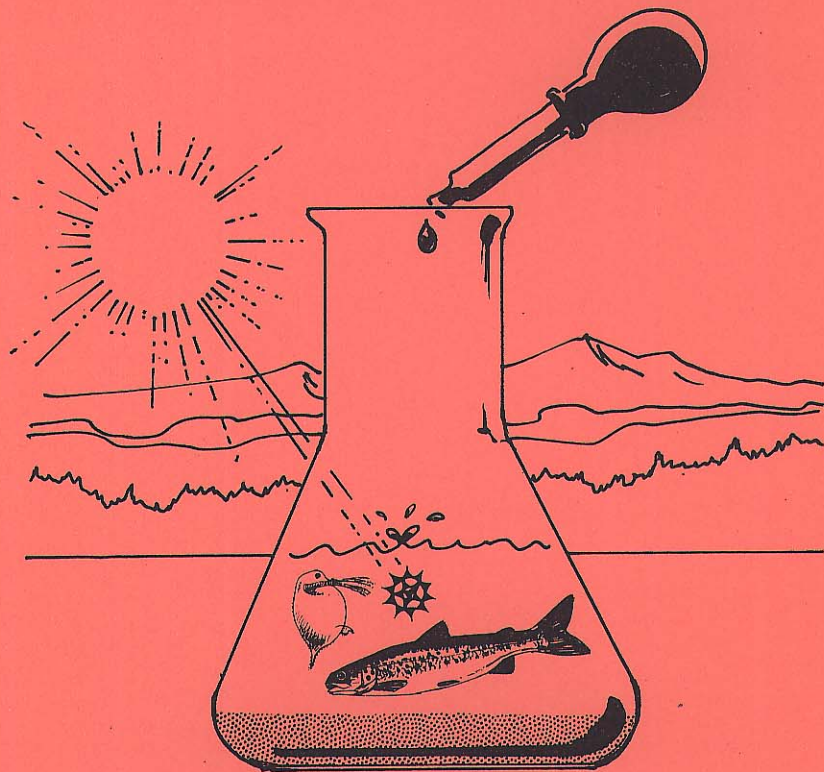




O-90223

Kjemisk/biologisk karakterisering av avløpsvann fra Norsk Hydro A.S. Rafnes



NIVA – RAPPORT

Norsk institutt for vannforskning  NIVA

Hovedkontor Postboks 69, Korsvoll 0808 Oslo 8 Telefon (02) 23 52 80 Telefax (02) 39 41 89	Sørlandsavdelingen Televeien 1 4890 Grimstad Telefon (041) 43 033 Telefax (041) 43 033	Østlandsavdelingen Rute 866 2312 Ottestad Telefon (065) 76 752 Telefax (065) 78 402	Vestlandsavdelingen Breiviken 5 5035 Bergen-Sandviken Telefon (05) 95 17 00 Telefax (05) 25 78 90
--	---	--	--

Prosjektnr.: 0-90223

Undernummer:

Løpenummer:

2549

Begrenset distribusjon:

Rapportens tittel:

Kjemisk/Biologisk karakterisering av avløpsvann
fra Norsk Hydro A.S. Rafnes

Dato:

02.04.91

Prosjektnummer:

0-90223

Forfatter (e):

Torsten Källqvist

Faggruppe:

Analyse

Geografisk område:

Telemark

Antall sider (inkl. bilag):

64

Oppdragsgiver:

Norsk Hydro Rafnes

Oppdragsg. ref. (evt. NTNf-nr.):

J.H. Eriksen

En karakterisering av utgående avløpsvann etter rensing fra Norsk Hydro Rafnes VCM-fabrikk er gjennomført. Programmet omfattet kjemisk og biologisk karakterisering (toksisitet og nedbrytbarhet) av prøver tatt over en arbeidsuke, 5-9/11 1990. Avløpsvannet hadde et høyt innhold av uorganiske salter. Konsentrasjonen av organiske karbonforbindelser var tilsvarende utslipp fra kommunale reseanlegg. 75-80% av disse ble brutt ned i løpet av 4 uker. AOX oppgikk til 6.5 mg/l og EOX til 0.14 mg/l. Mesteparten av dette var flyktige forbindelser. Toksiske effekter på alger ble påvist ned til ca. 3% konsentrasjon. Årsaken til gifteffektene kan ikke utleses av den kjemiske karakteriseringen.

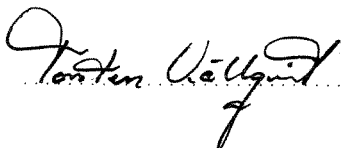
4 emneord, norske:

1. Industriavløpsvann
2. Kjemisk industri
3. Økotoksikologi
4. Biologisk nedbrytbarhet

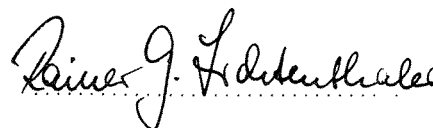
4 emneord, engelske:

1. Industrial waste water
2. Chemical industry
3. Ecotoxicology
4. Biological degradation

Prosjektleder:



For administrasjonen:



ISEN 82-577-1865-3

Norsk Institutt for Vannforskning

O-90223

KJEMISK/BIOLOGISK KARAKTERISERING AV
AVLØPSVANN
FRA
NORSK HYDRO A.S.
RAFNES

u.
u.
u. på ...
tilsvarende ...
ned i ...
Mestparten ...
alger ...
giftstoffer

4 em.

1. ...

Prosjektleder: Torsten Källqvist, NIVA

1. ...

Medarbeidere: ...

NIVA

Harry Efraimssen

Magne Grande

Randi Romstad

SI

Berit Holestøl

Bjørn Berg

Oddvar Ringstad

Finn Egil Nordahl

FORORD

NIVA har mottatt en forespørsel fra Norsk Hydro A.S. Rafnes om program for økotoksikologisk testing av avløpsvann fra VCM-fabrikken i Rafnes. Et programforslag ble oversendt 15 februar 1990. Etter konsultasjoner med Statens Forurensingstilsyn ble programmet revidert og oversendt 23 juli 1990. Avtale om utførelse ble inngått 19 november 1990.

Den økotoksikologiske karakteriseringen, som omfatter kjemiske analyser og biologiske tester av en avløpsvannprøve tatt i november 1990 ble utført av NIVA i samarbeid med Senter for Industrieforskning (SI).

Rafnes

Metartu

NIVA

INNHALDSFORTEGNELSE

1. Materiale og metoder		4
1.1. Beskrivelse av anlegg		4
1.2 Prøvetaking		4
1.3 Prøvebehandling		4
1.4 Test-og analyseprogram		4
2. Resultat		6
2.1. Kjemisk karakterisering		6
2.2. Bioakkumuleringspotensiale		7
2.3. Toksisitet		7
2.4. Nedbrytbarhet		9
2.5. Kjemisk karakterisering etter nedbrytning		10
2.6 Toksisitet etter nedbrytning		10
3. Kommentarer		11
4. Referanser		12
APPENDIKS 1	Priority pollutants	13
APPENDIKS 2	AOX	32
APPENDIKS 3	EOX	35
APPENDIKS 4	Bioakkumulerbarhet	38
APPENDIKS 5	Toksisitet, alger	45
APPENDIKS 6	Toksisitet, dafnier	55
APPENDIKS 7	Toksisitet, laks	58
APPENDIKS 8	Nedbrytbarhetstester	61

1. Materiale og metoder

1.1. Beskrivelse av anlegg

VCM (Vinyl Chloride Monomer) fabrikken på Rafnes har en kapasitet på 460000 tonn VCM pr. år. Råstoff for VCM-produksjonen er klor og eten.

Mellomproduktet EDC (1,2-dikloretan) produseres i to forskjellige produksjonslinjer. VCM dannes ved cracking av EDC.

Avløpsvannet fra VCM-fabrikken går gjennom flere trinn i renseanlegget. Primærbehandlingen består av pH-justering, dekomponering av natriumhypokloritt og stripping av komponenter med kokepunkt under 100 °C. Sekundærbehandlingen består av kjemisk og biologisk rensing. Om nødvendig kan et kullfilter kobles inn som siste trinn.

1.2. Prøvetaking

En blandprøve fra utløp fra renseanlegg ble tatt med proporsjonalprøvetaker i perioden 5. 11 - 9.11. 1990. For hvert døgn ble det tatt ut 20 l avløpsvann på plastdunker (polyetylen) og glassflasker. Prøvene ble oppbevart i kjølerom inntil de ble transportert til NIVA 13.11. Vannføringen i avløpsstrømmen ble registrert kontinuerlig i prøvetakingsperioden.

1.3. Prøvebehandling

Døgnprøvene ble blandet til en ukeprøve i forhold til de daglige vannføringsmålingene. Vannføringen og blandingsforholdet fremgår av tabell 1. Blandningen skjedde i en beholder av rustfritt stål, som på forhånd var rensset med aceton og destillert vann. Vann til toksisitetstesten med fisk ble blandet fra plastkannene. Til øvrige tester og analyser ble vann fra glassflaskene benyttet.

For analyser som ikke ble startet umiddelbart ble delprøver konserverert i henhold til respektive standardprosedyre.

Tabell 1. Vannføring ved prøvetakingspunktet, og blandingsforhold for ukeblandprøven.

Dato:	5/11	6/11	7/11	8/11	9/11	m.v.
Vannføring m ³ /d	828	897	981	850	950	901
Blandningsforhold (%)	18.3	19.9	21.8	18.9	21.0	

1.4. Test- og analyseprogram

Den økotoksikologiske karakteriseringen tar sikte på å kartlegge avløpsvannets potensiale for å årsake skader i miljøet. Dette blir gjort ved å kombinere kjemiske analyser av stoffer eller grupper av stoffer som antas å være miljøskadelige med biologiske tester som gir informasjon om biologisk nedbrytbarhet og gifteffekter (toksisitet).

Enkelte kjemiske analyser og toksisitetstester ble gjentatt etter nedbrytbarhetstesten for å undersøke stoffenes og gifteffektens persistens.

Den kjemiske karakteriseringen omfattet følgende parametre:

Kjemisk oksygenforbruk (KOF)	NS 4748
Totalt organisk karbon (TOC)	Standard Methods 505
Løst organisk karbon (DOC)	Standard Methods 505
Biokjemisk oksygenforbruk (BOF ₇)	NS 4749
Adsorberbart organisk halogen (AOX)	DIN 38 409 H-14
Ekstraherbart organisk halogen (EOX)	Neutron-aktivering
Mineralolje	Gasskromatografi
"Priority pollutants"	Gasskromatografi/Massespektrometri
Nitrogenforbindelser (Tot-N, NO ₃ , NH ₄)	NS 4743, 4745, 4746
Fosforforbindelser (Tot-P, PO ₄)	NS 4724, 4725
pH	NS 4720
Ledningsevne	NS 4721
Suspendert materiale	NS 4733

Avløpsvannets innhold av potensielt bioakkumulerbare organiske forbindelser ble undersøkt med en tynnsjikt-kromatografisk metode, ved fraksjonering og kvantifisering av lipofile komponenter i et organisk ekstrakt av avløpsvannet. Ved tynnsjikt-kromatografieringen isoleres tre fraksjoner med ulike fordelingskonstanter oktanol/vann (Pow). Substanser med Pow > 10³ regnes som potensielt bioakkumulerbare p.g.a. høy lipofilitet (fettløselighet).

Giftigheten ble undersøkt på fire ulike vannlevende organismer:

Organisme		parameter	metode
Alge	<i>Selenastrum capricornutum</i>	EC ₅₀ hemming av vekst	OECD 201
Alge	<i>Phaeodactylum tricornutum</i>	EC ₅₀ , hemming av vekst	ISO 10253
Krepsdyr	<i>Daphnia magna</i>	LC ₅₀	OECD 202
Fisk	<i>Salmo salar</i>	4d-LC ₅₀	OECD 203

Den biologiske nedbrytbarheten av organisk materiale i avløpsvannet ble undersøkt ved måling av forbruk av oksygen og minking av organisk stoff ved standardiserte testbetingelser over 4 uker. (ISO/DIS 9408 og ISO 8727). For å oppnå en utgangskonsentrasjon av DOC innenfor det område som metodene foreskriver måtte avløpsvannet fortynnes før nedbrytbarhetstestene.

Etter nedbrytbarhetstesten ble det utført en ny kjemisk karakterisering av noen av de samme parametrene som før nedbrytbarhetstesten.

Endringer i giftighet ved nedbrytning ble undersøkt ved å gjenta to av giftighetstestene (*Selenastrum capricornutum* og *Daphnia magna*) på avløpsvann etter nedbrytning.

2. Resultat

2.1. Kjemisk karakterisering

Avløpsvannet var lett basisk (pH 8.32). Ledningsevnen viser et betydelig saltinnhold. En refraktometrisk måling indikerte en saltholdighet på ca. 13 g/l. Mengden suspendert materiale var lavt (9.8 mg/l).

Tabell 3. Resultat av kjemisk karakterisering av avløpsvann før og etter 28 døgns nedbrytbarhetstest. Verdier etter nedbrytning er korrigert for fortykning ved nedbrytbarhetstesten (50%). i.p.= ikke påvist.

Parameter	enhet	før nedbrytn	etter nedbrytn	Appendiks
Løst organisk karbon (DOC)	mg/l	35	8.4	
Biokjemisk oksygenforbruk (BOF ₇)	mg O/l	72	-	
Adsorberbart organisk halogen (AOX)	mg/l	6.5	3.2	App. 2
Ekstraherbart organisk halogen (EOX)	mg/l	0.14	0.12	App. 3
Ekstraherbart organisk halogen (EOX), inndampet	mg/l	0.045	0.040	App. 3
Mineralolje	mg/l	i.p.	i.p.	App. 1
PAH	µg/l	i.p.	i.p.	App. 1
Di-n-butylftalat	µg/l	19.1	i.p.	App. 1
Di-(2etylhexyl)adipat	µg/l	6.7	16	App. 1
Kloroform	µg/l	13	0.88	App. 1
1,1,1 trikloretan	µg/l	0.15	spor	App. 1
Tetraklormetan	µg/l	spor	spor	App. 1
Naftalen	µg/l	spor	i.p.	App. 1
Fosforsyretrimetylester	µg/l	30	10	App. 1
1-(2-butoxyethoxy)etanol	µg/l	5	i.p.	App. 1
Difenylamin	µg/l	i.p.	spor	App. 1
Fenol	µg/l	i.p.	spor	App. 1
Kjeldahl-N	mg /l	80.3	-	
Nitrat (NO ₃)	mg N/l	0.27	-	
Ammonium (NH ₄)	mg N/l	8.9	-	
Total- fosfor (Tot-P)	mg P/l	0.9	-	
Fosfat (PO ₄)	mg P/l	0.8	-	
pH		8.32	-	
Ledningsevne	mS/m	1759	-	
Suspendert materiale	mg/l	9.8	-	

Analysene av organisk stoff i avløpsvannet er noe usikre p.g.a. saltinterferens ved analysene av TOC, DOC og KOF. Analysene av fortennet avløpsvann ved nedbrytbarhetstestene viste at avløpsvannet inneholdt 35 mg DOC/l. Dette kan være noe

for lavt p.g.a. ufullstendig oksidasjon av organiske stoffer ved analysen. Det høye innholdet av Kjeldahl-nitrogen tyder bl.a. på at innholdet av organisk karbon kan ha vært høyere.

Av de organiske komponentene i avløpsvannet var 6.5 mg/l halogenerte forbindelser (AOX). Ca. 2% av AOX var ekstraherbart organisk bundet halogen (EOX). Kun klorerte forbindelser ble funnet i EOX (EOCl). EOCl-analyse ble også foretatt etter inndamping, og viste da ca. 3 ganger lavere verdi. Det betyr at ca. 70% av EOCl var flyktige forbindelser.

Av gruppen "priority pollutants" ble det funnet 19 µg/l di-n-butylftalat samt 13 mg/l kloroform. Noen andre forbindelser ble også registrert i konsentrasjoner <10 µg/l (se tabell 3.). Det ble ikke påvist mineralolje, fenoler eller PAH i avløpsvannet. Analysen av hovedkomponenter viste ubetydelige mengder av organiske komponenter (<10 µg/l) bortsett fra fosforsyre trimetylester hvor konsentrasjonen ble beregnet til 30 µg/l.

Analysene av Kjeldahl-N og ammonium tyder på at avløpsvannet hadde et forholdsvis høyt innhold av organisk bundet nitrogen (ca. 70 mg/l). I forhold til nitrogeninnholdet var konsentrasjonene av fosforforbindelser lavt. Mesteparten av fosforet forelå som fosfat (0.8 mg P/l).

2.2. Bioakkumulerbarhetspotensiale

Mengden organisk stoff som ble ekstrahert i sykloheksan var 0.13 mg/l. Dette ble fraksjonert på tynnsljikt-kromatografi (TLC) i tre fraksjoner ; 1: applikasjonsone, 2: $P_{ow} > 10^3$ og 3: $P_{ow} > 10^5$. Det ble ikke påvist noe stoff i de tre fraksjonene. Det betyr at potensielt bioakkumulerbare stoffer ikke er påvist i avløpsvannet. (Se appendiks 4).

2.3. Toksisitet

Resultatene av toksisitetstestene som EC_{50} og LC_{50} -verdier, er sammenstilt i tabell 4. EC_{50} -verdien angir den konsentrasjon som gir 50% effekt på testorganismene, i dette tilfelle 50% hemming av algenes veksthastighet. Tilsvarende angir LC_{50} den konsentrasjon som gir 50% dødelighet (letalitet) av forsøksorganismene. Testen med ferskvannsalgen *Selenastrum capricornutum* viste begynnende hemming av veksten ved avløpsvannskonsentrasjoner over 3.2% og veksten var nesten fullstendig inhibert ved 32%. (Se fig. 1). EC_{50} -verdien for inhibering av veksthastighet ble bestemt til 14%.

Tabell 4. Toksisitet i avløpsvann før og etter nedbrytning (28 d). EC -og LC_{50} -verdiene er angitt som % avløpsvann. Verdiene etter nedbrytning er korrigert for den fortykning som ble gjort ved nedbrytbarhetesten (50%).

Test	respons	før nedbr.	etter nedbr.	Appendiks
Selenastrum	EC_{50} , veksthastighet	14	18	App. 5
Phaeodactylum	EC_{50} , veksthastighet	80	-	App. 5
Daphnia	LC_{50} 48 tim.	30	48	App. 6
Laks	LC_{50} , 96 tim.	46	-	App. 7

Da det viste seg at avløpsvannet hadde et høyt saltinnhold, må det vurderes hvorvidt dette kan ha bidratt til veksthemmingen av *Selenastrum*. Konduktiviteten, 1760 mS/m/s tilsvarer en saltholdighet på ca. 13 g/l. Det er tidligere vist at veksthastigheten minker ved ca. 5 g/l i blandninger av ferskvann og sjøvann. EC₅₀-verdien for sjøvann er ved ca. 6 g/l. Saltinnholdet ved EC₅₀-verdien for avløpsvannet var ca. 1.8 g/l, og bør derfor ikke ha bidratt til den observerte veksthemmingen.

På grunn av muligheten for salteffekter på ferskvannsalgen ble det gjort en test med en marin/brakkvannsalge, *Phaeodactylum tricornutum*, i ulike fortynninger av avløpsvannet i sjøvann. Veksthastigheten av *Phaeodactylum* reduseres når saltholdigheten kommer under ca. 7 g/l. Avløpsvannet viste stimulerende effekt på *Phaeodactylum* i konsentrasjoner opp til 56%. Stimuleringen kan skyldes sporstoffer eller organisk stoff i avløpsvannet. Innholdet av makronæringsalter (nitrogen, fosfor) i avløpsvannet bør derimot ikke ha innvirket siden disse er tilsatt i overskudd til vekstmediet. En klar veksthemming (ca. 75%) ble registrert i full konsentrasjon av avløpsvannet og EC₅₀-verdien var 80%.

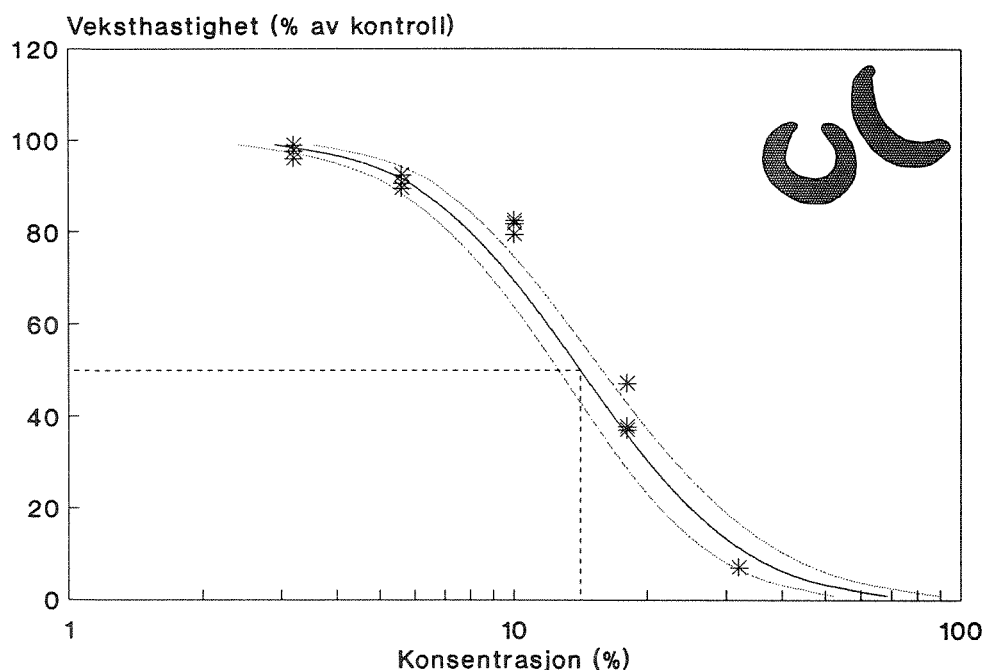


Fig. 1. Effekt av avløpsvannet på veksthastigheten til ferskvannsalgen *Selenastrum capricornutum*.

Toksisitetstestene med alger viser at avløpsvannet kan hemme veksten av alger. Ferskvannsalgen *Selenastrum* var betydelig mer følsom enn sjøvannsalgen *Phaeodactylum*. Resultatene tyder ikke på at denne forskjellen skyldes effekter av vannets saltinnhold, men reelle forskjeller i følsomhet for toksiske komponenter i avløpsvannet.

Effekter på vannlopper (*Daphnia magna*) ble registrert ved konsentrasjoner over ca. 10%. LC₅₀-verdien etter 48 timers eksponering ble beregnet til 30% konsentrasjon av avløpsvannet.

I testen med laks ble det ikke observert noen dødelighet i løpet av 4 døgn i 25% konsentrasjon av avløpsvannet. I 50% konsentrasjon døde 29% av fiskene i løpet av to

døgn og ytterligere 29% det påfølgende døgnet. I det konsentrerte avløpsvannet døde samtlige fisker i løpet av et døgn. LC₅₀-verdien ble bestemt til 46%. (Se fig. 2.).

Ved observasjoner av fiskene ble det registrert at de fikk plutslige kramper som førte til at de døde. Reaksjonsmønsteret minner om det man har observert bl. a. ved tungmetallforgiftning. Reaksjonsmønsteret antyder at avløpsvannet kan ha effekter ved lengre tids eksponering i lavere konsentrasjoner enn de som ga dødelighet i løpet av 4 døgn.

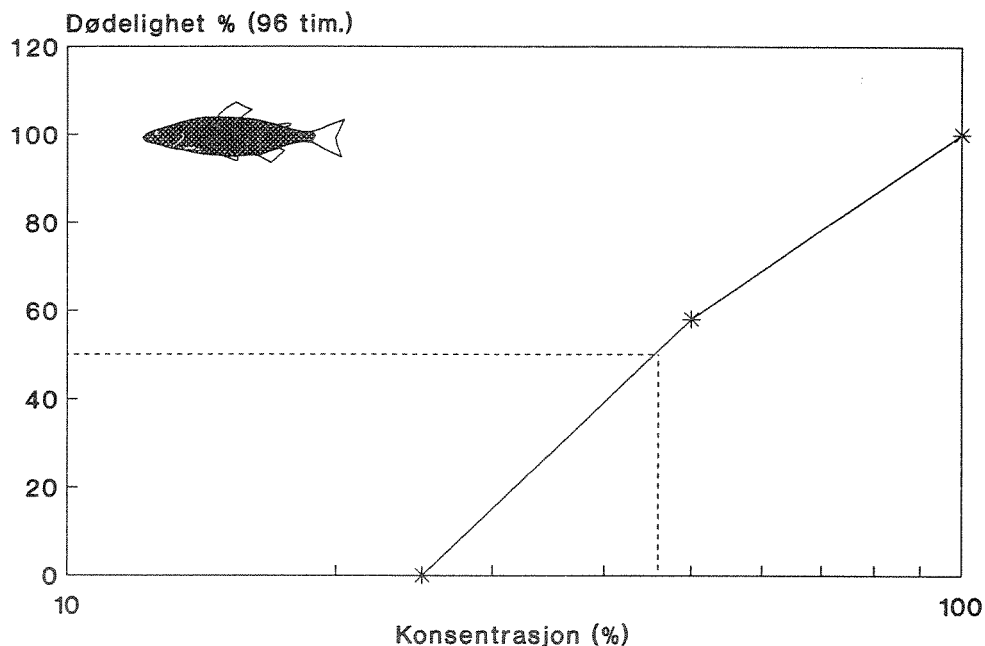


Fig. 2. Effekt av avløpsvann på overlevelse av laks etter 4 døgns eksponering.

2.4. Nedbrytbarhet

Nedbrytbarhetstestene ble utført ved to fortyninger, 25% resp. 50% konsentrasjon av avløpsvann. DOC-analysene er mest pålitelige for testene ved den laveste konsentrasjonen og nedbrytbarheten er derfor beregnet fra testene i konsentrasjonen 25%. Det vann som ble brukt til kjemisk og biologisk karakterisering etter nedbrytning ble imidlertid tatt fra nedbrytbarhetstesten ved 50% konsentrasjon. Resultatene er vist i appendiks 8.

Nedbrytbarhetstesten i åpne kolber (ISO 7827) viste en rask reduksjon av DOC i løpet av den første uken. Deretter var nedgangen i DOC meget langsom. Totalt ble 76% av DOC omsatt i løpet av 28 døgn.

Respirometertesten (ISO/DIS 9408) viste også en rask omsetning den første uken. (Se fig. 3). Oksygenforbruket (BOF) var ca. 70 mg/l (omregnet til full konsentrasjon avløpsvann) etter en uke og øket deretter til 80 mg/l etter to uker. Respirometret måtte åpnes etter 14 døgn p.g.a. at pH-verdien ble for høy. Oksygenforbruket kunne derfor ikke følges videre. Testen fortsatte imidlertid etter pH-justering og DOC-analyse etter 28 døgn viste 79% reduksjon, d.v.s. omtrent det samme som ved den andre testen.

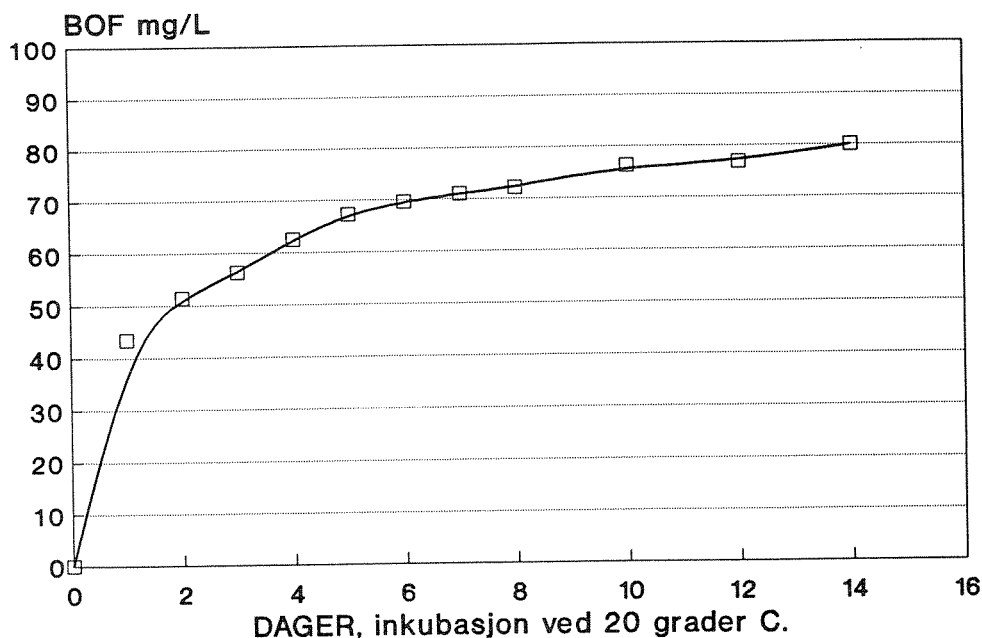


Fig. 3. Nedbrytningsforløp målt som oksygenforbruk (BOF) i respirometrisk nedbrytbarhetstest.

2.5. Kjemisk karakterisering etter nedbrytning

Etter 28 døgns nedbrytning hadde AOX-innholdet minket med ca. 50% til 3.2 mg/l. For EOX (EOCl) var imidlertid forskjellen ubetydelig. Andelen flyktige forbindelser i EOCl var også omtrent uforandret, ca. 65%. Noen av stoffene som inngår i "priority pollutants" ble også funnet i prøven etter nedbrytning, men bortsett fra di-(2etylhexyl)adipat var konsentrasjonene av de stoffer som kunne kvantifiseres lavere enn før nedbrytning. Årsaken til økningen i di-(2etylhexyl)adipat kan være at den utvikles ved nedbrytning av organiske forbindelser i avløpsvannet. Di-n-butylftalat ble ikke funnet i prøven etter nedbrytning. Minkingen var også stor for de flyktige komponentene kloroform og trikloreten. For to stoffer; fenol og difenylamin, som ikke ble påvist før nedbrytning, ble det funnet spor i prøven etter nedbrytning. Dette kan skyldes kontaminering i løpet av testen.

2.6. Toksisitet etter nedbrytning

Toksisitetstesten med algen *Selenastrum capricornutum* viste at avløpsvannet etter 28 døgns nedbrytning fortsatt hemmet veksten av alger. EC_{50} -verdien (18%) var noe høyere enn før nedbrytning, men forskjellen er ikke signifikant.

Effekten på *Daphnia magna* var noe lavere etter nedbrytning enn før, og LC_{50} -verdien ble beregnet til 48%.

Resultatet tyder på at de komponenter i avløpsvannet som er årsak til veksthemmingen ikke, eller bare delvis, brytes ned i løpet av 28 døgns. De aktuelle komponentene kan

enten være uorganiske stoffer (f. eks. tungmetaller) eller persistente organiske forbindelser.

3. Kommentarer

Den kjemisk/biologiske karakteriseringen har vist at avløpsvannet fra Norsk Hydro Rafnes VCM-fabrikk har et høyt innhold av uorganiske salter (ca. 13 g/l). Bestemmingen av innhold av organiske forbindelser er noe usikker p.g.a. saltinterferens og eventuelt en høy andel flyktige forbindelser. Innholdet av løst organisk karbon ble bestemt til 35 mg/l. Dette tilsvarer omtrent innholdet av organisk karbon i utslipp fra kommunale rensesanlegg. (Hovind 1990).

Innholdet av adsorberbart organisk halogen, AOX, (6.5 mg/l) tyder på at en betydelig del av de organiske forbindelsene er klorerte. En mindre andel av disse (0.14 mg/l) er ekstraherbart med syklohexan (EOX). Sammenligningen av analysene før og etter inndamping viser at mesteparten av EOX er flyktige forbindelser. Etter inndamping gjenstår 45 µg EOX/l. Dette er den fraksjon av de klorerte organiske forbindelsene som kan ventes å være mest betenkelig m.h.t. miljøeffekter. Målingen av fordelingskoeffisient oktanol/vann viste imidlertid ikke forekomst av potensielt bioakkumulerbare forbindelser. Dette tyder på at de klorerte organiske forbindelsene som inngår i EOX ikke er av kategorien bioakkumulerbare miljøgifter. De samlede utslippene av AOX og EOX oppgår til ca. 5.9 kg/døgn respektive 0.13 kg/døgn.

Analysen av "priority pollutants" viste kvantifiserbare mengder av de alifatiske haloformene kloroform og trikloretan. Konsentrasjonen av trikloretan er imidlertid i nivå med hva man normalt kan finne i kystområder. Kloroform er flyktig og har relativt lav giftvirkning på organismer i vann. LC₅₀-verdien for *Daphnia magna* er f. eks. bestemt til 66 mg/l, (Gerish et al. 1986), d.v.s. ca. 5000 ganger høyere konsentrasjon enn i avløpsvannet.

Avløpsvannet inneholdt 19 µg di-n-butylftalat/l. Denne forbindelse, som brukes bl. i lakk og lim, samt som mykgjørere i plast regnes som bioakkumulerbar men er samtidig lett nedbrytbar. Forbindelsen ble ikke påvist etter nedbrytning. Toksiske effekter er i de fleste tilfelle konstatert først ved konsentrasjoner over 100 µg/l. (Kemikalieinspeksjonen 1989).

Bestemmingen av hovedkomponenter viste innhold av 30 µg fosforsyretrimetylester/l. Økotoksikologiske effekter av denne forbindelse er ikke kjent. Analyseresultatet etter nedbrytning tyder imidlertid på at nedbrytbarheten er begrenset.

Avløpsvannets giftighet var moderat. Ferskvannsalgen *Selenastrum capricornutum* var mest følsom og ble påvirket ned til ca. 3 % konsentrasjon av avløpsvannet. Økt dødelighet av dafnier ble påvist over ca. 10% og av laks over 25% konsentrasjon. Resultatene tyder på at avløpsvannet må fortynnes ca. 10-30 ganger for å unngå toksiske effekter ved korttidseksponering i resipienten.

Årsaken til gifteffektene kan ikke utleses av den kjemiske karakteriseringen. Reaksjonsmønsteret hos fisk og det forhold at toksisiteten i liten grad minket etter 28 døgn nedbrytning kan tyde på at uorganiske komponenter (f. eks. tungmetaller) bidrar til giftvirkningen.

Nedbrytbarhetstestene tyder på at 75-80% av de oppløste organiske forbindelsene brytes ned i løpet av 28 døgn ved 20 °C. Fordamping av flyktige komponenter kan også ha bidratt til reduksjonen av organisk karbon. Problemer med karbonanalysene gjør imidlertid beregningen av nedbrytningsgrad noe usikker. Det kan ikke utelukkes at ufullstendig oksidasjon av karbonet gitt for lave DOC-verdier og dermed en for høy nedbrytbarhetsprosent.

Avløpsvannet har et høyt innhold av nitrogenforbindelser. Det totale utslippet tilsvarer ca. 6000 personekvivalenter i kommunalt kloakkvann.

4. Referanser

Gerisch, F.M., F.A. Blanchard, S.L. Applegath and C.N. Park. 1986: The precision of Daphnid (*Daphnia magna* Straus, 1820) static acute toxicity tests. Arch. Environ. Contam. Toxicol., 15: 741-749.

Hovind, H. 1990: Bestemmelse av organisk stoff i avløpsvann. Norsk Institutt for Vannforskning. Rapport Nr. 2386, 86 s.

Kemikalieinspektionen 1989: Miljöfarliga ämnen. Rapport från Kemikalieinspektionen 10/89, 303 s.

APPENDIKS 1

Priority pollutants

Δ
og tilv. i et søm til oppre-
neda ytting, som er i et søm
tilv. i et søm til oppre-

Et søm i et søm til oppre-
neda ytting, som er i et søm
tilv. i et søm til oppre-

Et søm i et søm til oppre-
neda ytting, som er i et søm
tilv. i et søm til oppre-

SI Senter for Industrieforskning

PRIORITY POLLUTANTS OG KARAKTERISERING AV HOVEDKOMPONENTER

Priority Pollutants analysen er en screeninganalyse av omlag 70 organiske forbindelser. Analyseopplegget er utarbeidet på SI (Intern, J. Environ. Anal. Chem., 1985), mens arbeidet med å velge ut de aktuelle komponentene er utført i samarbeid med SFT (Statens forurensningstilsyn) (SI-rapport).

Analysen inkluderer flere organiske forbindelser innen gruppene mono- og bicykliske aromater, klorerte alifater, pesticider, ftalater og adipater, aromatiske nitrogenforbindelser, polycykliske aromatiske hydrokarboner, klorerte aromater, fosfat-estere, fenoler og eteren dioxan.

RESULTATERAvløpsvann "Før nedbrytning" 901113-2

Det er registrert spor av naftalen. Dessuten er det registrert kvantifiserbare mengder av Di-n-butyl-ftalat og Di-(2-etylheksyl)adipat (< 20 ppb).

Av de alifatiske haloformene er både kloroform og trikloretan registrert i kvantifiserbare mengder i henholdsvis 13 og 0.15 ppb. Dessuten er det funnet spor av tetraklormetan.

I tillegg er prøven gjennomgått med hensyn på hovedkomponenter. Det er kun registrert ubetydelige mengder av organiske komponenter (< 10 ppb) bortsett fra fosforsyre trimetylester hvor konsentrasjonen ble beregnet til 30 ppb.

Det er ikke registrert komponenter som skulle tilsi at det er olje tilstede i prøven.

Avløpsvann "Etter nedbrytning" 901213-1

Det er registrert spor av difenylamin og fenol. Di-(2-etylheksyl)adipat er registrert i kvantifiserbare mengder.

Av de alifatiske haloformene er kloroform kvantifisert (0.44 ppb). Det er også registrert spor av trikloretan og tetraklormetan.

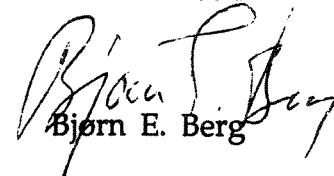
I tillegg er prøven gjennomgått med hensyn på hovedkomponenter. Det er kun registrert ubetydelige mengder av organiske komponenter (< 10 ppb). Fosforsyre trimetylester er også registrert i denne prøven og konsentrasjonen er beregnet til 10 ppb.

Det er ikke registrert komponenter som skulle tilsi at det er olje tilstede i prøven

Med Hilsen
SENER FOR INDUSTRIFORSKNING


Nina Gjøs

1. mars 1991


Bjørn E. Berg

SI Senter for Industriforskning

KOMMENTAR TIL PRIORITY POLLUTANTS

Priority Pollutants analysen er en screeninganalyse av omlag 70 organiske forbindelser. Analyseopplegget er utarbeidet på SI (Intern, J. Environ. Anal. Chem., 1985), mens arbeidet med å velge ut de aktuelle komponentene er utført i samarbeid med SFT (Statens forurensningstilsyn) (SI-rapport).

Analysen inkluderer flere organiske forbindelser innen gruppene mono- og bicykliske aromater, klorerte alifater, pesticider, ftalater og adipater, aromatiske nitrogenforbindelser, polycykliske aromatiske hydrokarboner, klorerte aromater, fosfat-estere, fenoler og eteren dioxan.

PAH

PAH er et samlingsnavn for en større gruppe forbindelser som består av flere kondenserte benzen ringer (polycykliske aromatiske hydrokarboner).

Viktige kilder er forbrenning av fossilt brennstoff samt oljeprodukter.

På grunn av molekylene upolare karakter er de svært løselige i et organisk miljø.

Flere av forbindelsene ansees å være mutagene så som fenantren, fluoranten, krysen og pyren (SNV-rapport 3623, side 45).

Nedbrytning av PAH kan skje fotokjemisk eller mikrobiologisk.

Lavmolekylære PAH brytes ned lettere enn høymolekylære (SNV-rapport 3623, side 42).

Langtidforsøk med bruk av slam i jordbruket har vist at PAH akkumuleres i jord (Environ. Sci. Technol., 24 (1990) 1706)

Mono og bicykliske aromater

Bicykliske aromater regnes som lavmolekylære PAH. Mange av disse forbindelsene er giftige, og benzen er med på den norske kreftlisten (SI-rapport)

Noen av komponentene er gode løsningsmidler og er mye brukt bl.a i maling og lakk, f.eks toluen.

Ftalater og adipater

Disse forbindelsene har størst anvendelse som mykgjørere i plast, men de forekommer også i maling, lakk og som forskjellige smøremidler.

Blant ftalatene er det Di-(2-etylheksyl)ftalat som er mest brukt (SNV-rapport 3623, side 57).

Disse forbindelsene er meget fettløselige og har relativt lav nedbrytningshastighet (Miljøprosjekt Gøteborg, side 15).

Halveringstiden for DEHP i en jord/vann suspensjon er beregnet til 95 dager (SNV-rapport 3624, side 6).

En annen av ftalatene, Di-n-butylftalat har vist seg å gi omfattende skader på vekster (SNV-rapport 3624, side 4).

Nonylfenol

Av fenolene er p-nonylfenol den forbindelsen som er hyppigst forekommende og som er tilstede i størst mengde i avløpsvann og slam. Nonylfenolene brukes som ikke-ioniske tensider ved siden av nonylfenoletoksylationene. Ved nedbrytning av etoksylationene dannes også nonylfenol (SNV-rapport 3624, side 2). Anaerobt skjer ingen nedbrytning (Rapport från kemikalieinspektionen, side 181).

SI Senter for Industriforskning

Nonylfenolene regnes som giftige forbindelser. Letal dose for fisk og krepsdyr ligger mellom 130-300 ug/l (SNV-rapport 3624, side 2).

Tetrakloreten

Inngår i en lang rekke sammenhenger, bl. a i løsningsmidler og avfettingsmidler. Tetrakloreten er klassifisert som en miljøfarlig komponent. Den regnes som tungt nedbrytbar og dessuten er nedbrytningsproduktene også toksiske. Den mistenkes å være karsinogen (Rapport från kemikalieinspektionen, side 236).

Tetraklormetan

Inngår i en lang rekke sammenhenger, bl.a i løsningsmidler og avfettingsmidler.

Tetraklormetan er klassifisert som en miljøfarlig komponent.

Oppholdstid i atmosfæren (60-100 år).

Svært langsom nedbrytning i overflatevann, mens aerobt brytes den ned raskt (<16 d).

Den er karsinogen (Rapport från kemikalieinspektionen, side 143)

SI Senter for Industriforskning

Tabell 1: "Priority Pollutants" I vannprøve "901113-2 Før nedbrytning"

MONO- OG BICYKLISKE AROMATER: UG/L VANN

Benzen
 Toluen
 Etylbenzen
 m-/p-Xylen
 o-Xylen
 Styren
 Naftalen *
 2-Metylnaftalen
 1-Metylnaftalen
 2,3-Dimetylnaftalen
 2,3,5-Trimetylnaftalen
 Bifenyl

POLYCYKLISKE AROMATISKE HYDROKARBONER:

Dibenzofuran
 Fenantren
 Dibenzotiofen
 Pyren
 Fluoranten
 Benzo(b)fluoren
 Benzo(a)antracen
 Krysen/Trifenylen
 Benzo(e)pyren
 Benzo(a)pyren
 Indeno(1,2,3-c,d)pyren
 Benzo(ghi)perylene
 Benzo(b/j/k)fluoranten

KLORERTE AROMATER:

Klorbenzen
 1,3-Diklorbenzen
 1,4-Diklorbenzen
 1,2-Diklorbenzen
 1,2,4-Triklorbenzen
 Pentaklorbenzen
 Heksaklorbenzen
 Oktaklorstyren
 Tetraklorbifenyl
 Pentaklorbifenyl
 Heksaklorbifenyl
 Diklor-p-cymen

SI Senter for Industriforskning

Tabell 1 (forts) I vannprøve "901113-2 Før nedbrytning"

FENOLER:

UG/L VANN

Fenol
 o-Kresol
 m-/p-Kresol
 2-Nitrofenol
 p-Nonylfenol
 2,4,6-Triklorfenol
 Pentaklorfenol
 Tetraklorguajakol

PESTICIDER:

Lindan
 4,4'-DDE
 4,4'-DDD
 4,4'-DDT

FTALATER/ADIPATER:

Dimetylftalat
 Dietylftalat
 Di-n-butylftalat 19.1
 Butylbenzylftalat
 Di-(2-etylheksyl)ftalat
 Di-(2-etylheksyl)adipat 6.7

FOSFAT-ESTERE:

Tri-n-butylfosfat
 Trifenylfosfat
 Trikresylfosfat

AROMATISKE NITROGEN-FORBINDELSER:

Nitrobenzen
 Difenylamin

Dioxan var ikke mulig å bestemme pga bakgrunnen

SI Senter for Industriforskning

Tabell 1 (forts) I vannprøve "901113-2 Før nedbrytning"

HALOGENERTE ALIFATER:	UG/L VANN
Kloroform	13
Bromdiklormetan	
Dibromklormetan	
Bromoform	
Tetraklormetan	
Trikloretan	
1,1,1-Trikloretan	0.15
1,1,2-Trikloretan	
Tetrakloretan	
Heksakloretan	

- *: Mengden er mindre enn kvantifiserings-grensen,
men arealet er minst 3.0 ganger større enn arealet i blind-prøven.
!: Mengdene er over kvantifiseringsgrensen.

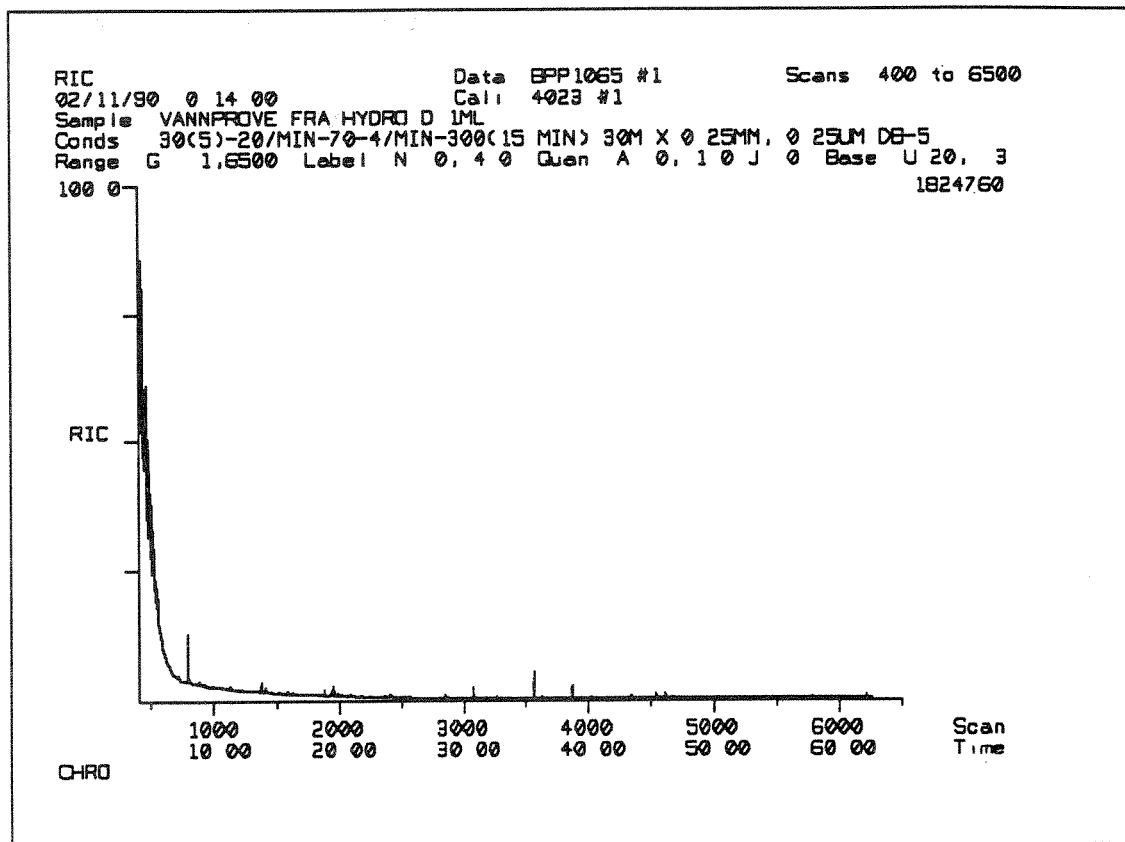
SI Senter for Industrieforskning

Tabell 2: Hovedkomponenter i vannprøve "901113-2 Før nedbrytning"

Scan	Strukturforslag	ug/l
788	Fosforsyre trimetylester	30
1411	1-(2-Butoxyethoxy)etanol ?	5
1940	Ikke identifisert	5

Kvantifisering av hovedkomponenter gjøres mot en internstandard (Bifenyl-d₁₀) og må derfor kun betraktes som et estimat.

SI Senter for Industriforskning



Figur 1: GC/MS-Kromatogram av vannprøve "901113-2 Før nedbrytning"

SI Senter for Industriforskning

Tabell 3: "Priority Pollutants" I vannprøve "901213-1 Etter nedbrytning"

MONO- OG BICYKLISKE AROMATER: UG/L VANN

Benzen
Toluen
Etylbenzen
m-/p-Xylen
o-Xylen
Styren
Naftalen
2-Metylnaftalen
1-Metylnaftalen
2,3-Dimetylnaftalen
2,3,5-Trimetylnaftalen
Bifenyl

POLYCYKLISKE AROMATISKE HYDROKARBONER:

Dibenzofuran
Fenantren
Dibenzotiofen
Pyren
Fluoranten
Benzo(b)fluoren
Benzo(a)antracen
Krysen/Trifenylene
Benzo(e)pyren
Benzo(a)pyren
Indeno(1,2,3-c,d)pyren
Benzo(ghi)perylene
Benzo(b/j/k)fluoranten

KLORERTE AROMATER:

Klorbenzen
1,3-Diklorbenzen
1,4-Diklorbenzen
1,2-Diklorbenzen
1,2,4-Triklorbenzen
Pentaklorbenzen
Heksaklorbenzen
Oktaklorstyren
Tetraklorbifenyl
Pentaklorbifenyl
Heksaklorbifenyl
Diklor-p-cymen

SI Senter for Industriforskning

Tabell 3 (forts) I vannprøve "901213-1 Etter nedbrytning"

FENOLER: UG/L VANN

Fenol *

o-Kresol

m-/p-Kresol

2-Nitrofenol

p-Nonylfenol

2,4,6-Triklorfenol

Pentaklorfenol

Tetraklorguajakol

PESTICIDER:

Lindan

4,4'-DDE

4,4'-DDD

4,4'-DDT

FTALATER/ADIPATER:

Dimetylftalat

Dietylftalat

Di-n-butylftalat

Butylbenzylftalat

Di-(2-etylheksyl)ftalat

Di-(2-etylheksyl)adipat 8.0

FOSFAT-ESTERE:

Tri-n-butylfosfat

Trifenylfosfat

Trikresylfosfat

AROMATISKE NITROGEN-FORBINDELSER:

Nitrobenzen

Difenylamin *

Dioxan var ikke mulig å bestemme pga bakgrunnen

SI Senter for Industriforskning

Tabell 3 (forts) I vannprøve "901213-1 Etter nedbrytning"

HALOGENERTE ALIFATER:	UG/L VANN
Kloroform	0.44
Bromdiklormetan	
Dibromklormetan	
Bromoform	
Tetraklormetan	
Trikloretan	
1,1,1-Trikloretan	
1,1,2-Trikloretan	
Tetrakloretan	
Heksakloretan	

- *: Mengden er mindre enn kvantifiserings-grensen,
men arealet er minst 3.0 ganger større enn arealet i blind-prøven.
!: Mengdene er over kvantifiseringsgrensen.

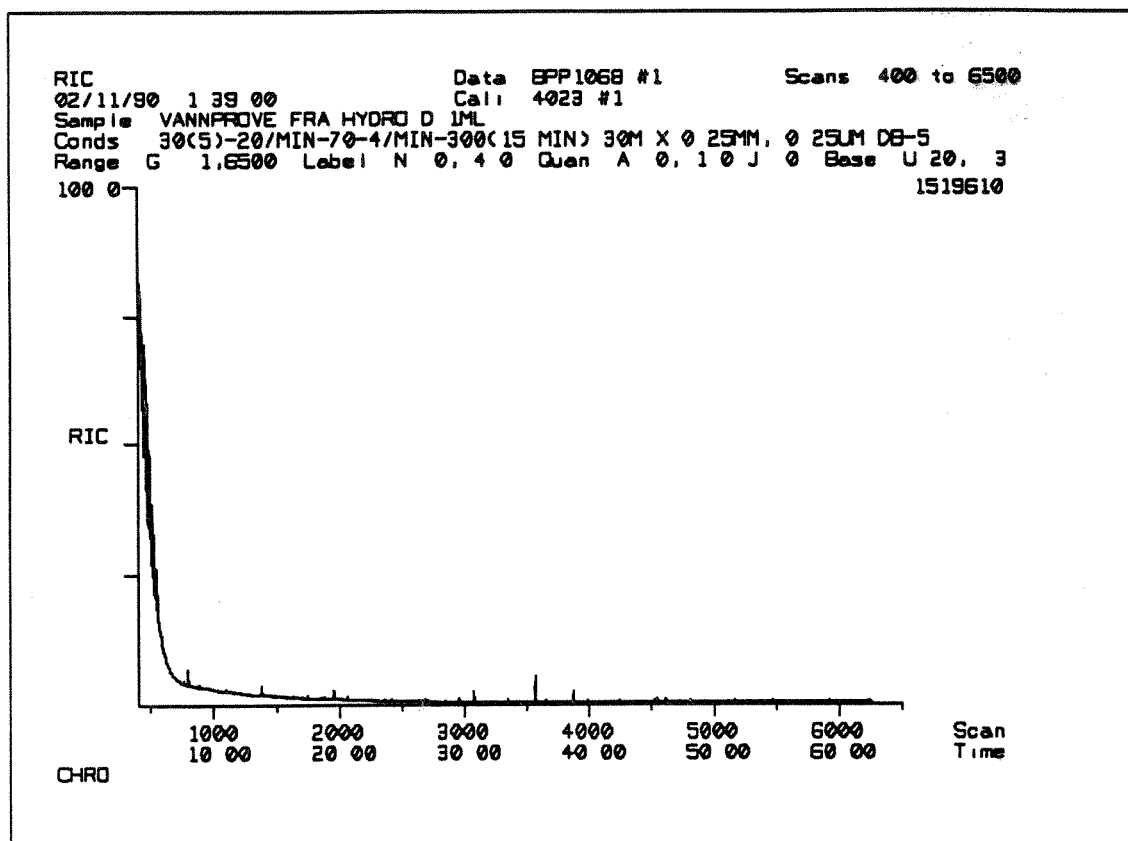
SI Senter for Industriforskning

Tabell 4: Hovedkomponenter i vannprøve "901213-1 Etter nedbrytning"

Scan	Strukturforslag	ug/l
790	Fosforsyre trimetylester	10

Kvantifisering av hovedkomponenter gjøres mot en internstandard (Bifenyl-d₁₀) og må derfor kun betraktes som et estimat.

SI Senter for Industriforskning



Figur 2: GC/MS-Kromatogram av vannprøve "901213-1 Etter nedbrytning"

SI Senter for Industriforskning

Tabell 5: Kvantifiseringsgrenser

KVANTIFISERINGS-GRENSER: MONO- OG BICYKLISKE AROMATER:	UG/L	
BENZEN	10.00	- 100.
TOLUEN	5.00	- 500.
ETYLBENZEN	1.00	- 100.
M-/P-XYLEN	2.00	- 200.
O-XYLEN	1.00	- 100.
STYREN	10.00	- 100.
NAFTALEN	1.00	- 100.
2-METYLNAFTALEN	1.00	- 100.
1-METYLNAFTALEN	1.00	- 100.
2,3-DIMETYLNAFTALEN	1.00	- 100.
2,3,5-TRIMETYLNAFTALEN	1.00	- 100.
BIFENYL	1.00	- 100.
POLYCYKLISKE AROMATISKE HYDROKARBONER:		
DIBENZOFURAN	1.00	- 100.
FENANTREN	1.00	- 100.
DIBENZOTIOFEN	1.00	- 100.
PYREN	1.00	- 100.
FLUORANTEN	10.00	- 100.
BENZO(B)FLUOREN	5.00	- 100.
BENZO(A)ANTRACEN	5.00	- 100.
KRYSEN/TRIFENYLEN	5.00	- 100.
BENZO(E)PYREN	5.00	- 100.
BENZO(A)PYREN	5.00	- 100.
INDENO(1,2,3-C,D)PYREN	5.00	- 100.
BENZO(GHI)PERYLEN	5.00	- 100.
BENZO(B/J/K)FLUORANTEN	5.00	- 200.
KLORERTE AROMATER:		
KLORBENZEN	1.00	- 100.
1,3-DIKLORBENZEN	1.00	- 100.
1,4-DIKLORBENZEN	1.00	- 100.
1,2-DIKLORBENZEN	1.00	- 100.
1,2,4-TRIKLORBENZEN	1.00	- 100.
PENTAKLORBENZEN	1.00	- 100.
HEKSAKLORBENZEN	1.00	- 100.
OKTAKLORSTYREN	25.00	- 100.
TETRAKLORBIFENYL	5.00	- 500.
PENTAKLORBIFENYL	10.00	- 1000.
HEKSAKLORBIFENYL	5.00	- 200.
DIKLOR-P-CYMEN	5.00	- 100.

SI Senter for Industriforskning

Tabell 5 (forts)

KVANTIFISERINGS-GRENSER	UG/L	
FENOLER:		
FENOL	1.00	- 100.
O-KRESOL	1.00	- 100.
M-/P-KRESOL	2.00	- 200.
2-NITROFENOL	1.00	- 100.
P-NONYLFENOL	10.00	- 1000.
2,4,6-TRIKLORFENOL	1.00	- 100.
PENTAKLORFENOL	5.00	- 100.
TETRAKLORGUAJAKOL	25.00	- 100.
PESTICIDER:		
LINDAN	1.00	- 100.
4,4'-DDE	1.00	- 100.
4,4'-DDD	1.00	- 100.
4,4'-DDT	5.00	- 100.
FTALATER/ADIPATER:		
DIMETYLFTALAT	1.00	- 100.
DIETYLFTALAT	1.00	- 100.
DI-N-BUTYLFTALAT	5.00	- 100.
BUTYLBENZYLFTALAT	1.00	- 100.
DI-(2-ETYLHEKSYL)FTALAT	1.00	- 100.
DI-(2-ETYLHEKSYL)ADIPAT	1.00	- 100.
FOSFAT-ESTERE:		
TRI-N-BUTYLFOSFAT	1.00	- 100.
TRIFENYLFOSFAT	1.00	- 100.
TRIKRESYLFOSFAT	5.00	- 100.
AROMATISKE NITROGEN-FORBINDELSER:		
NITROBENZEN	1.00	- 100.
DIFENYLAMIN	1.00	- 100.

SI Senter for Industriforskning

Tabell 5 (forts)

KVANTIFISERINGS-GRENSER:
HALOGENERTE ALIFATER:

UG/L

KLOROFORM	0.15 - 15.
BROMDIKLORMETAN	0.10 - 10.
DIBROMKLORMETAN	0.10 - 10.
BROMOFORM	0.50 - 50.
TETRAKLORMETAN	0.03 - 3.
TRIKLORETEN	0.10 - 10.
1,1,1-TRIKLORETAN	0.10 - 10.
1,1,2-TRIKLORETAN	0.60 - 60.
TETRAKLORETEN	0.05 - 5.
HEKSAKLORETAN	0.20 - 20.

SI Senter for Industriforskning

ANALYSEBETINGELSER

1 l vannprøve tilsettes 10-50 µg deutererte standarder (toluen-d₈, naphthalen-d₈, bifenyl-d₁₀, fenentren-d₁₀, pyren-d₁₀, krysen-d₁₂ og fenol-d₆). Prøven blir ekstrahert med diklormetan først surt (pH=2) deretter basisk (pH 12). Ekstraktet dampes inn til 1-10 ml og analyseres med koblet gasskromatografi/- massespektrometri (GC/MS). Prøven kvantifiseres vha. standardløsninger opparbeidet likt med prøven.

De halogenerte alifatene bestemmes i et uinndampet pentanekstrakt vha. gasskromatograf med electron capture detector (GC/ECD).

Instrumentbetingelser

Massespektrometer	:	Finnigan 4023
Gasskromatograf	:	Finningan 9610
Datasystem	:	Super Incos, NOVA 4X
Disk-drive	:	Priam. 70M byte
GC-kolonne	:	30m x 0.25mm, 0,25µm DB-5

Temperaturer

Kolonne	:	30°C(5 min)-70°C-4°C/min-300°C(10 min [^])
Injektor	:	270°C
Interface	:	250°C
Ionekilde	:	250°C

Bæregass	:	He
Ionisering	:	70 eV
Scan frekvens	:	0.6 sec/scan
Masseområde	:	35-400
Injeksjon	:	2 µl

SI Senter for Industriforskning**LITTERATURREFERANSER**

S. Sporstøl, K. Urdal, H. Drangsholt og N. Gjør, Description of a method for automated determination of organic pollutants in water, Intern. J. Environ. Anal. Chem., 21 (1985) 129

Miljøprosjekt Göteborg, Miljøfarlige åmnen i lakvatten, sediment og musslor, rapport nr 20, mars 1989

P. Bergkvist, H. Kirchmann, Organiska Miljøforureningar i slam, SNV-rapport 3624, Solna 1989

Livsmedelstoxikologiska aspekter på røttslam i jordbruket, SNV-rapport 3623, Solna 1989

Rapport från kemikalieinspektionen, Miljøfarliga æmnen, exempellista och vetenskaplig dokumentation, Stockholm 1989

SI-rapport nr 83 02 02 - 1, Statens forurensningstilsyn, Priority Pollutants i Norge, 18 oktober 1983

S. R. Wild, K. S. Waterhouse, S. P. McGrath, K. C. Jones, Organic Contaminants in agricultural Soil with a known History of Sewage sludge Amendments: Polynuclear Aromatic Hydrocarbons, Environ. Sci. Technol., 24 (1990) 1

S. 5p
1/11

APPENDIKS 2

AOX

Källqvist
NIVA

Rapport

Deres ref.

Vår ref.
B.Holestøl

Direkte innvalg

Dato
13.3.91

Oppdragets tittel

Analyse av adsorberbart halogen, AOX, i vannprøver.

Oppdrag nr
440-2474
901113-2
901213-1

Prøvene ble oppbevart kjølig til analysen ble utført.

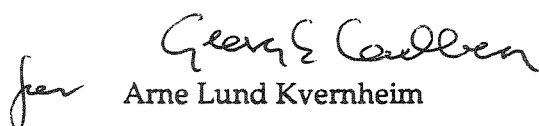
Prøvene var merket : ukeprøve 6-11/11-90 før nedbryting (901113-2)
ukeprøve etter nedbryting (901213-1)

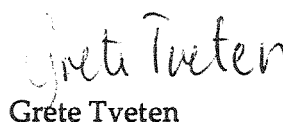
Resultatene er gitt i mgAOX / l

Prøve	mg AOX / l
Før nedbryting (901113-2)	6,5 ±30%
Etter nedbryting (901213-1)	1,6±20%

Analysemetode er i vedlegg.

Med vennlig hilsen
SENTER FOR INDUSTRIFORSKNING


Arne Lund Kvernheim


Grête Tveten

METODEBESKRIVELSE

Adsorberbart organisk halogen (AOX) i vann

Metoden baserer seg på adsorpsjon av organiske molekyler til aktivkull. Apparaturen som brukes er en Dohrmann DX-20 analysator. Prøvene filtreres og fortynnes om nødvendig. pH justeres til pH - 2 med kons. HNO_3 .

50 - 100 ml prøve elueres gjennom to aktivkullkolonner koblet i serie (ca 40 mg kull pr kolonne). Uorganisk klorid fjernes fra kullet ved KNO_3 - vasking. Kullet forbrennes, og mengden organisk bundet halogen blir bestemt ved mikrocoulometrisk titrering med sølvioner.

Usikkerheten av resultatene er beregnet til ca 3-4 %.
Deteksjonsgrense: 1µg AOX/l.

APPENDIKS 3

EOX

SENTER FOR INDUSTRIFORSKNING

Vedlegg

Ekstraherbart organisk halogen (EOX) klor- brom eller jod

Vannprøven ble surgjort med vann (pH ca 2) og ekstrahert to ganger med syklohexan. Sykloheksanekstraktene ble kombinert og en eventuell emulsjon fjernet med utfrysning. Ekstraktene ble vasket med surgjort vann (pH ca 2) og tørket med natriumsulfat.

EOX ble bestemt i ekstraktet før og etter inndamping til lite volum for å bestemme flyktige halogenforbindelser. EOX ble bestemt i en delmengde av ekstraktet ved nøytronaktivering (NAA). Nøytronaktiveringsanalysen ble utført ved Institutt for Energiteknikk, Kjeller.

Deteksjonsgrenser for nøytronaktiveringsanalysen:

EOCl	10 - 20 µg/l vannprøve
EOBR	1 - 2 µg/l vannprøve
EOJ	1-2 µg/l vannprøve

APPENDIKS 4

Biokkumulerbarhetspotensiale

NIVA
v/T. Källqvist

Rapport

Deres ref.	Vår ref. BHO/kmh	Direkte innvalg 45 28 24	Dato 14.03.1991
Oppdragets tittel Bestemmelse av potensielt bioakkumulerbart materiale i en vannprøve			Oppdrag nr 440-2474 901113-2

Den 13.11.90 ble det mottatt en frossen prøve for bestemmelse av potensielt bioakkumulerbart materiale ved tynnsjikt-kromatografi og gasskromatografisk analyse med flammeionisasjonsdetektor (FID).

Analysemetode (se vedlegg)

Resultat:

Ekstrakt	Før TLC fraksjonering	Fraksj. I Applikasjonssone	Fraksj. II log P _{ow} >10 ⁵	Fraksj. III log P _{ow} >10 ³ -10 ⁵
Surt	0.13 mg/l	i.p. *	i.p. *	i.p. *

* ikke påvist.

Med vennlig hilsen
SENTER FOR INDUSTRIFORSKNING

Arne Lund Kvernheim
Arne Lund Kvernheim

Berit Holestøl
Berit Holestøl

SENTER FOR INDUSTRIFORSKNING

Vedlegg

METODE FOR BESTEMMELSE AV POTENSIELT BIOAKKUMULERBARE SUBSTANSER**Surt ekstrakt**

Vannprøven ble først ekstrahert 2 ganger med sykloheksan ved pH ca. 2 (justert med svovelsyre). Eventuell emulsjon ble fjernet ved utfrysing. Ekstraktene ble kombinert, vasket med vann pH ca. 2 og tørket med natriumsulfat. Ekstraktet ble oppkonsentrert til lite volum, (1-5 ml.), analysert gasskromatografisk og viderefraksjonert på tynnsjikt (TLC) i tre fraksjoner.

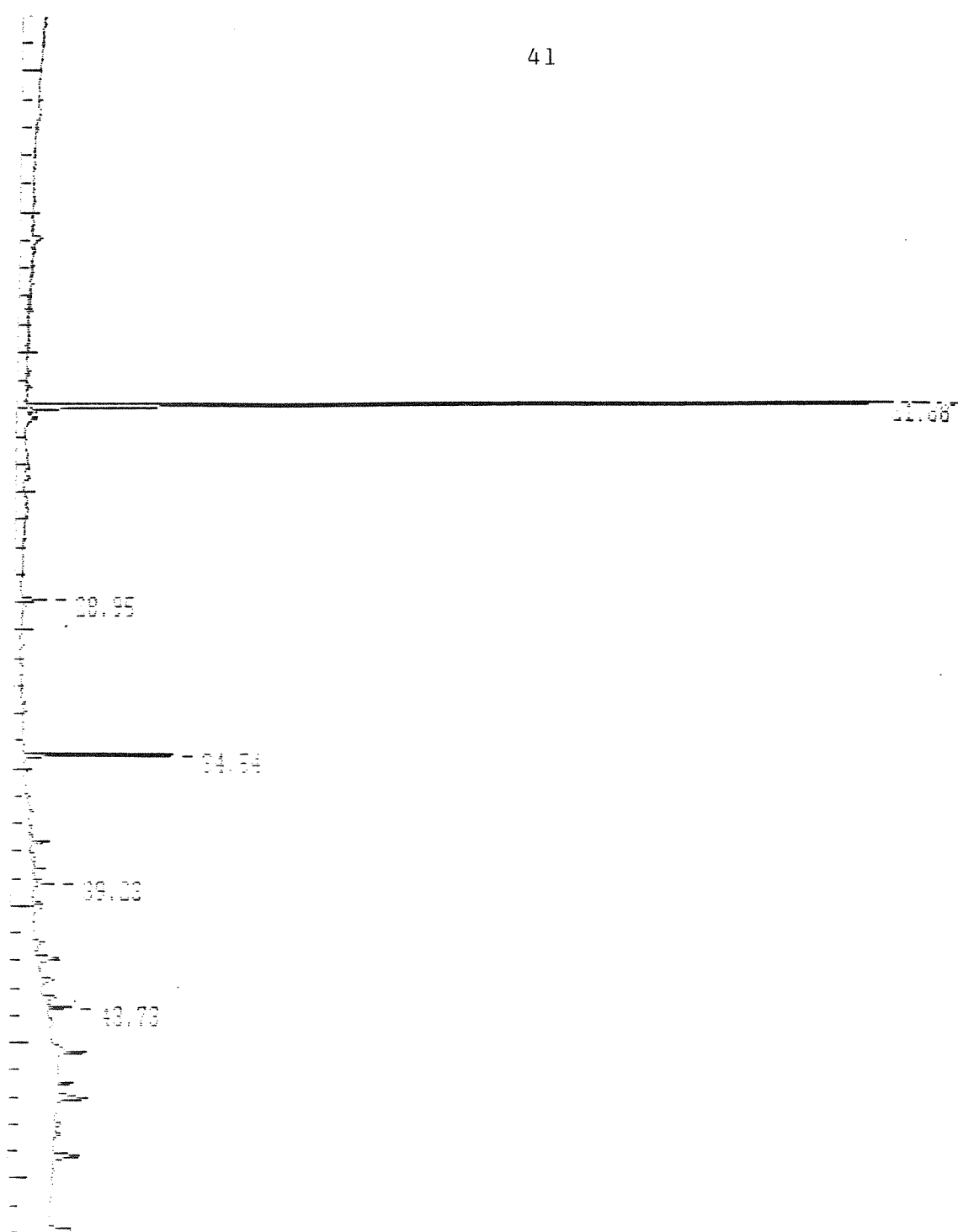
I Fraksjon: Applikasjonsone

II " : $10^5 > P_{ow} > 10^3$

III " : $P_{ow} > 10^5$

Lipofile eller potensielt bioakkumulerbare organiske forbindelser ble bestemt ved tynnsjiktskromatografi av sykloheksanekstrakter av vannprøvene. Metoden er en tillempling av en metode utarbeidet av Lars Renberg et al. Substanser med en fordelingskonstant oktanol/vann $P_{ow} > 10^3$ ble regnet som potensielt bioakkumulerbare. Fraksjonene ble utskrapet og ekstrahert med syklohexan/isopropanol (1:1) 3 ganger. De samlede ekstraktene ble ristet med vann pH ca. 2. Sykloheksanekstraktet ble vasket med surt vann og tørket med natriumsulfat.

Den potensielt bioakkumulerbare mengden i hvert ekstrakt ble bestemt ved gasskromatografisk analyse med flammeionisasjonsdetektor (FiD). Arealet av de enkelte toppene relatert til en ytre standard $C_{18}H_{38}$ ga et mål for mengden organiske kromatograferbare forbindelser. Med kromatograferbare forbindelser menes i dette tilfelle organiske substanser med en molekylvekt opp til ca. 500, som kan analyseres gasskromatografisk. Ved beregningen ble det antatt at de potensielt bioakkumulerbare forbindelsene har lik respons med den utvalgte ytre standarden. Vår erfaring er at responsen med FID-detektor for ulike organiske forbindelser kan variere med opptil 50%. Dette betyr at metoden må betraktes som semikvantitativ. Blindprøve ble opparbeidet og kjørt parallelt med prøveekstraktet.



Før TLC, surt ekstrakt
901113-2

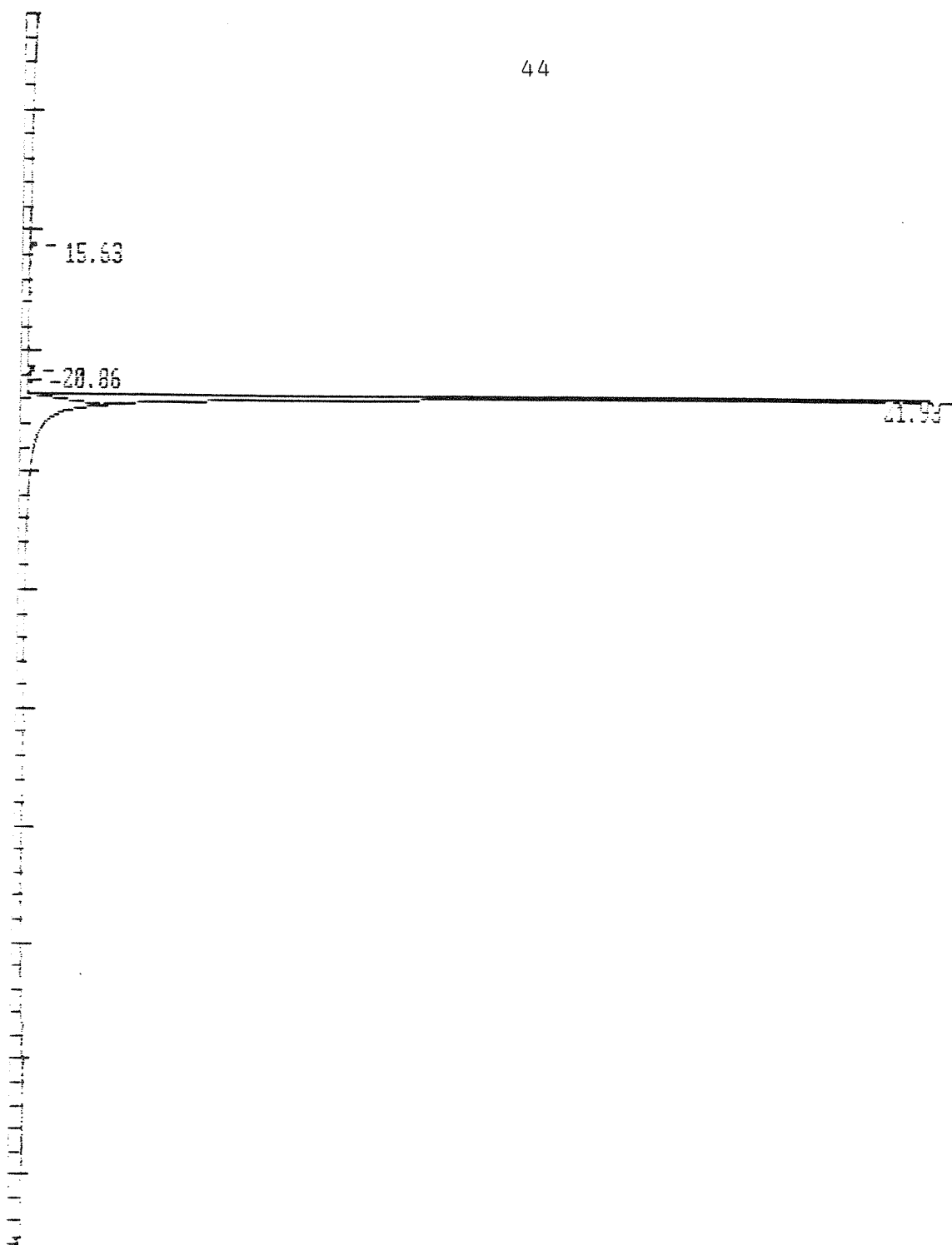
-28.71

21.75

Etter TLC, surt ekstrakt
Frakson 1: Applikasjonsone
901113-2



Etter TLC, surt ekstrakt
Fraksjon 2 : $P_{ow} > 10^5$
901113-2



Etter TLC, surt ekstrakt
Fraksjon 3 : $P_{ow} 10^3-10^5$

APPENDIKS 5

Toksisitet, alger

NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING

TOKSISITETSTEST MED ALGER

ISO/DIS 8692 Water quality - Algal growth inhibition test.

Prøve: Prøve: Avløpsvann fra Norsk Hydro, Rafnes,
ukeblandprøve 5-10/11 1990

Organisme: Selenastrum capricornutum NIVA CHL 1, dyrket i vekstmedium
10% Z8 (Staub 1961).

Test Start dato: 21.11 1990 Varighet: 72 tim
dok: Testede konsentrasjoner: 1.8, 3.2, 5.6, 10, 18, 32 %.

Inku- 50 ml kulturer i 100 ml rundkolber. Inkubert på gyngebord
bering: Lys: 70 $\mu\text{E}/\text{m}^2/\text{s}$, kontinuerlig fra "dagslys"-lysstoffrør
Temperatur: 20 °C
pH i kontroll ved start: 7.2 pH ved slutt: 8.6
Måling av celletetthet: Partikkel telling med
Coulter Multisizer


Resultat: Tabell 1 viser celletetthet ved hvert målepunkt, beregnet areal under vekstkurven og veksthastighet i hver kolbe. Middelerverdier for hver konsentrasjon og for kontrollene er listet nederst i tabellen. Vekstkurvene for hver konsentrasjon er vist i figur 1. Konsentrasjon/respons-kurve for veksthastighet er vist i fig. 2.

	Veksthastighet	Areal under vekstkurve
EC ₅₀ :	14 %	6.1 %
95 % conf. lim.	12.6 - 15.8 %	5.0 - 7.5 %
NOEC	3.2 %	3.2 %

EC₅₀ (Konsentrasjon som gir 50% effekt på veksthastighet eller areal under vekstkurve) er bestemt ved lineær regresjon av probit-transformert respons mot logaritmen for konsentrasjon. NOEC (No Effect Concentration)= høyeste testede konsentrasjon uten signifikant inhibering. (t-test).

Ref: Staub (1961): Ernährungsphysiologische-autökologische Untersuchungen an der planktischen Blaualge *Oscillatoria rubescens* D.C. Schweiz. Z. Hydrol. 23: 82-198.

Testansvarig:


Torsten Kjølqvist

TEST:>> ISO Algal toxicity (ISO/DIS 8692)
 TESTSTOFF>>>> Norsk Hydro Rafnes
 TESTALGE>>>>> *Selenastrum capricornutum*
 INOKULUM>>>>> 5 mill. celler/l

Dato>>> 21.11.90

Medium ISO

		Dag 1	Dag 2	Dag 3	Areal	Areal %	V. hast.	V. hast %
Timer:		25 mill/l	46 mill/l	72 mill./l				
Kons. 1	1.80%	31	88	702	11609.5	85	1.65	97
		30	93	822	13264	97	1.70	100
		27	85	478	8535	63	1.52	90
Kons.2	3.20%	25	76	663	10682.5	78	1.63	96
		26	77	722	11496	84	1.66	98
		23	69	766	11811	87	1.68	99
Kons. 3	5.60%	17	73	560	9089	67	1.57	93
		17	69	478	7929	58	1.52	90
		17	73	509	8426	62	1.54	91
Kons. 4	10%	13.5	51	285	4916.5	36	1.35	79
		14.5	57	330	5665.5	42	1.40	82
		14.2	57	324	5580.6	41	1.39	82
Kons. 5	18%	12.6	14.7	33	766.75	6	0.63	37
		10.3	16.3	34	764.45	6	0.64	38
		10.7	20	55	1133.6	8	0.80	47
Kons. 6	32%	7.3	5.5	7.2	93.25	1	0.12	7
		7.6	5.3	7.1	94.15	1	0.12	7
		8	5.2	7.06	100.48	1	0.12	7
Kons. 7								
Kontroll		35	104	978	15665.5	115	1.76	104
		38	100	757	12767.5	94	1.67	99
		32	93	563	9943	73	1.57	93
		37	101	877	14328	105	1.72	101
		35	101	846	13879	102	1.71	101
		34	102	941	15114.5	111	1.75	103

MIDDELVERDIER

0.02 Mv:	29.33	88.67	667.33	11136.17	81.79	1.62	95.61	
St. d.	1.70	3.30	142.56	1959.40	14.39	0.08	4.47	
0.03 Mv.	24.67	74.00	717.00	11329.83	83.21	1.65	97.47	
St. d.	1.25	3.56	42.20	475.46	3.49	0.02	1.16	
0.06 Mv.	17.00	71.67	515.67	8481.33	62.29	1.54	90.99	
St. d.	0.00	1.89	33.81	475.18	3.49	0.02	1.28	
0.10 Mv.	14.07	55.00	313.00	5387.53	39.57	1.38	81.19	
St. d.	0.42	2.83	19.95	334.87	2.46	0.02	1.28	
0.18 Mv.	11.20	17.00	40.67	888.27	6.52	0.69	40.59	
St. d.	1.00	2.22	10.14	173.48	1.27	0.08	4.60	
0.32 Mv.	7.63	5.33	7.12	95.96	0.70	0.12	6.94	
St. d.	0.29	0.12	0.06	3.22	0.02	0.00	0.16	
0.00 Mv.								
St. d.								
Kontroll	Mv.	35.17	100.17	827.00	13616.25	100.00	1.70	100.00
	St. d.	1.95	3.44	137.39	1881.18	13.82	0.06	3.61

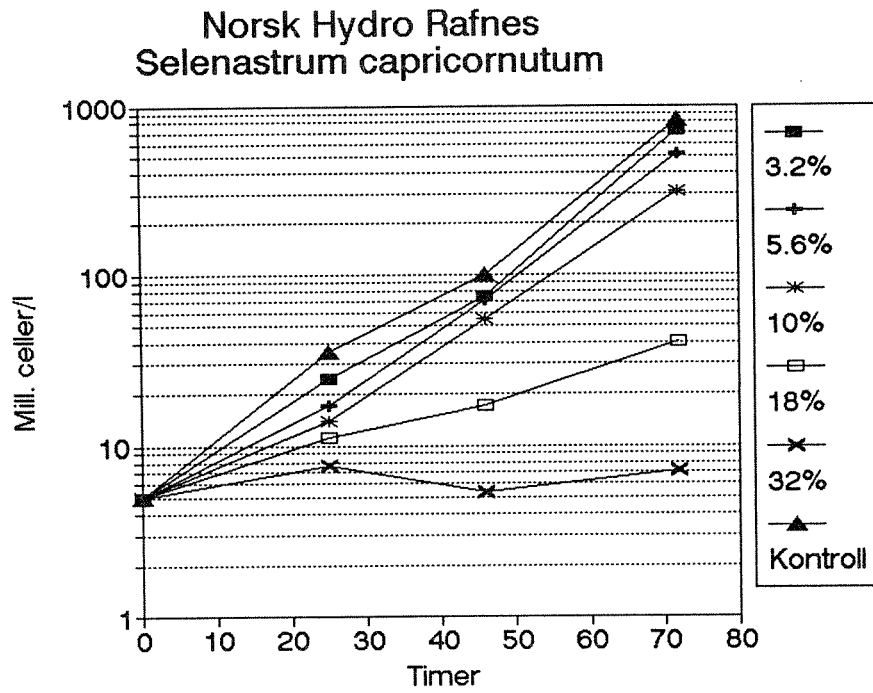


Fig. 1. Vekstkurver for *Senastrum capricornutum* i ulike konsentrasjoner av avløpsvann

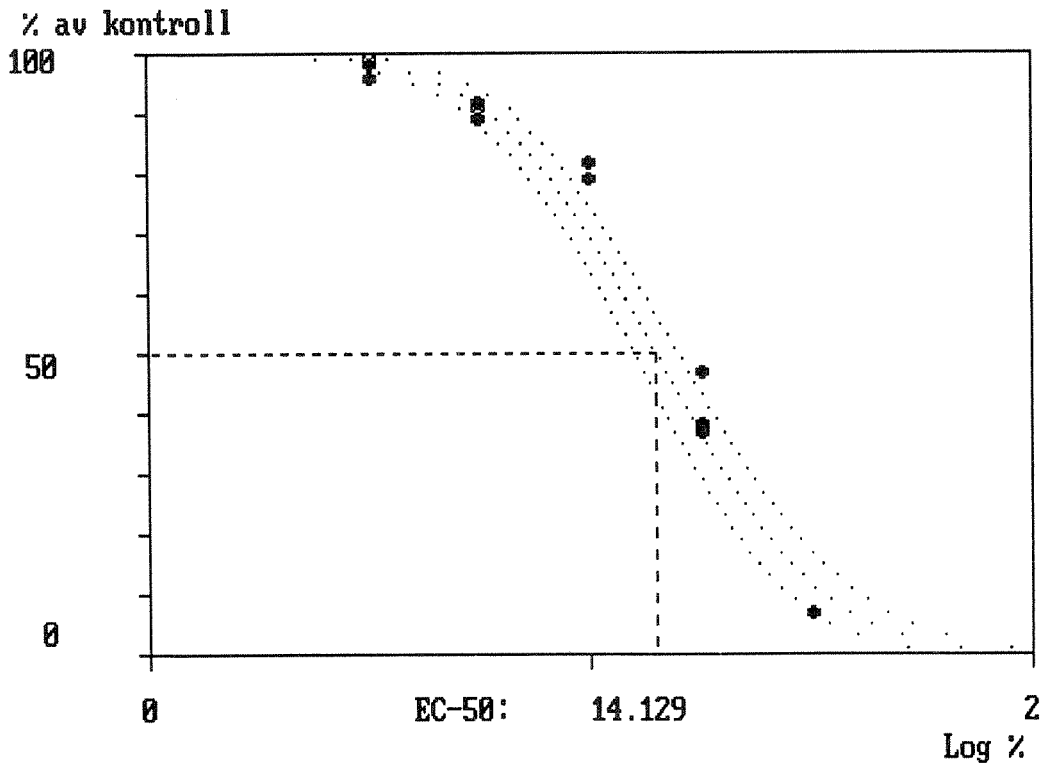


Fig. 2. Effekt av avløpsvann på veksthastigheten hos *Senastrum capricornutum*

NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING

TOKSISITETSTEST MED ALGER

ISO/DP 10253 Water quality - Marine alga growth inhibition test

Prøve: Prøve: Avløpsvann fra Norsk Hydro, Rafnes,
ukeblandprøve 5-10/11 1990

Organisme: Phaeodactylum tricornutum NIVA BAC 2, dyrket i naturlig
sjøvann (Ytre Oslofjord 40m) tilsatt 10% Z8 (Staub 1961)

Test Start dato: 19.11 1990 Varighet: 72 tim
dok: Testede konsentrasjoner: 3.2, 5.6, 10, 18, 32, 56, 100%.

Inku- 50 ml kulturer i 100 ml rundkolber. Inkubert på gyngebord
bering: Lys: 70 $\mu\text{E}/\text{m}^2/\text{s}$, kontinuerlig fra "dagslys"-lysstoffrør
Temperatur: 20 °C
pH i kontroll ved start: 8.1 pH ved slutt: 8.9
Måling av celletetthet: Partikkel telling med
Coulter Multisizer

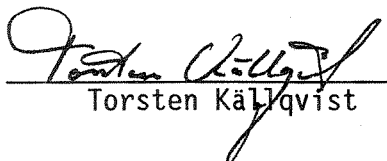
Resultat: Tabell 1 viser celletetthet ved hvert målepunkt, beregnet areal under vekstkurven og veksthastighet i hver kolbe. Middelerverdier for hver konsentrasjon og for kontrollene er listet nederst i tabellen. Vekstkurvene for hver konsentrasjon er vist i figur 1. Konsentrasjon/respons-kurve for veksthastighet er vist i fig. 2.

	Veksthastighet	Areal under vekstkurve
EC ₅₀ :	80 %	ca. 80%
95 % conf. lim.		
NOEC	56%	56%

EC₅₀ (Konsentrasjon som gir 50% effekt på veksthastigheten) er estimert fra responskurven (fig 2.). NOEC (No Effect Concentration)= høyeste testede konsentrasjon uten signifikant inhibering. (t-test). Alle konsentrasjoner untatt den høyeste (100%) ga stimulering av veksten. EC₅₀-verdier og konfidensintervall kan derfor ikke beregnes ved probitanalyse.

Ref: Staub (1961): Ernährungsphysiologische-autökologische Untersuchungen an der planktischen Blaualge *Oscillatoria rubescens* D.C. Schweiz. Z. Hydrol. 23: 82-198.

Testansvarig:


Torsten Källqvist

TEST:>> ISO Marine algal test (ISO/DP10253)

Dato>>> 19.11.90

TESTSTOFF>>>> Norsk Hydro Rafnes

TESTALGE>>>> *Phaeodactylum tricornutum*

Medium ISO

INOKULUM>>>> 5 mill. celler/l

		Dag 1	Dag 2	Dag 3	Areal	Areal %	V. hast.	V. hast %
Timer:		24	50	70				
		mill/l	mill/l	mill./l				
Kons. 1	3.2	123	966	1850	43503	104	2.03	96
		122	928	2370	47804	114	2.11	100
		120	917	2660	50401	120	2.15	102
Kons.2	5.6	126	1000	2690	52760	126	2.16	102
		128	986	2190	47488	113	2.09	98
		125	1000	2570	51535	123	2.14	101
Kons. 3	10	130	1070	3370	61270	146	2.23	105
		130	1040	2730	54180	129	2.16	102
		127	941	2810	52628	125	2.17	102
Kons. 4	18	130	1110	3460	63090	150	2.24	106
		129	1050	3540	62485	149	2.25	106
		129	1320	2930	62595	149	2.19	103
Kons. 5	32	129	1162	2420	53861	128	2.12	100
		132	1139	3430	63507	151	2.24	106
		132	1228	3810	69354	165	2.28	107
Kons. 6	56	125	1202	4450	74981	179	2.33	110
		126	1277	4050	72731	173	2.30	108
		126	1202	4190	72406	172	2.31	109
Kons. 7	100	27	19	27	1092	3	0.58	27
		25	18	16	909	2	0.40	19
		20	15	16	715	2	0.40	19
Kontroll		92	784	2370	43742	104	2.11	100
		57	547	2230	36016	86	2.09	99
		68	665	2410	40805	97	2.12	100
		93	730	2470	43525	104	2.13	100
		91	696	2610	44093	105	2.15	101
		95	742	2470	43851	104	2.13	100

MIDDELVERDIER

3.20 Mv:	121.67	937.00	2293.33	47236.00	112.45	2.10	98.92
St. d.	1.25	20.99	335.10	2844.59	6.77	0.05	2.45
5.60 Mv.	126.33	995.33	2483.33	50594.33	120.45	2.13	100.33
St. d.	1.25	6.60	213.12	2252.72	5.36	0.03	1.43
10.00 Mv.	129.00	1017.00	2970.00	56026.00	133.38	2.19	103.21
St. d.	1.41	55.12	284.72	3761.81	8.96	0.03	1.51
18.00 Mv.	129.33	1160.00	3310.00	62723.33	149.32	2.23	104.98
St. d.	0.47	115.76	270.68	263.13	0.63	0.03	1.36
32.00 Mv.	131.00	1176.33	3220.00	62240.67	148.17	2.21	104.30
St. d.	1.41	37.72	586.57	6388.06	15.21	0.07	3.14
56.00 Mv.	125.67	1227.00	4230.00	73372.67	174.67	2.31	108.99
St. d.	0.47	35.36	165.73	1144.98	2.73	0.01	0.63
100.00 Mv.	24.00	17.33	19.67	905.33	2.16	0.46	21.63
St. d.	2.94	1.70	5.19	153.93	0.37	0.08	3.99
Kontroll Mv.	82.67	694.00	2426.67	42005.33	100.00	2.12	100.00
St. d.	14.66	75.45	115.13	2898.37	6.90	0.02	0.77

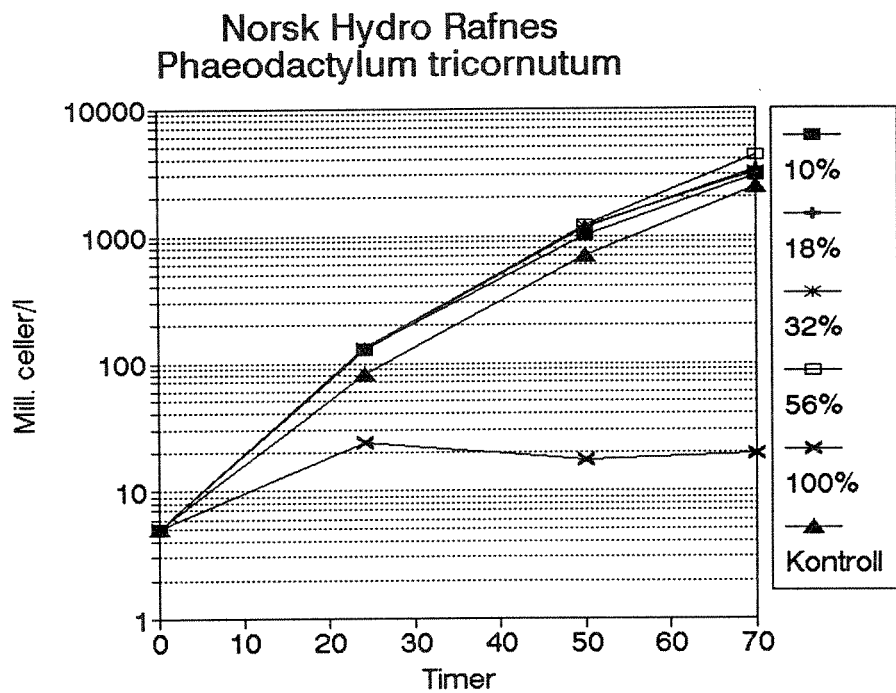


Fig. 1. Vekstkurver for *Phaeodactylum tricornutum* i ulike konsentrasjoner av avløpsvann

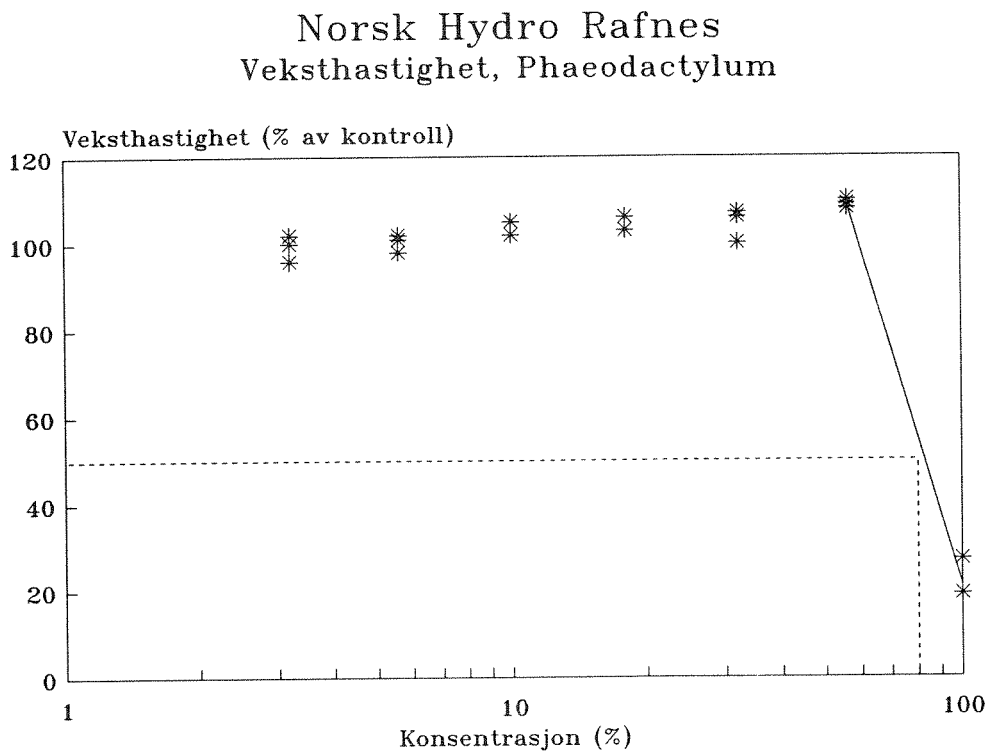


Fig. 2. Effekt av avløpsvann på veksthastigheten hos *Phaeodactylum tricornutum*

NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING

TOKSISITETSTEST MED ALGER

ISO/DIS 8692 Water quality - Algal growth inhibition test.

Prøve: Prøve: Avløpsvann fra Norsk Hydro, Rafnes, ukeblandprøve 5-10/11 1990, etter nedbrytning 28 d.

Organisme: Selenastrum capricornutum NIVA CHL 1, dyrket i vekstmedium 10% Z8 (Staub 1961).

Test dok: Start dato: 13.12 1990 Varighet: 72 tim
Testede konsentrasjoner: 4.5, 8.1, 14.4, 25, 45 %
(Konsentrasjonene er korrigert for fortykning ved nedbrytbarhetstesten).

Inku- 50 ml kulturer i 100 ml rundkolber. Inkubert på gyngebord
bering: Lys: 70 $\mu\text{E}/\text{m}^2/\text{s}$, kontinuerlig fra "dagslys"-lysstoffrør
Temperatur: 20 °C
pH i kontroll ved start: 7.1 pH ved slutt: 8.7
Måling av celletetthet: Partikkeltelling med Coulter Multisizer

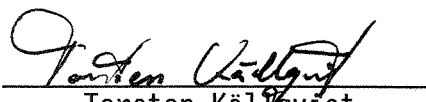
Resultat: Tabell 1 viser celletetthet ved hvert målepunkt, beregnet areal under vekstkurven og veksthastighet i hver kolbe. Middelerverdier for hver konsentrasjon og for kontrollene er listet nederst i tabellen. Vekstkurvene for hver konsentrasjon er vist i figur 1. Konsentrasjon/respons-kurve for veksthastighet er vist i fig. 2.

	Veksthastighet	Areal under vekstkurve
EC ₅₀ :	18 %	4.6 %
95 % conf. lim.	14.9 - 22.6 %	3.7 - 5.7 %
NOEC	<4.5 %	<4.5 %

EC₅₀ (Konsentrasjon som gir 50% effekt på veksthastighet eller areal under vekstkurve) er bestemt ved lineær regresjon av probit-transformert respons mot logaritmen for konsentrasjon. NOEC (No Effect Concentration)= høyeste testede konsentrasjon uten signifikant inhibering. (t-test).

Ref: Staub (1961): Ernährungsphysiologische-autökologische Untersuchungen an der planktischen Blaualge *Oscillatoria rubescens* D.C. Schweiz. Z. Hydrol. 23: 82-198.

Testansvarig:


Torsten Kälqvist

TEST:>>> ISO 8692

Dato>>> 13.12.90

TESTSTOFF>>>> Norsk Hydro, Rafnes, etter nedbrytning

TESTALGE>>>>> *Selenastrum capricornutum*

Medium ISO

INOKULUM>>>>> 5 mill. celler/l

	Timer:	Dag 1 24 mill/l	Dag 2 48 mill/l	Dag 3 72 mill./l	Areal	Areal %	V. hast.	V. hast %
Kons. 1	45	14	9.9	9.1	382.8	2	0.20	11
%		13	8.8	8.4	324	1	0.17	10
		12	9	8.5	306	1	0.18	10
Kons.2	25	13	25	60	1332	6	0.83	46
%		13	27	65	1440	7	0.85	47
		14	27	60	1404	6	0.83	46
Kons. 3	14.4	22	55	288	5004	23	1.35	75
%		23	54	284	4956	23	1.35	75
		23	58	312	5388	25	1.38	76
Kons. 4	8.1	29	96	406	7572	35	1.47	81
%		29	93	467	8232	38	1.51	84
		27	70	364	6396	29	1.43	79
Kons. 5	4.5	31	124	517	9624	44	1.55	86
%		30	114	469	8784	40	1.51	84
		33	124	502	9492	43	1.54	85
Kons. 6								
Kons. 7								
Kontroll		40	350	1385	25680	117	1.87	104
		39	333	1228	23364	107	1.83	102
		41	316	1146	22020	101	1.81	100
		41	322	1070	21252	97	1.79	99
		39	285	906	18348	84	1.73	96
		40	285	1100	20700	95	1.80	100

MIDDELVERDIER

45.00 Mv.	13.00	9.23	8.67	337.60	1.54	0.18	10.14
St. d.	0.82	0.48	0.31	32.80	0.15	0.01	0.65
25.00 Mv.	13.33	26.33	61.67	1392.00	6.36	0.84	46.34
St. d.	0.47	0.94	2.36	44.90	0.21	0.01	0.70
14.40 Mv.	22.67	55.67	294.67	5116.00	23.37	1.36	75.19
St. d.	0.47	1.70	12.36	193.33	0.88	0.01	0.76
8.10 Mv.	28.33	86.33	412.33	7400.00	33.80	1.47	81.31
St. d.	0.94	11.61	42.29	759.35	3.47	0.03	1.88
4.50 Mv.	31.33	120.67	496.00	9300.00	42.48	1.53	84.80
St. d.	1.25	4.71	20.05	368.83	1.68	0.01	0.75
0.00 Mv.							
St. d.							
0.00 Mv.							
St. d.							
Kontroll Mv.	40.00	315.17	1139.17	21894.00	100.00	1.81	100.00
St. d.	0.82	23.80	146.66	2270.19	10.37	0.04	2.39

Norsk Hydro Rafnes - etter nedbrytning
Senastrum capricornutum

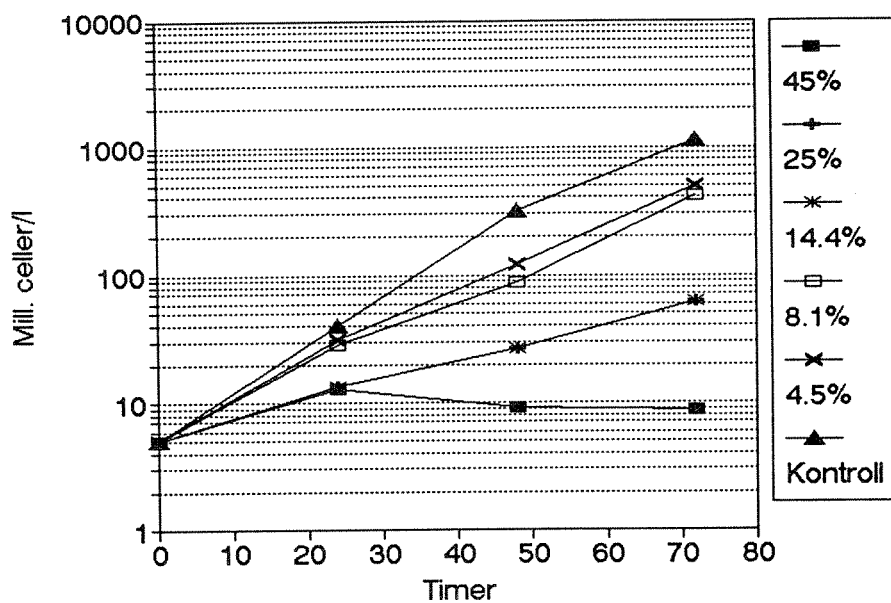


Fig. 1. Vekstkurver for *Senastrum capricornutum* i ulike konsentrasjoner av avløpsvann etter nedbrytning

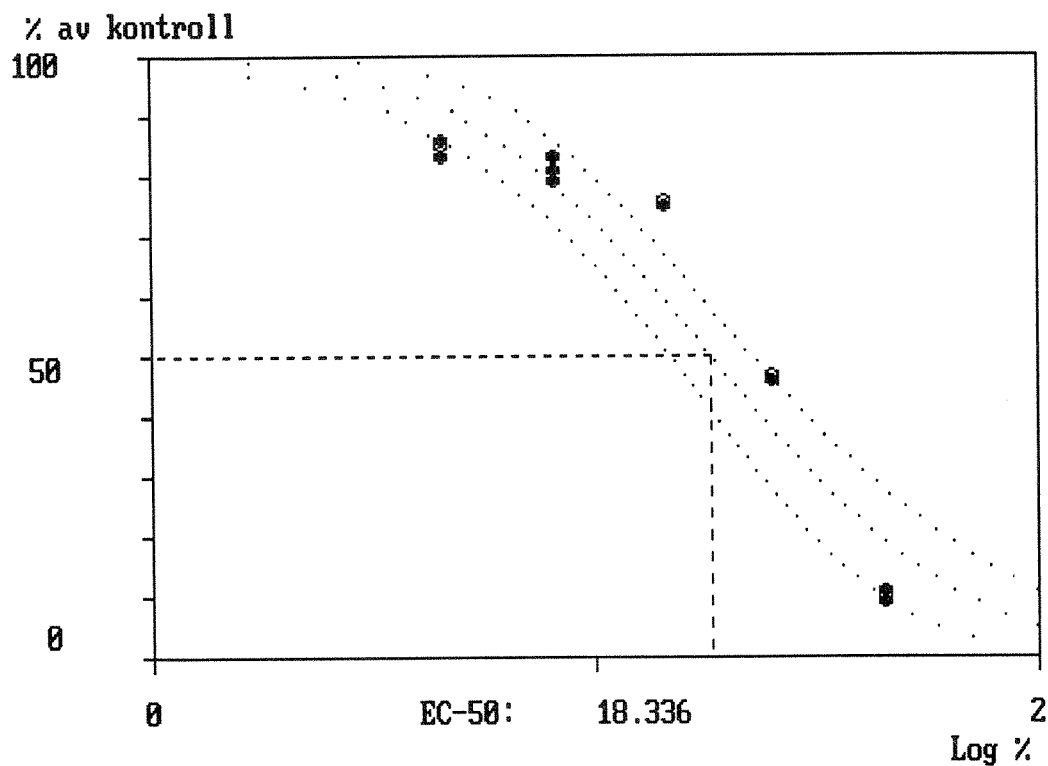


Fig. 2. Effekt av avløpsvann etter nedbrytning på veksthastigheten hos *Senastrum capricornutum*

APPENDIKS 6

Toksisitet, Dafnier

199

Kontroll

NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING

TESTRAPPORT**TOKSISITETSTEST MED DAFNIER**

Testmetode: ISO 6341 Water Quality - Determination of the Inhibition of the Mobility of Daphnia magna

Testorganisme: Daphnia magna. klon fra Gøteborg Universitet.
Kultivering: Vedlikeholdt i 5 µm filt. naturlig overfl. vann, tilsatt 20 % ISO 6341 salter, og føret med Selenastrum capricornutum som er dyrket på 1/10 Z 8 næringssaltløsning.

Lysforhold: 700 lux

Teststoff: Avløpsvann Ukeblandprøve Hydro Rafnes. Før nedbrytning.

Testdata:

Testperiode: 22-24.11 1990

Testmedium: Naturlig overfl.vann tilsatt 20 % ISO 6341 salter.

Testbetingelser: Antall enheter: 4 pr. testkonsentrasjon

Antall individ pr. enhet: 5-7

Testtemperatur: 20 ± 0,5° C

Lysforhold: 700 lux Oksygen metn.%:>90

Start Slutt

pH: Høyest testkonsentrasjon: 8,1 8,0

Kontroll: 7,7 7,7

Testkonsentrasjoner: 10, 18, 32 og 56 % avl. vann.

Kontrollstoff: Kaliumdikromat, 24 t $EC_{50} = 0,20$ mg/L

Resultater:

% dødlighet (immobilitet) i kontrollene: 24t = 0 48t = 5

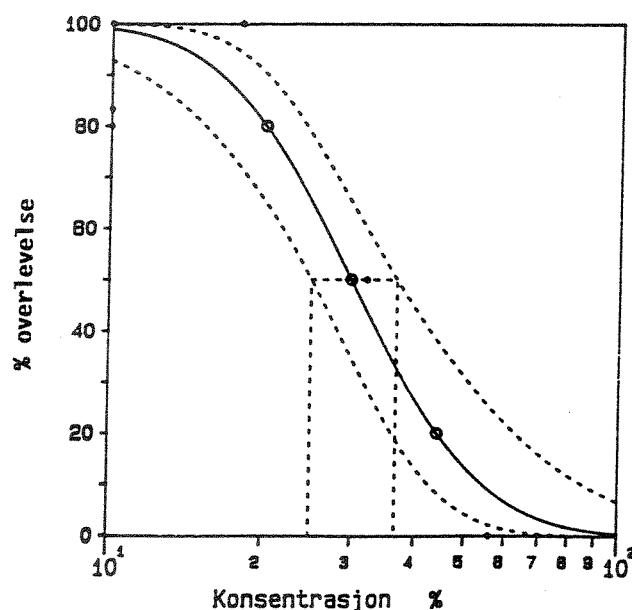
Probit beregning av analysedata:

48 timers eksponering: LC-verdier med 95 % konfidensintervall

LC-verdier Avl.vann %	95 % konfidens intervall
LC ₅₀ 30	25 - 37
LC ₂₀ 20	
LC ₈₀ 44	

Dose-respons diagram:

PROBIT



NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING

TESTRAPPORT**TOKSISITETSTEST MED DAFNIER**

Testmetode: ISO 6341 Water Quality - Determination of the Inhibition of the Mobility of *Daphnia magna*

Testorganisme: *Daphnia magna*. klon fra Gøteborg Universitet.
Kultivering: Vedlikeholdt i 5 µm filt. naturlig overfl. vann, tilsatt 20 % ISO 6341 salter, og føret med *Selenastrum capricornutum* som er dyrket på 1/10 Z 8 nærings saltløsning.

Lysforhold: 700 lux

Teststoff: Avløpsvann Ukeblandprøve Hydro Rafnes. Etter nedbrytning.

Testdata:

Testperiode: 18-20.12 1990
Testmedium: Naturlig overfl.vann tilsatt 20 % ISO 6341 salter.
Testbetingelser: Antall enheter: 3 pr. testkonsentrasjon
 Antall individ pr. enhet: 7-8
 Testtemperatur: 20 ± 0,5° C
 Lysforhold: 700 lux Oksygen metn.%:>90

	Start	Slutt
pH: Høyest testkonsentrasjon:	7,85	7,9
Kontroll:	7,8	7,8

Testkonsentrasjoner: 18, 32 og 56 % avl. vann.

Kontrollstoff: Kaliumdikromat, 24 t EC₅₀ = 0,16 mg/L

Resultater:

% dødlighet (immobilitet) i kontrollene: 24t = 0 48t = 4

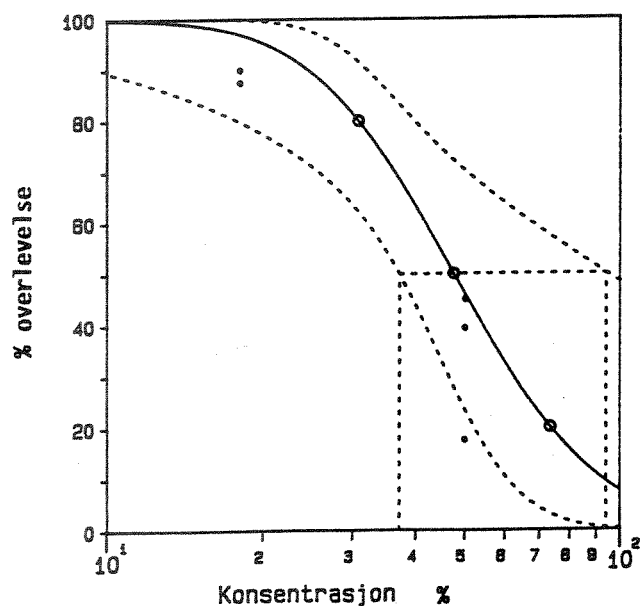
Probit beregning av analysedata:

48 timers eksponering: LC-verdier med 95 % konfidensintervall

LC-verdier Avl.vann %	95 % konfidens intervall
LC ₅₀ 48	37 - 94
LC ₂₀ 31	
LC ₈₀ 73	

Dose-respons diagram:

PROBIT



APPENDIKS 7

Toksisitet, laks

NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING

Toksisitetstest med fisk

Testmetode

Testen er utført i overensstemmelse med "OECD Guidelines for testing of Chemicals" No. 203; "Fish, acute toxicity test," og en noe modificert Norsk Standard, NS 4717; "Bestemmelse av kjemiske produkters og avløpsvanns akutte toksisitet for ferskvannsfisk".

Testorganisme

Årsyngel (0+) av laks, (*Salmo salar*), med middelvekt 3.2 g og lengde 7.1 cm. Fisken var hentet på et opdretningsanlegg ved Slemmestad (MARINOR) og tilvendt forholdene på laboratoriet i en uke.

Utførelse

Forsøkene ble utført i glassakvarier med 10 l vann og 7 fisk i hver konsentrasjon av avløpsvannet. Testfiskene ble overført til ny løsning hvert døgn (semistatisk metode) og forsøket pågikk i 4 døgn. Fisken ble observert minimum 2 ganger pr døgn og døde fisk ble notert og fjernet. Vannkvaliteten i det benyttede fortynningsvannet fremgår av tabell 1. Vannet er et typisk norsk overflatevann, bløtt, svakt surt og med relativt lite innhold av løste organiske stoffer. Temperaturen under forsøket var 14 ± 0.5 °C.

Tabell 1. Noen kjemiske data for vann benyttet i test med laks (Maridalsvatn).

ph		6.3
Konduktivitet	mS/m, 25 °C	3.2
Farge	mg Pt/l	21
Perm. tall	mg O/l	4.0
Hardhet	mg CaCO ₃ /l	11

Resultater

I tabell 2 og fig. 1, er oppført dødeligheten i hver konsentrasjon av avløpsvannet. På figuren er 4d LC₅₀-verdien avsatt (Den konsentrasjon som dreper 50% av forsøksfisken i løpet av 4 døgn). 4d LC₅₀-verdien ble 46%, d.v.s. 460 ml/l. Fiskens reaksjoner (kramper) lignet på reaksjonen på tungmetallforurensing og antyder at avløpsvannet kan ha gifteffekter ved lengre tids eksponering i lavere konsentrasjoner.

Tabell 2. Kummulativt antall (%) døde fisk ved forskjellig eksponeringstid.

Fortynning	Eksponeringstid, timer				
	24	48	72	96	
0	0	0	0	0	0
25	0	0	0	0	
50	14	29	58	58	
100	100				

Norsk Hydro, Rafnes Effekt av avløpsvann på laks

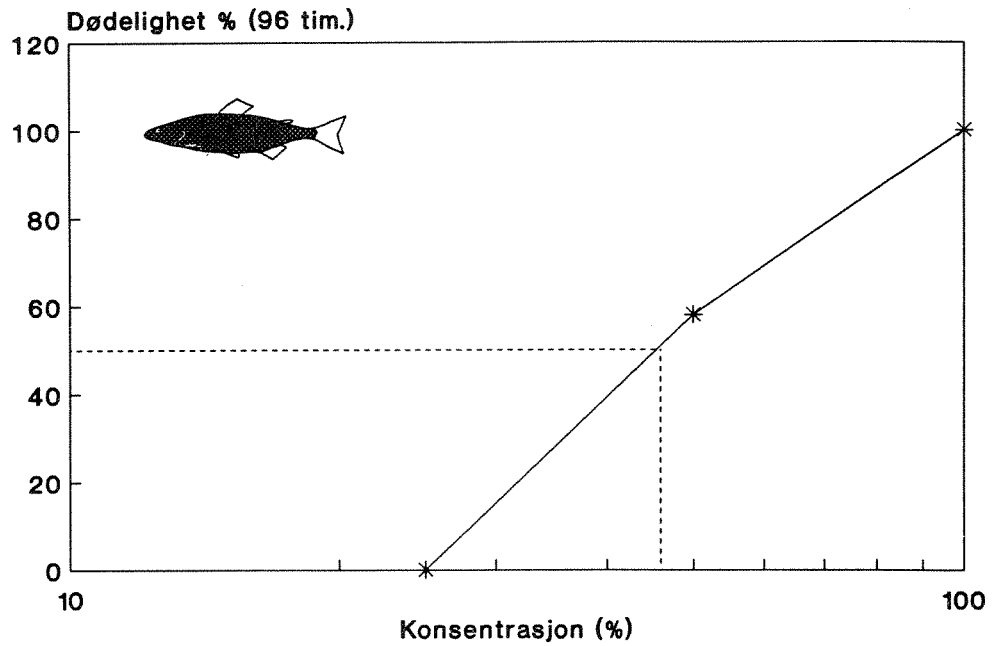


Fig. 1. Overlevelse av laks (%) som funksjon av konsentrasjon (%) avløpsvann.

APPENDIKS 8
Nedbrytbarhetstester

Reviderat

1.1.2011

1.1.2011

1.1.2011

1.1.2011

1.1.2011

Norsk Institutt for Vannforskning

TESTRAPPORT:

BIOOKSIDASJON AV ORGANISKE FORBINDELSER I VANN

Evaluation in an aqueous medium of the "ultimate" aerobic biodegradability of organic compounds. ISO 7827 DOC analysis.

TEST STOFF: Avløpsvann Hydro Rafnes

TESTBETINGELSER

APPARATUR: 2 L Erlenmeyer flasker

TEST-KONSENTRATSJON: 1 : 4 fortynnet i BOD-fortynningsløsning.

TEST-MEDIUM: ISO 7827 Fortynningsløsning tilsatt næringsalter
Tilsats av løsn. A: 5 ml /L. N-kilde: 5 mg/L NH₄Cl.
Standard av øvrige løsninger.

INOKULUM: Mikroorganismer fra effluent fra biologisk lab.-skala
+ luftet kom.kloakkvann (NS 4749)
Kimtall = 4.6×10^5 /ml.

INKUBASJON: Temperatur; $20 \pm 0.5^\circ$ C . Varighet: 28 dager.
pH, start: 7,4 pH, slutt: 8,2

REFERANSE STOFF: Anilin 20 mg C/l. Nedbrytningsgrad, DOC reduksjon:
88 % etter 7 og 91 % etter 28 døgn.

RESULTATER

DOC reduksjon etter 28 døgn inkubasjon: 76 %

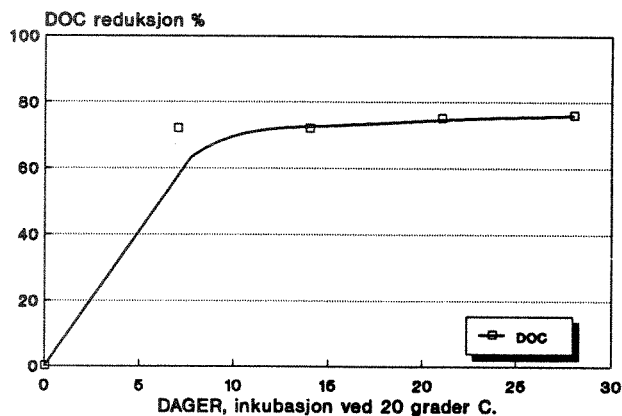
Kommentarer:

Testvannets saltinnhold forårsaket en del analytiske problem for bestemmelse av DOC. 1:4 fortynning ble valgt som test-konsentrasjon, for å minimalisere virkningen av oppløste salter.

Oslo, den 16. mars 1991

Harry Efraimsen
Testansvarlig

DOC-reduksjon kurve:



Middelverdi av duplikater

REFERENCE: ISO 7827 Evaluation in an aqueous medium of the "ultimate" aerobic biodegradability of organic compounds. DOC analysis.

BIOOKSIDASJON I FERSKVANN

DATA SKJEMA

Test laboratorium: Norsk Institutt for Vannforskning, NIVA

Produkt: Hudro Rafnes, Avløpsvann. Ukeblandprøve.

Metode: Kontinuerlig omrøring (ISO 7827 DOC analysis).

Dato for test-start: 14.11. 1990

Avløpsvannets karbon-innhold: 35 mg/l
 Konsentrasjon i test-løsningen: 7.8 mg/l

Inoculum: Mikroorganismer i effluent aktiv slam anlegg + luftet kloakk vann.

Løst organisk karbon DOC

	Fl. Nr.		Konsentrasjon etter x dager (mg/l C)				
			0	7	14	21	28
Teststoff testvann+ nærings- salter.	1	t ₁	7.8	2.9	2.9	2.7	2.5
	2	t ₂	7.9		2.95		2.7
		Ct Snitt	7.85	2.9	2.9	2.7	2.6
Blank tettvann+ nærings- salter.	1	b ₁	1.1		1.0		1.0
	2	b ₂					1.0
		Cbl Snitt	1.1		1.0		1.0

Evaluering av rå-data

DOC-konsentrasjon - blank	% DOC reduksjon etter x dager			
	7	14	21	28
Snitt $D_t = \left[1 - \frac{C_t - C_{blt}}{C_{t_0} - C_{bl_0}} \right] \cdot 100$	72	72	75	76

D_t = % DOC reduksjon ved tid t.

C₀ = DOC konsentrasjon ved start.

C_t = DOC konsentrasjon ved tid t.

C_{bl₀} = DOC konsentrasjon i blank ved tid start.

C_{bl_t} = DOC konsentrasjon i blank ved tid t.

Carbon analysator:

Gasskromatografisk bestemmelse av total organisk karbon i sjøvann.
 GOW-MAC instrument, GAS CROMATOGRAPH SERIES 550 model 69-552

TESTRAPPORT**BIOOKSIDASJON AV LETT NEDBRYTBART ORGANISK STØFF**

Evaluation in an aqueous medium of the "ultimate" aerobic biodegradability of organic compounds. ISO 9408

TESTSTOFF: Avløpsvann, Hydro Rafnes.

TESTAPPARATUR: Manometrisk respirometer, WtW 2001

NÆRINGSLØSNING: ISO/DIS 9408 Saltløsn. A, 5 ml/L (1,3 mg N/L)

INOCULUM: Aktiv slam fra biologisk lab. enhet (Husmann unit) dyrket i OECD syntetisk kloakk og luftet kom. avløpsvann (NS 4749). Vasket 2 x i fort.vann. Tilsetning: 20 mg STS/L testløsning.

INKUBASJON: Temperatur: $20 \pm 1^{\circ} \text{C}$. Varighet: 28 dager.

pH: Start 7,6 Slutt: 8,0

Oksygenregistrering: 14 døgn.

Testperiode: 14.11 -12.12.1990

Testkonsentrasjon: 1:4 fortynning

7.9 mg/L DOC

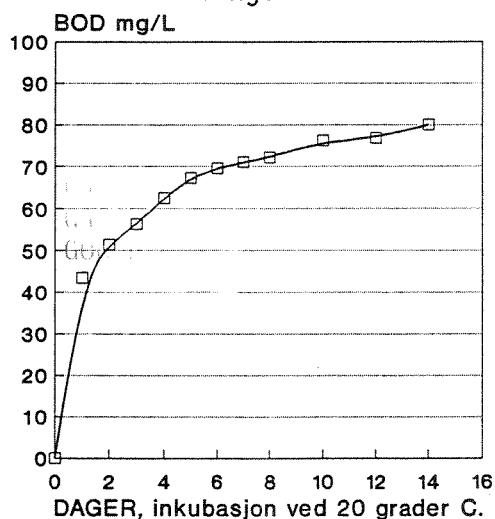
TOC-verdiene er på MF-filtrerte prøver ved start (dag₀) og etter 28 døgn bionedbrytning. Prøvene ble oppsluttet i ampuller og CO₂ ble bestemt på GC (Gow-mac). Høyt saltinnhold i prøven ga interferens på ASTRO 2001.

RESULTATER: BOD₇ = 71 og BOD₁₄ = 80 mg/L. DOC- reduksjon = 79 %

Karbon konsentrasjon

	Analyser, mg/L	BOD, mg/L			% DOC-reduksjon
		BOD ₁₄	DOC ₀	DOC ₂₈	
Blandprøve (1:4)	1 2	20	8.7 9.3	2.5 2.8	
Blankprøve			1.1	1.0	
Blandprøve korrigert		80	7.9	1.6	79

BOD utvikling:



Kommentarer:

Biooksidasjonen utviklet seg raskt, og pH forandret seg under testtiden. Prøvene ble justert etter 14 døgn (utenfor optimalt område) Oksygenforbruket ble ikke registrert under siste halvdel av inkubasjonstiden. Oppløste salter i avløpsvannet forårsaket betydelige analytiske problemer for bestemmelse av karbon. Resultatene er unøyaktige, men gir en rettleiding og nedbrytningsgrad for avløpsvannet.

Testansvarlig: H. Efraimsen