedstrøms µg/l
Bly	0.044	0.053
Kadmium	< 0.005	<0.005
Kobber	<1.000	<1.000

Tabell 1.1

Tungmetallinnhold i Ogna oppstrøms og nedstrøms etter analyser foretatt 28.10.97 (Reitan 1998).

Nye utredninger om lokal rensing av sigevann m.m. ble foretatt i 1998.

1.3 Atomabsorpsjon spektrofotometri - AAS

1.3.1 Prinsipp for atomabsorpsjon spektrofotometri

Atomabsorpsjon spektrofotometri er en av de viktigste analysemetodene for kvalitative undersøkelser av elementer, samt de tilhørende kvantitative bestemmelser (Hermansen 1996). Teknikken er basert på analyse av frie atomer i gassfase ved at atomene absorberer elektromagnetisk stråling. Denne metoden har hatt stor vekst siden 1955, da den australske forskeren Dr. Allan Walsh for første gang benyttet denne teknikken til bestemmelse av metaller (Nybraaten *et al.* 1984).

Den elektromagnetiske strålingens dualistiske natur og teorien om kvantifisert energi-overføring er den teoretiske basisen for interaksjonen mellom elektromagnetisk stråling og energitilstandene til et atom (Hermansen 1996). Et atom kan bare inneha visse bestemte, diskrete energitilstander, karakteristisk for hvert element. Når et elektron skifter orbital (går fra en energitilstand til en annen), absorberes eller emitteres elektromagnetisk stråling med en bølgelengde, λ , som korresponderer til den energikvanten, fotonet, E , som blir tatt opp eller avgitt. Sammenhengen mellom bølgelengde og energi for elektromagnetisk stråling gis ved Plancks likning (1). h angir Plancks konstant, ν angir bølgetall og c angir fart av lys i vakum.

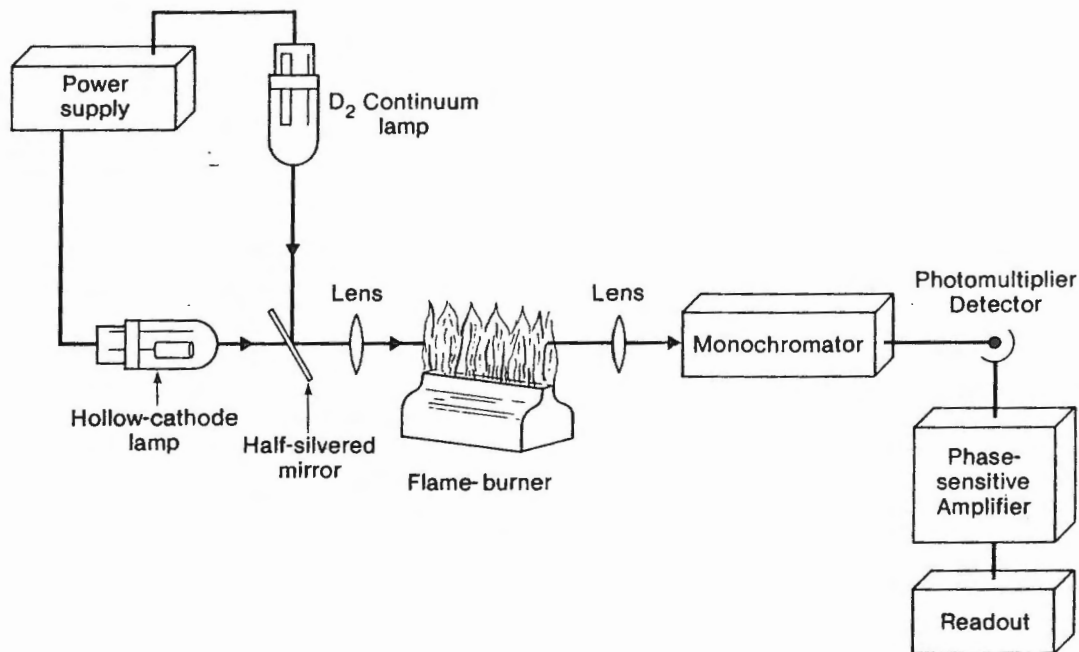
$$E = h\nu = hc/\lambda \quad (1)$$

Grunnlaget for kvantitativ analyse ved hjelp av atomabsorpsjon spektrofotometri er at enkelte atomer vil eksiteres og stråling absorberes dersom frie atomer utsettes for monokromatisk stråling. Strålen må ha en bølgelengde som tilsvarer energiforskjellen mellom to ulike energitilstander, se likning (1). Dette vil resultere i at strålen mister intensitet og det blir færre fotoner per tids- og arealenhet. Dette kan måles som absorban.

1.3.2 Instrumentet

En spektralkilde, vanligvis en hulkatodelampe som inneholder det element som skal analyseres, sender ut et linjespektrum (Hermansen 1996). Linjespekteret til det aktuelle elementet emitteres når en spenning legges over lampen. Strålen brytes opp til pulser. En del av det modulerte signalet passerer gjennom den atomiserte prøven mens en annen del, referansestrålen, går utenom prøven. Den ønskede spektrallinjen skilles ut i monokromatoren og den isolerte strålen treffer detektoren, en strålingsteller. Fra detektoren passerer det

elektriske signalet gjennom en selektiv forsterker og fanges opp av utgangsenheten. (Figur 1.3).



Figur 1.3
Prinsippskisse av et atomabsorpsjon spektrofotometer med flamme (Christian & O'Reilly 1986).

Sammenhengen mellom intensiteten til strålen som sendes inn mot en prøve, I_0 , den intensiteten som absorberes av prøven og antall atomer i prøven gis ved Labert-Beers lov (2).

$$A = \log (I_0/I_t) = abc \quad (2)$$

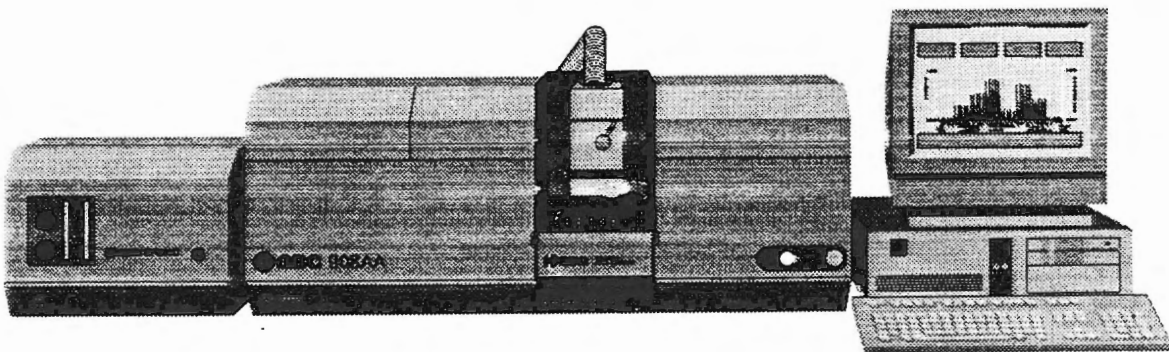
I_t er den transmitterte intensiteten, det vil si intensiteten av strålen etter at den har passert gjennom prøven. a er absorbiteten til elementet, gitt som funksjon av bølgelengden, b er optisk veilengde og c er konsentrasjonen til prøven. Resultatet blir at absorbanse, A , er en linjeær funksjon av konsentrasjonen når absorbitet og optisk veilengde er konstant for en serie målinger.

Sammenhengen ved Labert-Beers lov (2) gjelder bare for svært lave konsentrasjoner (<10 ppm) for de fleste elementer. Andre faktorer som kan interferere og gi unøyaktige resultater kan være at en del av strålingen fra en uren, ikke fullstendig monokromatisk, spektralkilde ikke vil absorberes av atomene i analytten, I_{au} , atomene kan emittere stråling med akkurat samme bølgelengde som spektralkilden, I_e . Matriksen i prøven kan føre til spredningstap, I_s eller den kan føre til bakgrunnsabsorpsjon I_{ba} . En mer korrekt beskrivelse av den transmitterte strålingen kan derfor gis ved likning (3).

$$I_t = I_0(10^{-abc}) + I_{au} + I_e - I_s - I_{ba} \quad (3)$$

Hvis monokromatoren klart isolerer analyselinjen, kan bruken av hulkatodelampe som UV-kilde eliminere I_{au} -leddet. Detektoren skiller mellom AC-signalen fra lampen og DC-signalen fra emitterende analyttatomer slik at modulering av spektralkilden gjør at man kan se bort fra I_e -bidraget. Matrikseffektene I_s og I_{ba} kan elimineres bort ved hjelp av bakgrunnskorreksjon. Matrikseffektene kan bl.a. oppstå ved utfelling av analytten, f.eks. ved dannelse av uløselige klorider og sulfater, eller ved forskjell i fysiske egenskaper. Forskjellen i fysiske egenskaper kan f.eks. være viskositet og overflatespenning mellom prøveløsningen og standard, noe som kan føre til at ulike mengder løsning når atomiseren. I tillegg kan kjemisk interferens bidra til feil i resultatet. Generelt er det to former for kjemisk interferens som hemmer dannelsen av frie atomer i grunntilstand; ufullstendig dissosiasjon av forbindelser og/eller ionisering. Grunnen til ufullstendige dissosiasjoner er at forbindelser mellom analytt og interfererende forbindelser kan dannes i selve flammen. For høy temperatur kan føre til at analyttatomene ioniseres.

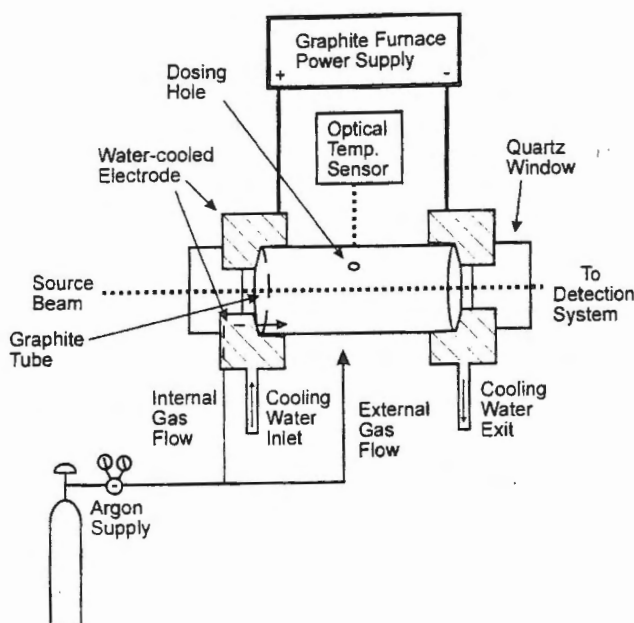
Instrumentet som ble benyttet i denne oppgaven var av typen GBC 908 Dobbelstråle atomabsorpsjon spektrofotometer som styres ved hjelp av en datamaskin. Instrumentet hadde mulighet for både åpen flamme- og grafittovn analyse (Gundersen og Veie 1998). (Figur 1.4).



Figur 1.4
Atomabsorpsjons spektrofotometer av type GBC 908 med grafittovn av type GF 3000.
(GBC 904/905/906/908/909 AAS Operation manual 1993).

Et databehandlingssystem som automatisk tilpasses en kalibreringskurve til absorbansen av standardløsningene, var tilkoblet instrumentet. Ut fra denne kurven ble konsentrasjonen av prøvene beregnet.

Forskjellen mellom åpen flamme atomabsorpsjon spektrofotometri (F-AAS) og grafittovn-atomabsorpsjon spektrofotometri (GF-AAS) ligger i prinsippet i det siste trinnet i atomiseringsprosessen (Hermansen 1996). (Figur 1.5)



Figur 1.5
Prinsippskisse av grafittovn (Butcher 1998).

For F-AAS skjer selve atomiseringen, dannelsen av frie atomer i grunntilstand, i det analytten passerer gjennom en åpen gassflamme. Gassen består av en blanding av luft og acetylen.

GF-AAS er en utfyllende teknikk til konvensjonell F-AAS. Her dannes frie atomer i grunntilstand i en elektrisk oppvarmet grafittovn i stedet for i en flamme. GF-AAS er 100 ganger mer følsom enn F-AAS for de fleste elementer.

Flere forhold virker negativt inn på sensitiviteten til vanlig F-AAS. Blandt annet går 90% av prøven tapt før den når flammen, og den delen av flammen der absorpsjonen skjer er svært liten. En rekke vanskelig regulerbare forhold i selve flammen påvirker dannelsen av frie atomer, bl.a. temperatur og forskjellige interaksjoner mellom matrikskomponenter, komponenter i gassflammen og analytten. Disse forholdene fører til at kun en brøkdel av analyttatomene som induseres i instrumentet bidrar til selve analysen.

1.3.3 Fordeler og ulemper ved bruk av GF-AAS

En grafittovn har en langt mer effektiv utnyttelse av analyttatomene i en prøve (Metcalf 1987). Her foregår alle trinnene fram til fullstendig atomisering på ett sted, nemlig i ovnskammeret. Dannelsen av frie atomer fra prøveløsningen skjer i tre trinn: 1) Tørring hvor løsningsmiddelet fjernes. 2) Foraskning hvor så mye matriksforbindelser som mulig fjernes. 3) Atomisering hvor dannelse av frie atomer i grunntilstand skjer. Oppvarmingen følger et forhåndsprogrammert forløp under hele prosessen.

Konsentrasjonen av frie atomer i grunntilstand vil være mye høyere ved GF-AAS enn ved vanlig F-AAS fordi hele prosessen skjer i et lukket volum. Atomene vil også ha lengre levetid enn i en flamme. Dette resulterer i at det ved GF-AAS trengs mye mindre prøvevolum.

Prøven består av en liten mengde (1-100µl) som appliseres fra en mikropipette eller ved hjelp av autosampler til injeksjonshullet i sentrum av grafitt-sylindere som er 20-30mm lang og 5-10 mm i diameter. Atomisasjonen skjer ved hurtig (1-2 s) elektrotermal oppvarming av grafitt-sylindere.

Det som gjør denne teknikken så sensitiv er at atomene oppholder seg i sylindere i relativt lang tid (opp til 1 s). Atomene oppholder seg ikke fullstendig i ovnen fordi de kan diffusere ut igjennom endene av sylindere og injeksjonshullet, og det er også stor ekspansjon av gasser i ovnen under oppvarmingen.

Nedenforstående tabell viser en oversikt over deteksjonsgrensene ved GF-AAS og ved åpen F-AAS under optimale forhold (Hermansen 1996). Analyse-usikkerheten vil vanligvis være mye større. Det er vanlig å anta en deteksjonsgrense lik den konsentrasjonen som gir en absorbans lik det dobbelte av støynivået til baselinjen. (Tabell 1.2)

Element	Deteksjonsgrensener [µg/l]	
	F-AAS	GF-AAS
Kadmium	0.5	0.003
Kobber	1	0.02
Bly	10	0.05

Tabell 1.2

Deteksjonsgrensene ved grafittovn atomabsorpsjon spektrofotometri (GF-AAS) og ved åpen flamme atomabsorpsjon spektrofotometri (F-AAS) for analyse av bly, kadmium og kobber (Hermansen 1996).

Det er ingen gassflamme i grafittovnen for å absorbere ultrafiolett lys (Metcalf 1987). På grunn av dette er intens bakgrunnsabsorpsjon (ofte på 90 %) observert. Dette er et avgjørende problem ved GF-AAS, da resultatet er avhengig av den høye oppholdstiden av prøven i observasjonsområdet. Spesielle vansker oppstår i den direkte analysen av løsninger der en mengde av partikulært materiale blir produsert under atomisasjonen, og former "røyk". Dette reduserer lys-transmisjonen gjennom ovnen. Målet med grafittovnprogramering er å kvitte seg med så mye lysabsorberende materiale som mulig, før atomisasjonen fortsetter.

Noen salter, for eksempel klorider og salter av kadmium, arsenik og kvikksølv, er flyktige og kan gå tapt under foraskingstrinnet. Lavere foraskingsemperatur bør unngås, da dette øker bakgrunns-signalet. For å stabilisere elementene kan det lages mindre flyktige forbindelser.

Den ideelle ovnen ville vært isothermal, det vil si at vegg og gass er ved samme konstante temperatur. I praksis blir gassen i ovnen varmet opp senere enn vegg i ovnen. Det kan oppstå kondens i prøven i forbindelse med overgangen til gass. En måte å unngå dette på er å plassere prøven på en grafittplattform i ovnen.

1.4 Optimalisering av metode

For tungmetallanalyser ved bruk av atomabsorpsjon spektrofotometer må det utarbeides en metode for de enkelte metallene som skal analyseres (Chapple & Athanasopailos 1991)

Under tørking skal lavtkokende væsker fordampes fra prøven. I foraskningstrinnet skal komponenter i matrix som er mer flyktige enn forbindelsen elementet er i, fjernes. Matrix modifier kan benyttes dersom bakgrunnsstøyen er høy.

Under atomisering avleses absorbansen. For å hindre fordamping av element bør det generelt brukes kortest mulig oppvarmingstid under atomisering. Det bør brukes gass-stopp under atomisering. Plattform bør brukes ved atomiseringstemperaturer lavere enn 2300°C for å unngå kondens i prøven i forbindelse med overgangen til gassfase (Lierhagen 1999). Minimum temperatur-forskjell mellom foraskning og atomisering bør være 1000 °C.

Avbrenning ved høy temperatur brukes for rensing av rør før avkjøling.

1.5 Formålet med oppgaven

Formålet med oppgaven var å utarbeide en metode for bestemmelse av tungmetallinnhold i biologisk materiale ved hjelp av atomabsorpsjons spektrofotometer med grafittovn.

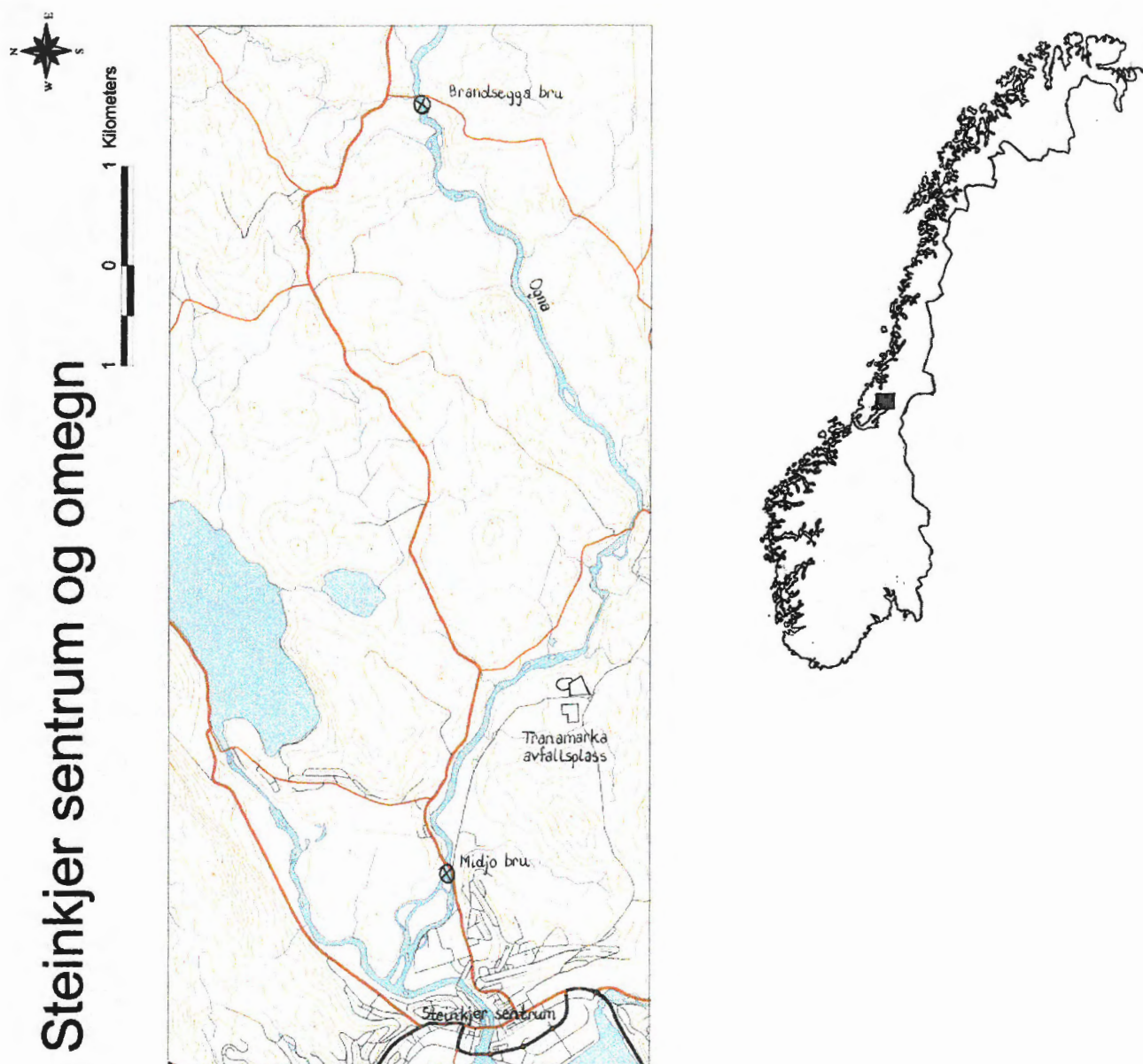
Metoden skulle brukes til bestemmelse av konsentrasjonen av tungmetallene kobber, bly og kadmium i elvemusling ovenfor og nedenfor Tranamarka avfalls plass i elva Ognå i Steinkjer kommune. Dette med tanke på eventuelle forurensninger av disse tungmetallene fra avfalls-plassen.

Resultatene fra analysen av tungmetallene i elvemuslingen skulle tolkes for å finne om det var påviselig sammenheng mellom habitat og tungmetallinnhold i muslingen.

2 Materialer og metoder

2.1 Prøvetaking

I oktober 1998 ble det foretatt innsamling av elvemuslinger i Oyna ovenfor og nedenfor Tranamarka fyllplass på Steinkjer. Innsamlingen ble gjennomført med 20 muslinger ovenfor Brandsegga bru, og 20 muslinger nedenfor Midjo bru. (Figur 2.1).



Figur 2.1
Detaljkart over Steinkjer og omegn som viser lokalitetene hvor muslingene ble innsamlet (Statens kartverk 1996b). På Norgeskartet er Steinkjer med omegn avmerket med firkant.

Under innsamlingen ble det benyttet vannkikkert, muslingene ble løsnet fra elvebunnen med redskap som ikke inneholdt metaller, hvoretter de ble fanget opp i en hov. De ble umiddelbart lagt i kjølebag, deretter ble de pakket enkeltvis i plastposer med lynlås og dypfrosset ved minus 18°C inntil prøvepreparering.

2.2 Syrevasking

Utstyr som skulle brukes ble syrevasket. Utstyrliste er vist i vedlegg nr. 1.

Nytt utstyr av polyetylen ble syrevasket slik:

2 døgn i 2 M HCl med påfølgende skylling 5 ganger med destillert vann.
2 døgn i 6 M HNO₃ med påfølgende skylling 5 ganger med destillert vann.

Glassutstyr ble satt i 1 døgn i 6 M HNO₃ og deretter skylt 5 ganger med destillert vann.

Alt syrevasket utstyr ble satt til tørk i varmeskap over natt.

2.3 Forundersøkelse

Det ble foretatt en prøveundersøkelse av en enkelt musling, da det var usikkerhet om hvilken del av muslingen som var best egnet til oppslutning og tungmetall-analyse. Gjellene, foten og musklene ble brukt som prøvemateriale.

Delene ble veid og satt til tørking i varmeskap ved 50°C i 2 døgn. Deretter ble de tørkede delene oppsluttet med 65% Scan Pure HNO₃ ved bruk av sandbad sammen med 2 blindprøver. Sandbadet var av type LHG, Heigar laboratorieutstyr. Prøvene ble deretter tilsatt 0.1 M HNO₃ Scan Pure.

Atomabsorpsjon spektrofotometer av type GBC 908 AA med grafittovn av type GBC GF 3000 ble benyttet for analyse av Cd- og Cu-innhold i de enkelte delene. Gjelle var vanskelig å få ren nok og ble derfor valgt bort som analysemateriale. Muskel og fot inneholdt like mengder tungmetaller, men i og med at muskelen ga størst analysemateriale, ble denne valgt for videre analyse.

2.4 Prøvepreparering

Det ble valgt ut 10 muslinger oppstrøms og 10 nedstrøms for å få mest mulig lik størrelse. Den fremre muskelen ble benyttet som analysemateriale. Muslingene ble tint i kjøleskap over natt. Plastkniv og plastpinsett ble benyttet under dissekeringen. Muskelvevet ble grundig skylt med destillert vann for å få fjernet smuss og løse partikler.

Prøvene ble tørket i 2 døgn i tørkeskap ved 110 °C, hvorpå de ble kontrollveid på vekt av type Mettler AE 260 DeltaRange, 2 ganger med 2 timers mellomrom for å få bekreftet at prøvene var helt tørre.

Prøvene ble oppluttet i 65% Scan Pure HNO₃ ved bruk av sandbad med svak varme. 4 blindprøver ble benyttet. Inndamping ble foretatt 8 ganger. De tørre prøvene ble oppløst i 0.1M Scan Pure HNO₃. Prøvene ble etter oppbevaring i polyetylenflasker i kjølerom.

Før analyse ble det laget standarder av Cu, Pb og Cd, med konsentrasjon 20 ppb. 0.1 M HNO₃ ble benyttet som fortynner. Det ble laget 0.1 % og 0.025 % Palladiumløsning (matrix modifier) med destillert vann som fortynning.

2.5 Optimalisering av GF-AAS

Optimalisering av de enkelte trinn i prosessen:

Det ble benyttet 20 µl injeksjonsvolum prøve for kobber. For bly og kadmium ble det benyttet 10 µl injeksjonsvolum prøve og 10 µl matrix modifier. Ved analysene ble det brukt autosamplere. Under tørkeprosessen ble det benyttet to temperaturtrinn, det første under og det andre over kokepunktet til løsningsvæsken. Tiden ble holdt så lenge at all matrix (løsningsvæske) fordampet.

Det ble satt inn anbefalte verdier for de ulike elementene for tørking og atomisering. For forsknings-temperaturen ble satt til 200 °C og holdt konstant i 30 sek. Det ble analysert med en økning i temperatur på 100 °C. Videre ble det satt opp et plott som viste temperatur mot absorbans. Den maksimale temperaturen i følge plottet ble benyttet.

Bakgrunnssignalet ble sjekket under optimaliseringen av forskningstemperaturen. For bly og kadmium ble matrix modifier benyttet. Dette gjorde at høyere temperatur kunne benyttes under forskningstrinnet.

Under atomisering ble det benyttet gass-stopp og temperatur ble satt 100 °C over forsknings-temperaturen. Det ble økt gradvis i temperatur med 100 °C. Videre ble det satt opp plott med temperatur mot absorbans. Laveste temperatur som ga maksimum absorbans ble benyttet. Temperaturen ble holdt så lenge at signalet gikk tilbake til baselinja. Arealet under absorpsjonstoppe ble benyttet.

Avbrenningstemperatur ble satt 200 °C høyere enn atomiseringstemperatur for alle elementene.

2.6 Analyse

Det ble analysert med 3 paralleller av hver prøve og rekkefølgen av prøvene ble analysert som følger: 5 oppstrøms, standard, oppluttet blank, 5 oppstrøms, standard, oppluttet blank, 5 nedstrøms, standard, oppluttet blank, 5 nedstrøms, standard og oppluttet blank.

For Cd og Pb ble det analysert med plattform og matrix modifier, h.h.v. 0.1 % og 0.025 % palladiumløsning. Cu ga best resultat uten at det ble benyttet plattform og matrix modifier.

3 Resultat

3.1 Utvikling av metode

Det ble utarbeidet metoder for analyse av kobber-, bly- og kadmiuminnhold i muskelvev fra elvemusling. Ved analysen ble det benyttet atomabsorpsjon spektrofotometer av type GBC 908 AA med grafittovn av type GBC GF 3000. (Tabell 3.1 - 3.3).

Trinn :	Temperatur / °C :	Oppvarmings- tid / sek :	Konstant temp. / sek :	Gass flow :
Tørrking, trinn 1	90	10.0	5.0	På
Tørrking, trinn 2	120	30.0	10.0	På
Foraskning, trinn 1	800	30.0	10.0	På
Foraskning, trinn 2	800	1.0	1.0	Av
Atomisering	2300	0.8	3.0	Av
Avbrenning	2500	1.0	2.0	På

Tabell 3.1
Optimale parametre ved analyse av kobber.

Trinn :	Temperatur / °C :	Oppvarmings- tid / sek :	Konstant temp. / sek :	Gass flow :
Tørrking, trinn 1	110	10.0	20.0	På
Tørrking, trinn 2	150	15.0	60.0	På
Foraskning, trinn 1	1000	30.0	10.0	På
Foraskning, trinn 2	1000	1.0	1.0	Av
Atomisering	2000	0.8	2.0	Av
Avbrenning	2200	1.0	2.0	På

Tabell 3.2
Optimale parametre ved analyse av bly.

Trinn :	Temperatur / °C :	Oppvarmings- tid / sek :	Konstant temp. / sek :	Gass flow :
Tørrking, trinn 1	110	10.0	20.0	På
Tørrking, trinn 2	150	15.0	45.0	På
Foraskning, trinn 1	300	30.0	10.0	På
Foraskning, trinn 2	300	1.0	1.0	Av
Atomisering	1800	0.8	3.0	Av
Avbrenning	2000	1.0	2.0	På

Tabell 3.3
Optimale parametre ved analyse av kadmium.

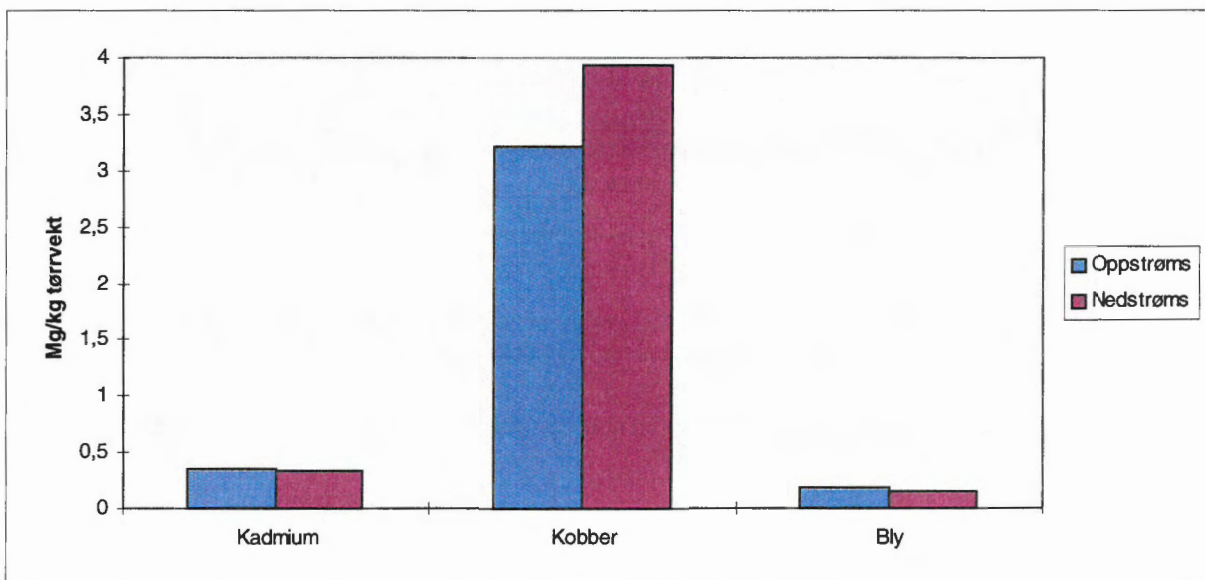
3.2 Funn av metallene Cu, Cd og Pb i elvemusling

Det ble funnet at verdiene av kadmium, kobber og bly i muskelvev fra elvemusling hentet oppstrøms og nedstrøms for Tranamarka fyllplass, i Oгна på Steinkjer, ikke varierte vesentlig. (Tabell 3.4) og (Figur 3.1).

Metall:	Oppstrøms for fyllplass / mg/kg tørrvekt	Nedstrøms for fyllplass / mg/kg tørrvekt
Kadmium	0.35 ± 0.12	0,33 ± 0.11
Kobber	3.21 ± 1.40	3,94 ± 1.16
Bly	0.18 ± 0.10	0.15 ± 0.16

Tabell 3.4

Middelverdiene med standardavvik for målinger av metallene kadmium, kobber og bly i muskelvev fra elvemusling. Muslingene var samlet inn oppstrøms og nedstrøms for fyllplassen på Tranamarka, i Oгна på Steinkjer.



Figur 3.1

Skjematisk fremstilling over middelverdiene av metallene kobber, kadmium og bly i muskelvev fra elvemusling samlet inn oppstrøms og nedstrøms for Tranamarka fyllplass, i Oгна på Steinkjer.

Verdiene som er lagt til grunn for beregningene av middelverdier og standardavvik er vist i vedlegg nr. 2.

3.3 Visuelle observasjoner

Under dissekering av elvemuslingene, ble det observert at muskelvevet i muslingene nedstrøms for fyllplassen var av en løsere konsistens enn oppstrøms. Det var også mer forurensing av partikler som sand og mudder i muslingene nedstrøms. De fleste av muslingene nedstrøms inneholdt flere små perler av ulikt utseende i en og samme musling enn oppstrøms. I en av muslingene nedstrøms ble det funnet ti små perler, mens det oppstrøms ble funnet maksimum to små perler i en og samme musling.

4 Diskusjon

4.1 Aldersbestemmelse

Det ble forsøkt innsamlet muslinger som var like gamle, da det var en fordel at muslingene var likt påvirket av miljøbelastninger. I tillegg var det en fordel å analysere på eldre muslinger som hadde eksistert i elva under hele driftsperioden av avfallsplassen.

Et grovt aldersestimert kan gjøres ved å måle lengden av skallet. Skallengden er imidlertid ikke strengt korrelert med alder, da muslingens vekst varierer med kvaliteten på habitatene. Usikkerheten vil være særlig stor hos større muslinger.

Det er gjort en sammenligning av tilveksthastighet uttrykt ved skall-lengde og alder fra Skåne og Kolahalvøya. Muslingene i oppgaven varierte i lengde fra 10 - 13 cm. Lengdefordelingene er vist i vedlegg nr. 2. Ved sammenligning med data fra Skåne vil muslingene i oppgaven være eldre enn 70 år, mens sammenligning med muslinger fra Kolahalvøya viser at de er eldre enn 40 år. Sannsynligvis vil alderen på muslingene som ble benyttet i denne oppgaven være eldre enn 40 år. Denne antagelsen baserer seg på at klimaet i Trøndelag er varmere enn på Kolahalvøya.

I og med at avfallsplassen ble åpnet i 1968 er det sannsynlig at muslingene har vært tilstede i elva i hele driftsperioden og dermed har vært utsatt for eventuell tungmetall-eksponering i hele driftsperioden. I menneskekroppen er halveringstiden for bly 2 år, mens det for kadmium er 30 år. For elvemusling er halveringstid for ulike tungmetaller ikke registrert, men det er rimelig å anta at eventuelt blyinnhold i musling før rensanlegget ble oppført i 1994 kan være redusert.

4.2 Forprosjekt

Før selve analysene ble foretatt ble det utført prøvoforsøk hvor muskel, fot og gjelle fra en musling nedstrøms ble oppsluttet og analysert for tungmetallinnhold. Muskel var enklest å oppslutte. Gjelle var vanskelig å få ren nok til analysene på grunn av partikler som var festet til gjellen, den ble derfor valgt bort som analyseobjekt. Fot og muskel inneholdt like mengder tungmetaller, men i og med at muskelen ga større mengde analysemateriale, ble denne valgt å bruke i oppgaven. Ved større mengde analysemateriale, minskes feilmarginene underveis i prosessen.

4.3 Visuelle observasjoner

Observasjoner som viste at muskelvevet i muslingene var av løsere konsistens nedstrøms enn oppstrøms kan muligens ha sammenheng med at det ble funnet flere perler i muslingene nedstrøms enn oppstrøms. I og med at perler er inkapslede partikler, kan det tyde på at muslingen har hatt større problemer med å kvitte seg med partikler fra sediment og vann nedstrøms. Den løse konsistensen på muskelvevet kan ha sammenheng med at mye energi blir benyttet til å kvitte seg med partiklene, og at det dermed blir mindre energi igjen til å bygge

??
2

opp muskelvev. En annen sammenheng mellom løsere muskelvev og antall perler kan være at muskelvevet er svekket av andre årsaker slik at muslingen ikke har krefter til å kvitte seg med partikler fra sediment og vann.

Det ble registrert forskjeller i utseende på perlene. Oppstrøms ble det funnet opptil to runde, hvite perler i hver musling. Nedstrøms ble det i tillegg til runde, hvite perler funnet kantede lilla og kobberfargede perler, opptil 10 i hver musling.

4.4 Erfaringer underveis i forbindelse med analysen

Det ble først forsøkt å analysere uten bruk av plattform og matrix modifier for Pb og Cd. Dette ga dårlige resultater på grunn av høy bakgrunnsstøy. Som matrix modifier ble 0.025 og 0.1 % Palladium forsøkt, med det resultat at 0.025 % ble benyttet for Pb og 0.1 % for Cd da disse ga minst bakgrunnsstøy. Ved analyse av Cu ble det ikke benyttet matrix modifier eller plattform da dette ikke var nødvendig. Cu har en atomiseringstemperatur på over 2300 °C, og ved så høy temperatur anbefales det ikke å benytte matrix modifier og plattform (Lierhagen 1999)

4.5 Standardavvik samt usikkerhet ved analysen

Standardavviket av konsentrasjonene ble beregnet ut fra en prøvemengde på 10 muslinger oppstrøms og 10 muslinger nedstrøms.

Det relativt høye standardavviket i målingene kan forklares ved at det er målt på biologisk materiale. Det er målt på ulike individer som i tillegg kan ha forflyttet seg i Ogna.

Usikkerhetene underveis i forsøket under dissekering og oppslutning ble forsøkt minimalisert med hensyn på forurensning fra omgivelsene. Muslingene ble tatt direkte fra oppbevaring i fryser hvor de var oppbevart enkeltvis i plastposer med lynlås. De ble deretter tint i posene i avtrekk. Det ble brukt plastkniv, plastpinnsett og hansker av gummi under dissekering. Dissekeringen ble foretatt i syrevaskede glass-skåler under avtrekk og ble overført direkte til syrevaskede målebeger. Målebegrene ble satt direkte inn i tørkeskap, og ble dekket med parafilm ved uttak fra tørkeskap før avkjøling og veiing.

Prøvematerialet ble på slutten av tørkeprosessen veid to ganger med to timers mellomrom for å sikre at det var helt tørt ved bestemmelse av tørrvekt. I manualen til vekt ble usikkerheten oppgitt å være ± 0.1 mg. Ettersom det ikke ble registrert avvik høyere enn oppgitt i manualen mellom de to parallelle målingene, ble usikkerheten oppgitt i manualen ansett å være korrekt.

Under oppslutningen som ble foretatt i avtrekk, ble det ikke registrert fastbrenning av prøve i målebegrene. Alle prøvene ble fullstendig oppsluttet og uten at det ble registrert urenheter. Imidlertid kan det ha gått tapt noe prøvemateriale under prosessen på grunn av fordamping.

Ved fortynning av avdampnet, oppsluttet prøvemateriale ble ikke prøvene tatt ut av avtrekket under avkjølingen. Fortynningsvæska ble tilført med syrevaskede pipetter hvoretter

prøvematerialet ble helt direkte over i syrevaskede polyetylenflasker med tette lokk. Prøvene ble oppbevart i kjølerom til analyse ble foretatt.

Usikkerhet i resultatene fra analyse på GF-AAS består av en tilfeldig del og en systematisk del. Tilfeldige feil kan registreres som avvik i absorpsjonsverdiene i parallelle målinger. En enkel metode å overvåke den systematiske feilen på er å måle konsentrasjonen av kjente prøver. Systematiske feil kan registreres ved at verdiene på en kjent prøve endrer seg med jevnt stigende eller nedadgående trender under kjøringen. Det ble ikke registrert klare tendenser for systematiske feil under målingene i oppgaven.

Tilfeldige feil for kadmium og kobber var ikke store, da de tre parallelle målingene på hver prøve viste lite avvik i absorpsjonsverdiene. For kadmium var høyeste prosentavvik på 4.04% (prøve 7 nedstrøms). Dette utgjør et avvik i konsentrasjon på ± 0.009 mg/kg. For kobber ble det observert et prosentavvik på 1.53% (prøve 9 oppstrøms). Dette utgjør et avvik i konsentrasjon på ± 0.08 mg/kg. For bly var den tilfeldige feilen stor på grunn av den lave absorpsjonsverdien.

For å få et mest mulig korrekt analyseresultat, bør bakgrunnsstøyen reduseres til et lavest mulig nivå. I og med at matrix modifier og plattform ble benyttet ved analyse av Pb og Cd ble bakgrunnsstøyen redusert til et minimalt nivå. Ved analyse av Cu var ikke bakgrunnsstøy problematisk selv uten bruk av matrix modifier og plattform på grunn av den høye atomiseringstemperaturen.

4.6 Sammenligning med tungmetallinnhold i Ogna

I Ogna er bakgrunnskonsentrasjonene av kobber, bly og kadmium svært lave (Reitan 1998). Målingene i oppgaven viste at konsentrasjonen i muskelvevet fra muslingene bare var litt forhøyet i forhold til bakgrunnskonsentrasjonen i Ogna.

Ettersom konsentrasjonene av kobber, bly og kadmium i muskelvev fra elvemusling innsamlet oppstrøms og nedstrøms for fyllplassen ikke varierte vesentlig tyder det på at elvemuslingen i Ogna er lite påvirket av forurensning fra Tranamarka fyllplass, når det gjelder disse tre metallene.

Store jordbruksarealer grenser til elva Ogna. Gjødning av jordbruksarealene kan være en mulig kilde til forurensning av tungmetaller.

4.7 Videre arbeid

Ettersom elvemuslingen er en truet art, kunne det vært av interesse å undersøke bestandsutviklingen i Ogna med hensyn på alder og tilvekst.

Muslingen lever et obligatorisk stadium som parasitt på gjellene til en passende vertsfisk. Det bør være av interesse å finne hvilken vertsfisk som foretrekkes i Ogna, og om antall vertsfisk er stort nok til å opprettholde bestanden av elvemusling.

Etter å ha observert forskjell i konsistens i muskelvev hos muslinger oppstrøms og nedstrøms kan dette være et tema å arbeide videre med. Ettersom antall perler i muslingene nedstrøms

var høyere og av annet utseende enn oppstrøms kan det være av interesse å undersøke om dette kan ha noen sammenheng med konsistensen i muskelvevet.

Det kunne også ha vært av interesse å analysere på andre metaller som for eksempel aluminium.

Korrelasjon mellom akkumulering av kobber, kadmium og bly er ikke analysert i denne oppgaven. Dette kan være av interesse for andre å gå videre med.

5 Konklusjon

Etter å ha utviklet metode og analysert ved hjelp av atomabsorpsjon spektrofotometer med grafittovn, ble innholdet av bly, kobber og kadmium i muskelvev fra elvemusling *Margaritifera margaritifera* L. bestemt. Analysene ble utført i forbindelse med Tranamarka avfallsplass i Steinkjer kommune i Nord-Trøndelag. Avfallsplassen ligger ved elva Ognå. Det ble analysert på tungmetallinnholdet i 10 individer oppstrøms og 10 individer nedstrøms for avfallsplassen. Dette ble gjort for å undersøke om det var påviselig sammenheng mellom habitat og tungmetallinnhold i muslingen.

Det ble funnet at verdiene av bly, kobber og kadmium i muskelvev fra elvemusling hentet oppstrøms og nedstrøms for Tranamarka fyllplass ikke varierte vesentlig. Middelerdi for kadmium oppstrøms ble funnet å være 0.35 mg/kg, og nedstrøms 0.33 mg/kg tørrvekt. For kobber ble middelerdi oppstrøms funnet å være 3.21 mg/kg, og nedstrøms 3.94 mg/kg tørrvekt. For bly ble middelerdi oppstrøms funnet å være 0.18 mg/kg og nedstrøms 0.15 mg/kg tørrvekt.

Innholdet av bly, kobber og kadmium i vannet i Ognå viser lavere konsentrasjoner enn i elvemusling. Dette tyder på at muskelvev i elvemusling akkumulerer disse tungmetallene.

Ettersom konsentrasjonene av kobber, bly og kadmium i muskelvev fra elvemusling innsamlet oppstrøms og nedstrøms for fyllplassen ikke varierte vesentlig, tyder det på at elvemuslingen i Ognå er lite påvirket av forurensning av kobber, bly og kadmium fra Tranamarka fyllplass.

Resultatene fra denne undersøkelsen tilsier at bruk av atomabsorpsjon spektrofotometer med grafittovn for analyse av kobber-, bly- og kadmiuminnhold i biologisk materiale kan anbefales. Metoden kan benyttes ved analyse av svært små konsentrasjoner og med lite prøvevolum.

Referanseliste

- Ballentyne, B., Marrs, T. & Turner, P. (1995). General & Applied Toxicology Abridged edition. The Macmillan Press Ltd. Side 132.
- Birgersen, B., Sterner, O., Zimerson, E. (1987). Kjemisk helsefare, toksikologi i kjemisk perspektiv. Yrkeslitteratur as. Side 271, 274.
- Butcher, D. J. (1998). A Practical Guide to Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry, A Wiley Interscience Publication. John Wiley & Sons, Inc.
- Chapple, G., Athanasopailos, M. (1991). System 2000/3000 Graphite Furnace Methods Manual. GBC Scientific Equipment Pty Ltd.
- Christian, D. G., O'Reilly, E. J. (1986). Instrumental Analyses. Second edit. Prentice Hall, Englewood Cliffs, New Jersey 07632.
- Eriksson, M. O. G., Henrikson, L. & Oscarson, H. G. (1983). Flodpärlmusslan i Sjuhäradsbygden. Sjuhärads natur 4: 58-63.
- GBC 904/905/906/908/909 Atomic Absorption Spectrophotometers Operation manual (1993). GBC Scientific Equipment Pty Ltd.
- Gundersen, M., Veie, R. M. (1998). Laboratoriekurs i instrumentell analyse S235. Høgskolen i Nord-Trøndelag, avdeling ingeniørutdanningen.
- Henry, E. (1995). Toxicity and Environmental Effects of Disposal of Contaminated Zebra Mussels. Zebra Mussel Research Technical Note ZMR-1-26 March 1995 USAE Waterways Exp. Station, Vicksburg MS.
- Hermansen, K. H. (1996). Bestemmelse av ioner i jord og sigevann fra jord forurenset av tungmetaller. Institutt for fysikalsk kjemi, Fakultet for kjemi og kjemisk teknologi, NTH, Trondheim.
- Larsen, B. M. (1997). Elvemusling (*Margaritifera margaritifera* L.), litteraturstudie med oppsummering av nasjonal og internasjonal kunnskapsstatus. NINA.
- Lierhagen, S. (1999). NINA, samtale.
- Metcalf, E. (1987). Atomic Absorption and Emission Spectroscopy, Analytic chemistry by open learning. Side 137-139, 143-150.
- Mutvei, H. & Dunca, E. (1995). Struktur och tilväxt av flodpärlmusselskal i relation till miljöförändringar. Side 59-70 i Flodpärlmusslan i tvärvetenskaplig belysning. Rapport fra seminar om elvemusling i Jokkmokk august 1992. Åjtte, svenskt fjäll- och samemuseum, Duoddaris 7.
- Naimo, T. J. (1995). Ecotoxicology Vol.4, nr.6, Des. 1995. Side 341-362.

Nybraaten, G., Ingebrigsten, M. & Tingvoll, J. T. (1984). Laboratoreiarbeid 4, Instrumentelle analyser. Universitetsforlaget.

Pedersen, H. C., Nygård, T., Myklebust, I. & Sæter, M. (1991). Metallbelastninger i lirype. NINA Oppdragsmelding 71. Side 6.

→ Reitan, H. K. (1998). Prosjekt 87/80 Prøvetaking ved Tranamarka avfallsplass. Oppsummerende vurdering av analyseresultater 1997. Miljø-service Trøndelag AS.

Statens kartverk (1996b). Grunnlagskart N-50.

○ Tatem, H. E. (1994). Bioaccumulation of Contaminants by Zebra Mussels, Zebra Mussel Research Technical Note ZMR-1-16, May 1994. USAE Waterways Exp. Station, Vicksburg MS.

Vedleggsliste

Vedlegg nr. 1	Utstysrliste.	s. 1
Vedlegg nr. 2	Lengde og vekt på muslingene samt konsentrasjoner av kadmium, bly og kobber.	s. 3
Vedlegg nr. 3a	Standardkurve for kadmium og utskrifter fra analysen.	s. 4
Vedlegg nr. 3b	Standardkurve for kobber og utskrifter fra analysen.	s. 8
Vedlegg nr. 3c	Standardkurve for bly og utskrifter fra analysen.	s. 14

VEDLEGG NR 1

Utstyrliste.

Liste over utstyr som ble brukt i oppgaven samt oppskrift på tillaging av 6M HNO₃ og 0.1M HNO₃

S: Utstyr som må syrevaskes

Utstyr til syrevask:

- | | | |
|---|----------------------------------|-----------------------------------|
| S | 1) Begerglass | avhengig av antall pipettespisser |
| | 2) 6M HNO ₃ | vaskesyre |
| S | 3) Spruteflaske | |
| | 4) Parafilm | |
| | 5) Poser | |
| | 6) Destillert vann | |
| | 7) Tørkeskap | |
| S | 8) Lav glasskål 15 cm i diameter | til dissekering av muslinger |
| | 9) Plastbestikk og plastpinsett | til dissekering av muslinger |

Utstyr til oppslutning og inndamping:

- | | | |
|---|---------------------------------------|-----------------|
| S | 1) Erlendmeyerkolbe | 50 ml |
| | 1) HNO ₃ | 65 % Scan Pure |
| | 2) Sandbad | til oppslutning |
| S | 3) Begerglass | |
| | 4) Automatpipette/pipettespisser 5 ml | |

Utstyr til fortynning:

- | | | |
|---|----------------------|---------------------------------|
| | 1) HNO ₃ | 0.1M Scan Pure |
| S | 2) Plastflaske | 100/500 ml - til 0.1M Scan Pure |
| | 3) Pipetter | 25 og 50 ml |
| S | 4) Polyetylenflasker | 50 ml, husk merking |

Utstyr til tillaging av 6M/0.1M HNO₃:

- | | | |
|---|----------------------------|-------|
| S | 1) Målekolbe | 1 L |
| S | 2) målesylinder (til syra) | 0.5 L |

Utstyr til tillaging av standarder:

- | | | |
|---|----------------------|--------------|
| S | 1) Målekolber | |
| | 2) Pipettespisser | små - blanke |
| S | 3) Polyetylenflasker | 100 ml |

Utstyr til grafittovn:

- 1) Grafittovnkopper
- S 2) Kopp til blank
- S 3) Kopp til modifier

6M HNO₃: Hell litt destillert vann i syrevasket målekolbe (1L). Hell i 415 ml HNO₃ 65 % Scan Pure. Fyll opp til merket med destillert vann. Rist kolben godt før den fylles helt opp. Til 6M vaskesyre brukes vanlig syre; målekolbe og målesylinder behøver da ikke syrevaskes.

0.1M HNO₃: Ta ca 5 dl destillert vann i en 1 L syrevasket målekolbe. Tilsett 6.9 ml HNO₃ 65 % Scan Pure. Rist godt og fyll opp til merket med destillert vann. Rist kolben godt igjen.

VEDLEGG NR 2

Lengde og vekt på muslingene samt konsentrasjonene av kadmium, bly og kobber.

Lengde, vekt og konsentrasjoner er oppgitt for 10 muslinger oppstrøms og 10 nedstrøms.

OPPSTRØMS

Lengde på musling / cm	Vekt på muskel / g tørrvekt	Konsentrasjon Cd / mg/kg tørrvekt	Konsentrasjon Pb / mg/kg tørrvekt	Konsentrasjon Cu / mg/kg tørrvekt
12.8	0.4412	0.29	0.31	2.21
10.7	0.2141	0.34	0.34	3.23
11.0	0.2598	0.33	0.22	2.59
12.4	0.2598	0.24	0.08	1.87
11.0	0.3000	0.34	0.05	2.43
11.3	0.3312	0.52	0.10	2.66
11.0	0.2227	0.58	0.09	6.40
11.7	0.1925	0.40	0.27	2.69
10.6	0.2770	0.30	0.14	4.98
12.0	0.2659	0.16	0.16	3.05

10,6-12,8

NEDSTRØMS

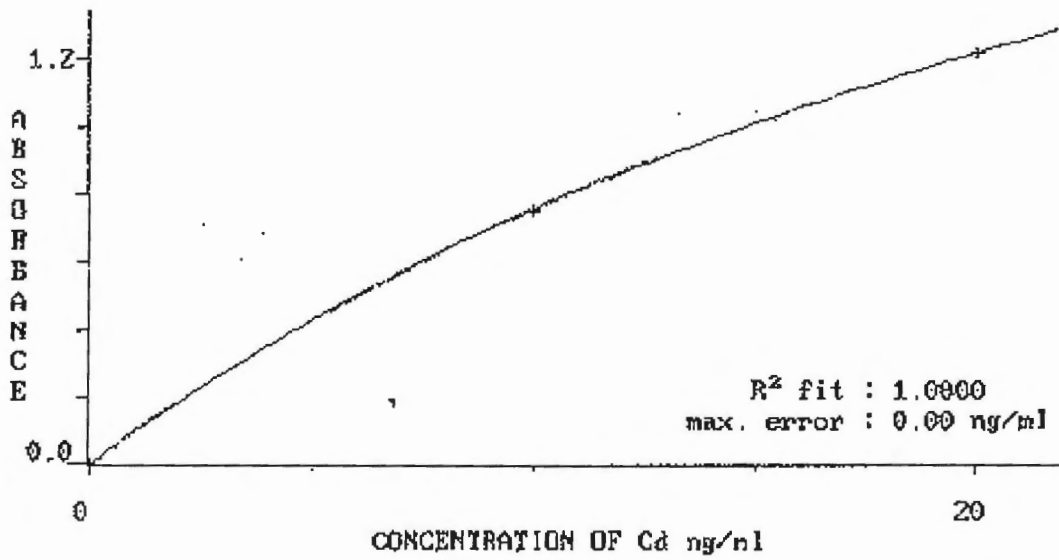
Lengde på musling / cm	Vekt på muskel / g tørrvekt	Konsentrasjon Cd / mg/kg tørrvekt	Konsentrasjon Pb / mg/kg tørrvekt	Konsentrasjon Cu / mg/kg tørrvekt
11.0	0.2406	0.48	0.00	4.98
10.7	0.2299	0.23	0.02	3.24
10.8	0.2132	0.22	0.21	2.07
10.5	0.2530	0.41	0.18	5.59
10.6	0.2089	0.31	0.00	4.90
10.5	0.1887	0.35	0.00	3.77
11.0	0.2418	0.22	0.05	2.47
10.0	0.2127	0.53	0.48	4.89
10.9	0.1952	0.23	0.30	3.34
10.6	0.2103	0.27	0.24	4.11

10,0-11,0

VEDLEGG NR 3a

Standardkurve for kadmium og utskrifter fra analysen.

Analysen er foretatt på atomabsorpsjon spektrofotometer med grafittovn.



Høgskolen i Nord-Trøndelag

Ingeniørutdanningen

 Program No. 1 12:16:23 pm 12-Mar-1999
 Calibration Mode Conc. Least Squares Measurement Mode Peak Area
 Starting Recal Cd HNO3/vann

Sample Type	Conc. ng/ml	%RSD	Mean Abs.	Replicates		
Blank	0.00	-----	-0.009	-0.012	-0.002	-0.012
Standard 1	10.00	1.39	0.660	0.650	0.663	0.666
Standard 2	20.00	1.51	1.049	1.039	1.067	1.040
PRD-001	2.79 2,55	13.80	0.226	0.261 ²	0.216	0.201
PRD-002	4.21 2,94	High	0.327	0.235	0.241	0.505
PRD-003	3.39	2.51	0.270	0.263	0.276	0.272
PRD-004	2.49	0.10	0.204	0.204	0.204	0.204
PRD-005	4.13	1.92	0.321	0.314	0.326	0.323
PRD-006	19.01	2.04	1.018	1.006	1.005	1.042
PRD-007	-0.33	High	-0.030	0.002	-0.045	-0.047
PRD-008	6.92	1.81	0.496	0.486	0.504	0.499
PRD-009	5.14	0.77	0.388	0.385	0.391	0.390
PRD-010	3.05	0.76	0.246	0.248	0.245	0.244
PRD-011	3.31	1.40	0.264	0.260	0.266	0.267
PRD-012	1.70	3.77	0.143	0.142	0.149	0.138
PRD-013	19.24	2.65	1.025	0.995	1.032	1.048
PRD-014	-0.11	High	-0.009	0.018	-0.024	-0.023
PRD-015	4.62	2.62	0.354	0.345	0.363	0.355
PRD-016	2.15	5.44	0.178	0.189	0.173	0.172
PRD-017	1.89	4.15	0.158	0.154	0.166	0.155
PRD-018	4.14	0.52	0.323	0.321	0.323	0.324
PRD-019	2.59	3.49	0.211	0.219	0.205	0.209
PRD-020	19.15	3.09	1.022	0.988	1.030	1.049
PRD-021	-0.17	High	-0.015	0.003	-0.035	-0.013
PRD-022	2.62	2.77	0.214	0.216	0.218	0.207
PRD-023	2.11	4.04	0.175	0.182	0.174	0.168
PRD-024	4.53	1.31	0.348	0.343	0.350	0.352
PRD-025	1.77	2.49	0.149	0.152	0.150	0.144
PRD-026	1.83 2,31	High	0.153	-0.078	0.188	0.192
PRD-027	10.89	High	0.703	0.497	0.948	0.664
PRD-028	-0.28	High	-0.025	0.006	-0.040	-0.041

4:41 pm

-0.28

0.0

6

20

Results

Sample	Replicates	Mean	%RSD	Conc.
PRO-021	3	-0.015	HIGH	-0.17
PRO-022	3	0.214	2.77	2.62
PRO-023	3	0.175	4.04	2.11
PRO-024	3	0.348	1.31	4.53
PRO-025	3	0.149	2.49	1.77
√PRO-026	2	0.190	1.53	2.31
PRO-027	3	0.703	HIGH	10.89
PRO-028	3	-0.025	HIGH	-0.28

4:39 pm

-0.28

0.0

6

20

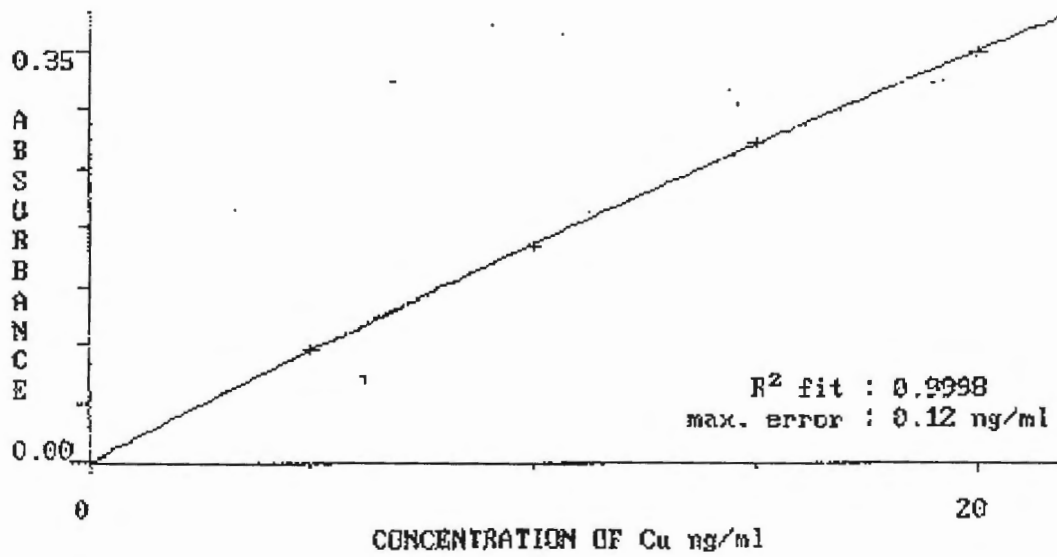
Results

Sample	Replicates	Mean	%RSD	Conc.
✓ PRO-001	2	0.209	4.80	2.55
✓ PRO-002	2	0.238	1.84	2.94
PRO-003	3	0.270	2.51	3.39
PRO-004	3	0.204	0.10	2.49
PRO-005	3	0.321	1.92	4.13
PRO-006	3	1.018	2.04	19.01
PRO-007	3	-0.030	HIGH	-0.33
PRO-008	3	0.496	1.81	6.92

VEDLEGG NR 3b

Standardkurve for kobber og utskrifter fra analysen.

Analysen er foretatt på atomabsorpsjon spektrofotometer med grafittovn.



Sample Type	Conc. ng/ml	%RSD	Mean Abs.	Replicates		
Blank	0.00	-----	0.016	0.016	0.016	0.015
Standard 1	5.00	0.61	0.098	0.097	0.098	0.096
Standard 2	10.00	0.45	0.187	0.186	0.187	0.187
Standard 3	15.00	0.67	0.276	0.274	0.277	0.277
Standard 4	20.00	0.18	0.354	0.353	0.354	0.353
PRD-001	19.51	0.43	0.347	0.347	0.345	0.348
PRD-002	Error	0.08	0.449	0.449	0.450	0.449
PRD-002	Dilution Factor = 0.50					
	27.70	0.32	0.255	0.255	0.256	0.254
PRD-003	Error	0.22	0.433	0.435	0.433	0.433
PRD-003	Dilution Factor = 0.50					
	26.92	1.43	0.248	0.252	0.245	0.248
PRD-004	19.46	0.85	0.346	0.349	0.344	0.344
PRD-005	Error	0.27	0.463	0.463	0.464	0.462
PRD-005	Dilution Factor = 0.50					
	29.10	0.76	0.266	0.269	0.266	0.265
PRD-006	3.72	-----	0.073	0.073		
PRD-006	19.10	4.51	0.340	0.323	0.350	0.349
PRD-007	3.51	7.27	0.069	0.075	0.066	0.066
PRD-008	Error	0.65	0.540	0.536	0.542	0.543
PRD-008	Dilution Factor = 0.50					
	35.27	0.13	0.317	0.317	0.317	0.317
PRD-009	57.85	0.54	0.766	0.764	0.771	0.764
PRD-009	Dilution Factor = 0.50					
	56.77	1.56	0.466	0.474	0.460	0.465
PRD-009	Dilution Factor = 0.25					
	56.99	0.69	0.261	0.263	0.261	0.260
PRD-010	21.28	0.48	0.374	0.375	0.372	0.376

Program No. 1
 Calibration Mode Conc. Least Squares
 Starting Recal Cu HNO₃/Vann
 5:05:52 am 13-Mar-1999
 Measurement Mode Peak Area

Sample Type	Conc. ng/ml	%RSD	Mean Abs.	Replicates
Standard 1	5.00	-----	0.098	
Standard 2	10.00	-----	0.187	
Standard 3	15.00	-----	0.276	
Standard 4	20.00	-----	0.354	

Rescale Cu HNO3/vann

Sample Type	Conc. ng/ml	%RSD	Mean Abs.	Replicates
Rescale-Blank	0.00	-----	0.025	0.025 0.026 0.023
Rescale-Std. 2	10.00	0.77	0.184	0.183 0.185 0.185
PRD-010	20.68	0.90	0.360	0.360 0.363 0.357
PRD-011	Error	0.61	0.742	0.737 0.746 0.743
PRD-011	Dilution Factor = 0.50			
	Error	1.44	0.450	0.444 0.451 0.457
PRD-011	Dilution Factor = 0.25			
	55.20	1.53	0.251	0.255 0.248 0.249
PRD-012	Error	0.82	0.502	0.506 0.502 0.498
PRD-012	Dilution Factor = 0.50			
	32.44	0.20	0.290	0.290 0.291 0.290
PRD-013	19.57	1.49	0.343	0.342 0.338 0.348
PRD-014	4.56	1.43	0.088	0.088 0.089 0.087
PRD-015	Error	0.35	0.674	0.672 0.675 0.676
PRD-015	Dilution Factor = 0.50			
	Error	0.78	0.403	0.406 0.400 0.403
PRD-015	Dilution Factor = 0.25			
	47.88	0.47	0.220	0.220 0.221 0.219
PRD-016	Error	0.14	0.472	0.473 0.471 0.472
PRD-016	Dilution Factor = 0.50			
	29.78	0.61	0.269	0.269 0.270 0.267
PRD-017	17.66	0.67	0.313	0.311 0.313 0.315
PRD-018	Error	0.59	0.772	0.767 0.771 0.776
PRD-018	Dilution Factor = 0.50			
	Error	0.20	0.459	0.460 0.458 0.460
PRD-018	Dilution Factor = 0.25			
	56.61	0.21	0.256	0.256 0.256 0.257
PRD-019	Error	0.25	0.603	0.602 0.601 0.604
PRD-019	Error	0.37	0.608	0.607 0.607 0.611
PRD-019	Dilution Factor = 0.50			
	40.92	0.44	0.357	0.358 0.355 0.356

Sample Type	Conc. ng/ml	%RSD	Mean Abs.	Replicates
Standard 1	5.00	-----	0.096	
Standard 2	10.00	-----	0.184	
Standard 3	15.00	-----	0.272	
Standard 4	20.00	-----	0.349	

Scale Cu HNO3/vann

Sample Type	Conc. ng/ml	%RSD	Mean Abs.	Replicates
Scale-Blank	0.00	-----	0.032	0.034 0.032 0.030
Scale-Std. 2	10.00	1.49	0.183	0.186 0.182 0.181
RD-020	19.90	1.15	0.346	0.342 0.350 0.345
RD-021	1.94	8.90	0.038	0.041 0.037 0.035
RD-022	Error	1.27	0.453	0.457 0.455 0.446
RD-022	Dilution Factor = 0.50			
	28.44	0.73	0.256	0.255 0.255 0.258
RD-023	Error	0.32	0.396	0.396 0.395 0.397
RD-023	Dilution Factor = 0.50			
	23.88	1.12	0.218	0.221 0.216 0.217
RD-024	Error	0.88	0.620	0.615 0.618 0.626
RD-024	Dilution Factor = 0.50			
	41.59	1.08	0.359	0.364 0.358 0.356
RD-025	Error	1.11	0.426	0.422 0.426 0.431
RD-025	Dilution Factor = 0.50			
	26.10	1.43	0.236	0.240 0.234 0.235
RD-026	Error	0.58	0.538	0.536 0.536 0.541
RD-026	Dilution Factor = 0.50			
	34.57	0.71	0.305	0.308 0.303 0.305
RD-027	20.00	1.02	0.347	0.343 0.350 0.349
RD-028	2.01	8.42	0.039	0.043 0.038 0.036
RD-029	3.77	0.84	0.073	0.073 0.072 0.073

PRO-005		3	0.463	0.27	Error
PRO-005	D=0.50	3	0.266	0.76	29.10
PRO-006		1	0.073	-----	3.72
PRO-006		3	0.340	4.51	19.10
PRO-007		3	0.069	7.27	3.51
PRO-008		3	0.540	0.65	Error
PRO-008	D=0.50	3	0.317	0.13	35.27
PRO-009		3	0.766	0.54	Error

		Readings	
PRO-009	0.764	0.771	0.764

F1-Help
Cursor-Select

F2-Graphics

F3-Cal. Graph

F7-Menu
Enter-Edit

F10-Start/Stop
Esc-Exit

Results					
Sample		Replicates	Mean	%RSD	Conc.
PRO-009		3	0.766	0.54	Error
PRO-009	D=0.50	3	0.466	1.56	Error
PRO-009	D=0.25	3	0.261	0.69	56.99
PRO-010		3	0.374	0.48	21.28
Starting Cu					
Standard 1		---	0.098	----	5.00
Standard 2		---	0.187	----	10.00
Standard 3		---	0.276	----	15.00

Readings

F1-Help
Cursor-Select

F2-Graphics

F3-Cal. Graph

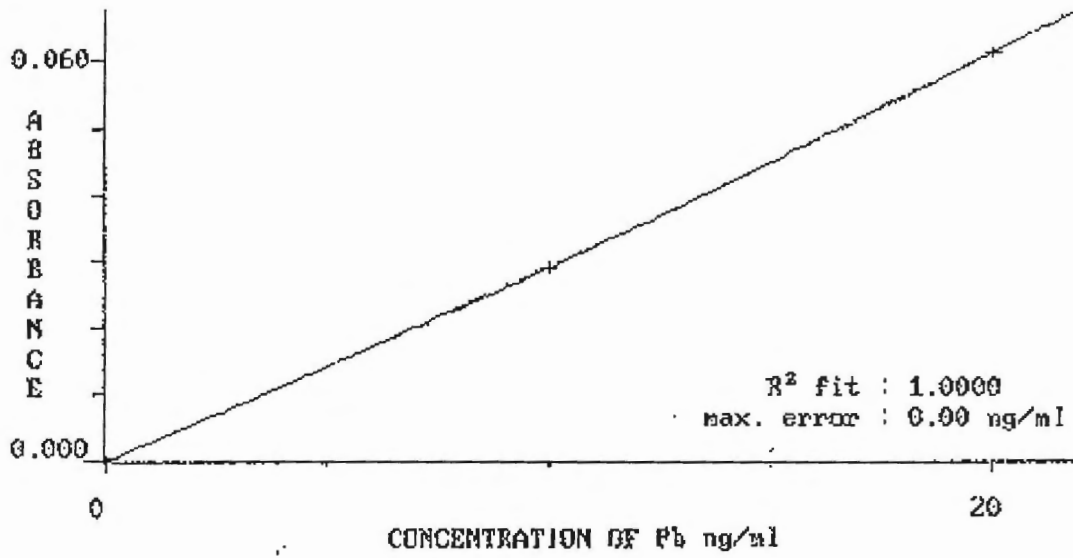
F7-Menu
Enter-Edit

F10-Start/Stop
Esc-Exit

VEDLEGG NR 3c

Standardkurve for bly og utskrifter fra analysen.

Analysen er foretatt på atomabsorpsjon spektrofotometer med grafittovn.



Høgskolen i Nord-Trøndelag

Ingeniørutdanningen

Program No. 1 9:59:01 pm 17-Mar-1999
 Calibration Mode Conc. Least Squares Measurement Mode Peak Area
 Starting Recal Pb HNO3/vann

Sample Type	Conc. ng/ml	%RSD	Mean Abs.	Replicates		
Blank	0.00	-----	-0.003	-0.000	-0.004	-0.004
Standard 1	10.00	6.71	0.027	0.025	0.028	0.027
Standard 2	20.00	4.61	0.056	0.053	0.056	0.058
RD-001	2.07	High	0.005	0.006	0.008	0.002
RD-002	2.92	9.69	0.007	0.007	0.007	0.008
RD-003	2.28	12.30	0.006	0.007	0.005	0.005
RD-004	0.80	High	0.002	0.003	-0.000	0.003
RD-005	0.55	High	0.001	0.001	0.003	0.000
RD-006	19.51	10.73	0.054	0.048	0.057	0.058
RD-007	1.05	-----	0.003	0.003		

Reskalert!

Høgskolen i Nord-Trøndelag

Ingeniørutdanningen

Program No. 1 11:27:05 pm 17-Mar-1999
 Calibration Mode Conc. Least Squares Measurement Mode Peak Area
 Printing Pb HNO3/vann

Sample	Conc. ng/ml	%RSD	Mean Abs.	Replicates
Standard 1	10.00	-----	0.027	
Standard 2	20.00	-----	0.056	

Scale Pb HNO3/vann

Sample	Conc. ng/ml	%RSD	Mean Abs.	Replicates
Scale-Blank	0.00	-----	-0.002	-0.003 -0.003 -0.000
Scale-Std. 2	20.00	2.60	0.056	0.057 0.058 0.055
D-006	21.16	2.76	0.060	0.059 0.059 0.062
D-007	1.03	High	0.003	0.004 0.000 0.003
D-008	1.27	High	0.003	0.001 0.004 0.004
D-009	0.84	High	0.002	0.004 0.001 0.002
D-010	2.07	12.76	0.005	0.006 0.006 0.005
D-011	1.57	High	0.004	0.006 0.005 0.001
D-012	0.96	High	0.002	-0.001 0.004 0.005
D-013	20.48	3.02	0.058	0.057 0.057 0.060
D-014	<u>4.68</u>	<u>7.28</u>	<u>0.012</u>	0.013 0.012 0.012
D-015	0.02	High	0.000	-0.001 -0.002 0.003
D-016	0.22	High	0.001	0.002 -0.001 0.001
D-017	-0.04	High	-0.000	-0.001 0.003 -0.002

skilene og for...

Høgskolen i Nord-Trøndelag

Ingeniørutdanningen

Jeg har burt
replicat 1

Program No. 1 1:34:02 am 18-Mar-1999
 Calibration Mode Conc. Least Squares Measurement Mode Peak Area
 Printing Pb HNO3/vann

Sample Type	Conc. ng/ml	%RSD	Mean Abs.	Replicates
Standard 1	10.00	-----	0.027	
Standard 2	20.00	-----	0.056	

Scale Pb HNO3/vann

Sample Type	Conc. ng/ml	%RSD	Mean Abs.	Replicates
Scale-Blank	0.00	-----	0.000	-0.001 0.001 0.001
Scale-Std. 2	20.00	0.26	0.062	0.062 0.062 0.062
RD-017	1.80	High	0.005	0.006 0.004 0.006
RD-018	1.79	High	0.005	0.006 0.006 0.003
RD-019	0.12 0.002	High	-0.000	0.001 -0.005 0.003
RD-020	20.92	1.10	0.065	0.065 0.066 0.064
RD-021	0.61	High	0.002	0.002 0.002 0.001
RD-022	1.17	High	0.003	0.019 -0.004 -0.005
RD-023	-1.01	High	-0.003	-0.002 -0.003 -0.003
RD-024	3.07	4.38	0.009	0.008 0.008 0.009
RD-025	1.16	High	0.003	0.005 0.003 0.002