



Rambøll
Att.: Claus Fischer Jensen
Teknikerbyen 31
2830 Virum

Gregersensvej
Postboks 141
DK-2630 Taastrup
Telefon 72 20 20 00
Telefax 72 20 20 19

info@teknologisk.dk
www.teknologisk.dk

Analysereport

over analyse udført ved Kemi- og Vandteknik, Teknologisk Institut.

Opgave: Analyse af saltboreprøver fra Ll. Torup Naturgaslager for indhold af phosphor og bestemmelse af suspenderet stof samt partikelstørrelsefordeling af suspenderet stof.

Prøvemodtagelse: 9. juni 2008

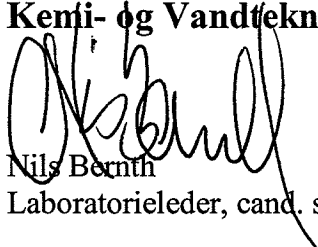
Prøvetagning: Rekvirenten

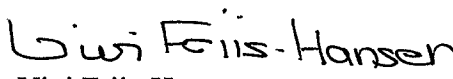
Analyseperiode: 4. – 22. december 2008

Bemærkninger: Resultaterne, prøvemærkning samt anvendt(e) metode(r) er anført på omstående side(r) og vedrører kun de(n) til analyse udtagne delprøve(r).
Resultaterne blev fremsendt på e-mail den 22. december 2008.

Analysen er udført i henhold til Teknologisk Instituts almindelige vilkår for rekvirerede opgaver. Analyserapporten må kun gengives i sin helhed. Anden gengivelse kræver Kemi- og Vandtekniks skriftlige tilladelse.

Kemi- og Vandteknik, Taastrup


Nils Bernth
Laboratorieleder, cand. scient.


Vivi Friis-Hansen
Laborant

Supplerende analyser af tidligere fremsendte saltboreprøver mærket TO5-TO10

Nedenstående punkter referer til tidligere rapport Reg. nr. 34128 fra den 8. august 2008.

Resultatet af partikelstørrelsesfordelingen af suspenderet stof er vedlagt i en selvstændig rapport fra Analyaselaboratoriet i Århus.

Analyse af saltboreprøver mærket TO5-TO10

C: Analyse for totalindhold af phosphor (P) efter præparation af saltboreprøven med salpetersyre i autoklave.

Resultater

Lab. mrk.	Prøve mrk.	P µg/g
34128-13	TO5	-
34128-14	TO6	-
34128-15	TO7	-
34128-16	TO8	-
34128-17	TO9	-
34128-18	TO10	-
	DL	2

DL angiver detektionsgrænsen og "-" angiver mindre end detektionsgrænsen.

D: Bestemmelse af suspenderet stof i opløsning fremstillet ved opslemning af saltboreprøven i demineraliseret vand efterfulgt af fortynding og filtrering gennem konditioneret og forvejet 0,45 µm filter.

Resultater

Lab. mrk.	Prøve mrk.	Suspenderet stof g
34128-19	TO5	0,025
34128-20	TO6	0,019
34128-21	TO7	0,027
34128-22	TO8	0,054
34128-23	TO9	0,137
34128-24	TO10	0,072
	% RSD	6,7

%RSD angiver den procentiske relative standardafvigelse ud fra dobbeltbestemmelser.

Metodebeskrivelse

C: Prøvepræparation af saltboreprøver til analyse for totalindhold af phosphor

Tidligere fremstillede præparationer af saltboreprøver (jf. oprindelig rapport Reg.nr. 34128 fra d. 8. august 2008) blev analyseret for phosphor.

D: Prøvepræparation af saltboreprøver til bestemmelse af suspenderet stof

4 g prøve – nøjagtigt afvejet – blev opslemmet med 16 g demineraliseret vand (Milli-Q plus) under magnetomrøring i en 100 ml PE-flaske i 30 min. Opslemningen blev fortyndet 10 gange med demineraliseret vand ved vejning og efterfølgende filtreret gennem et konditioneret og forvejet 0,45 µm filter.

Dobbeltpræparation blev foretaget.

Analyse

Kvantitativ analyse ved ICP-AES

Tidligere fremstillede præparationer og blindprøver fra punkt C blev analyseret for indhold af P ved ICP-AES.

Kvantificeringen blev foretaget overfor eksterne standarder i 2,8 M salpetersyre. Kalibreringskurverne blev verificeret med sporbare kontrolopløsninger i 2,8 M salpetersyre.



Energinet.dk

Teknologiparken
Kongsvang Allé 29
DK-8000 Århus C
Telefon 72 20 10 00
Telefax 72 20 10 19
info@teknologisk.dk
www.teknologisk.dk

Analyserapport nr. 294548

- Opgave:** Størrelsesbestemmelse af sedimenter i saltboreprøver fra Ll. Torup
- Prøvetagning ved:** Rekvirenten
- Prøvemodtagelse:** 17. december 2008
- Analyseperiode:** 18-19. december 2008
- Bemærkninger:** Resultaterne af analysen, prøvemærkning samt redegørelse for anvendt(e) metode(r) er anført i rapporten og vedrører kun de(t) prøvede emne(r) eller de(n) til analyse udtagne delprøve(r).

Analysen er udført i henhold til Teknologisk Instituts almindelige vilkår for rekvirerede opgaver. Analyserapporten må kun gengives i uddrag, hvis Analyselaboratoriet, Kemi- og Vandteknik har godkendt uddraget.

Analyselaboratoriet, Århus

Allan K. Poulsen
Civilingeniør, ph.d.

Bestemmelse af partikelstørrelse i vandig opløsning

Indholdet for partikler undersøges i 6 saltboreprøver, der opløses i MilliQ-vand. Der foretages dobbeltbestemmelse.

Analysemetoder

Analyse af størrelsesfordelingen i prøven er foretaget ved hjælp af dynamisk lysspredning. Instrumentet er en Zetasizer Nano ZS fra Malvern Instruments.

Dynamisk Lysspredning

Hensigten med måling af dynamisk lysspredning er normalt at få oplysning om diffusionskoefficienten af molekyler i opløsning. For en opløsning af molekyler kan man foretage en indirekte størrelsesbestemmelse af molekylerne, idet man kan beregne deres såkaldte hydrodynamiske radius. Denne måde at foretage størrelsesbestemmelse på, er baseret på Stokes-Einstein relationen, der angiver diffusionskoefficienten, D , for en opløsning af kugleformede partikler med hydrodynamisk radius r i en væske med viskositeten η og den absolutte temperatur T :

$$D = \frac{Tk_B}{6\pi\eta r} \quad [1]$$

hvor $k_B = 1,38 \times 10^{-23} \text{ J x K}^{-1}$ er Boltzmanns konstant. Hvis man således for en opløsning af kugleformede partikler måler deres diffusionskoefficient, kan deres radius beregnet ud fra ovenstående ligning. Diffusionskoefficienten bestemmes via intensitetsfluktuationer i lyset fra en laser der sendes gennem den ønskede prøve.

Procedure

6 saltprøver er indleveret. Prøverne blev homogeniseret ved formaling i en morter.

2 g formalet prøve – nøjagtigt afvejet – blev opslemmet med 8 g demineraliseret vand (Milli-Q plus) under magnetomrøring i en 100 ml PE-flaske i 30 min. ved stuetemperatur. Opslemningen blev efterfølgende fortyndet 10 gange med demineraliseret vand ved vejning og omrystet.

Resultater

Prøvemærkning

Kemi- og Vandteknik mrk.	Rekvirent mrk.	Bestemmelse 1. Afvejet [g]	Bestemmelse 2. Afvejet [g]
34128-13	TO5	2,018	2,0057
34128-14	TO6	2,0428	1,9972
34128-15	TO7	2,0390	1,9938
34128-16	TO8	2,0544	2,0382
34128-17	TO9	2,0029	2,0298
34128-18	TO10	2,0193	2,0083

Kemi- og Vandteknik mrk.	Rekvirent mrk.	Diameter, bestemmelse 1. [μm]	Diameter, bestemmelse 2. [μm]	Gennemsnit af 1 og 2 [μm]
34128-13	TO5	5,28	6,25	5,77
34128-14	TO6	2,97	2,25	2,61
34128-15	TO7	1,92	3,04	2,48
34128-16	TO8	6,12	4,86	5,49
34128-17	TO9	8,75	4,82	6,79
34128-18	TO10	4,07	2,45	3,26

Analyse af resultater

Samtlige prøver har en meget høj grad af polydispersitet. Hermed menes, at saltprøverne indeholder partikler med en bred størrelsesfordeling og med diameter fra cirka 200 nm til over 1 mm. Der er ikke enkelte størrelsespopulationer der træder i særlig karakter.

I ovenstående tabel er den gennemsnitlige partikeldiameter derfor bestemt ved at betragte partiklerne som én population med meget en bred størrelsesfordeling. Det kan medføre, at bestemmelsen indeholder en større usikkerhed.