



Energinet.dk
Att.: Jakob Kjær
Gaslager
Lautruphøj 7
2750 Ballerup

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

info@teknologisk.dk
www.teknologisk.dk

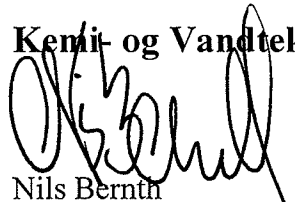
Analysereport

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

- Opgave:** Analyse af brine- og saltboreprøver fra Ll. Torup Naturgaslager for indhold af udvalgte grundstoffer.
Aftale nr. R-7000467/08
- Prøvemodtagelse:** 9. juni 2008
- Prøvetagning:** Rekvirenten
- Analyseperiode:** 9. juni – 4. juli 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 4. juli 2008.

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

Kemi- og Vandteknik, Taastrup


Nils Bernth
Laboratorieleder, cand. scient.

Sesse Rasmussen
d: Vivi Friis-Hansen
Laborant

Supplerende analyser af tidligere fremsendte brineprøver mærket TO5-TO10

A: Brineprøverne fra den 5. december 2007 blev analyseret for totalindhold af arsen (As) ved ICP-MS.

Resultater

Koncentrationerne er angivet i $\mu\text{g/l}$

Kemi- og Vandteknik mrk.	Prøve mrk.	As $\mu\text{g/l}$
34128-1	TO5	20/3.1
34128-2	TO6	12/-
34128-3	TO7	8,4/-
34128-4	TO8	3,9/15
34128-5	TO9	25/-
34128-6	TO10	-/5,9
	% RSD	-
	DL	2

%RSD angiver den procentiske relative standardafvigelse ud fra dobbeltbestemmelser.

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

I de tilfælde, hvor %RSD for en dobbeltbestemmelse er større end 20%, er enkeltbestemmelserne anført. Afvigelsen kan skyldes inhomogenitet i prøvematerialet og/eller kontamination under prøveforberedelsen.

Omregningen fra $\mu\text{g/kg}$ til $\mu\text{g/l}$ blev foretaget ved anvendelse af massefylder bestemt i tidligere rapport nr. 238629 fra den 5. december 2007.

B: Brineprøverne blev analyseret for indhold af opløste grundstoffer efter en 10 gange fortynding med demineraliseret vand, filtrering gennem 0,45 µm filter og tilsætning af salpetersyre til 0,14 M.

Delprøver af brineprøverne blev efter fortynding og filtrering, men før tilsætning af salpetersyre, analyseret for indhold af chrom (VI) (Cr(VI)).

Resultater

Koncentrationerne er angivet i µg/l

Kemi- og Vandteknik mrk.	Prøve mrk.	As µg/l	Cd µg/l	Cr µg/l	Cu µg/l	Hg µg/l
34128-7	TO5	12,0	0,90/-	1,1/-	40,3	-
34128-8	TO6	9,7	-	-	52	-
34128-9	TO7	19	-/0,95	-	51	-
34128-10	TO8	22	1,18	-	92	-
34128-11	TO9	31	-	-	52	-
34128-12	TO10	9,6	0,64	-	216	-
	% RSD	6,6	1,3	-	2,7	-
	DL	2	0,5	0,6	0,3	1

Kemi- og Vandteknik mrk.	Prøve mrk.	Ni µg/l	Pb µg/l	Zn µg/l	Cr(VI) µg/l
34128-7	TO5	14/20	140	260	-
34128-8	TO6	32	81	210/170	-
34128-9	TO7	60	220	160/220	-
34128-10	TO8	88	28	99	-
34128-11	TO9	46	33	72	-
34128-12	TO10	119	130	1200	-
	% RSD	6,4	11	9,0	-
	DL	2	0,08	0,2	10

%RSD angiver den procentiske relative standardafvigelse ud fra dobbeltbestemmelser.
DL angiver detektionsgrænsen og "-" angiver mindre end detektionsgrænsen.

I de tilfælde, hvor %RSD for en dobbeltbestemmelse er større end 20%, er enkeltbestemmelserne anført. Afvigelsen kan skyldes inhomogenitet i prøvematerialet og/eller kontamination under prøveforberedelsen.

Omregningen fra µg/kg til µg/l blev foretaget ved anvendelse af massefylde bestemt i tidligere rapport nr. 238629 fra den 5. december 2007.

Analyse af saltboreprøver mærket TO5-TO10

C: Analyse for totalindhold af udvalgte grundstoffer efter præparation af saltboreprøven med salpetersyre i autoklave.

Resultater

Koncentrationerne er angivet i µg/g

Kemi- og Vandteknik mrk.	Prøve mrk.	As µg/g	Ba µg/g	Ca µg/g	Cd µg/g	Cr µg/g	Cu µg/g
34128-13	TO5	-	-	4660	-	0,034	0,22
34128-14	TO6	-	-	6890	-	0,070	0,22
34128-15	TO7	-	-	2990	0,008	0,051/0,11	0,18/0,11
34128-16	TO8	-	-	13300	-	0,16	0,39
34128-17	TO9	-	-	4980	-	0,063	0,13
34128-18	TO10	-	12,1/8,7	4660	0,0047	0,020	0,27
	% RSD	-	-	7,5	13	13	12
	DL	0,05	2	2	0,004	0,02	0,02

Kemi- og Vandteknik mrk.	Prøve mrk.	Fe µg/g	Hg µg/g	K µg/g	Mg µg/g	Mn µg/g	Na µg/g
34128-13	TO5	12	-	270	41	0,32	369000
34128-14	TO6	25	-	440	49	0,34	366000
34128-15	TO7	7,9	-	410	66/95	0,13	358000
34128-16	TO8	69	-	310	240	1,30	350000
34128-17	TO9	13/9,1	-	440	38	0,19	365000
34128-18	TO10	66/40	-	6630	3150	1,10	356000
	% RSD	8,8	-	6,4	8,7	10	3,9
	DL	0,01	0,002	60	1	0,003	180

Kemi- og Vandteknik mrk.	Prøve mrk.	Ni µg/g	Pb µg/g	Sr µg/g	V µg/g	Zn µg/g
34128-13	TO5	0,006/0,014	0,29	24	-	0,67
34128-14	TO6	0,065	0,157	22	-	0,47
34128-15	TO7	0,088	0,241	13	-	0,43/0,28
34128-16	TO8	0,065	0,225	64	-	0,40
34128-17	TO9	0,069	0,094	20	-	0,21
34128-18	TO10	0,072	0,300	23	-	1,6/1,2
	% RSD	8,3	3,6	10	-	10
	DL	0,004	0,0009	1	0,7	0,0001

%RSD angiver den procentiske relative standardafvigelse ud fra dobbeltbestemmelser.
DL angiver detektionsgrænsen og ”-” angiver mindre end detektionsgrænsen.

I de tilfælde, hvor %RSD for en dobbeltbestemmelse er større end 20%, er enkeltbestemmelserne anført.
Afvigelsen kan skyldes inhomogenitet i prøvematerialet og/eller kontamination under prøveforberedelsen.

Analyse for totalindhold af chlorid, sulfat, nitrat og ammonium efter opløsning af saltboreprøven i demineraliseret vand.

Resultater

Koncentrationerne er angivet i hhv. mg/g og µg/g

Kemi- og Vandteknik mrk.	Prøve mrk.	Chlorid mg/g	Sulfat mg/g	Nitrat µg/g	Ammonium µg/g
34128-13	TO5	588	7,5	-	2
34128-14	TO6	589	9,5	-	-
34128-15	TO7	594	5,0	-	-
34128-16	TO8	577	18	-	-
34128-17	TO9	597	27	-	-
34128-18	TO10	581	14	-	4
	% RSD	0,4	3	-	20
	DL	10	0,1	30	2

%RSD angiver den procentiske relative standardafvigelse ud fra dobbeltbestemmelser.
DL angiver detektionsgrænsen og ”-” angiver mindre end detektionsgrænsen.

D: Analyse for opløst indhold af udvalgte grundstoffer i opløsning fremstillet ved opslemning af saltboreprøven i demineraliseret vand efterfulgt af fortynding og filtrering gennem 0,45 µm filter afsluttet med tilsætning af salpetersyre til 0,14 M.

Delprøver af de opslemmede saltboreprøver blev efter fortynding og filtrering, men før tilsætning af salpetersyre, analyseret for indhold af chrom (VI), (Cr(VI)).

Resultater

Koncentrationerne er angivet i µg/g

Kemi- og Vandteknik mrk.	Prøve mrk.	As µg/g	Cd µg/g	Cr µg/g	Cu µg/g	Hg µg/g
34128-19	TO5	0,030	-	-	0,077	-
34128-20	TO6	0,022	0,0044	-	0,068	-
34128-21	TO7	0,028	0,0032	-	0,043	-
34128-22	TO8	0,032	-	-	0,088	-
34128-23	TO9	0,031	-	-	0,066	-
34128-24	TO10	0,032	0,0034	-	0,060	-
	% RSD	9,1	13	-	5,9	-
	DL	0,01	0,003	0,003	0,001	0,005

Kemi- og Vandteknik mrk.	Prøve mrk.	Ni µg/g	Pb µg/g	Zn µg/g	Cr(VI) µg/g
34128-19	TO5	0,073	0,178	0,206/0,092	-
34128-20	TO6	0,072	0,072	0,066/0,039	-
34128-21	TO7	0,078	0,144	0,0112/-	-
34128-22	TO8	0,065	0,044	0,056/0,029	-
34128-23	TO9	0,079	0,0263	0,033/0,051	-
34128-24	TO10	0,082	0,203	0,330	-
	% RSD	7,7	3,7	4,5	-
	DL	0,008	0,0004	0,001	0,05

%RSD angiver den procentiske relative standardafvigelse ud fra dobbeltbestemmelser.

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

I de tilfælde, hvor %RSD for en dobbeltbestemmelse er større end 20%, er enkeltbestemmelserne anført. Afvigelsen kan skyldes inhomogenitet i prøvematerialet og/eller kontamination under prøveforberedelsen.

Kommentar: Da hovedparten af koncentrationerne for de målte grundstoffer ligger tæt på de anførte detektionsgrænser, må der forventes en vis spredning på resultaterne, især sammenholdt med det lave koncentrationsniveau, hvor forurening fra omgivelserne og prøvematerialets homogenitet bliver afgørende.

Metodebeskrivelse

A: Prøvepræparation af brine til analyse for totalindhold af As

Ca. 5 g prøve – nøjagtigt afvejet - blev præpareret i en kvartsautoklave med 20 ml halvkoncentreret salpetersyre (subboiling kvalitet) ved mikrobølgeinduceret opvarmning. Destruatet blev fortyndet til 50 ml med demineraliseret vand (Milli Q plus).

Blindprøver blev fremstillet tilsvarende.

Dobbeltpræparation blev foretaget.

B: Prøvepræparation af brine til analyse for opløseligt indhold af grundstoffer og Cr(VI)

10 g prøve – nøjagtigt afvejet – blev fortyndet 10 gange med demineraliseret vand (Milli-Q plus) ved vejning og efterfølgende filtreret gennem et 0,45 µm filter.

50 ml delprøve af filtratet blev taget fra til analyse for chrom(VI).

Den resterende del af filtratet blev tilsat salpetersyre til 0,14 M

Blindprøver blev fremstillet tilsvarende.

Dobbeltpræparation blev foretaget.

C: Prøvepræparation af saltboreprøver til analyse for totalindhold af grundstoffer

Ca. 1 g prøve – nøjagtigt afvejet - blev præpareret i en PFA autoklave med 20 ml halvkoncentreret salpetersyre (subboiling kvalitet) ved mikrobølgeinduceret opvarmning. Destruatet blev fortyndet til 50 ml med demineraliseret vand (Milli Q plus).

Blindprøver blev fremstillet tilsvarende.

Dobbeltpræparation blev foretaget.

D: Prøvepræparation af saltboreprøver til analyse for opløseligt indhold af grundstoffer og Cr(IV)

2 g prøve – nøjagtigt afvejet – blev opslemmet med 8 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 0,45 µm filter.

50 ml delprøve af filtratet blev taget fra til analyse for chrom(VI).

Den resterende del af filtratet blev tilsat salpetersyre til 0,14 M

Blindprøver blev fremstillet tilsvarende.

Dobbeltpræparation blev foretaget.

Analyse**Kvantitativ analyse ved ICP-MS**

Præparationer og blindprøver fra punkt A og C blev analyseret for indhold af As, Cd, Cr, Cu, Hg, Mn, Ni, Pb, Sr og Zn ved ICP-MS med Ge, Rh og Re som interne standarder. Cr, Cu og Fe blev analyseret separat under anvendelse af en DRC teknik med ammoniak som reaktionsgas.

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

Præparationer og blindprøver fra punkt B og D blev analyseret for indhold af As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb og Zn ved ICP-MS med Ge, Rh og Re som interne standarder. Cr, Cu og Fe blev analyseret separat under anvendelse af en DRC teknik med ammoniak som reaktionsgas.

Kvantificeringen blev foretaget overfor eksterne standarder i 0,14 M salpetersyre. Kalibreringskurverne blev verificeret med sporbare kontrolopløsninger i 0,14 M salpetersyre.

Kvantitativ analyse ved ICP-AES

Præparationer og blindprøver fra punkt C blev analyseret for indhold af Ba, Ca, Fe, K, Mg, Na og V 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.

Chrom (VI)

Præparationer og blindprøver fra punkt B og D blev analyseret for indhold af Cr(VI) ved spektrometri efter Standard Methods 3500 D.

Chlorid

Chlorid blev bestemt ved en potentiometrisk titrering på en opløst delmængde af prøven.

Dobbeltbestemmelse blev foretaget.

Sulfat og nitrat

Sulfat og nitrat blev bestemt ved ionchromatografi på en opløst delmængde af prøven.

Dobbeltbestemmelse blev foretaget.

Ammonium

Ammonium blev bestemt ved spektrometri på en opløst delmængde af prøven.