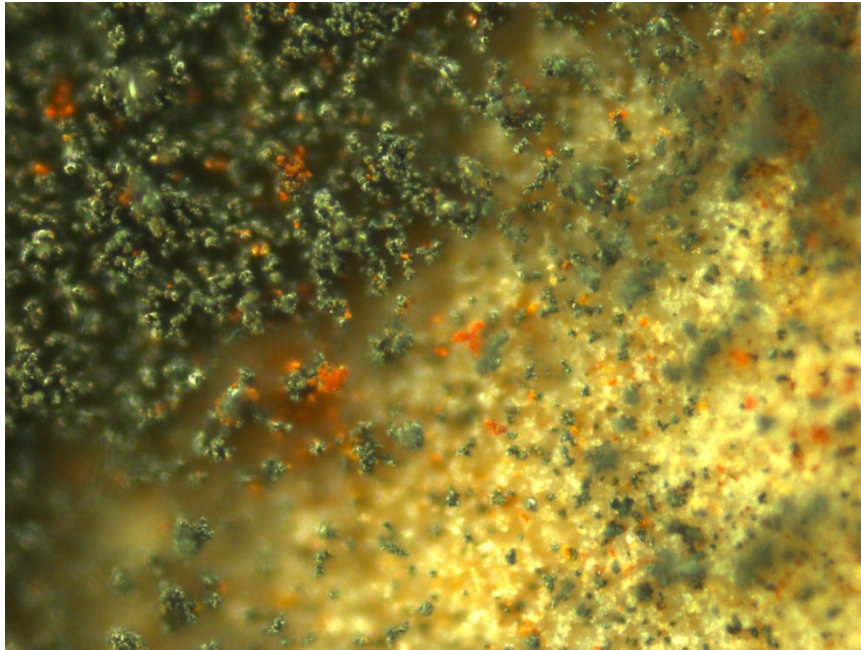


CHALMERS



Polyakrylsyras förmåga att lösa upp hårt slam från
PWR-ånggeneratorer

Examensarbete inom högskoleingenjörsprogrammet Kemiteknik

KAROLINA HEDQVIST & VICTORIA LAGERSTEDT

Institutionen för Kemi- och bioteknik
CHALMERS TEKNISKA HÖGSKOLA
Göteborg, Sverige 2013

Polyakrylsyras förmåga att lösa upp hårt slam från PWR-ånggeneratorer

Karolina Hedqvist

Victoria Lagerstedt

© KAROLINA HEDQVIST & VICTORIA LAGERSTEDT, 2013

Institutionen för Kemi- och bioteknik

Chalmers Tekniska Högskola

SE-412 96 Göteborg

Sverige

Telefon +46 (0)31-772 1000

Institutionen för Kemi- och bioteknik

Göteborg, Sverige 2013

FÖRORD

Examensarbetet har utförts på kärnkraftverket Ringhals i Varbergs kommun under våren 2013 med handledning av Bernt Bengtsson och Anders Hultin. Arbetet var en del i högskoleingenjörsprogrammet Kemiteknik på Chalmers Tekniska Högskola och omfattar 15 högskolepoäng. Examinator på Chalmers var Gunnar Eriksson.

Stort tack till Bernt och Anders som har hjälp och stöttat oss under arbetes gång. Tack till alla på R2C för ett varmt omhändertagande samt ett tålmodigt besvarande av alla frågor och funderingar. Vi vill även tacka Jenny Mattson, Lisbeth Martinsson samt övrig personal på R3C för stöd med AAS. Ett sista tack till Stjepan Jagunic som har hjälp oss med SEM-EDS.

Karolina Hedqvist och Victoria Lagerstedt

Göteborg, Sverige 2013

SAMMANFATTNING

Ett utbrett problem inom kärnkraftindustrin är korrosion och materialavverkning i kondensorer och rörsystem på tryckvattenreaktorernas (PWR) sekundärsida. Korrosionsprodukterna, främst järnoxider, som bildas förs vidare och ansamlas i ånggeneratorerna (ÅG) vilket resulterar i uppbyggnad av hårt slam, vilket är problematiskt då detta kan leda till bl.a. försämrad värmeöverföring. Under några år tillbaka har användningen av polyakrylsyra (PAA) som dispergeringsmedel utvecklats för att reducera problemet. Forskning och utveckling har främst bedrivits av organisationen Electric Power Research Institute (EPRI) vilket är en sammanslutning av kraftoperatörer runt om i världen. Resultat har visat att PAA har en positiv effekt som dispergeringsmedel genom att förhindra att mer korrosionsprodukter deponerar på ytor. Detta arbete syftade till att undersöka PAA:s förmåga att lösa upp redan deponerat järn till mindre partiklar eller joner, eftersom få studier på detta har genomförts. Arbetet utfördes på Ringhals som planerar att dosera PAA till processen, för att öka andelen slam som avlägsnas vid dränering av ÅG efter konservering. De olika parametrarna temperatur, tid samt koncentration av PAA undersöktes. Även en karakterisering av det hårda slammet utfördes för att bekräfta att dess sammansättning till 90 % består av magnetit. För simulering av aktuella förhållanden i ÅG användes UltraWAVE som kan behandla prover under höga temperaturer och tryck. Prover innehållande slam och olika PAA-koncentrationer behandlades i UltraWAVE, filterades och analyserades därefter med atomabsorptionsspektrometri (AAS) och Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry (ICP-MS). Flertalet experiment utfördes vid förhållanden som inte motsvarade den verkliga processmiljön, vilket medförde en relativt stor osäkerhet i resultaten. Trots detta var det ändå möjligt att utifrån resultaten påvisa att PAA ej har förmågan att lösa upp deponerat järn under de undersökta omständigheterna.

ABSTRACT

A problem widespread in the nuclear power industry is the corrosion and material release from condensers and tube systems on the secondary side of pressurized water reactors (PWR). Corrosion products, mostly iron, are transported through the system and accumulate in the steam generators which can lead to problems with fouling and reduced heat transfer. The use of polyacrylic acid (PAA) as a dispersant has been developed during the past few years to minimize the problem. Mainly the research and development have been pursued by the organization Electric Power Research Institute (EPRI) which is supported by different operators within the electric power industry. Their results have shown a positive effect of PAA and the preventing of additional deposition of corrosion products in tube systems. This work aimed to investigate the ability of PAA to re-suspend already deposited iron to smaller colloids or ions, though very little research of this kind is available. The work was performed at Ringhals nuclear power plant, where they are planning to use PAA in the process to increase the amount of sludge removed by drainage. Different parameters such as temperature, time and PAA concentration were studied. A characterization of the sludge was also performed to confirm its composition to 90 % magnetite. For simulation of the current operating conditions in the steam generators at Ringhals a microwave (UltraWAVE), with the possibilities of treating samples during high temperature and pressure, was used. The samples containing sludge and different concentrations of PAA were processed in UltraWAVE, filtrated and then analyzed by means of Atomic Absorption Spectrometry (AAS) and Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry (ICP-MS). Several of the experiments were performed during unsatisfactory conditions compared to operational experiences, and therefore caused uncertainty in the results. Despite this it was possible, with additional experiments and results, to prove that PAA does not possess the ability to re-suspend deposited iron for the conditions investigated.

INNEHÅLLSFÖRTECKNING

BETECKNINGAR	1
1. INLEDNING.....	2
1.1 Bakgrund.....	3
1.2 Syfte.....	3
1.3 Avgränsningar.....	4
1.4 Precisering av frågeställningar.....	4
2. TEORI.....	5
2.1 Situationen på Ringhals	5
2.2 PAA och dess egenskaper	7
2.2.1 OPTISPERSE PWR6600	7
2.2.2 Nedbrytning av PAA.....	8
2.3 Tillämpningar av PAA som dispergeringsmedel.....	9
2.3.1 Dispergeringsmedlets funktion	9
2.3.2 Online applications.....	10
2.3.3 Offline applications	11
2.3.4 PAA:s påverkan på material samt vattenkemi	12
2.4 Apparatur och bakomliggande teori.....	13
2.4.1 SEM-EDS.....	13
2.4.2 UltraWAVE.....	14
2.4.3 AAS.....	15
2.4.4 ICP-MS.....	16
3. METOD	17
3.1 Litteraturstudie.....	17
3.2 Karakterisering av hårt slam med SEM-EDS	17
3.3 Tillredning av lösningar samt kontroll av förhållanden genom analys av pH, ammoniak och hydrazin.....	17
3.4 Beredning av prover samt simulering av förhållanden i ÅG med UltraWAVE.....	18
3.4.1 Fall 1.....	19
3.4.2 Fall 2.....	20
3.4.3 Fall 3.....	20

3.4.4	Fall 4.....	21
3.5	Analys av mängden upplöst järn efter simulering i UltraWAVE.....	22
3.5.1	Mätning av halten järn i filtrat med AAS samt ICP-MS.....	22
3.5.2	Vägning av slam före och efter simulering i UltraWAVE.....	22
4.	RESULTAT.....	24
4.1	Karakterisering av slam.....	24
4.2	Kontroll av förhållanden genom analys av pH, ammoniak och hydrazin.....	26
4.3	Andel upplöst järn analyserat med AAS, ICP-MS samt invägning av slam.....	27
4.3.1	Fall 1.....	27
4.3.2	Fall 2.....	31
4.3.3	Fall 3.....	31
4.3.4	Fall 4.....	34
5.	DISKUSSION.....	36
5.1	Metod och apparatur.....	36
5.2	Karakterisering av slam.....	37
5.3	Resultat vid simulering i UltraWAVE.....	38
5.3.1	Fall 1.....	38
5.3.2	Fall 2.....	38
5.3.3	Fall 3.....	39
5.3.4	Fall 4.....	39
5.3.5	Påvisande av PAA:s förmåga som dispergeringsmedel.....	40
5.3.6	Färgförändringar.....	40
5.4	Tidigare studier.....	40
6.	SLUTSATSER.....	42
6.1	Förslag på vidare studier.....	42
	KÄLLOR.....	43
	BILAGA 1	
	BILAGA 2	

BETECKNINGAR

AAS	Atomic Absorption Spectrometry	AtomAbsorptionsSpektrometri
BWR	Boiling Water Reactor	Kokvattenreaktor
EDS	Energy Dispersive Spectrometer of X-rays	EnergiDispersivSpektra
EPRI	Electric Power Research Institute	
ICP-MS	Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry	
LPR	Long Path Recirculation cleanup	
LTT	Long Term Trial	
LTU	Long Term Use	
MAVA		MAtarVAtten
SEM	Scanning Electron Microscopy	SvepElektronMikroskop
SL	Sludge Lancing	Slamspolning
STT	Short Term Trial	
PAA	PolyAcrylic Acid	Polyakrylsyra
PWR	Pressurized Water Reactor	Tryckvattenreaktor
WLU	Wet LayUp	Våtkonservering
ÅG	Steam Generator	ÅngGenerator

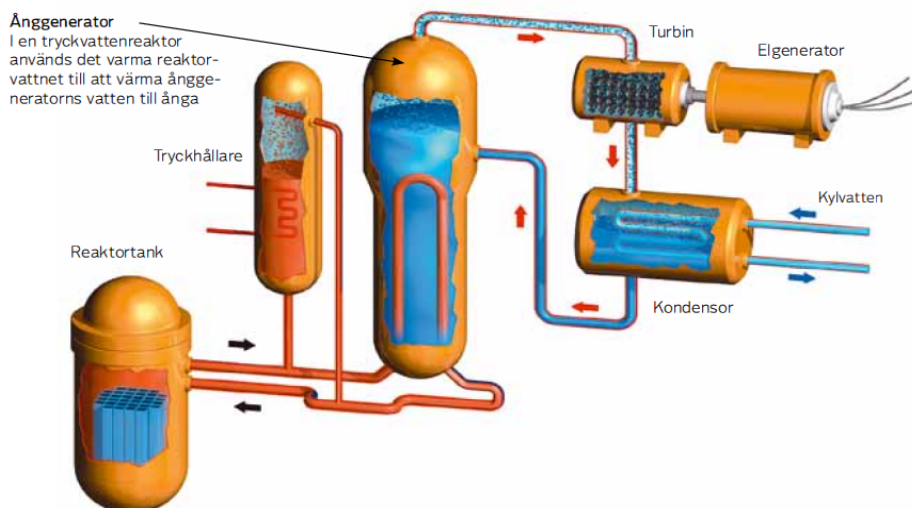
1. INLEDNING

I följande kapitel beskrivs kortfattat produktionen av el vid kärnkraftverket Ringhals och problemet som gett upphov till denna rapport. Även syftet, specifika frågeställningar samt avgränsningar skildras i detalj.

Vattenfall AB är en av Europas största el- och värmeproducenter och står för cirka 50 % av Sveriges elproduktion^[1,2]. Elen produceras främst från vattenkraft och kärnkraft, men viss del kommer också från vindkraft, biobränslen, avfall och fossila bränslen^[2]. I Vattenfall ingår kärnkraftverket Ringhals som ligger utanför Varberg och är Nordens största elfabrik^[3].

Ett kärnkraftverk utviner värme genom att skicka neutroner mot uranatomer som klyvs, varvid nya neutroner bildas och en kedjereaktion startar, detta kallas fission. Ringhals består av fyra reaktorer, en kokvattenreaktor (BWR) samt tre stycken tryckvattenreaktorer (PWR). I reaktorerna finns bränslet, anrikat uran, vilket är inkapslat i metallrör som sitter ihop i grupper och kallas bränsleelement. Dessa bränsleelement är omgivna av vatten. I en BWR förångas vattnet och ångan leds till en turbinanläggning där den får turbinerna att snurra och driva en elgenerator. I en PWR är det inte möjligt att förånga vattnet trots en temperatur på 300 °C, detta på grund av ett högt tryck (15.5 MPa). Det varma vattnet pumpas istället till tubsidan på tre stycken stående U-tubsvärmeväxlare, s.k. ånggeneratorer (ÅG) där nytt vatten förångas på mantelsidan. På samma sätt som innan leds ångan till en turbin som driver en elgenerator, se Figur 1.1. Efter turbinen förs ångan sedan vidare till en kondensor bestående av en värmeväxlare, där kylmediet på tubsidan utgörs av havsvatten. Det bildade kondensatvattnet förs därefter till ett antal förvärmningssteg för att slutligen återföras till ÅG^[3].

Tryckvattenreaktor Ringhals 2, 3 och 4



Figur 1.1 Schematisk bild av PWR med tillhörande ÅG, turbin, elgenerator samt kondensor^[3]

1.1 Bakgrund

Materialen som återfinns på PWR sekundärsida är av kolstål, rostfritt stål, nickellegeringar samt titan, vilka är väldigt korrosionsresistenta^[4]. Trots en god processdesign och vattenkemi går det inte helt att undvika allmän- och erosionskorrosion, som huvudsakligen sker i kondensorer och rörsystem. Detta innebär en materialavverkning på ytor och att korrosionsprodukter, bestående främst av järn i form av magnetit (Fe_3O_4), kommer ut i vattnet och tillförs ÅG kontinuerligt. Ett område av hårt slam bildas då i centrum på varm och kall sida på bottenplattan i ÅG och utgör ett långsiktigt problem som bland annat kan leda till deformation av tuber, flödesstörningar samt sämre värmeöverföring. Detta kan i sin tur resultera i läckage mellan primär- och sekundärsida som ej är tillåtet^[5].

Bildandet av korrosionsprodukter minimeras i dag med en god vattenkemi där hydrazin och ammoniak tillsätts för att verka syreförbrukande respektive pH-höjande. Under normaldrift utförs bottenblåsning som bidrar till att hålla tubplattan ren från korrosionsprodukter och i samband med avställning genomförs även slamspolning (SL) för att avlägsna hårt slam från ÅG, dock är detta inte tillräckligt för att lösa problemet^[5].

För att undvika korrosionsangrepp vid avställning kan ÅG antingen dräneras, öppnas och torkas eller våtkonserveras. Vanligtvis görs en våtkonservering genom att fylla upp ÅG med vatten (till en högre nivå än vid normaldrift) som är doserat med högre halter hydrazin och ammoniak. Därefter sker en dränering och en del korrosionsprodukter avlägsnas, men en stor mängd stannar kvar på bottenplattorna. Ringhals ska testa att tillsätta dispergeringsmedlet polyakrylsyra (PAA) till ÅG vid konservering, i en s.k. Wet LayUp application (WLU). PAA tillsätts med förhoppning att kunna påverka det deponerade slammet på ett sätt som gör att efterföljande SL blir mer effektiv. Hur väl dispergeringsmedlet PAA verkar i denna applikation är delvis oklart^[5].

1.2 Syfte

PAA:s förmåga att lösa upp hårt slam från PWR-ånggeneratorer under simulerade förhållanden analyserades. Parametrarna tid, temperatur samt PAA-koncentration undersöktes med syftet att hitta de bäst fungerande förhållandena. En karakterisering av slammet utfördes med SEM-EDS, detta för att säkerställa att slammet till största del består av järn i form av magnetit. Även en litteraturstudie gällande PAA:s funktion som dispergeringsmedel samt dess olika applikationer inom kärnkraftindustrin genomfördes.

1.3 Avgränsningar

I det experimentella utförandet inkluderades ej någon analys av PAA med avseende på hur mycket som förbrukas, nedbrytningsprodukter etc. Rapporten behandlar ej heller en flervariabelanalys av de undersökta parametrarna samt andra alternativ till PAA.

1.4 Precisering av frågeställningar

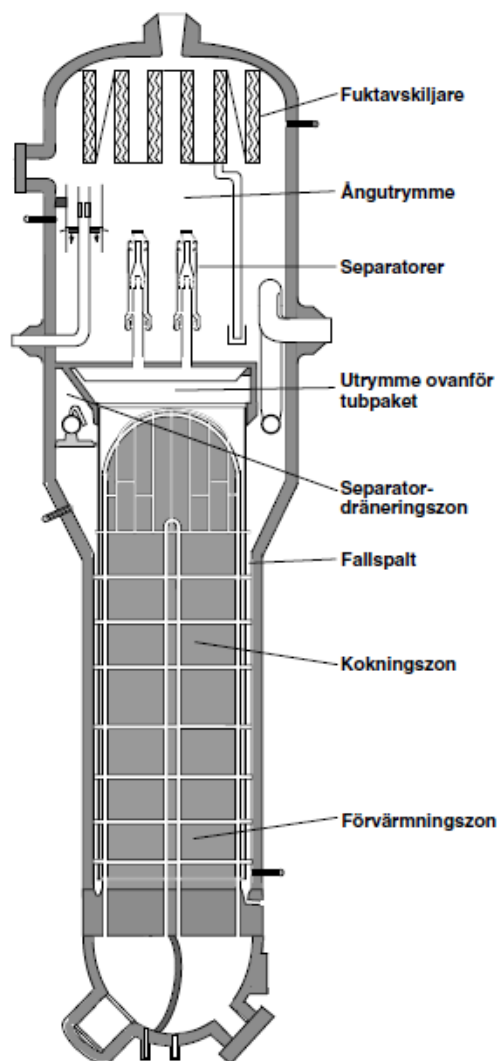
- Hur fungerar PAA som dispergeringsmedel?
- Vilka applikationer finns för PAA inom kärnkraftindustrin?
- Vilken sammansättning har det hårda slammet från ÅG?
- Vilka förhållanden med avseende på tid, koncentration, temperatur är optimala för PAA att lösa upp slam?

2. TEORI

I teoriavsnittet behandlas situationen på Ringhals, PAA:s fysikaliska egenskaper, tillämpningar av PAA som dispergeringsmedel samt apparatur vid det experimentella arbetet.

2.1 Situationen på Ringhals

Samtliga PWR på Ringhals innefattar tre stycken stående U-tubsvärmeväxlare (ÅG). Tuberna består av nickellegeringen Alloy 690 TT vilket innebär att den har sammansättningen 30 % krom, 59 % nickel samt 11 % järn och därigenom är väldigt korrosionsresistent^[3, 6]. Övriga rör och kärl på PWR sekundärsida är till största del tillverkade av kolstål, rostfritt stål samt titan^[4]. Varje enskild ÅG har ett ångflöde på upp till 587 kg/s samt en värmeöverföringsyta mellan 5 000 och 7 000 m². ÅG delas in i en primärsida och en sekundärsida, på primärsidan förekommer aktivt vatten från reaktorn medan sekundärsidan är helt fri från aktivitet^[3]. På primärsidan av ÅG leds reaktorvattnet in i en halvsfärisk primärvattenkammare och förs sedan vidare genom U-tuberna där värme överförs till sekundärsidans matarvatten (MAVA) på mantelsidan, i syfte att bilda ånga som driver turbinerna. MAVA förs in i ÅG via en fallspalt till botten där vattnet först passerar en förvärmningszon innan det når en kokningszon där en förångning sker, se Figur 2.1. Då ångan även innehåller vatten finns ett fuktavskiljningssystem bestående av separatorer och ångtorkar. När ångan leds vidare till turbinen har den en fukthalt som är mindre än 0.1 %^[7].



Figur 2.1 Schematisk bild av ÅG^[7]

För att minska allmänkorrosion, materialavverkning och mängden korrosionsprodukter i ÅG tillsätts hydrazin (N_2H_4) kontinuerligt till MAVA för att reducera syret i systemet^[8]. Ytterligare ammoniak kan vid behov tillsättas MAVA för att uppnå ett pH på 10.0^[5]. Trots detta löser sig alltid en liten del järn i MAVA under normaldrift, mellan 1 och 2 ppb, vilket resulterar i att korrosionsprodukter ansamlas på bottenplattan i ÅG, vilket i sin tur leder till att områden med hårt slam bildas^[4, 5]. I samband med uppstart tillförs även en signifikant större andel korrosionsprodukter ÅG p.g.a. att rörsystem haft kontakt med atmosfären och korrosionen då ökat. Bildandet av korrosionsprodukter har till följd att problem med denting kan uppstå. Denting innebär att en deformation av tuben sker på grund av att korrosionsprodukterna har en större volym än grundmaterialet. Utöver detta kan magnetiten ge upphov till fouling vilket innebär att korrosionsprodukter fastnar på utsidan av tuberna och

medför försämringar i värmeöverföringen och därmed minskat ångtryck och effekt på turbin^[5]. För att minska andelen korrosionsprodukter och föroreningar i systemet, samt för att hålla ÅG:s vattenkemi inom angivna specifikationer sker bottenblåsning kontinuerligt under drift^[9]. Detta innebär att ungefär 0.5 % av MAVA bortförs för rening. Slampolning (SL) är en annan metod för att minska korrosionsprodukter i ÅG och innebär att ÅG under avställning spolas rent med vatten av högt tryck, vilket utförs ungefär vart tredje år på Ringhals^[5].

Vid avställning sker en konservering av ÅG, vilket kan genomföras på flera sätt. Det vanligaste är en s.k. våtkonservering vilket innebär att doserat vatten innehållande en förhöjd halt ammoniak och hydrazin tillsätts före kylning^[9]. En typisk våtkonservering pågår i 2.5 dygn och startar då vid en drifttemperatur på ungefär 270 °C för att slutligen nå en temperatur på 40 °C. Efter 1 samt 1.5 dygn är temperaturen nere på ungefär 90 °C respektive 60 °C^[10]. Det är tänkt att PAA ska tillsättas någon gång under slutfasen av nedkylningen för att förhoppningsvis kunna underlätta borttagandet av slam från ÅG under dränering och SL. Någon exakt tidpunkt eller temperatur där PAA ska tillsättas är ännu inte bestämt^[5].

2.2 PAA och dess egenskaper

PAA är ett klart, fast och skört ämne som är lösligt i både vatten och alkoholer. Polymeren har strukturen $(-\text{CH}_2-\text{CHOOH}-)_n$, och består således av en kolkedja med en karboxylgrupp på vartannat kol. Högmolekylär PAA är stabil mot nedbrytning genom skjuvning, oxidation och konformationsändringar^[11]. PAA har ett pKa-värde på 4.5 vilket medför att ungefär 50 % av karboxylgrupperna är negativt laddade vid detta värde samt att PAA anses fullt deprotonerad vid pH 6^[12].

2.2.1 OPTISPERSE PWR6600

OPTISPERSE PWR6600 är den kemikalie som kommer användas i försöken på Ringhals och innebär att PAA är upplöst i etanolamin ($\text{NH}_2\text{C}_2\text{H}_4\text{OH}$), koncentrationen PAA är 10 %.

Kemikalien ska förvaras i väl tillslutna behållare på en torr, sval och väl ventilerad plats samt skyddas mot frost. Den är stabil under normala betingelser men kontakt ska undvikas med starka oxidationsmedel. Vid brand finns risk för att ammoniak samt kol- och kväveoxider utvecklas. Utsläpp till avlopp och omgivande miljö ska förhindras då detta kan leda till skador på vattenorganismer^[13]. De fysikaliska egenskaperna för OPTISPERSE PWR6600 samt tillhörande R- och S-fraser finns beskrivet i Tabell 2.1 respektive Tabell 2.2.

Tabell 2.1 Fysikaliska egenskaper för OPTISPERSE PWR6600 vid rumstemperatur och atmosfärstryck^[13]

Fysikalisk egenskap	Värde
Utseende	Färglös till ljusgul vätska
Lukt	Lätt
pH (koncentrerad)	8.5
Smältpunkt/frys punkt	-1 °C
Kokpunkt	104 °C
Flampunkt	>100 °C
Avdunstningshastighet	<1 (eter=1)
Ångtryck	18 mmHg
Ångdensitet	<1 (luft=1)
Densitet	1063 kg/m ³
Viskositet	114 mPas vid 20 °C

Tabell 2.2 R- och S-fraser för OPTISPERSE PWR6600^[13]

R- och S-fraser	
R36/37/38	Irriterar ögonen, andningsorganen och huden
S26	Vid kontakt med ögonen, spola genast med mycket vatten och kontakta läkare
S28	Vid kontakt med huden, tvätta genast med mycket vatten
S36/37/39	Använd lämplig skyddskläder, skyddshandskar samt skyddsglasögon eller ansiktsskydd

2.2.2 Nedbrytning av PAA

Flertalet studier har gjorts angående PAA:s nedbrytningsprodukter, både i fast tillstånd och i vattenlösning. År 2002 genomfördes en undersökning av PAA:s (MW= 5660) nedbrytningsprodukter under termiska betingelser som motsvarar förhållandena i ÅG (180-260 °C). Som även visats i flertalet tidigare studier sker en dekarboxylering, en avspjälkning av koldioxid från polymeren. Koldioxiden är den kvantitativt största produkten i både gas- och vätskefas. I gasfasen finns även en stor mängd vätgas samt spår av olika kolväten, exempelvis acetylen, etylen, propan och kvävemonoxid. I vätskefasen finns förutom koldioxid även en ansevärd mängd acetat samt en liten del formaldehyd^[14].

Studien visar även att nedbrytningshastigheten är snabb till en början men sedan saktar av, 10 % förlust under den första timmen och 50 % efter ca 5 timmar. Till skillnad från de tidigare studierna visas det att dekarboxyleringen inte följer ett linjärt mönster, dvs. inte är av första ordningen i reaktionskinetik, samt att det möjligen sker ännu en nedbrytningsmekanism som delar upp polymerkedjan i mindre delar. Acetat och formaldehyd spelar då en intermediär roll då analyser visar på att deras koncentrationer initialt ökar för att sedan minska igen. På grund av dessa faktorer är det komplicerat att bestämma en halveringstid för PAA^[14]. Halveringstider har dock dokumenterats när det utgåtts från att dekarboxyleringen följer första ordningen och är då i storleksordningen ”några timmar” vid en temperatur på ungefär 270 °C. Resultaten påverkas av vattnets förhållanden såsom temperatur, pH och övriga tillsatser^[15].

2.3 Tillämpningar av PAA som dispergeringsmedel

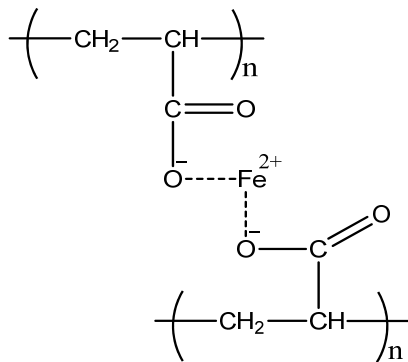
Polymerer som lignin, tensider och stärkelse har sedan 1800-talet används för att avlägsna korrosionsprodukter i värmeverk. Utvecklingen av både värmeverk och dispergeringsmedel gick sedan framåt och under 60 och 70 talet blev syntetiska polymerer vanligt, främst lågmolekylära. Under 1990-talet tog ComEd tillsammans med BetzDearborn, nuvarande GE Water Process Technologies, fram PAA som dispergeringsmedel^[15]. 1998 fördes informationen vidare till Electric Power Research Institute (EPRI), en sammanslutning av kraftoperatörer som bedriver forskning och utveckling inom elkraftindustrin^[5, 15, 16]. EPRI har sedan dess vidareutvecklat metoden att använda PAA som dispergeringsmedel i kärnkraftverk och flertalet metoder har testats, vilka delas in i online- och offline applications, se Avsnitt 2.3.2 samt 2.3.3. Alternativ till PAA som dispergeringsmedel saknas inom kärnkraftindustrin, då motsvarande forskning om andra ämnen ej har genomförts^[15].

2.3.1 Dispergeringsmedlets funktion

Dispergeringsmedel fungerar generellt genom att förhindra korrosionsprodukter från att deponera på ytor, exempelvis tubväggar, och främjar i vissa fall även suspension och borttagande av löst sittande korrosionsprodukter på ytor. De är vanligtvis negativt laddade och hindrar då deponering av korrosionsprodukter genom att adsorbera på de ytor deponat bildas eller på redan existerande deponat vilket resulterar i en repulsion. På detta sätt kan fler korrosionsprodukter hållas i lösning^[15].

Flertalet källor beskriver att PAA verkar som dispergeringsmedel för järn genom att framkalla starka steriska hinder mellan järnpartiklarna, vilket ger upphov till bildandet av ett komplex,

[17, 18]. Ett högt pH gör att de funktionella grupperna, i form av karboxyler, hos PAA blir laddade och således kan binda till det positiva järnet^[18, 19], se Figur 2.2. Andel dispergerat järn påstås öka med längre exponeringstid, högre koncentrationen av PAA samt lägre molekylstorlek hos PAA^[19].



Figur 2.2 Komplex bestående av järn och PAA

OPTISPERSE PWR6600 har testats och jämförts med andra dispergeringsmedel innehållande PAA och resultat har visat att den verkar lika bra eller bättre än tidigare dispergeringsmedel. Laborieförsök har också visat tendenser på att OPTISPERSE PWR6600 har förmåga att lösa upp befintliga partiklar av hematit och magnetit^[15].

2.3.2 Online applications

Den första metoden som togs fram av EPRI var en s.k. online application, vilket innebär att en låg koncentration av PAA tillsätts kontinuerligt under drift. Korrosionsprodukter i form av järn hålls i större utsträckning i suspension och en större mängd järn kan avlägsnas genom bottenblåsning^[5, 15]. Försök under både kortare och längre tidsperioder har gjorts, s.k. short term trial (STT) respektive long term trial (LTT) samt att det i dag också finns flertalet anläggningar som regelbundet använder metoden, s.k. long term use (LTU)^[15]. Online applications syftar till att öka andelen järn som avlägsnas genom bottenblåsning, minska deponerat järn på tuberna samt minska behovet av SL och övriga metoder för att avlägsna det hårda slammet^[20].

Verket McGuire 2 i USA utförde mellan 2005 och 2007 LTT under flera tidsperioder, som totalt omfattade 12 månader. Koncentrationen PAA varierade mellan 1.5 ppb och 4 ppb. PAA visade sig ha en positiv inverkan på avlägsnandet av slam genom bottenblåsning, en ökning från 5 till ungefär 40-50 %^[15].

2.3.3 Offline applications

Dessa metoder syftar till att under uppstart och nedkörning tillsätta PAA för att öka andelen slam som avlägsnas i samband med dränering och SL av ÅG^[5, 15]. Offline applications skiljer sig från online applications då de verkar vid lägre temperaturer och att det potentiellt används högre koncentrationer av PAA^[5]. Offline applications finns som Long Path Recirculation cleanup application (LPR) samt Wet LayUp application (WLU)^[5, 15].

LPR innebär att PAA tillsätts på sekundärsidan inför uppstart för att minska mängden korrosionsprodukter som transporteras till ÅG, efter en avställning^[15]. PAA får då cirkulera i kondensat- och MAVAsystem med syfte att hålla järn i suspension, för att sedan kunna avlägsnas vid dränering^[5]. Vid LPR hålls även ytterligare järn som transporteras in med MAVAsystem lösligt och hindras på så sätt från att deponera. EPRI har gjort laboratorietester med syftet att undersöka hur väl upplösning av redan deponerat järn, med olika dispergeringsmedel innehållande PAA, fungerar i samband med LPR^[15]. Detta undersöktes genom att använda skivor av rostfritt stål med en beläggning av magnetit (0.025 mm). Skivorna sänktes ner i avjonat vatten med och utan dispergeringsmedel där ett flöde skapades med hjälp av en magnetomrörare. Dispergeringsmedlet testades med koncentrationerna 1 och 100 ppm. Kvävgas användes för att förhindra oxidation. Testerna utfördes vid rumstemperatur och över en 24-timmars period där prov togs från lösningen efter 0.5, 1, 2, 5, 10 samt 24 timmar och analyserades med Inductively Coupled Plasma (ICP). Generellt var koncentrationen järn 2-3 ggr högre i lösningen med den högre koncentrationen dispergeringsmedel, 100 ppm. Dock löste sig mycket mer järn de första 2 timmarna med den lägre koncentrationen, 1 ppm. Med 100 ppm lösningen löste sig mest järn efter 5 timmar^[21].

Den senaste metoden är WLU och är den applikationen Ringhals planerar att använda. PAA tillsätts då till ÅG via MAVAsystem innan nedkylning, vid en avställning^[5, 15]. Korrosionsprodukter kan därefter avlägsnas mer effektivt vid efterföljande dränering av ÅG. Flera försök med WLU har utförts, bland annat i det belgiska verket Doel-3 som är en likartad anläggning och påminner om Ringhals^[5]. Det utfördes tester på tre olika ÅG, två av dem med PAA-dosering och den tredje utan PAA för kontroll. Försök startades genom att tillsätta PAA i 12 timmar under normal drift, koncentrationen PAA var då 1 ppm. Därefter påbörjades effektnedgång med en efterföljande kylning och dränering av ÅG. Efter dräneringen inleddes konserveringen (WLU) genom att fylla upp ÅG med 3 ppm PAA. Tiden för konservering av ÅG var 52, 70 respektive 111 timmar. Till sist dränerades återigen ÅG, följt av SL med en PAA-

koncentration på 10 ppm. Försöken i Doel-3 visar att PAA har en positiv effekt avseende avlägsning av det hårda slammet i ÅG. Efter 7 timmar med PAA under normal drift uppmättes koncentrationen järn i de två ÅG till 35 respektive 55 ppm, medan ÅG utan PAA hade en halt på 7 ppm. Koncentrationen järn var även betydligt högre vid den efterföljande dräneringen direkt efter nedkylning och avställning, 540 respektive 130 ppm, vilket kan jämföras med 100 ppm i den ÅG utan PAA. Vid den andra dräneringen, efter WLU, uppmättes halterna järn till 58, 65 samt 7 ppm i den ÅG utan PAA. Försöken visar en klar skillnad mellan avlägsnandet av slam mellan ÅG med och utan PAA samt att PAA fungerar effektivare vid högre temperaturer. PAA-koncentrationen var konstant under hela WLU, däremot var halten PAA väldigt låg vid första dräneringen efter normal drift^[22]. Ringhals har haft informationsutbyte med Doel som berättar att försöket med WLU tyder på att SL underlättas vid närvaro av PAA, vilket troligtvis kan förklaras med att PAA kanske mjukar upp det hårda slammet^[5].

2.3.4 PAA:s påverkan på material samt vattenkemi

På sekundärsidan av PWR används ofta en blandning av kolstål och rostfritt stål till rören som används för att transportera vatten till och från ÅG. Flertalet studier har gjorts på vilken typ av oxider som bildas på kolstål respektive rostfritt stål motsvarande förhållandena i ett PWR-system. På kolstålet bildats ett passivt dubbellager av magnetit där det yttre lagret består av stora kristaller oregelbundet distribuerat och den underliggande filmen är kompakt och består av mycket mindre kristaller. På rostfritt stål bildas istället ett kompakt lager som är anrikt med krom samt ett externt, poröst lager som främst utgörs av kristaller av magnetit med en slumpmässig distribution, även nickel kan förekomma^[23].

På Ringhals är tuberna i ÅG gjorda av en nickellegering (Alloy 690 TT) och övriga rör och tryckkärl är gjorda i kolstål och rostfritt stål^[4]. En mängd olika tester, sammanställda av EPRI, har gjorts för att undersöka hur PAA påverkar korrosionshastigheten samt oxidbildningen på de olika materialen. Tjockleken samt kromdistributionen på oxidbildningen har undersökts då dessa anses vara bra indikatorer på oxidens skyddande förmåga^[15].

På nickellegeringar har ingen påverkan av korrosionshastigheten upptäckts vid koncentrationer på ungefär 1 ppm PAA, däremot har det vid en del tester visats att det vid högre koncentrationer (ca 100 ppm) skett en ökning med några $\mu\text{m}/\text{år}$. Oxidbildningen på nickellegeringar har undersökts vid 1 ppm PAA men inga betydande förändringar av den skyddande effekten har upptäckts. På kolstål och rostfritt stål finns motsäggande resultat

angående korrosionshastigheten, vissa tester visar på att korrosionshastigheten ökar för kolstål och minskar för rostfritt stål vid tillsats av PAA, medan andra tester visar motsatsen. För oxidbildningen på kolstål och rostfritt stål gäller samma som för nickellegeringar. Generellt sett ses inte påverkan av korrosionshastigheten samt oxidbildningen som ett problem vid dosering av PAA^[15].

Vid lägre temperaturer (50-90 °C) som ofta används vid offline applications har ingen påverkan av korrosionshastigheten upptäckts på nickellegeringar samt kol och rostfritt stål vid koncentrationer på upp till 300 respektive 150 ppm PAA^[15].

PAA:s nedbrytningsprodukter kan potentiellt påverka kemin i anläggningen negativt genom förändring av pH och katjonkonduktivitet. Katjonkonduktivitet används för att mäta korrosiva anjonföreningar i sekundärkretsar för att kontrollera att det inte uppstår aggressiva miljöer för materialet. Studier sammanställda av EPRI visar att de ämnen som skulle kunna påverka katjonkonduktiviteten främst är koldioxid och ättiksyra^[15]. Dessa ger en förhöjd bakgrundskonduktivitet som gör det svårare att upptäcka små mängder av föreningar och är ett problem i samband med dosering under drift^[4]. Det finns enligt EPRI:s sammanställning inga klara bevis, som tyder på att nedbrytningsprodukterna skulle vara ett korrosionsproblem vid online- eller offline applications^[15].

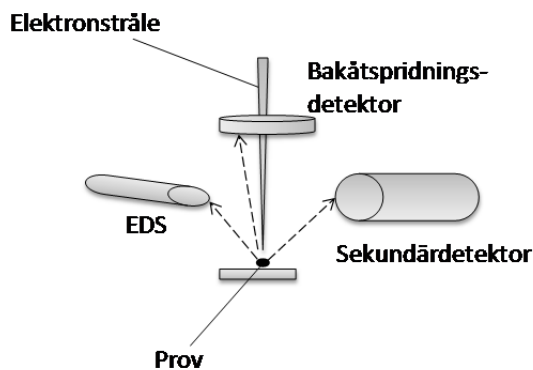
2.4 Apparaturl och bakomliggande teori

I följande avsnitt beskrivs apparatur som använts i arbetet samt tillhörande teori för varje metod. Metoder som inkluderas är SEM-EDS, AAS samt ICP-MS. Även utförlig information om UltraWAVE som använts för att simulera förhållandena i ÅG skildras.

2.4.1 SEM-EDS

En karakterisering av slammet utfördes med ZEISS SUPRA-40VP, ett svepelektronmikroskop med energidispersiv spektra (SEM-EDS). SEM är en metod som används för karakterisering av prover inom många områden, till exempel inom medicin, livsmedel och mekanisk industri^[24, 25]. Med SEM observeras och karakteriseras heterogena organiska och oorganiska prover ner till nanometer skala^[26]. En elektronkanon används för att generera elektroner och dessa fokuseras sedan i magnetiska linser för att bilda en spetsig stråle. Strålen sveper över provet och när elektronerna kommer i kontakt med ytan emitterar provet i sin tur egna elektroner^[25]. En detaljerad bild skapas utifrån de emitterade elektronerna genom att varje punkt av provet styr ljusstyrkan hos en punkt på en bildskärm vars

elektronstråle är synkroniserad med mikroskopets elektronstråle^[24, 25]. Det finns flera olika detektorer, bland annat bakåtspridningsdetektor och sekundärdetektor^[25], se Figur 2.3. Majoriteten av SEM- utrustningar idag är kopplade till EDS som möjliggör en analys av provets sammansättning^[25, 26]. När provet utsätts för elektronstrålen sänder det förutom elektroner även ut röntgenstrålning. Med hjälp av EDS kan våglängden på röntgenstrålningen mätas och direkt relateras till de grundämnen som finns i provet^[25].



Figur 2.3 Schematisk bild över SEM-EDS

2.4.2 UltraWAVE

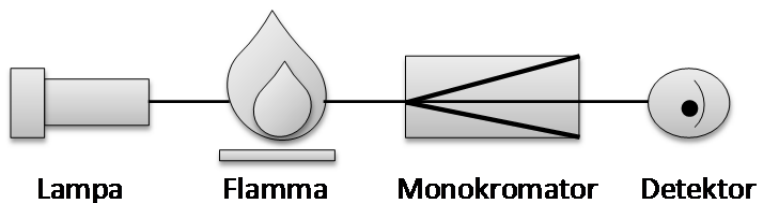
Förhållandena i ÅG simuleras genom att använda UltraWAVE som är tillverkad av företaget Milestone, se Figur 2.4^[27]. Med hjälp av UltraWAVE kan prover behandlas under bestämda temperaturer och tryck, upp till 200 bar samt 300 °C^[28]. Genom ett mjukvaruprogram programmeras körningar med specifika temperaturer, tryck och tider, det är även möjligt att under och efter körning observera variationer hos parametrarna^[27]. Den önskade temperaturen i provrören uppnås genom att en magnetron alstrar mikrovågor som sedan resulterar i vibrationer hos molekylerna i provet. Mikrovågorna har en våglängd på 12 cm och energin vid utförandet är inte tillräckligt stor för att bindningar skall brytas. Det är endast vätskor som kan absorbera energin då metaller reflekterar mikrovågor och ämnen som polypropen är transparenta^[29]. Inertgas, såsom kväve, används vid utförandet för att skapa ett övertryck som sedan automatiskt stiger då temperaturen blir högre. Det höga trycket fungerar som ett lock för att förhindra att ämnen från provrören avdunstar, vilket möjliggör att även flyktiga ämnen kan behandlas. Under körning befinner sig provrören i en reaktor, med en volym på 1 liter, som är gjort av rostfritt stål täckt med teflon. Reaktorn kyles kontinuerligt med vatten och överstiger aldrig 60 °C. Beroende på provrörshållare, kan antingen 4, 5, 15 eller 22 provrör köras samtidigt^[27]. Dock har UltraWAVE vissa begränsningar, den tål inte längre körningar vid höga temperaturer^[29].



Figur 2.4 UltraWAVE^[27]

2.4.3 AAS

Koncentrationen järn i proverna analyserades genom atomabsorptionsspektrometri (AAS) med flamma i Varian SpectrAA240 FS. AAS är en kvantitativ metod för att analysera grundämnen, främst metalliska, och visas schematiskt i Figur 2.5. Förutom järn, kan andra ämnen analyseras med Varian SpectrAA240 FS, såsom natrium, kalium samt zink^[30]. Detektionsgränsen för järn är mellan 20 och 1 000 ppb och våglängdsområdet mellan 150 och 750 nm^[30, 31]. Varian SpectrAA240 FS har ingen provväxlare, utan körs manuellt^[30].



Figur 2.5 Schematisk bild av AAS

Analysen startas med att prov sugas upp i en kapillär och transporteras till en blandkammare, där en blandning av acetylen och luft slår sönder provet till en aerosol^[30]. Därefter förs aerosolen till en flamma som torkar och sönderdelar provet till joner i gasfas^[31]. Beroende på vilket ämne som skall analyseras har Varian SpectrAA240 FS fyra olika hålkatodlampor som var och en består av specifika ämnen^[30, 31]. Utöver hålkatodlamporna finns en deuteriumlampa som mäter bakgrundsstrålningen^[30]. För att analysera koncentrationen järn emitteras ljus från en hålkatodlampa som därefter absorberas av jonerna i provet^[31]. En monokromator frambringar ett specifikt våglängdsintervall som en detektor mäter

absorbansen inom^[31, 32]. Signalen från analysen jämförs med signaler med kända koncentrationer och den sökta koncentrationen erhålls^[33]. Mängden absorberat ljus ökar med högre koncentration av ämnet^[32, 34].

2.4.4 ICP-MS

Kompletterande analyser av järn utfördes med Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS). Instrumentet som använts är av typen Agilent 7500 ce. Genom ICP-MS är det möjligt att kvalitativt och kvantitativt analysera de flesta av ämnena i periodiska systemet samt förhållanden mellan isotoper i flertalet matriser. Agilent 7500 ce består av tre delar, provintroduktion, plasmat samt masspektrometer. Provintroduktionen har till uppgift att bereda en aerosol bestående av argon samt ämnena i provet. Aerosolen transporteras därefter till plasmatet där det sker en torkning, förgasning, sönderdelning, atomisering samt jonisering av provet. Majoriteten av provets joner blir positivt laddade, vilket är ett resultat av den höga temperaturen och argonets fysikaliska egenskaper. Till sist separeras de positiva jonerna med en kvadrupol i masspektrometern, vilket resulterar i en uppdelning med avseende på förhållandet massa/laddning^[35].

3. METOD

I följande kapitel beskrivs syfte och utförande av varje moment i experimenten. De olika momenten som behandlas är litteraturstudie, karakterisering av slam, kontroll av förhållanden, simulering i UltraWAVE samt analys av mängden upplöst järn.

3.1 Litteraturstudie

En litteraturstudie angående situationen på Ringhals, PAA och dess förmåga att verka som dispergeringsmedel samt tillämpningar av PAA utfördes. Även information om apparaturen som användes under arbetet dokumenterades.

Informationen togs från databaser, encyklopedier och böcker vid Chalmers Tekniska Högskolas bibliotek. Från Ringhals erhöles information om anläggning samt apparatur. En stor del av informationen hämtades även från rapporten ”Dispersants for Pressurized Water Reactor Secondary Side Fouling Control: Sourcebook for Online and Offline Applications”, vilken är skriven av EPRI.

3.2 Karakterisering av hårt slam med SEM-EDS

En karakterisering av slammet från ÅG utfördes med SEM-EDS, vilket resulterade i bilder med upp till 40 000 ggr förstoring samt en analys av slammets sammansättning. Både pulver och större bitar analyserades med Zeiss SUPRA-40Vp, se Avsnitt 2.4.1. På pulvret togs bilder på tre olika områden där den totala sammansättningen i varje område analyserades samt sammansättningen av specifika partiklar i områdena. På varje större bit erhöles bilder och en analys av sammansättningen.

3.3 Tillredning av lösningar samt kontroll av förhållanden genom analys av pH, ammoniak och hydrazin

Som tidigare nämnts höjs koncentrationerna ammoniak och hydrazin i MAVA inför en konservering av ÅG. För att simulera dessa förhållanden erhöles MAVA från processen och extra hydrazin från en stamlösning tillsattes för att uppnå önskad koncentration. Stamlösningen bereds genom att 99 % hydraziniumsulfat ($N_2H_6SO_4$) späds med SQ-vatten till en koncentration av 1 000 ppm hydrazin. Det bedömdes att ingen ytterligare tillsats av ammoniak fordrades, då koncentrationen i MAVA från processen inte markant skilde sig från koncentrationen vid konservering. Koncentrationerna ammoniak och hydrazin i MAVA, som användes till experimenten, var 8-10 ppm respektive 20-22 ppm. För att säkerställa att dessa

halter inte förändrades, analyserades koncentrationerna en gång i veckan genom spektrofotometri.

En kontroll av pH utfördes i slutskedet av experimenten, p.g.a. erhållna resultat, för att kontrollera om förhållandena i proverna återspeglade verkligheten. Utvalda prover från samtliga koncentrationer med PAA togs ut och pH kontrollerades både digitalt och med pH-sticka. Även kontroller av pH på MAVAs stamlösning av hydrazin samt MAVAs med extra hydrazin genomfördes.

3.4 Beredning av prover samt simulering av förhållanden i ÅG med UltraWAVE

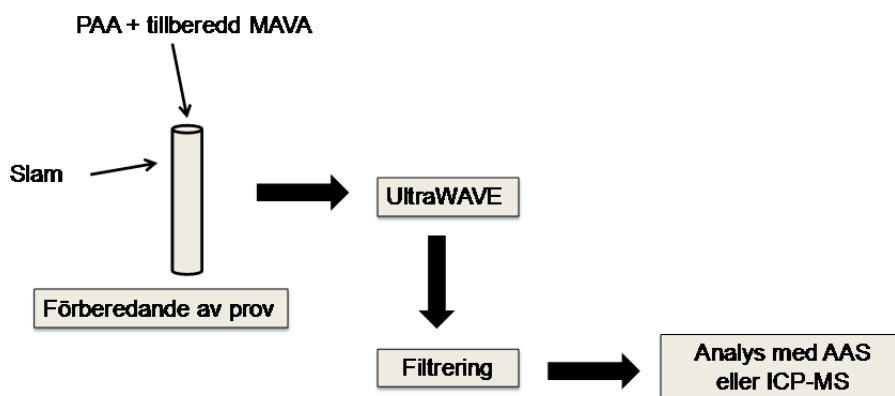
Samtliga körningar startade med att slam, i form av pulver, förvärmades och torkades i en ugn hållandes 100 °C. Slammet fick svalna till rumstemperatur innan det vägdes upp i 15 stycken 20 ml glasprovrör, den exakta vikten antecknades. Därefter tillsattes PAA och MAVAs i förbestämda koncentrationer till samtliga provrör. Beroende på vilket fall, se Avsnitt 3.4.1 t.o.m. 3.4.4, bereddades inför varje körning tre, sex eller sju blankar, dvs. prover utan PAA. Detta för att kunna jämföra och urskilja om PAA har en upplösande effekt på slammet. Då vikten slam, PAA koncentration samt antal prov varierade under experimentet, erhålls specifika värden i Avsnitt 3.4.1 t.o.m. 3.4.4. I Bilaga 2 återfinns exakta värden på uppvägt slam i varje provrör samt tillhörande koncentration PAA.

De förberedda proverna innehållande slam, PAA och MAVAs behandlades i UltraWAVE, se Avsnitt 2.4.2, detta för att simulera förhållandena i ÅG med högt tryck och hög temperatur. Dock begränsades experimenten av att långa körningar vid högre temperaturer ej kunde genomföras, vid 175 °C och 280 °C kunde prover endast behandlas i 2 timmar respektive 10 min. En översikt av samtliga fallen återfinns i Tabell 3.1.

Tabell 3.1 Samtliga körningar som genomfördes i UltraWAVE för respektive fall

	Mängd slam	PAA-koncentrationer	Temperatur/Tid	Anmärkingar
Fall 1	0.4 g	0, 1, 10, 100 ppm	25 °C/ 24 h 90 °C/ 2, 6, 18, 24 h 175 °C/ 2 h 280 °C/ 10 min	Första försöksplanen
Fall 2	0.02 g	0, 1, 10, 100 ppm	25 °C/ 24 h 90 °C/ 24 h	Mindre slam
Fall 3	0.01 g	0, 700 ppm	90 °C/ 24 h 175 °C/ 2 h	1:1 förhållande mellan järn och PAA
Fall 4	0.01 g	0, 700 ppm	175 °C/ 2 h	Högt pH

Efter simuleringen i UltraWAVE filtrerades samtliga prover och filtraten sparades, var för sig, i 50 ml plastprovror. Mängden järn i filtraten analyserades därefter genom AAS samt ICP-MS, se Avsnitt 3.5. Figur 3.1 visar översiktligt utförandet av experimenten.



Figur 3.1 Schematisk bild av experimentens utförande

3.4.1 Fall 1

För att undersöka PAA:s förmåga att lösa upp slam under olika tider och temperaturer genomfördes Fall 1, se Tabell 3.2.

Tabell 3.2 Översikt av körningarna i UltraWAVE vid Fall 1

25 °C	90 °C	175 °C	280 °C
2 h	2 h	2 h	10 min
6 h	6 h		
18 h	18 h		
24 h	24 h		

Till samtliga provror vägdes 0.4 g slam upp. Därefter bereddes en PAA-lösning med koncentrationen 100 ppm bestående av OPTISPERSE PWR6600 samt MAVA med extra hydrazin, genom att späda 47µl OPTISPERSE PWR6600 till 50 ml. Lösningen tillsattes sedan i olika mängd till provrören, se Tabell 3.3, detta för att uppnå de önskade koncentrationerna 1, 10 och 100 ppm. Samtliga provror späddes därefter till 10 ml med MAVA och behandlades i UltraWAVE under bestämd temperatur och tid. Slutligen filtrerades samtliga lösningar och filtraten sparades för vidare analys med AAS och ICP-MS. Då ej tillfredställande resultat erhöles genomfördes inte samtliga körningar vid 25 °C, se Tabell 3.2, och experimentet övergick i Fall 2.

Tabell 3.3 Fördelningen av koncentrationen PAA i de olika provrören med tillhörande tillsatts av 100 ppm PAA

Prov (nr)	Koncentration PAA (ppm)	Tillsatt mängd 100 ppm PAA (ml)
1-3	0	0 (endast MAVA)
4-7	1	0.1
8-11	10	1
12-15	100	10

3.4.2 Fall 2

Vid Fall 2 testades istället att väga in 0.02 g slam, betydligt mindre än i Fall 1. Detta gjordes för att minska andelen järn som löser sig på grund av jämvikt i proverna samt för att få ett jämnare förhållande mellan PAA och järn. Förfarandet med uppvägning av slam och beredning av PAA till koncentrationerna 0, 1, 10 samt 100 ppm genomfördes på samma sätt som i Fall 1. Efter körningen i UltraWAVE filtrerades lösningarna och filtraten sparades för analys med AAS. På grund av erhållna resultat utfördes endast 24 timmar i 25 °C och 90 °C vid Fall 2 och experimentet övergick till Fall 3.

3.4.3 Fall 3

Syftet med Fall 3 var att undersöka om det var möjligt att se en skillnad i mängden upplöst järn mellan prover med och utan PAA. Förhållandet 1:1 mellan PAA och järn undersöktes genom att 0.01 g slam vägdes upp till varje provrör, den exakta vikten antecknades. Därefter bereddes en PAA lösning med koncentrationen 700 ppm genom att 658 µl OPTISPERSE PWR6600 späddes till 100 ml med tillberett MAVA, lösningen tillsattes sedan i provrören enligt Tabell 3.4.

Tabell 3.4 Fördelningen av koncentrationen PAA i de olika provrören samt tillsatt mängd PAA

Prov (nr)	Koncentration PAA (ppm)	Tillsatt mängd 700 ppm PAA (ml)
1-7	0	0 (endast MAVA)
8-15	700	10

För att undersöka om upplösning sker bestämdes att utföra körningar under maximal tid och temperatur, dvs. 90 °C i 24 timmar samt 175 °C i 2 timmar. Efter körningarna i UltraWAVE filtrerades lösningarna på samma sätt som innan och filtraten sparades för vidare analys med AAS. Det gjordes även en ytterligare analys av proverna innehållandes 700 ppm PAA samt en blank från körningen under 175 °C och 2 timmar, med hjälp av ICP-MS, se Avsnitt 2.4.4. Detta för att bekräfta resultaten från AAS samt att få en större förståelse för vad proverna innehåller. På grund av erhållna resultat i Fall 3 övergick experimentet i Fall 4.

Utöver det normala utförandet sparades vid ett tillfälle det ej upplösta slammet från fyra prover för analys i ett mikroskop med 20 och 50 ggr förstoring. Två prover utan PAA, ett som fått stå i rumstemperatur i 2 timmar och ett som behandlats i 175 °C i 2 timmar, samt två prover innehållande 700 ppm PAA som behandlats på samma sätt. Syftet var att observera strukturen och undersöka om det eventuellt fanns en skillnad mellan de olika proverna.

3.4.4 Fall 4

Då ett oväntat lågt pH upptäcktes i proverna i de föregående fallen, utfördes en körning utan extra hydrazin i MAVA och då följaktligen med ett högre pH. Förutom extra hydrazin, utfördes försöket på exakt samma sätt som Fall 3, uppvägning av up 0.01 g slam och beredning av en 700 ppm PAA-lösning. Dock vägdes endast slam upp till tolv av proverna, sex blankar och sex prover med PAA, de tre resterande proverna innehöll endast 700 ppm PAA, se Tabell 3.5. Detta gjordes för att undersöka om tidigare färgförändringar orsakas av PAA. Det bedömdes att endast en körning, 175 °C i 2 timmar, fodrades för att upptäcka om PAA har en upplösande effekt. Detta eftersom körningen anses vara den högsta temperaturen under en relativt lång tid, samt att inga större skillnader hade observeras mellan proverna innehållandes PAA i Fall 3.

Tabell 3.5 Fördelningen av koncentrationen PAA, tillsatt mängd PAA samt slam i de olika provrören i Fall 4

Prov (nr)	Uppvägt slam (g)	Koncentration PAA (ppm)	Tillsatt mängd 700 ppm PAA (ml)
1-6	0.01	0	0 (endast MAVA)
7-12	0.01	700	10
13-15	0	700	10

3.5 Analys av mängden upplöst järn efter simulering i UltraWAVE

För att analysera mängden järn som lösts upp, undersöktes koncentrationen järn i filtraten genom AAS och ICP-MS. Initialt testades även att väga det ouplösta slammet efter simulering av ÅG och därpå jämföra med ursprunglig vikt, dock bestämdes att inte fortsätta med denna metod, då resultaten ansågs vara för osäkra. Alla uppmätta vikter samt koncentrationen järn i varje prov är samlat i Bilaga 2.

3.5.1 Mätning av halten järn i filtrat med AAS samt ICP-MS

Filtraten från proverna sparades i 50 ml plastprovrör och analyserades med AAS samt ICP-MS, detta för att undersöka lösningarnas järnkoncentration. Vid AAS var detektionsgränsen mellan 20-1000 ppb, ICP-MS var kalibrerad mellan 0 och 100 ppb. Nivåerna uppnåddes genom spädning, från 0 till 40 gånger, beroende på mängden järn i filtraten.

Den erhållna järnkoncentrationen jämfördes sedan med mängden järn i det ursprungliga slammet. Värdet på mängden järn i det ursprungliga slammet gavs genom att först beräkna mängden magnetit i slammet och därefter mängden järn i magnetiten. En schablon på att slammet innehåller 90 % magnetit bestämdes efter resultat från karakteriseringen. Mängden järn i magnetiten erhöles genom att beräkna järnets viktprocent i magnetit till 72 %.

3.5.2 Vägning av slam före och efter simulering i UltraWAVE

Som nämnts tidigare vägdes först slam in i samtliga provrör och vikten antecknades. Initialt vägdes också filterpapper av typen millipore 0.45 μm samt tillhörande burk för förvaring, även här antecknades vikten. Efter simuleringen i UltraWAVE filtrerades lösningarna och det slam som ej löst sig samlades upp på filterpapper och fick torka i 100 °C över natten. Därefter

fick slam, filterpapper samt förvaringsburk svalna till rumstemperatur för att vägas. Efter subtrahering av vikterna från filterpapper samt förvaringsburk, jämfördes den erhållna vikten på slammet men den ursprungliga. En procentuell förändring beräknades för att erhålla andel upplöst slam. Dock genomfördes detta endast under körningarna vid 90 °C i Fall 1, då alldeles för osäkra resultat erhöles.

4. RESULTAT

Detta kapitel behandlar resultat gällande karakterisering av slam, kontroll av halter ammoniak och hydrazin samt analys av pH. Även resultat från de olika fallen beskrivs i detalj.

4.1 Karakterisering av slam

En analys av det hårda slammet från ÅG utfördes med SEM-EDS, både på pulver och större bitar. Figur 4.1 visar en 100 ggr förstoring av pulvret och den totala sammansättningen över området erhålls i Tabell 4.1, vilket ger en överblick av slammets karaktär. Främst innehåller pulvret järn och syre, vilket antas vara magnetit. Den stora mängden kol beror på att koltejp användes för att fästa pulvret vid analysen.



Figur 4.1 Slam (pulver) med 100 ggr förstoring

Tabell 4.1 Sammansättning av slam från Figur 4.1

Grundämne	Viktprocent
Kol	33.97
Syre	32.68
Järn	28.73
Aluminium	2.44
Krom	0.92
Zink	0.54
Nickel	0.53
Kisel	0.10
Svavel	0.09

Tabell 4.2 visar sammansättningen på en specifik partikel i pulvret och ”Spectrum 1” i Figur 4.2 markerar vilken partikel som analyserats. Även här dominerar järn och syre samt att det finns spår av kobolt och zink. Många olika partiklar analyserades och resultaten som erhöles var väldigt likartade. Även sammansättningen i klumparna var densamma. Tillsammans var andelen järn och syre hos partiklarna i de flesta fall mellan 90 och 95 %. Järn varierade mellan 40 och 70 % och syre mellan 15 och 45 %.



Figur 4.2 Slam (pulver) med 100 ggr förstoring

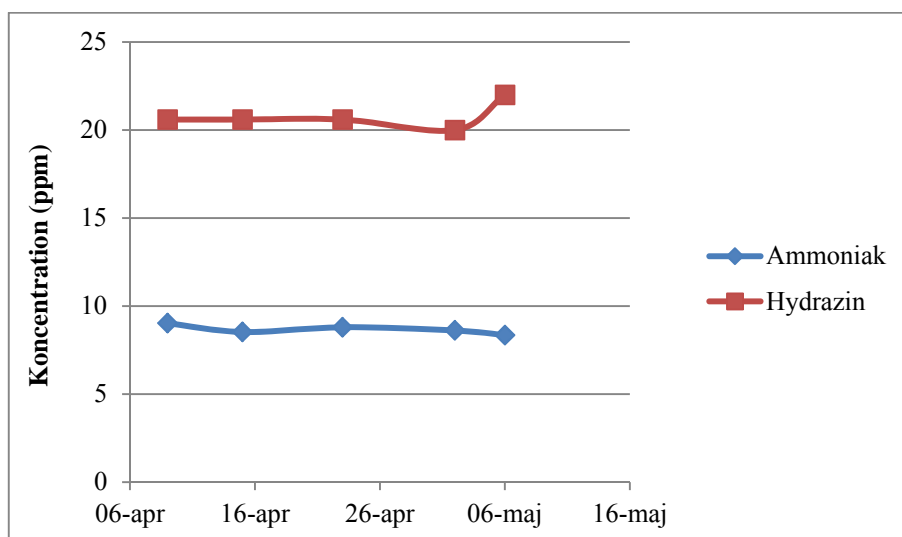
Tabell 4.2 Sammansättning av pulvret i punkten som markeras med ”Spectrum 1”

Grundämne	Viktprocent
Järn	63.31
Syre	28.19
Zink	3.79
Kobolt	2.87
Kol	1.39
Nickel	0.31
Kisel	0.14

Ett fåtal partiklar innehållande anmärkningsvärt stora mängder krom och nickel respektive aluminium och kisel upptäcktes. Detta är troligtvis metallspån från exempelvis rör och ledningar som av misstag transporterats till ÅG. Det hittades även spår av packningsmaterial bestående av kol i pulvret.

4.2 Kontroll av förhållanden genom analys av pH, ammoniak och hydrazin

Koncentrationerna ammoniak och hydrazin i det tillberedda MAVAs kontrollerades ungefär en gång i veckan och erhållna värden visas i Figur 4.3. Nya lösningar bereddades kontinuerligt och förklarar varför det ibland sker en ökning av koncentrationerna. De uppmätta halterna befann sig inom de bestämda gränserna, 8-10 ppm ammoniak samt 20-22 ppm hydrazin.



Figur 4.3 Variation av koncentrationerna ammoniak och hydrazin i det beredda MAVAs

I slutskedet av experimenten utfördes en kontroll av pH på utvalda prover, erhållna värden återfinns i Tabell 4.3. Proverna hade ett oväntat lågt pH vilket kan förklaras av att stamlösningen på 1 000 ppm hydrazin, som användes för att simulera rätt koncentration hydrazin i MAVAs, hade en annan sammansättning än det hydrazin som normalt doseras till anläggningen. Stamlösningen hade ett pH på 1.7. Detta resulterade i att prover innehållande 1, 10 och 100 ppm PAA erhöles ett pH på 4.8, 4.9 respektive 6.1. Proverna i Fall 3 och 4 innehållandes 700 ppm PAA, hade ett pH på ungefär 7.8 respektive 8.7. Blankarna som ej innehöll PAA hade ett pH på ungefär 3.9.

Tabell 4.3 Sammanställning av pH på olika lösningar som använts i experimentet

Lösning	pH
MAVA (från processen)	10.0
Stamlösning 1 000 ppm hydrazin	1.7
MAVA med extra hydrazin	3.9
MAVA med extra hydrazin samt 1 ppm PAA	4.8
MAVA med extra hydrazin samt 10 ppm PAA	4.9
MAVA med extra hydrazin samt 100 ppm PAA	6.1
MAVA med extra hydrazin samt 700 ppm PAA	7.8
MAVA med 700 ppm PAA	8.7

4.3 Andel upplöst järn analyserat med AAS, ICP-MS samt invägning av slam

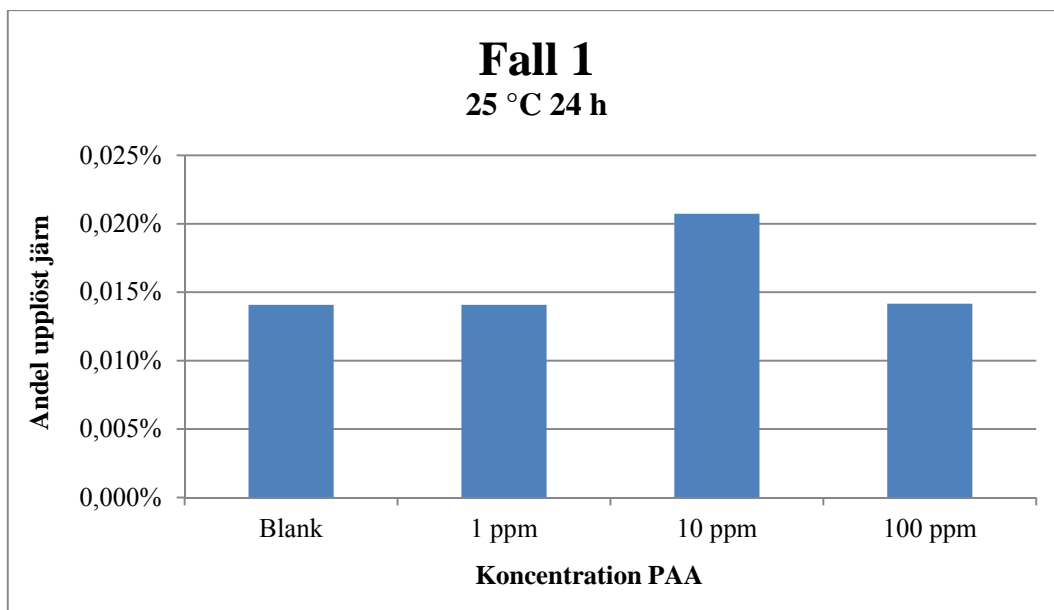
De simulerade körningarna i UltraWAVE följde de förprogrammerade metoderna. Fullständiga profiler för samtliga körningar, innehållande tryck, tid, temperatur samt effekt erhålls i Bilaga 1.

Metoden att väga slam innan och efter simulering i UltraWAVE, för att undersöka andel upplöst järn, utfördes för de fyra körningarna på 90 °C i Fall 1. Efter dessa uteslöts denna del av metoden på grund av stor osäkerhet i resultatet, utbytet var lågt och det var stor variation mellan proverna. För specifika värden, se Bilaga 2.

Andelen upplöst järn i proverna analyserades med AAS och i vissa fall även ICP-MS. I Bilaga 2 återfinns information om vilka prover som analyserats med respektive metod. En procentuell upplösning av järnet beräknades, se Avsnitt 3.5.1, och resultaten redovisas i form av stapeldiagram, se Avsnitt 4.3.1 t.o.m. 4.3.4. För information om halten upplöst järn i filtraten, i ppb- eller ppmnivå, för specifika prover samt medelvärden, se Bilaga 2.

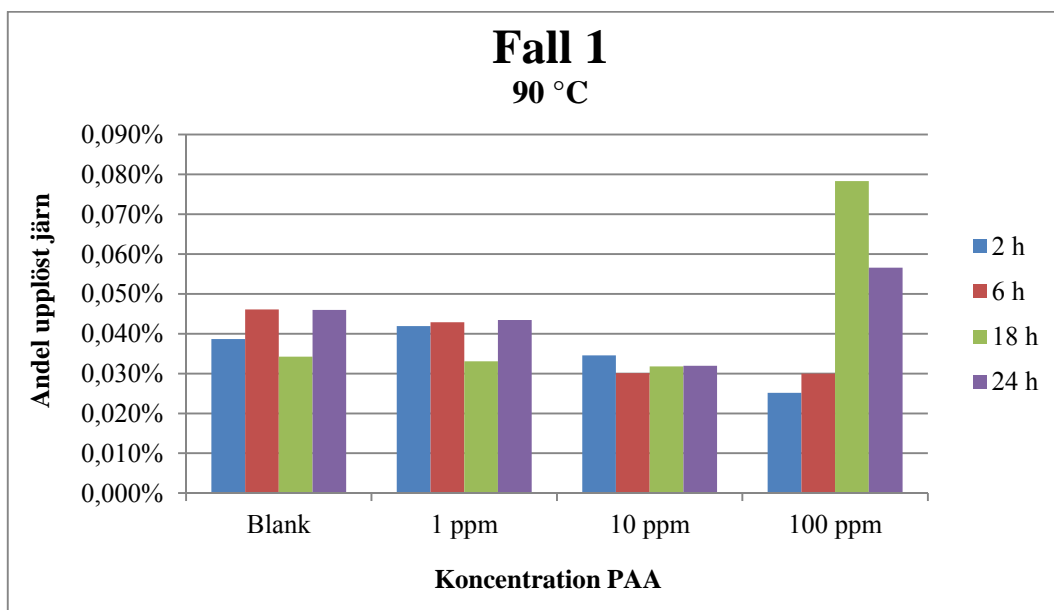
4.3.1 Fall 1

I Fall 1 vägdes 0.4 g slam in och i Figur 4.4 t.o.m. 4.7 kan resultatet, i form av den procentuella upplösningen av järn ses vid olika temperaturer, tider samt koncentrationer av PAA. Den procentuella upplösningen är generellt väldigt låg, mellan 0.01 och 0.08 %. Resultaten i följande diagram baseras på medelvärden av tre eller fyra prover.



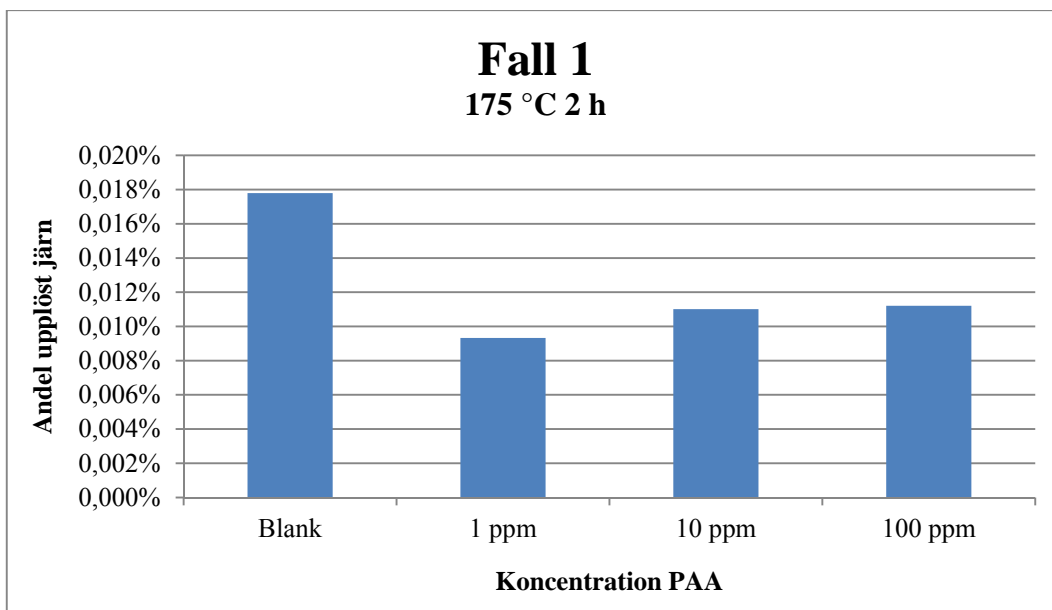
Figur 4.4 Andel upplöst slam vid 25 °C och 24 timmar

Analys av prover i Fall 1, 25 °C och 24 timmar visar att samtliga prover har en relativt jämn procentuell upplösning mellan 0.014 % och 0.020 %. Detta motsvarar 3.5 till 5.5 ppm upplöst järn.



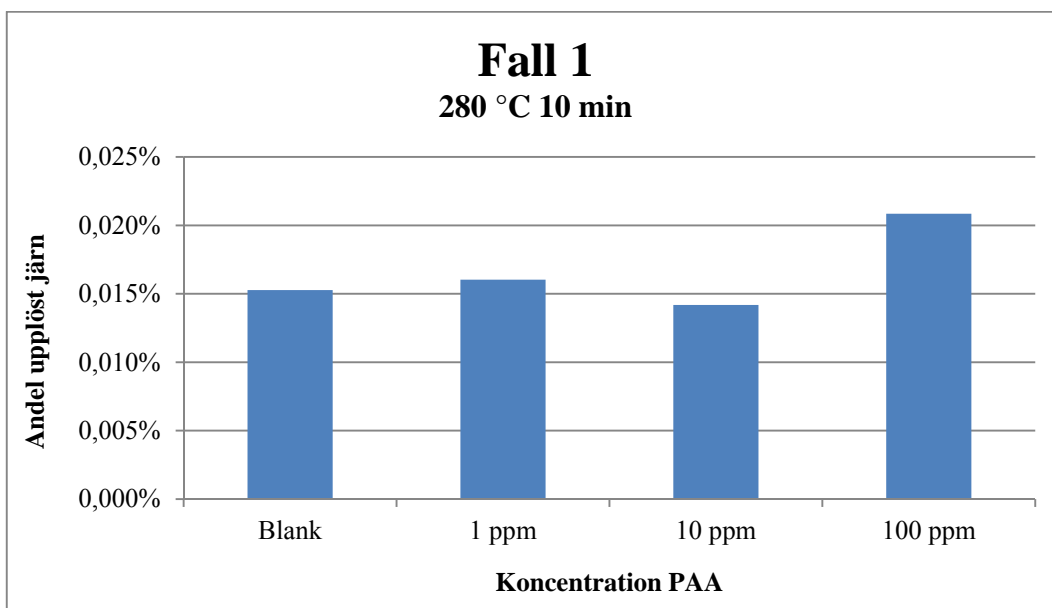
Figur 4.5 Andel upplöst slam vid 90 °C och 2, 6, 18 samt 24 timmar

Majoriteten av alla prover i Fall 1 som behandlades vid 90 °C har en procentuell upplösning på mellan 0.030 och 0.045 % vilket motsvarar 6 till 12 ppm löst järn, se Figur 4.5. Utstickande prover vid 18 och 24 timmar, innehållande 100 ppm PAA, har en procentuell upplösning på 0.079 respektive 0.058 % vilket motsvarar 20 och 14 ppm upplöst järn.



Figur 4.6 Andel upplöst slam vid 175 °C och 2 timmar

Vid körning i Fall 1 vid 175 °C och 2 timmar har blankarna högst procentuell upplösning på 0.018 % i jämförelse med resterande prover som har en procentuell upplösning på ungefär 0.010 %, se Figur 4.6. I ppmnivåer representeras detta av 4.5 respektive 2 ppm.



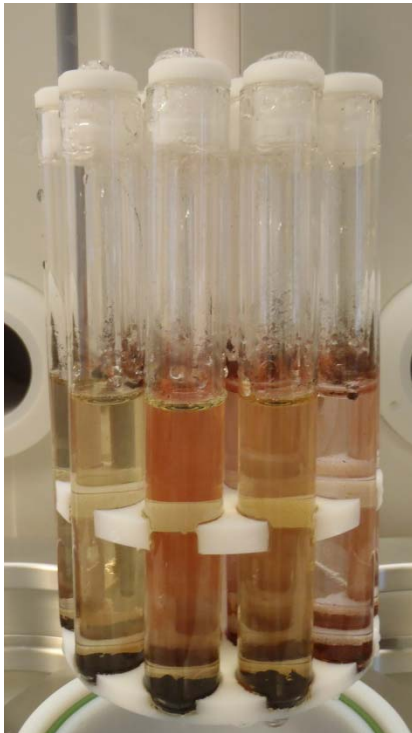
Figur 4.7 Andel upplöst slam vid 280 °C och 10 min

Prover analyserade efter körning vid 280°C och 10 min visar en procentuell upplösning på mellan 0.014 och 0.021 %, se Figur 4.7. I ppmnivå motsvaras detta av en halt mellan 3 och 6.

Körningar på samtliga temperaturer och tider i Fall 1 visar att det även i blankarna löstes upp en del järn, upp till 12 ppm vid de längsta körningarna. Generellt visar analyserna ingen

betydande skillnad av mängden upplöst järn mellan blankar och provrör innehållande PAA. I vissa fall, t.ex. vid 175°C och 2 timmar är det mer upplöst slam i blankar än i övriga prov, se Figur 4.6. Det finns även i vissa fall en relativt stor skillnad mellan enskilda prover med samma förhållanden, dvs. samma tid, temperatur samt koncentration PAA.

Vid 90 °C, 18 timmar samt 24 timmar inträffade en färgändring av proven innehållande 100 ppm PAA, filtraten erhöll en svag gul-brun nyans, se Figur 4.8. Analys med AAS visade en ökad järnhalt, framför allt vid 18 timmar. I jämförelse med blankarna hade det löst upp sig dubbelt så mycket i prover med 100 ppm PAA. Detta resultat erhöles dock ej i samma utsträckning vid 24 timmar och resultaten innehöll stor variation. Vid jämförelse av alla körningar vid 90 °C var upplösningen av järn ungefär lika stor, bortsett från de undantag som tidigare nämnts.



Figur 4.8 Prov efter körning vid 90 °C och 18 timmar, Fall 1

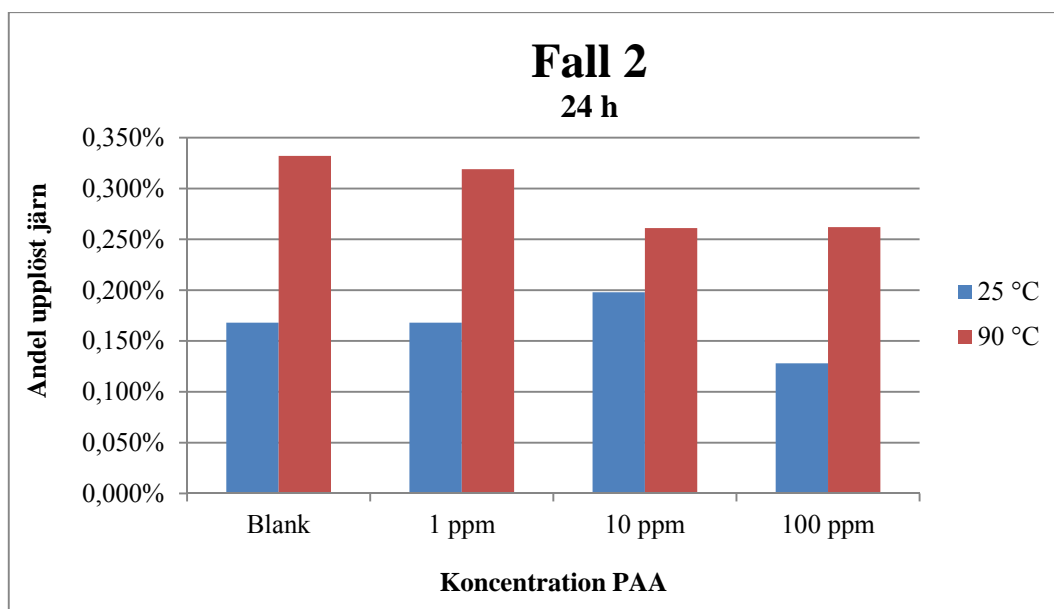


Figur 4.9 Provrör efter körning vid 90 °C och 18 timmar utan respektive med PAA, Fall 1

Figur 4.9 visar ett missfärgat provrör där ej PAA varit närvarande och järn har troligtvis deponerat på ytan bredvid ett provrör där en 100 ppm PAA-lösning använts.

4.3.2 Fall 2

I Fall 2 vägdes 0.02 g slam in för att undersöka om mängden slam i förhållande till PAA har en stor betydelse. Två körningar gjordes under 24 timmar vid 25 °C och 90 °C. Resultaten i följande diagram baseras på medelvärden av tre eller fyra prover.



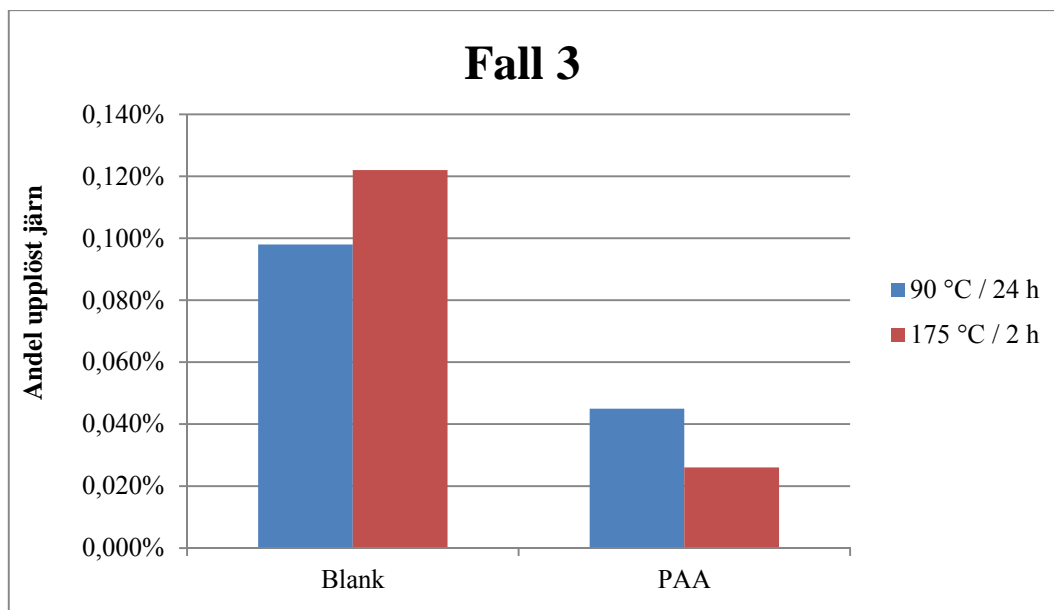
Figur 4.10 En jämförelse av andelen upplöst slam vid 25 och 90 °C under 24 timmar

Den procentuella upplösningen vid 25 °C varierar mellan 0.12 och 0.20 % vilket motsvarar mellan 1.5 och 2.5 ppm järn i filtraten, se Figur 4.10. Vid 90 °C är den procentuella upplösningen aningen högre, mellan 0.25 och 0.35 % och motsvarar mellan 3.5 och 4.5 ppm.

Fall 2, till skillnad från Fall 1, visar inga tendenser på att det löser upp sig mer järn i provrör innehållande PAA, se Figur 4.10. Alla prover visar en relativt jämn nivå på upplösning av järn.

4.3.3 Fall 3

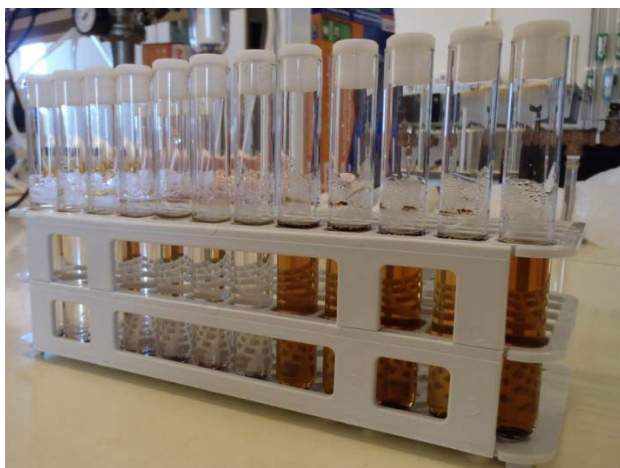
I Fall 3 vägdes 0.01 g slam upp i varje provrör och en PAA-lösning med koncentrationen 700 ppm beredd, i avseendet att testa förhållandet 1:1 mellan järn och PAA. Två körningar genomfördes, 90 °C och 24 timmar samt 175 °C och 2 timmar. Resultaten från dessa körningar skildras i nedanstående diagram och baseras på medelvärden av sju eller åtta prover.



Figur 4.11 Andel upplöst slam vid 90 °C och 24 timmar respektive 175 °C och 2 timmar

I Fall 3, vid 90 °C och 24 timmar var det en procentuell upplösning, i blankar och prover innehållande 700 ppm PAA, på 0.1 respektive 0.04 %. Detta motsvaras av järnhalter på 0.1 respektive 0.8 ppm. Vid 175 °C och 2 timmar löste sig ungefär 0.12 % i blankarna och 0.03 % i provrören innehållande 700 ppm PAA. Detta motsvaras av 0.3 respektive 0.6 ppm järn i filtraten. I Fall 3 löstes betydligt mindre järn i proven med 700 ppm PAA än i blankarna, se Figur 4.11.

Vid 175 °C och 2 timmar var samtliga provrör innehållande PAA tydligt brunfärgade, se Figur 4.12. Analys med AAS visade dock ingen ökad järnhalt och analys med ICP-MS genomfördes för att bekräfta resultaten samt undersöka eventuella andra orsaker till färgändringen. Inga förhöjda värden av andra metaller upptäcktes vid analysen med ICP-MS.



Figur 4.12 Prov efter körning vid 175 °C och 2 timmar, Fall 3

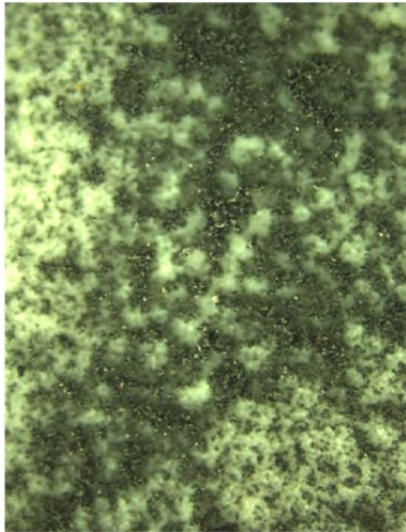


Figur 4.13 provrör efter körning vid 175 °C och 2 timmar, Fall 3

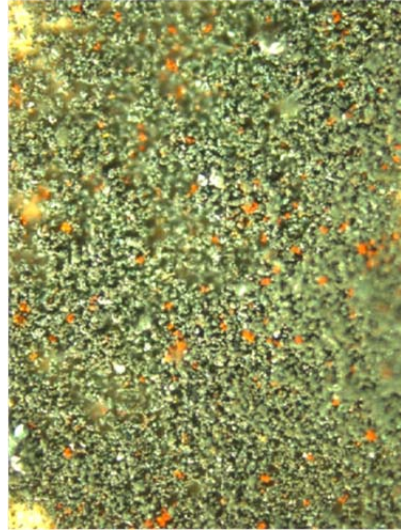
Figur 4.13 visar att slam fastnat i botten av provrör utan PAA till skillnad från provrör där PAA varit närvarande.

Fyra utvalda prover från Fall 3 analyserades med mikroskop i 20 ggr förstoring i syftet att undersöka förändringar i strukturen. Två prover utan PAA, ett som fått stå i rumstemperatur i 2 timmar och ett som behandlats i 175 °C och 2 timmar, samt två prover innehållande 700 ppm PAA som behandlats på samma sätt. Nedan visas förstoringar av följade prover, se Figur 4.16 t.o.m. 4.19.

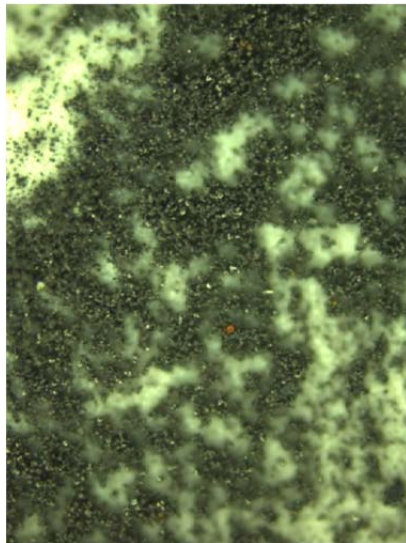
Av de mikroskopiska bilderna är det endast ett prov som avviker, provet utan PAA som värmts i 175 °C och 2 timmar. Provet innehåller troligtvis spår av hematit (rost), se Figur 4.17.



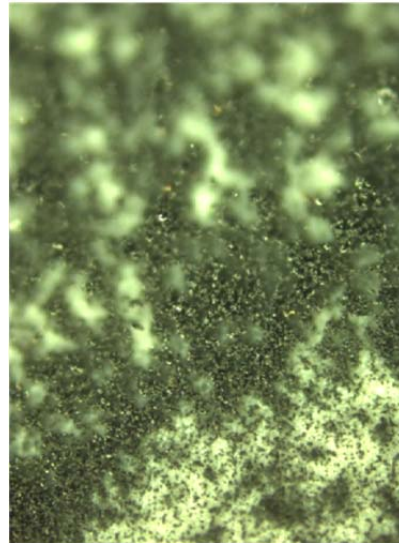
*Figur 4.16 Blank rumstemperatur
20 ggr förstoring*



*Figur 4.17 Blank 175 °C
20 ggr förstoring*



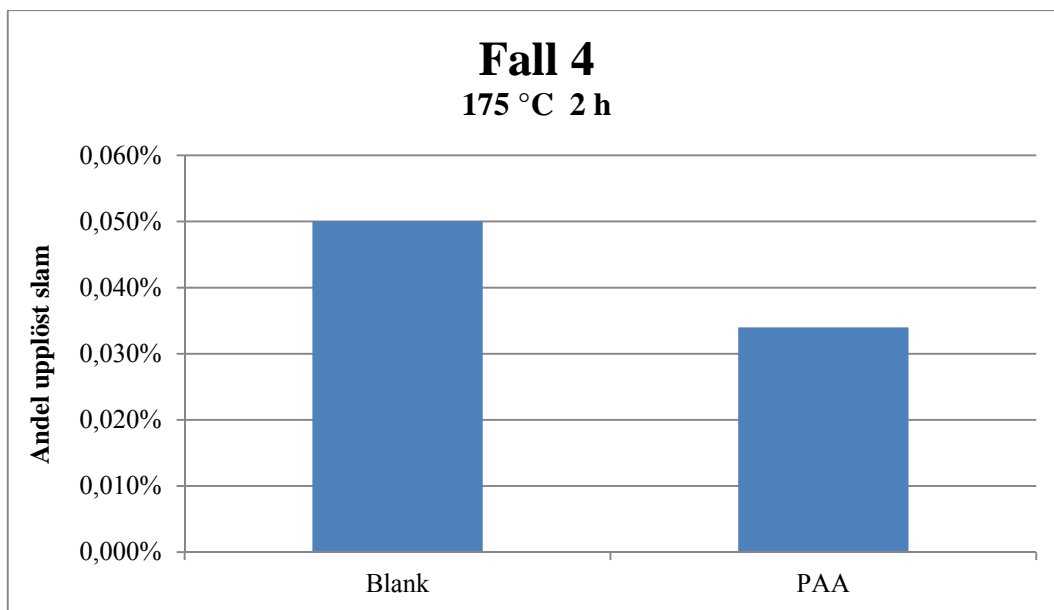
*Figur 4.18 PAA rumstemperatur
20 ggr förstoring*



*Figur 4.19 PAA 175 °C
20 ggr förstoring*

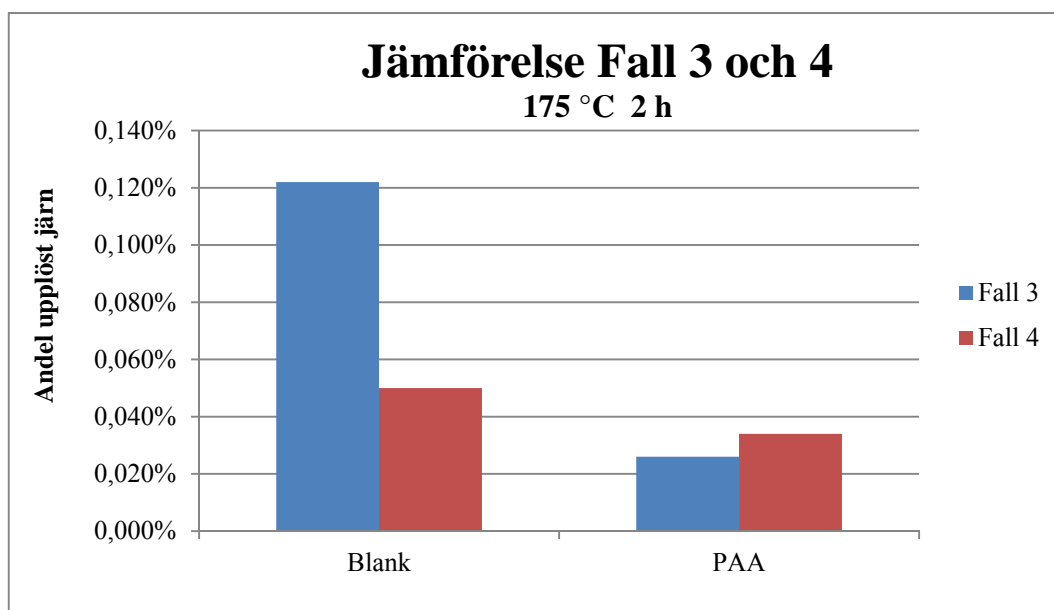
4.3.4 Fall 4

Proven i Fall 4 behandlades på samma sätt som i Fall 3 med undantaget att ursprunglig MAVA från processen användes (inget extra hydrazin). Resultatet återfinns i nedanstående diagram och baseras på medelvärden av sju eller åtta prover.



Figur 4.14 Andel upplöst slam vid 175 °C och 2 timmar

I Fall 4 var andelen upplöst järn i blankarna samt prover innehållande PAA 0.05 respektive 0.035 % vilket motsvaras av 0.3 och 0.2 ppm järn i filtraten.



Figur 4.15 Jämförelse av andelen upplöst slam vid 175 °C och 2 timmar i Fall 3 och 4

Vid en jämförelse av Fall 3 och 4 syns en tydlig skillnad gällande upplösningen av järn i blankarna. Det har löst sig betydligt mer i Fall 3 än i Fall 4. Resultaten i Fall 4 visar ingen skillnad i upplösning av järn mellan blankar och prover innehållande 700 ppm PAA, se Figur 4.15.

5. DISKUSSION

I följande kapitel diskuteras vald metod och utrustning, erhållna resultat och deras trovärdighet samt tidigare studier om PAA:s förmåga att lösa upp hårt slam.

5.1 Metod och apparatur

I litteraturstudien användes främst källor från organisationen EPRI som arbetar med forskning och utveckling angående PAA:s funktion som dispergeringsmedel inom kärnkraftindustrin. Dessa källor anses vara pålitliga då EPRI är en oberoende organisation som stöds av ägare till kärnkraftverk runt om i världen och arbetar för att få så väl fungerande system som möjligt. Dock saknas ytterligare information om PAA:s funktion som dispergeringsmedel från andra parter. Rapporter inhämtade från Ringhals och deras kontakter med andra kärnkraftverk bedöms trovärdiga. Övriga rapporter som citeras är utförligt granskade och bedöms tillförlitliga.

Apparaturen som nyttjats i försöken vid utförande av metoderna AAS, ICP-MS, SEM-EDS samt fotospektrometri används i det dagliga arbetet på Ringhals och är kalibrerade enligt kvalitetsmässiga bestämmelser motsvarande ett ackrediterat laboratorium. Vid samtliga analyser utfördes kontrollprov för att säkerställa tillförlitliga resultat. UltraWAVE som användes för simulering av miljön i ÅG inköptes inför detta arbete och etablerade kvalitetssäkrade metoder för uppslutningen fanns därför inte tillgängliga. Utrustningen samt instruktionerna från leverantören fungerade emellertid bra trots att den inte tidigare använts till liknande ändamål. Dess begränsningar angående längre körningar vid högre temperaturer framkom ej vid upphandlingen, t.ex. var det endast möjligt att köra i 10 min vid 280 °C. Detta medförde att information om PAA:s förmåga att lösa upp slam vid driftlika förhållanden (längre tider vid högre temperaturer) ej gick att erhålla. Ringhals preliminära planering är dock att tillsätta PAA under konserveringens slutfas då temperaturen är relativt låg, vilket innebär att de genomförda körningarna kunde motsvara dessa förhållanden.

Under experimentens gång utfördes många olika moment såsom vägning, beredning av lösningar, filtrering samt spädning vilket kan medföra en osäkerhet i resultaten på grund av den mänskliga faktorn. De olika momenten delades upp och utfördes av samma personer genom hela arbetet för att minimera denna faktor. Ytterligare osäkerheter kan förekomma till följd av spill och kontaminering mellan prover, framför allt vid filtreringen. Vid provets

invägning finns alltid en viss osäkerhet, även om vågen är kalibrerad, genom att packningsmaterial eller andra föroreningar vägs in och påverkar resultatet.

De valda temperaturerna och tiderna som undersöktes bestämdes i samråd med handledare på Ringhals för att motsvara verkliga driftsfall och även ändringar av försöksplanen diskuterades. Temperaturerna håller sig inom de områden ÅG arbetar, både under normal drift och under konservering. Vid de högre temperaturerna, 175 °C samt 280 °C genomfördes körningar under den maximala tiden UltraWAVE klarar, 2 timmar respektive 10 min för att undersöka om PAA fungerar bättre vid dessa temperaturer. Fall 1 startades vid 90 °C under 2, 6, 18 samt 24 timmar och följdes av körningar vid 175 °C, 280 °C samt ett försök vid 25 °C och 24 timmar. Då inga tillfredställande resultat erhöles beslöts att ytterligare försök vid 25 °C inte skulle genomföras. Koncentrationerna 1, 10, och 100 ppm PAA valdes för att undersöka ett stort område samt att EPRI även har använt följade koncentrationer. I Fall 3 och 4 användes en PAA- koncentration på 700 ppm för att undersöka förhållandet 1:1 mellan järn och PAA. De genomförda experimenten utfördes enligt planeringen med avseende på temperatur tid och koncentration.

I majoriteten av försöken användes MAVAs med extra tillsatts av hydrazin för att efterlikna förhållandena vid konservering. Stamlösningen på 1 000 ppm hydrazin erhöles från laboratoriet. Halterna hydrazin och ammoniak kontrollerades kontinuerligt för att säkerställa att experimenten utfördes vid rätt förhållanden. Koncentrationerna höll sig inom de bestämda områdena och förhållandena ansågs likna konserveringen i ÅG. I slutskedet mättes pH på utvalda prover, p.g.a. resultaten, för att ytterligare kontrollera och säkerställa förhållandena. Det upptäcktes att förhållandena ej hade uppnåtts då pH var betydligt lägre än planerat. Erhållna värden vid mätningen av pH anses tillförlitliga då två oberoende metoder användes.

5.2 Karakterisering av slam

Med SEM-EDS konstaterades att slammet till största del innehåller järnoxider, vilket antas vara magnetit. Detta resultat upplevs trovärdigt och styrks av tidigare studier. Med hjälp av resultatet bestämdes en schablon på att slammet innehåller 90 % magnetit vilket senare nyttjades vid beräkning av andel upplöst järn i experimenten. Eftersom 90 % är ett ungefärligt värde och inte alltid speglar sammansättningen i slammet som tillsätts proven är detta en felande faktor som bör tas i åtanke.

5.3 Resultat vid simulering i UltraWAVE

I följande avsnitt diskuteras och jämförs resultaten från de olika fallen som genomförts. Även färgförändringar och observationer av PAA:s förmåga som dispergeringsmedel behandlas.

5.3.1 Fall 1

Vid kontroll av pH på några utvalda lösningar upptäcktes låga värden i flertalet av proverna i Fall 1. Som beskrivs i teorin fungerar PAA som dispergeringsmedel endast när det är negativt laddat. Ungefär 97 % av PAA är negativt laddat vid pH 6 och kan då anses ha en fungerande effekt. Vid pH 4.5 är endast 50 % negativt laddad och det är då oklart hur väl PAA kan fungera. Detta medför att resultaten från proverna innehållande 1 och 10 ppm PAA ej är tillförlitliga. Proverna innehållande 100 ppm PAA med ett pH på 6.1 kan dock anses trovärdiga men är svåra att dra slutsatser om då de ej går att jämföra med andra prov. Vid jämförelse mellan Fall 3 och 4 visas att pH har en stor betydelse vid upplösning av järn i blankarna, mer järn löser sig under sura förhållanden. Detta resulterar i att ej heller blankarna är tillförlitliga. Att mer järn i vissa fall lösts upp i blankarna, t.ex. vid 175 °C kan troligtvis förklaras med detta låga pH. Även om det är svårt att jämföra blankarna och proven innehållande 100 ppm PAA, p.g.a. de olika förhållandena gällande pH, kan frågan ställas om PAA verkligen fungerar när pH löser upp mer järn.

Bortsett från påverkan av pH finns ingen större variation mellan de olika koncentrationerna PAA samt blankarna vid enskilda körningar. Dock finns i vissa fall en stor spridning mellan enskilda prover med samma förhållanden och koncentrationer vilket tyder på osäkerhet i resultaten. Utifrån de förhöjda halterna järn som påvisats under körningar vid 90 °C och 18 samt 24 timmar i prover, innehållandes 100 ppm PAA, kan därför inga slutsatser dras att PAA har en upplösande effekt. Variationen mellan prover kan även förklaras av att väldigt lite PAA i förhållande till järn var närvarande.

Sammanfattningsvis är det svårt att dra några slutsatser utifrån Fall 1 p.g.a. lågt pH, förhållandet mellan järn och PAA samt variationen mellan enskilda prover. Det går ej att påvisa att PAA har någon upplösande effekt av det hårda slammet.

5.3.2 Fall 2

I Fall 2 vägdes mindre slam in i förhållande till PAA för att undersöka om det gav ett mer tillfredställande resultat. Dock fanns samma problem gällande pH som i Fall 1 och endast

prover med 100 ppm PAA kan ge tillförlitliga resultat. Proverna från de två olika körningarna visade en mindre variation mellan prover och inga utstickande resultat erhöles. På samma sätt som i Fall 1 kan det ej påvisas att PAA har någon upplösande effekt. Dock är slutsatser svåra att dra p.g.a. de olika förhållandena i proverna.

5.3.3 Fall 3

Då inga tillfredställande resultat erhöles i Fall 2 beslöts att förhållandet 1:1 mellan järn och PAA skulle undersökas, vilket innebar att sju prover kördes utan PAA och 8 prover med 700 ppm PAA. På samma sätt som tidigare var pH lågt i blankarna men i resterande prover var pH 7.8 och tillräckligt för att PAA skall fungera. Resultatet visade en anmärkningsvärd hög andel upplöst järn i blankarna jämfört med övriga prover. Detta beror troligtvis på ett lågt pH i dessa prover och bekräftas av resultaten i Fall 4. En stor variation mellan enskilda prover erhöles i Fall 3, framför allt vid körningen i 90 °C och 24 timmar och är en tydlig indikator på osäkerheten i resultaten. Inga större skillnader upptäcktes mellan körningarna vid 90 respektive 175 °C och endast en körning vid 175 °C testades därför i Fall 4. Om PAA har någon upplösande effekt är denna betydligt mindre än inverkan av pH på proverna. Det går därför ej heller i Fall 3 att påvisa att PAA har någon upplösande effekt på hårt slam.

Filtrerade prover från Fall 3 studerades också i mikroskop med syftet att undersöka om strukturen av slammet i prover med och utan PAA skiljde sig åt. Inga skillnader upptäcktes förutom en färgförändring av ett prov utan PAA som behandlats i 175 °C och 2 timmar. Färgändringen beror troligen på att järnet oxiderat till hematit (rost) under de sura förhållanden som uppstått vid kontakt med luft. Dock skulle en större förstoring, t.ex. med hjälp av SEM-EDS eventuellt kunna ge mer information.

5.3.4 Fall 4

Efter Fall 3 testades pH på samtliga lösningar som använts under experimentets gång och det upptäcktes ett mycket lågt pH i det tillberedda MAVA, vilket hade ursprung i stamlösningen på 1 000 ppm hydrazin. För att undersöka betydelsen av pH genomfördes Fall 4 utan tillsats av hydrazin och alla prover hade därmed ett pH-värde mellan 8 och 10. I denna körning bör samtliga prov ge ett tillförlitligt resultat. I jämförelse med Fall 3, vid samma tid och temperatur, löste sig betydligt mindre järn i blankarna, vilket då tyder på att mer järn generellt löser sig vid ett lägre pH. Proven innehållandes PAA mellan fallen skiljer sig inte nämnvärt från varandra vilket tyder på att dessa resultat kan anses vara pålitliga. Majoriteten av

proverna, både blankar och prov innehållandes 700 ppm PAA i Fall 4 hade en väldigt liten spridning gällande upplösning av järn, till skillnad från tidigare körningar. Även i Fall 4, då rätt förhållanden uppnåtts kan ej någon ytterligare upplösning av järn med PAA ses och styrks av resultaten i Fall 3.

5.3.5 Påvisande av PAA:s förmåga som dispergeringsmedel

Vid flera körningar fanns tendenser på PAA:s förmåga att verka som dispergeringsmedel på det sätt som tidigare studier visat. Detta innebär att PAA adsorberar på de ytor deponat av järn vanligen bildas och verkar repellerande och på så sätt hindrar mer järn att deponera. Under försökens gång noterades att provrör utan PAA missfärgades och att delar av slammet fastnade på glaset. Provrör med hög koncentration PAA under samma körning uppvisade däremot ingen missfärgning eller slam som fastnat på glaset. Detta var dock endast observationer och inga närmare undersökningar gjordes.

5.3.6 Färgförändringar

I vissa prover inträffade en färgförändring, från transparent till en gul-brun färg. I Fall 1 inträffade detta vid 90 °C under 18 och 24 timmar i proverna innehållande 100 ppm PAA samt i Fall 3 vid 175 °C och 2 timmar. I Fall 3 och 4 inträffade en markant förändring hos prover innehållandes 700 ppm PAA. Analyser med AAS och ICP-MS utfördes på de färgade filtraten, dock upptäcktes inga förhöjda halter av järn. ICP-MS visade heller inga höga koncentrationer av andra metaller som skulle kunnat orsaka färgförändringen, utan dessa resultat stämde väl överens med erhållna resultat vid karakterisering av det hårda slammet. I Fall 4 testades även att köra endast 700 ppm PAA i 175 °C och 2 timmar, vilket inte resulterade i en färgförändring. Färgändringen beror därför inte på förhöjd halt järn eller endast PAA, utan troligtvis på en okänd reaktion mellan PAA och det hårda slammet. Exakt vad som händer är därmed oklart och vidare studier krävs då detta ej inkluderas i arbetet.

5.4 Tidigare studier

EPRI har gjort omfattande studier angående PAA och dess förmåga som dispergeringsmedel för korrosionsprodukter i kärnkraftverk. Stor del av deras resultat är baserat på försök gjorda i befintliga anläggningar runt om i världen och många av dessa har fått mycket lovande resultat. PAA har även använts tidigare i konventionella värmeverk och allt tyder på att PAA har en positiv inverkan. Hur väl det fungerar och exakt på vilka sätt det verkar är dock fortfarande oklart.

De flesta av studierna har undersökt PAA:s funktion som dispergeringsmedel men det är få som behandlar just upplösning av järnpartiklar till joner eller mindre partiklar (kolloider), vilket har undersökts i detta arbete. I Avsnitt 2.3.3 beskrivs dock ett laboratorieförsök med syftet att lösa upp järn i samband med LPR. Positiva resultat erhöles som visade att prover innehållande PAA löst upp 2-3 ggr mer järn än prover utan PAA. Resultaten varierade dock stort och inget linjärt samband kunde upptäckas mellan olika koncentrationer av PAA. Därmed känns detta resultat osäkert då 1 ppm PAA ibland fungerar betydligt bättre än 100 ppm PAA vid en viss tid. Experimentet skiljer sig åt från detta arbete genom att det hade syftet att efterlikna LPR och därmed hade ett simulerat flöde. Försöken utfördes även i rumstemperatur under ett dygn och prover togs kontinuerligt. På grund av de stora olikheterna är det svårt att jämföra dessa resultat med resultat erhållna från detta arbete, det är dock anmärkningsvärt att resultaten skiljer sig helt åt.

Vid verket Doel i Belgien har det gjorts utförliga tester angående PAA:s förmåga vid WLU och mycket positiva resultat har erhållits. Dessa visar en tydlig skillnad med och utan PAA samt att PAA verkar bättre vid högre temperaturer. Observera att Doel har uppmätt skillnader mellan hur mycket järn som avlägsnats från befintliga ÅG, både med och utan PAA närvarande, vilket innebär att ingen särskiljning av PAA:s olika förmågor som dispergeringsmedel kan göras. I detta arbete har endast PAA:s upplösande förmåga av befintliga deponat undersökts. Slutsatserna som dras i försöken vid Doel genom att jämföra de olika ÅG vid samma tidpunkter känns tillförlitliga och visar på att PAA ökar andelen avlägsnat slam. Detta beror nödvändigtvis inte på att PAA löser upp redan deponerat järn utan kan även bero på att PAA binder upp järn som redan är i lösning. Alternativt verkar PAA mjukgörande genom att sönderdela större partiklar av deponat till mindre. Detta skulle kunna förklara varför Doel erhållit positiva resultat jämfört med de nekande resultat som erhållits i detta experimentella arbete.

6. SLUTSATSER

Följande kapitel behandlar slutsatser av arbetet och dess trovärdighet samt förslag på vidare studier som kan vara behjälpliga för ytterligare förståelse.

Litteraturstudien visar att PAA har en positiv inverkan gällande dispergering av det hårda slammet som ansamlats i ÅG. Från karakteriseringen av slammet bekräftas tidigare studier som visat att det till ungefär 90 % består av magnetit.

Resultat från samtliga fall visar inga tendenser på att PAA har en upplösande förmåga av järn. På grund av olika förhållandena i prover och ett lågt pH i Fall 1, 2 och 3 kan samtliga resultat inte anses vara helt tillförlitliga. I Fall 4 simulerades dock samtliga prov under likartade förhållanden med ett högre pH och resultaten är därmed jämförbara och bidrar till en mer trovärdig slutsats. Även en mindre spridning av enskilda prov ökar tillförlitligheten av resultaten i Fall 4.

Utifrån experimentens utförande och rådande förhållanden kan slutsatsen dras att PAA ej har förmågan att lösa upp järn.

6.1 Förslag på vidare studier

För att ytterligare bekräfta resultaten som erhållits skulle lämpligen fler försök utföras vid ett högre pH. Om möjligt bör även försök vid längre tider och höga temperaturer utföras för att undersöka om PAA eventuellt har en upplösande effekt under dessa förhållanden. Eftersom positiva resultat rapporterats av EPRI gällande upplösning av järn under ett simulerat flöde skulle ytterligare studier kunna utföras för att bestämma om flödet är en avgörande faktor.

Även om det i detta arbete inte kunde påvisas några positiva resultat gällande PAA:s förmåga att lösa upp järn, finns det tecken från Doel på att PAA har en mjukgörande effekt av slammet. Detta skulle kunna undersökas genom att använda större slambitar och se om det, efter simulering i UltraWAVE, finns en skillnad i strukturen mellan prover med och utan PAA. Eventuellt skulle proven kunna undersökas närmare med SEM-EDS.

Vid vissa tester erhöles kraftigt färgade filtrat som ej kunde förklaras med en ökad järnhalt. Detta är något som bör undersökas vidare genom ytterligare och mer utförliga analyser av både oorganiska och organiska ämnen i filtraten.

KÄLLOR

- [1] Vattenfall.se [Internet]. Stockholm: Vattenfall AB. [Uppdaterad 2013-03-26; Citerad 2013-03-27]. Tillgänglig: <http://www.vattenfall.se/sv/vattenfallkoncernen.htm>
- [2] Vattenfall.se [Internet]. Stockholm: Vattenfall AB. [Uppdaterad 2013-03-26; Citerad 2013-03-27]. Tillgänglig: <http://www.vattenfall.se/sv/vattenfall-i-norden.htm>
- [3] Vattenfall.se [Internet]. Stockholm: Vattenfall AB. [Uppdaterad 2013-05-22 Citerad 2013-03-23]. Tillgänglig:
http://www.vattenfall.se/sv/file/TekniskinformationomRinghalsp_11336939.pdf
- [4] Bernt Bengtsson (Senior Engineer & Nuclear Chemistry Advisor, Vattenfall AB) intervjuad av författare via email 2012-12-13
- [5] Larsson S. R2, R3, R4 Dosering av dispergeringsmedel till ånggeneratorerna. Väröbacka: Ringhals, Vattenfall AB; 2012. 2200157
- [6] Kim D-J, Kim HP, Hwang SS. Susceptibility of Alloy 690 to Stress Corrosion Cracking in Caustic Aqueous Solutions. Nuclear Engineering and Technology. 2013; 45(1): 67-72
- [7] R3 Ånggeneratorer ÅG-312. Ringhals AB, Kärnkraftsäkerhet och Utbildning; 2002-10. R3-ARO-312-2
- [8] R3 matarvattensystem FW-415. Ringhals AB, Kärnkraftsäkerhet och Utbildning; 2002-10. R3-ARO-415
- [9] Ånggeneratorernas bottenblåsning, 417. Ringhals AB, PWR- utbildning; 2012-03. R2-417
- [10] Anders Hultin (Underhållsingenjör, Vattenfall AB) intervjuad av författare 2013-05-06
- [11] Polymers: A Property Database [Internet]. Taylor and Francis Group; 1995-. Poly(acrylic acid) [Citerad 2013-03-27]. Tillgänglig:
<http://www.polymersdatabase.com/entry.do?id=619&exno=619&method=view&si=POLY>
- [12] Wisniewska M, Chibowski S, Urban T. Adsorption and thermodynamic properties of the alumina–polyacrylic acid solution system. Journal of Colloid and Interface Science. 2009; 334 (2): 146-152. DOI: 10.1016/j.jcis.2009.03.006
- [13] Säkerhetsdatablad OPTISPERSE PWR6600. GE Water and Process Technologies; 2012
- [14] Lépine L, Gilbert R. Thermal degradation of polyacrylic acid in dilute aqueous solution. Polymer Degradation and Stability. 2002; 75(2): 337-345. DOI: 10.1016/S0141-3910(01)00236-1

- [15] Dispersants for Pressurized Water Reactor Secondary Side Fouling Control: Sourcebook for Online and Offline Applications: Volumes 1 and 2. EPRI, Palo Alto, CA: 2012. 1025317
- [16] Epri.com [Internet]. Palo Alto: Electric Power Research Institute [Uppdaterad 2011-04-03; Citerad 2013-03-27]. Tillgänglig: <http://www.epri.com/About-Us/Pages/Our-Business.aspx>
- [17] Lu S, Pugh RJ, Forssberg E. Chapter 10 Dispersion of particles in liquids. In: Å. Lu S, Pugh RJ, Forssberg E. Interfacial Separation of Particles. Amsterdam: Elsevier; 2005. s.517-558. DOI: 10.1016/S1383-7303(05)80011-0
- [18] Lin C-L, Lee C-F, Chiu W-Y. Preparation and properties of poly(acrylic acid) oligomer stabilized superparamagnetic ferrofluid. 2005; 291(2): 411-420. DOI: 10.1016/j.jcis.2005.05.023
- [19] Amjad Z, Guyton D. Biopolymers and Synthetic Polymers as Iron Oxide Dispersants for Industrial Water Applications. Materials Performance. 2012; 51(3): 48-53
- [20] Anderson CE, Kreider MA, Marks CR. Generic Review of Secondary Plant Material Compatibility with the Long-Term Use of Polymeric Dispersant for Online Fouling Control in Recirculating Steam Generators. Palo Alto, California: EPRI; 2009. R-5567-00-01
- [21] Use of Polymeric Dispersants in the Condensate /Feedwater Line during Long-Path Recirculation Cleanup at Pressurized Water Reactors. EPRI, Palo Alto, CA: 2009. 1019237
- [22] Laire C. DOEL 3 SG Dispersant Application for the 2012 Shutdown and Outage. Feldman H. Technical. EPRI SGMP TS Meeting. Tampa, Florida: EPRI; 2012-12-04
- [23] Delaunay S, Mansour C, Pavageau E-M, Cote G, Lefèvre G. Formation and Deposition of Iron Oxides on Stainless Steel and Carbon Steel in Conditions of Secondary Circuits of Pressurized Water Reactors. Corrosion. 2011; 67(1): B1-B10
- [24] Pirrie D, Power MR, Rollinson GK, Wiltshire PEJ, Newberry J, Campbell HE. Automated SEM-EDS (CEMSCAN ®) Mineral Analysis in Forensic Soil Investigations: Testing Instrumental Reproducibility. Ritz K, Dawson L, Miller D, editors. Criminal and Environmental Soil Forensics. Springer; 2009. s. 411-430
- [25] Hogmark S, Jacobson S, Kassman-Rudolphi Å. Svepelektromikroskopi i Praktik och Teori. Upplaga 7. Uppsala universitet, Ångströmlaboratoriet; 1998
- [26] Goldstein JI, Newbury DE. Introduction. Goldstein JI, Newbury DE, Echlin P, Joy DC, Lyman EL, Lifshin E. et. al. Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis. Kluwer Academic/Plenum Publishers; 2003. s. 1-20
- [27] Milestone Helping Chemists. UltraWAVE Operator Manual MA149-005. Sorisole, Italy

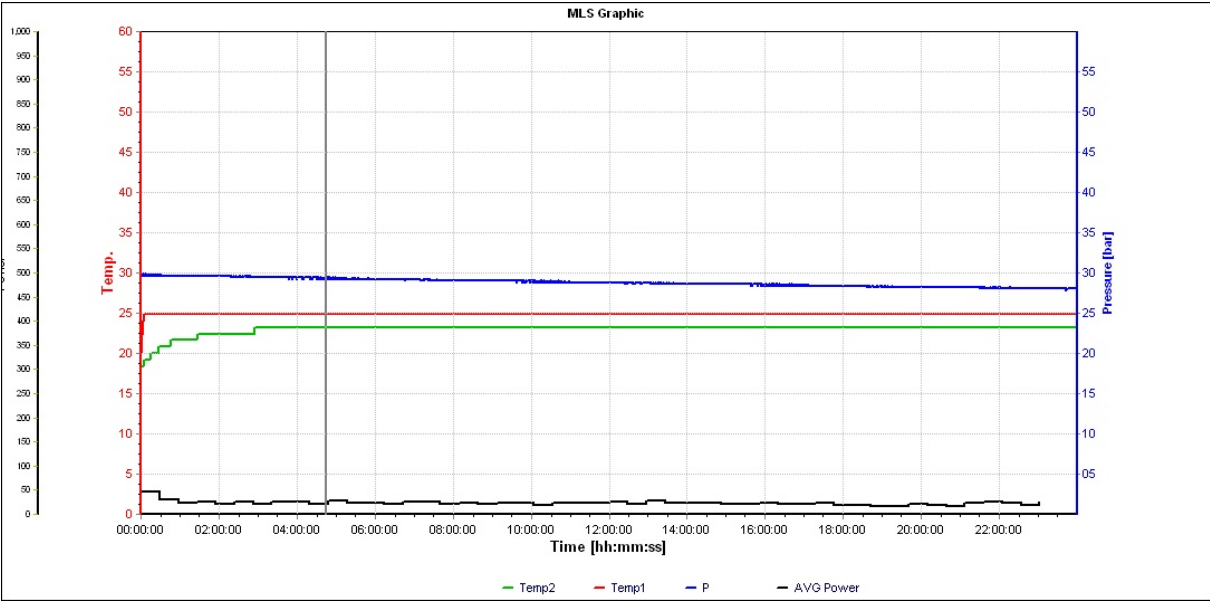
- [28] Milestonesci.com [Internet]. Shelton: MilestoneInc [Uppdaterad 2011-05-16; Citerad 2013-04-24]. Tillgänglig: <http://milestonesci.com/product-menu/digestion/ultrawave/src-technology-benefits.html>
- [29] Mikael Alfredsson (Sales manager, Kovalent) intervjuad av författarna 2013-03-26
- [30] R3-R4 Kemihandbok 04 Handledning till AA, VarianSpectrAA 240 FS. Väröbacka: Ringhals AB; 2012-02. 940415056
- [31] Analys av Järn, Fe, i haltområdet 20-1000 ppb med atomabsorptionsspektrometer AA240 FS. Väröbacka: Ringhals AB; 2009-10. 2055868
- [32] NE.se. [Internet]. Malmö: Cydonia Development. [Uppdaterad 2012-07-12; Citerad 2013-05-22]. Tillgänglig: <http://www.ne.se.proxy.lib.chalmers.se/monokromator>
- [33] NE.se. [Internet]. Malmö: Cydonia Development. [Uppdaterad 2012-07-12; Citerad 2013-05-22]. Tillgänglig: <http://www.ne.se.proxy.lib.chalmers.se/atomabsorptionsspektrometri>
- [34] R1-R2 Instrumentanvisning för AAS, modell ContrAA 300 från Analytic Jena. Väröbacka: Ringhals AB; 2013-02. 2008913
- [35] R1-R2 Instrumentanvisning för ICP-MS typ Agilent 7500 ce. Väröbacka: Ringhals AB; 2012-06. 1894532

BILAGA 1

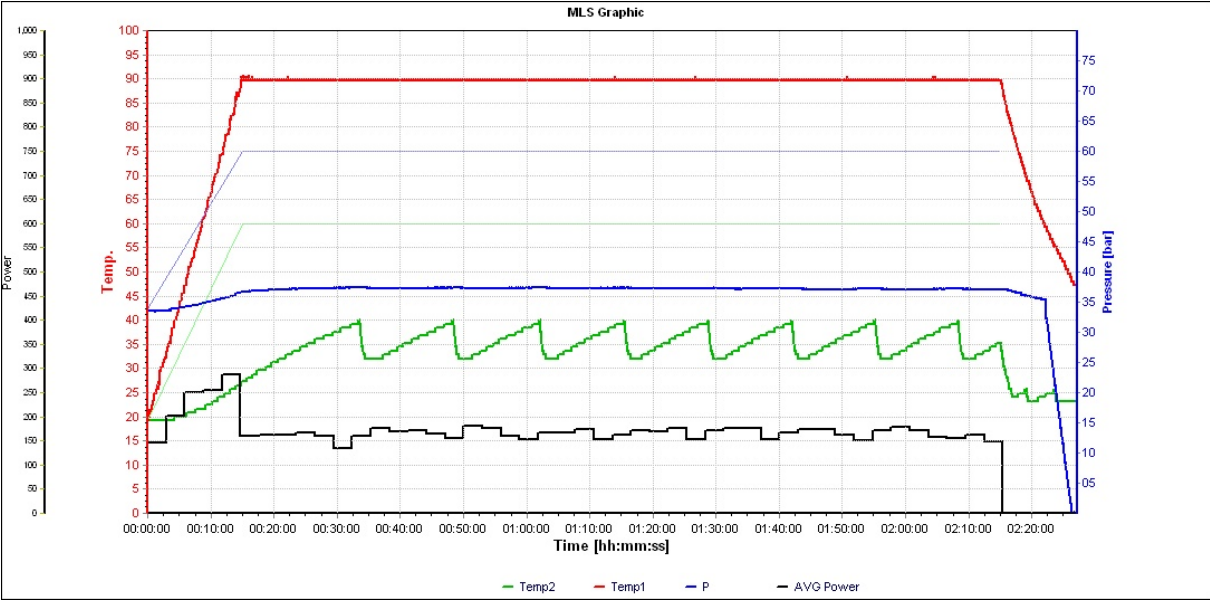
Data från körningar i UltraWAVE

Fall 1

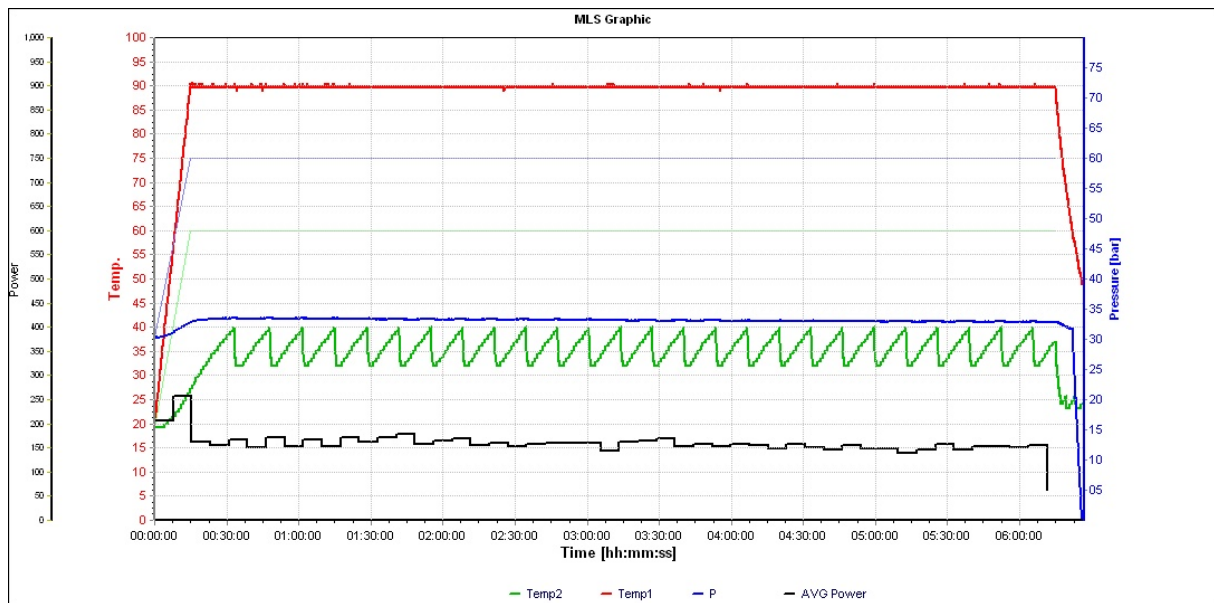
Körning 25 °C, 24 h



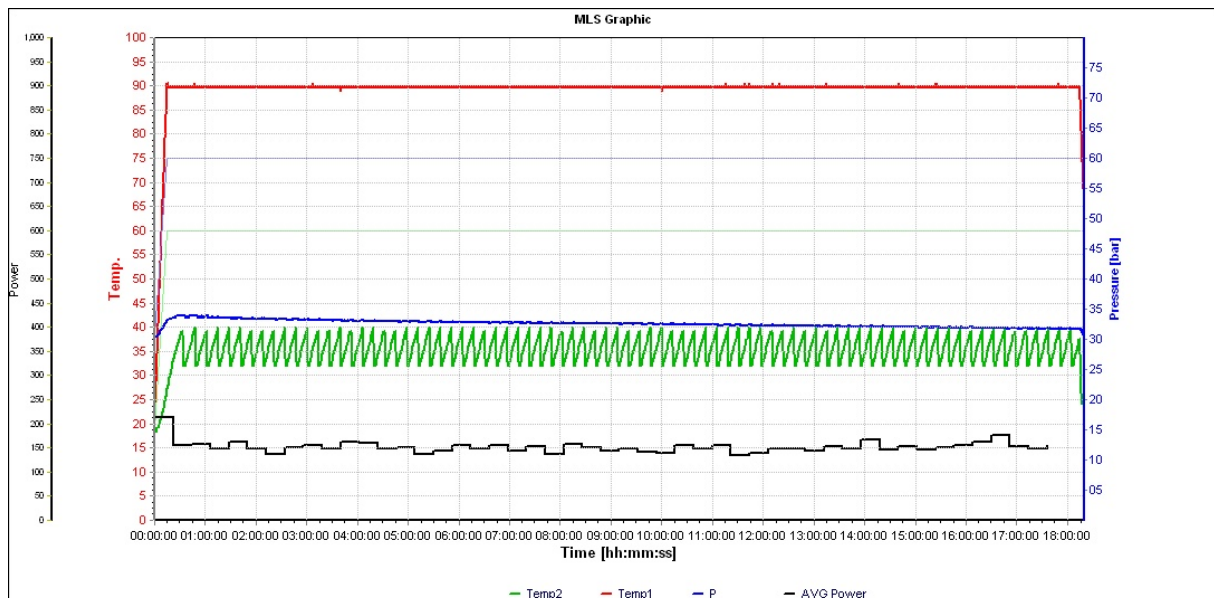
Körning 90 °C, 2 h



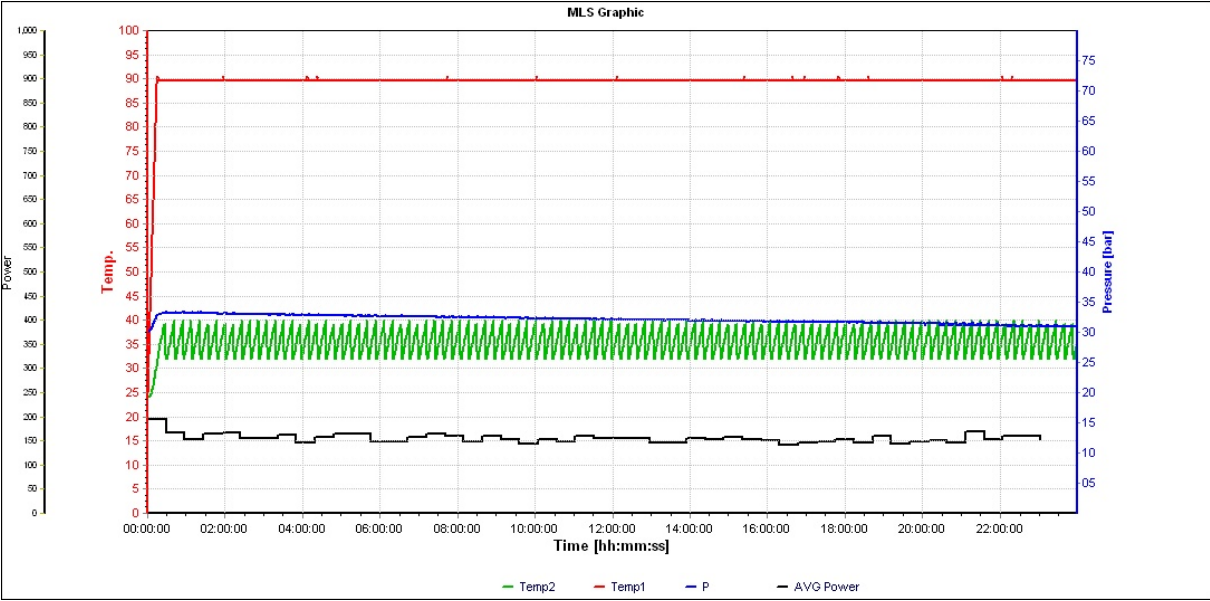
Körning 90 °C, 6 h



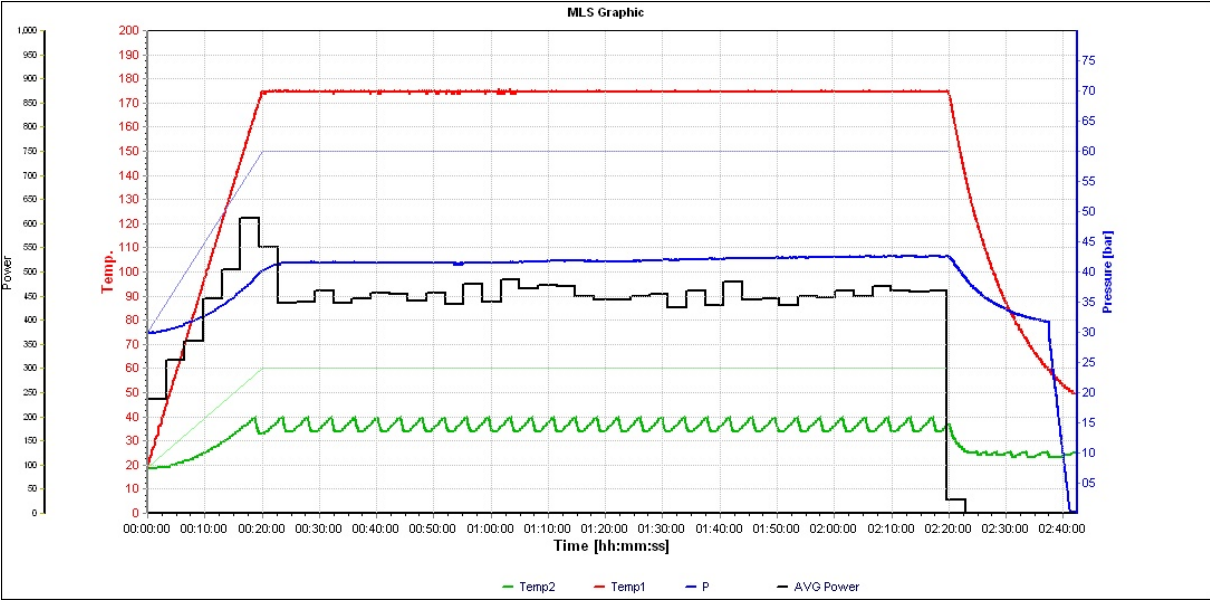
Körning 90 °C, 18 h



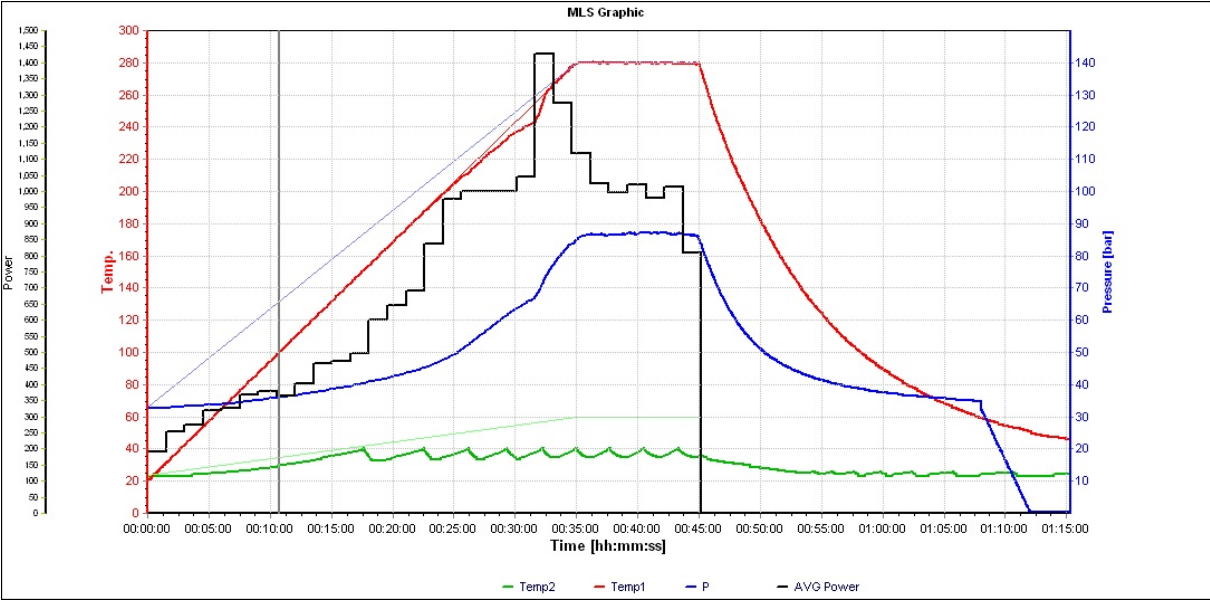
Körning 90 °C, 24 h



Körning 175 °C, 2 h

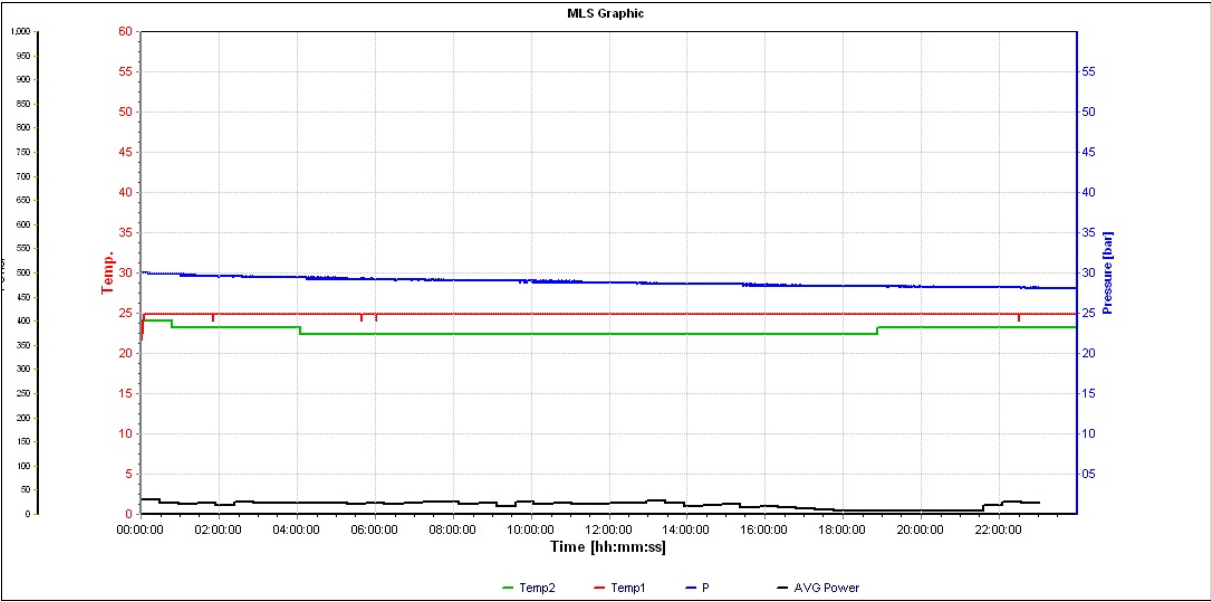


Körning 280 °C, 10 min

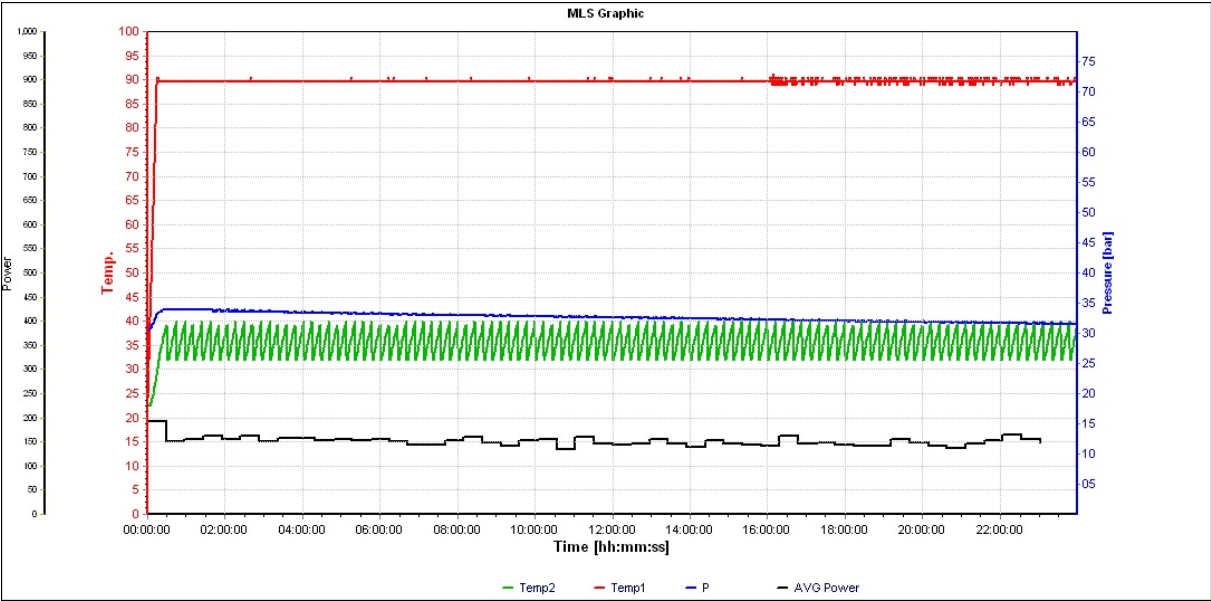


Fall 2

Körning 25 °C, 24 h

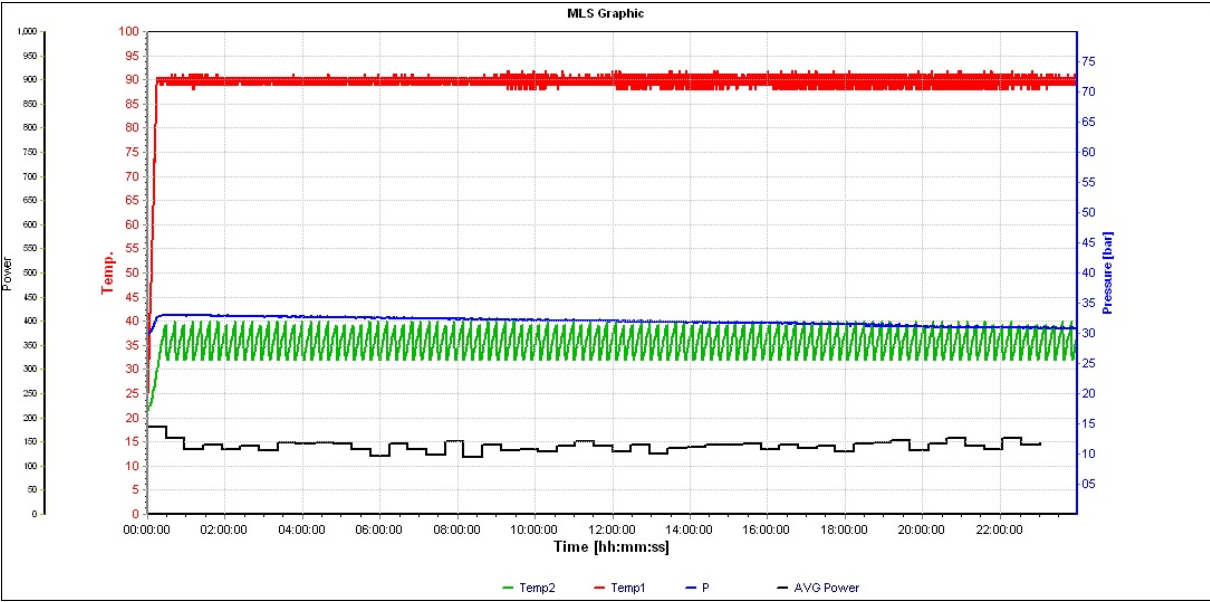


Körning 90 °C, 24 h

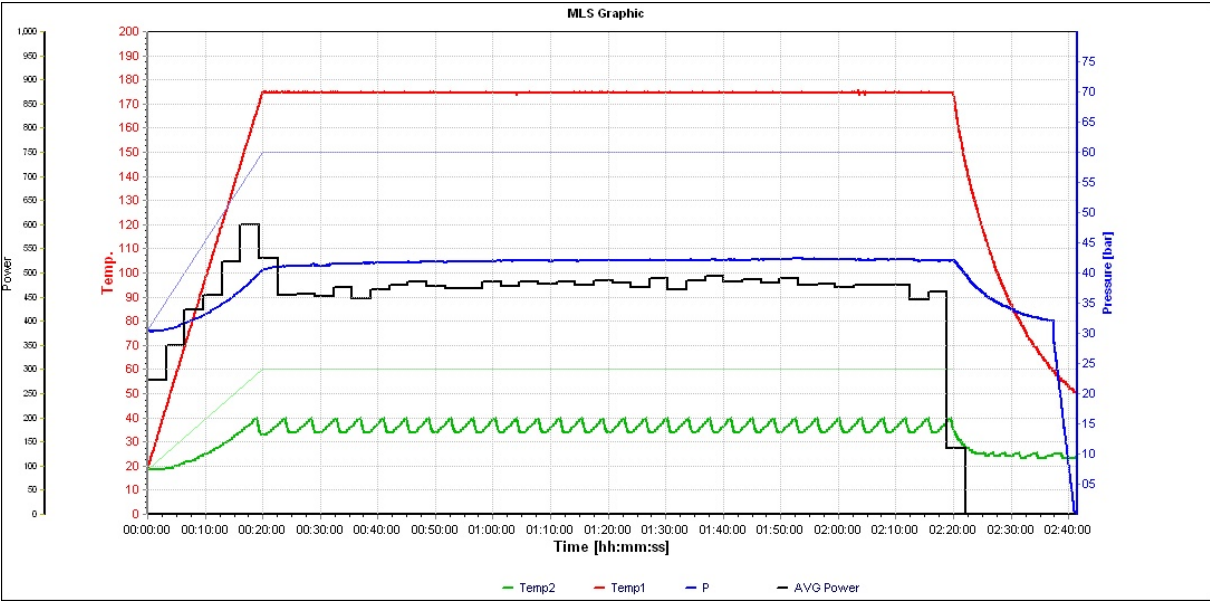


Fall 3

Körning 90 °C, 24 h

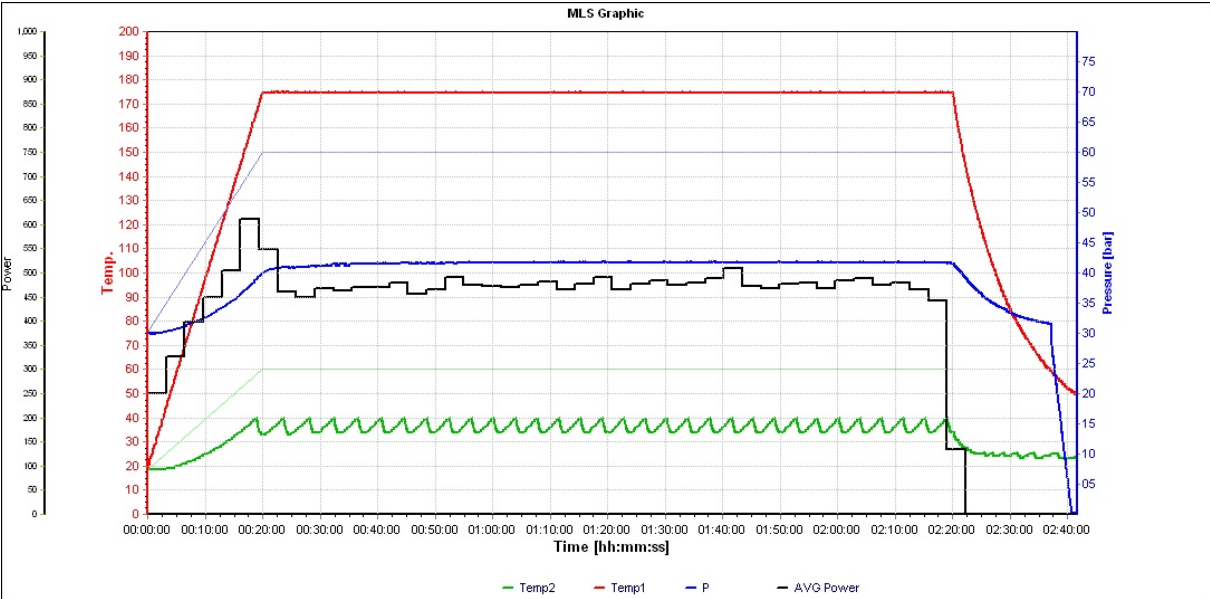


Körning 175 °C, 2 h (Fall 3)



Fall 4

Körning 175 °C, 2 h



BILAGA 2

Sammanställning av data från experiment

Fall 1

Temperatur 25 °C

Tid 24 h

Datum 23/4

Prov	Medel koncentration löst järn enligt AAS (ppm)														
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Koncentration PAA (ppm)	0	0	0	1	1	1	1	10	10	10	10	10	10	10	10
PAA lösning 100 ppm (ml)	0	0	0	0.1	0.1	0.1	0.1	1	1	1	1	10	10	10	10
Tillberedd MAVA (ml)	10	10	10	9.9	9.9	9.9	9.9	9	9	9	0	0	0	0	0
Totalvolym lösning (ml)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Vikt Slam (g)	0.401	0.404	0.3973	0.4022	0.406	0.3948	0.3923	0.4149	0.4106	0.4004	0.4002	0.3981	0.3937	0.4006	0.392
Vikt Magnetit (g)	0.3609	0.36036	0.35757	0.36198	0.3654	0.35632	0.35307	0.37341	0.36954	0.36036	0.36018	0.35829	0.35433	0.36054	0.3528
Vikt järn (g)	0.261082278	0.260691631	0.258673289	0.261863572	0.264337668	0.257045594	0.255417899	0.270132262	0.267332627	0.260691631	0.260561416	0.259194152	0.2565239409	0.260821847	0.25232576
Koncentration järn enligt AAS (ppb)	769	696	733	700	825	670	730	895	553	515	676	464	349	286	72
Spädningfaktor vid AAS	5	5	5	5	5	5	5	5	10	10	10	10	10	10	5
Sann koncentration järn enligt AAS (ppb)	3845	3480	3665	3500	4125	3350	3650	4475	5530	5150	6760	4640	3490	2860	3610
Massa löst järn (g)	0.00003845	0.0000348	0.00003665	0.000035	0.00004125	0.0000335	0.0000365	0.00004475	0.0000553	0.0000515	0.0000676	0.0000464	0.0000349	0.0000286	0.0000361
Procentuell differens AAS (%)	0.01%	0.01%	0.01%	0.01%	0.02%	0.01%	0.01%	0.02%	0.02%	0.02%	0.03%	0.02%	0.01%	0.01%	0.01%
Blank	3.663			3.656	5.479		3.913				0.014%		0.021%		0.015%

Temperatur 90 °C

Tid 2 h

Datum 15/4

Prov	Medel andel löst järn enligt Vägnings (%)														
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Koncentration PAA (ppm)	0	0	0	1	1	1	1	10	10	10	10	10	10	10	10
PAA lösning 100 ppm (ml)	0	0	0	0.1	0.1	0.1	0.1	1	1	1	1	10	10	10	10
Tillberedd MAVA (ml)	10	10	10	9.9	9.9	9.9	9.9	9	9	9	0	0	0	0	0
Totalvolym lösning (ml)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Vikt Slam (g)	0.40271	0.39863	0.39704	0.40261	0.39869	0.39496	0.40192	0.39574	0.39907	0.39813	0.39488	0.41222	0.4007	0.39861	0.41075
Vikt Burk + Filterpapper	7.11441	7.11033	7.12151	7.10911	7.1075	7.11545	7.11978	7.11986	7.11217	7.1201	7.1169	7.1146	7.11763	7.11368	7.11422
Vikt Slam + Burk + Filterpapper (g)	7.4413	7.4932	7.4976	7.4931	7.4842	7.5012	7.5055	7.5025	7.4934	7.5119	7.4934	7.5137	7.5042	7.5027	7.5136
Vikt Magnetit (g)	0.362439	0.358767	0.357336	0.362349	0.358821	0.355464	0.361728	0.356166	0.359163	0.358317	0.355392	0.370998	0.36063	0.358749	0.369675
Vikt järn (g)	0.262195621	0.259539223	0.258504009	0.262130514	0.259578288	0.257149767	0.26168127	0.257657608	0.259825697	0.259213684	0.257097681	0.266837373	0.260886955	0.259526202	0.267430289
Differens vikt Slam(g)	0.07582	0.01576	0.02095	0.01862	0.02199	0.00921	0.0162	0.0131	0.01784	0.00633	0.01317	0.00998	0.01413	0.00959	0.01137
Procentuell differens vikt (%)	18.83%	3.95%	5.28%	4.62%	5.52%	2.33%	4.03%	3.31%	4.47%	1.59%	3.34%	2.42%	3.53%	2.41%	2.77%
Koncentration järn enligt AAS (ppb)	532	450	527	480	538	587	575	502	365	424	494	438	271	282	342
Spädningfaktor vid AAS	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Sann koncentration järn enligt AAS (ppb)	10640	9000	10540	9600	10760	11740	11500	10040	7300	8480	9880	8760	5420	5640	6840
Massa löst järn (g)	0.0001064	0.00009	0.0001054	0.000096	0.0001076	0.0001174	0.000115	0.0001004	0.000073	0.0000848	0.0000988	0.0000876	0.0000542	0.0000564	0.0000684
Procentuell differens AAS (%)	0.04%	0.03%	0.04%	0.04%	0.04%	0.05%	0.04%	0.04%	0.03%	0.03%	0.04%	0.03%	0.02%	0.02%	0.03%
Blank				4.13%	3.18%		2.78%				0.042%		0.035%		0.025%

Prov	Medel koncentration löst järn enligt AAS (ppm)														
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Koncentration PAA (ppm)	0	0	0	1	1	1	1	10	10	10	10	10	10	10	10
PAA lösning 100 ppm (ml)	0	0	0	0.1	0.1	0.1	0.1	1	1	1	1	10	10	10	10
Tillberedd MAVA (ml)	10	10	10	9.9	9.9	9.9	9.9	9	9	9	0	0	0	0	0
Totalvolym lösning (ml)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Vikt Slam (g)	0.40271	0.39863	0.39704	0.40261	0.39869	0.39496	0.40192	0.39574	0.39907	0.39813	0.39488	0.41222	0.4007	0.39861	0.41075
Vikt Burk + Filterpapper	7.11441	7.11033	7.12151	7.10911	7.1075	7.11545	7.11978	7.11986	7.11217	7.1201	7.1169	7.1146	7.11763	7.11368	7.11422
Vikt Slam + Burk + Filterpapper (g)	7.4413	7.4932	7.4976	7.4931	7.4842	7.5012	7.5055	7.5025	7.4934	7.5119	7.4934	7.5137	7.5042	7.5027	7.5136
Vikt Magnetit (g)	0.362439	0.358767	0.357336	0.362349	0.358821	0.355464	0.361728	0.356166	0.359163	0.358317	0.355392	0.370998	0.36063	0.358749	0.369675
Vikt järn (g)	0.262195621	0.259539223	0.258504009	0.262130514	0.259578288	0.257149767	0.26168127	0.257657608	0.259825697	0.259213684	0.257097681	0.266837373	0.260886955	0.259526202	0.267430289
Differens vikt Slam(g)	0.07582	0.01576	0.02095	0.01862	0.02199	0.00921	0.0162	0.0131	0.01784	0.00633	0.01317	0.00998	0.01413	0.00959	0.01137
Procentuell differens vikt (%)	18.83%	3.95%	5.28%	4.62%	5.52%	2.33%	4.03%	3.31%	4.47%	1.59%	3.34%	2.42%	3.53%	2.41%	2.77%
Koncentration järn enligt AAS (ppb)	532	450	527	480	538	587	575	502	365	424	494	438	271	282	342
Spädningfaktor vid AAS	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Sann koncentration järn enligt AAS (ppb)	10640	9000	10540	9600	10760	11740	11500	10040	7300	8480	9880	8760	5420	5640	6840
Massa löst järn (g)	0.0001064	0.00009	0.0001054	0.000096	0.0001076	0.0001174	0.000115	0.0001004	0.000073	0.0000848	0.0000988	0.0000876	0.0000542	0.0000564	0.0000684
Procentuell differens AAS (%)	0.04%	0.03%	0.04%	0.04%	0.04%	0.05%	0.04%	0.04%	0.03%	0.03%	0.04%	0.03%	0.02%	0.02%	0.03%
Blank				4.13%	3.18%		2.78%				0.042%		0.035%		0.025%

Rödmarkerade värden bör tolkas med försiktighet då de innehar någon form av osäkerhet
 Gulmarkerade värden erhöles från ICP-MS

Temperatur 90 °C

Tid 6 h

Datum 12/4

Medel andel löst järn enligt Vägnings (%)	1 ppm PAA	10 ppm PAA	100 ppm PAA	4,96%
Blank	6,88%	6,75%	6,43%	

Medel andel löst järn enligt AAS (%)	1 ppm PAA	10 ppm PAA	100 ppm PAA	0,030%
Blank	0,046%	0,043%	0,030%	

Medel koncentration löst järn enligt AAS (ppm)	1 ppm PAA	10 ppm PAA	100 ppm PAA	8,500
Blank	12,680	11,970	8,500	

Prov	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Koncentration PAA (ppm)	0	0	0	1	1	1	1	10	10	10	10	100	100	100	100
PAA lösning 100 ppm (ml)	0	0	0	0,1	0,1	0,1	0,1	1	1	1	1	10	10	10	10
Tillberedd MAVA (ml)	10	10	10	9,9	9,9	9,9	9,9	9	9	9	9	0	0	0	0
Totalvolym lösning (ml)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Vikt Slam (g)	0,43125	0,40989	0,42712	0,41935	0,40994	0,50306	0,38453	0,42544	0,41051	0,42456	0,44508	0,43685	0,42457	0,41232	0,46266
Vikt Burk + Filterpapper	7,12439	7,11808	7,12776	7,11719	7,11878	7,12285	7,12591	7,12604	7,12156	7,12737	7,11911	7,21924	7,10916	7,12053	7,12606
Vikt Slam + Burk + Filterpapper (g)	7,52731	7,50652	7,52475	7,49321	7,50147	7,60705	7,48637	7,52414	7,50727	7,53842	7,53691	7,62812	7,51678	7,51727	7,56247
Vikt Magnett (g)	0,388125	0,368901	0,384408	0,377415	0,368946	0,452754	0,346077	0,382896	0,369459	0,398304	0,400572	0,393165	0,382113	0,371088	0,416394
Vikt Järn (g)	0,28077388	0,266870361	0,278088435	0,273029559	0,266902915	0,327531299	0,250359023	0,276994624	0,26727403	0,28814108	0,289781796	0,28442424	0,276428186	0,268452481	0,301227747
Differens vikt Slam(g)	0,02833	0,02745	0,03013	0,04333	0,02725	0,01886	0,02407	0,02734	0,0248	0,03151	0,02728	0,02797	0,01695	0,01558	0,02625
Procentuell differens vikt (%)	6,57%	6,70%	7,05%	10,33%	6,65%	3,75%	6,26%	6,43%	6,04%	7,12%	6,13%	6,40%	3,99%	3,78%	5,67%
Koncentration järn enligt AAS (ppb)	611	644	647	583	529	707	575	309	341	423	627	429	386	387	498
Spädningsfaktor vid AAS	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Sann koncentration järn enligt AAS (ppb)	12220	12880	12940	11660	10580	14140	11500	6180	6820	8460	12540	8580	7720	7740	9960
Massa löst järn (g)	0,0001222	0,0001288	0,0001294	0,0001166	0,0001058	0,0001414	0,000115	0,0000618	0,0000682	0,0000846	0,0001254	0,0000858	0,0000772	0,0000774	0,0000996
Procentuell differens AAS (%)	0,04%	0,05%	0,05%	0,04%	0,04%	0,04%	0,05%	0,02%	0,03%	0,03%	0,04%	0,03%	0,03%	0,03%	0,03%

Temperatur 90 °C

Tid 18 h

Datum 16/4

Medel andel löst järn enligt Vägnings (%)	1 ppm PAA	10 ppm PAA	100 ppm PAA	3,22%
Blank	5,18%	5,39%	5,91%	

Medel andel löst järn enligt AAS (%)	1 ppm PAA	10 ppm PAA	100 ppm PAA	0,078%
Blank	0,034%	0,033%	0,032%	

Medel koncentration löst järn enligt AAS (ppm)	1 ppm PAA	10 ppm PAA	100 ppm PAA	20,565
Blank	8,907	8,610	8,220	

Prov	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Koncentration PAA (ppm)	0	0	0	1	1	1	1	10	10	10	10	100	100	100	100
PAA lösning 100 ppm (ml)	0	0	0	0,1	0,1	0,1	0,1	1	1	1	1	10	10	10	10
Tillberedd MAVA (ml)	10	10	10	9,9	9,9	9,9	9,9	9	9	9	9	0	0	0	0
Totalvolym lösning (ml)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Vikt Slam (g)	0,39062	0,40364	0,40294	0,39301	0,3924	0,41598	0,39783	0,40965	0,39425	0,3926	0,39464	0,39728	0,39382	0,4194	0,4005
Vikt Burk + Filterpapper	7,1151	7,1088	7,1153	7,1104	7,1061	7,1147	7,1168	7,1175	7,1123	7,117	7,11	7,1143	7,1151	7,1114	7,1126
Vikt Slam + Burk + Filterpapper (g)	7,4815	7,4983	7,4906	7,4646	7,4818	7,5193	7,4959	7,5091	7,4847	7,4789	7,4814	7,4965	7,5001	7,5146	7,5011
Vikt Magnett (g)	0,351558	0,363276	0,362646	0,353709	0,35316	0,374382	0,358047	0,368685	0,354825	0,35334	0,35176	0,357552	0,354438	0,37746	0,36045
Vikt Järn (g)	0,254324088	0,262801124	0,262345369	0,255880165	0,255483007	0,270835426	0,2599048361	0,2766714103	0,2556687502	0,255613223	0,256941422	0,2586660268	0,256407538	0,273062113	0,260756739
Differens vikt Slam(g)	0,02422	0,01414	0,02764	0,03881	0,0167	0,01138	0,01873	0,01805	0,02185	0,0307	0,02324	0,01508	0,00882	0,0162	0,012
Procentuell differens vikt (%)	6,20%	3,50%	6,86%	9,88%	4,26%	2,74%	4,71%	4,41%	5,54%	7,82%	5,89%	3,80%	2,24%	3,86%	3,00%
Koncentration järn enligt AAS (ppb)	390	440	506	434	303	393	592	372	349	523	400	578	835	570	491
Spädningsfaktor vid AAS	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Sann koncentration järn enligt AAS (ppb)	7800	8800	10120	8680	6060	7860	11840	7440	6980	10460	8000	23120	16700	22800	19640
Massa löst järn (g)	0,000078	0,000088	0,0001012	0,0000868	0,0000606	0,0000786	0,0001184	0,0000744	0,0000698	0,0001046	0,00008	0,0002312	0,000167	0,000228	0,0001964
Procentuell differens AAS (%)	0,03%	0,03%	0,04%	0,03%	0,02%	0,03%	0,05%	0,03%	0,03%	0,04%	0,03%	0,09%	0,07%	0,08%	0,08%

Rödmarkerade värden bör tolkas med försiktighet då de innehar någon form av osäkerhet
 Gulmarkerade värden erhöles från ICP-MS

**Temperatur 90 °C
Tid 24 h
Datum 17/4**

Medel andel löst järn enligt Välgivning (%)	10 ppm PAA	100 ppm PAA
Blank	12,87%	8,77%

Medel andel löst järn enligt AAS (%)	1 ppm PAA	10 ppm PAA	100 ppm PAA
Blank	0,046%	0,043%	0,052%

Medel koncentration löst järn enligt AAS (ppm)	1 ppm PAA	10 ppm PAA	100 ppm PAA
Blank	12,033	11,345	8,430

Prov	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Koncentration PAA (ppm)	0	0	0	1	1	1	1	10	10	10	10	100	100	100	100
PAA lösning 100 ppm (ml)	0	0	0	0,1	0,1	0,1	0,1	1	1	1	1	10	10	10	10
Tillberedd MAVA (ml)	10	10	10	9,9	9,9	9,9	9,9	9	9	9	9	0	0	0	0
Totalvolym lösning (ml)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Vikt Slam (g)	0,3943	0,3959	0,4148	0,397	0,3958	0,4001	0,4153	0,4205	0,4079	0,3964	0,3966	0,4035	0,4049	0,4027	0,4004
Vikt Burk + Filterpapper	7,149	7,153	7,1562	7,1466	7,1527	7,1527	7,1483	7,1544	7,1552	7,1615	7,1493	7,1545	7,1372	7,1522	7,1579
Vikt Slam + Burk + Filterpapper (g)	7,4959	7,4896	7,5218	7,495	7,4973	7,5039	7,5076	7,5268	7,5254	7,5148	7,5111	7,5222	7,5058	7,5207	7,5232
Vikt Magnett (g)	0,35487	0,35631	0,37332	0,3573	0,35622	0,36009	0,37377	0,37845	0,36711	0,35676	0,35694	0,36315	0,36441	0,36243	0,36036
Vikt järn (g)	0,256720055	0,25776178	0,270067154	0,25847966	0,257696672	0,260496308	0,270392693	0,273778299	0,265574716	0,258087319	0,258217535	0,262709973	0,263621482	0,262189111	0,260691631
Differens vikt Slam(g)	0,0474	0,0593	0,0492	0,0486	0,0535	0,0489	0,056	0,0481	0,0377	0,0431	0,0348	0,0358	0,0363	0,0342	0,0351
Procentuell differens vikt (%)	12,02%	14,98%	11,86%	12,24%	13,52%	12,22%	13,48%	11,44%	9,24%	10,87%	8,77%	8,87%	8,97%	8,49%	8,77%
Koncentration järn enligt AAS (ppb)	601	539	665	538	658	584	489	442	419	405	420	950	797	601	622
Spädningfaktor vid AAS	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Sann koncentration järn enligt AAS (ppb)	12020	10780	13300	10760	13160	11680	9780	8840	8380	8100	8400	19000	15940	12020	12440
Massa löst järn (g)	0,0001202	0,0001078	0,000133	0,0001076	0,0001316	0,0001168	0,0000978	0,0000884	0,0000838	0,000081	0,000084	0,000019	0,0001594	0,0001202	0,0001244
Procentuell differens AAS (%)	0,05%	0,04%	0,05%	0,04%	0,05%	0,04%	0,04%	0,03%	0,03%	0,03%	0,03%	0,07%	0,06%	0,05%	0,05%

**Temperatur 175 °C
Tid 2 h
Datum 22/4**

Medel koncentration löst järn enligt AAS (ppm)	10 ppm PAA	100 ppm PAA
Blank	2,855	2,873

Medel andel löst järn enligt AAS (%)	1 ppm PAA	10 ppm PAA	100 ppm PAA
Blank	0,018%	0,009%	0,011%

Prov	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Koncentration PAA (ppm)	0	0	0	1	1	1	1	10	10	10	10	100	100	100	100
PAA lösning 100 ppm (ml)	0	0	0	0,1	0,1	0,1	0,1	1	1	1	1	10	10	10	10
Tillberedd MAVA (ml)	10	10	10	9,9	9,9	9,9	9,9	9	9	9	9	0	0	0	0
Totalvolym lösning (ml)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Vikt Slam (g)	0,3952	0,3957	0,3969	0,4036	0,4003	0,3911	0,3928	0,3947	0,4022	0,4019	0,3984	0,3924	0,396	0,4027	0,392
Vikt Magnett (g)	0,3568	0,35613	0,35721	0,36324	0,36027	0,35199	0,35352	0,3523	0,36198	0,36171	0,35856	0,35316	0,3564	0,36333	0,3528
Vikt järn (g)	0,297306026	0,297631565	0,29842858	0,262775081	0,260628523	0,254636066	0,255743438	0,256980487	0,261866372	0,261668248	0,259389475	0,255484007	0,257826888	0,262840189	0,255222576
Koncentration järn enligt AAS (ppb)	118	391	179	155	82	135	110	246	92	129	104	196	189	-	46
Spädningfaktor vid AAS	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Sann koncentration järn enligt AAS (ppb)	2360	7820	3580	3100	1640	2700	2200	4920	1840	2580	2080	3920	3780	-	920
Massa löst järn (g)	0,0000236	0,0000782	0,0000358	0,000031	0,0000164	0,000027	0,000022	0,0000492	0,0000184	0,0000258	0,0000208	0,0000392	0,0000378	-	0,0000092
Procentuell differens AAS (%)	0,01%	0,03%	0,01%	0,01%	0,01%	0,01%	0,01%	0,02%	0,01%	0,01%	0,01%	0,02%	0,01%	-	0,00%

Rödmarkerade värden bör tolkas med försiktighet då de innehar någon form av osäkerhet
Gulmarkerade värden erhöles från ICP-MS

Temperatur 280 °C Tid 10 min Datum 22/4	Medel koncentration löst järn enligt AAS (ppm)							Medel andel löst järn enligt AAS (%)							
	Blank	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
	3,993			4,225		3,715		5,440				0,015%	0,016%	0,014%	0,021%
Prov	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Koncentration PAA (ppm)	0	0	0	1	1	1	1	10	10	10	10	100	100	100	100
PAA lösning 100 ppm (ml)	0	0	0	0,1	0,1	0,1	0,1	1	1	1	1	10	10	10	10
Tillberedd MAVA (ml)	10	10	10	9,9	9,9	9,9	9,9	9	9	9	9	0	0	0	0
Totalvolym lösning (ml)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Vikt Slamm (g)	0,3974	0,3998	0,4094	0,4223	0,3989	0,4023	0,3973	0,3968	0,4131	0,4008	0,4005	0,3953	0,3999	0,3975	0,4082
Vikt Wagnett (g)	0,35766	0,35982	0,36846	0,38007	0,35901	0,36207	0,35757	0,35712	0,37179	0,36072	0,36045	0,35577	0,35991	0,35775	0,36738
Vikt Järn (g)	0,258738397	0,260300984	0,266551333	0,274950239	0,259715014	0,261928679	0,258673289	0,25834775	0,268960322	0,260952062	0,260756739	0,257371133	0,260366092	0,258803505	0,26577004
Koncentration järn enligt AAS (ppb)	216	217	166	213	186	184	262	205	176	177	185	300	237	208	343
Spädningsfaktor vid AAS	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Sann koncentration järn enligt AAS (ppb)	4320	4340	3320	4260	3720	3680	5240	4100	3520	3540	3700	6000	4740	4160	6860
Massa löst järn (g)	0,0000432	0,0000434	0,0000332	0,0000426	0,0000372	0,0000368	0,0000524	0,000041	0,0000352	0,0000354	0,000037	0,00006	0,0000474	0,0000416	0,0000686
Procentuell differens AAS (%)	0,02%	0,02%	0,01%	0,02%	0,01%	0,01%	0,02%	0,02%	0,01%	0,01%	0,01%	0,02%	0,02%	0,02%	0,03%

Rödmarkerade värden bör tolkas med försiktighet då de innehar någon form av osäkerhet
 Gulmarkerade värden erhålls från ICP-MS

Fall 2

Temperatur 90 °C

Tid 24 h

Datum 24/4

Prov	Medel koncentration löst järn enligt AAS (ppm)			Medel andel löst järn enligt AAS (%)											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Koncentration PAA (ppm)	0	0	0	1	1	1	1	10	10	10	10	100	100	100	100
PAA lösning 100 ppm (ml)	0	0	0	0,1	0,1	0,1	0,1	1	1	1	1	10	10	10	10
Tillberedd MAVA (ml)	10	10	10	9,9	9,9	9,9	9,9	9	9	9	9	0	0	0	0
Totalvolym lösning (ml)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Vikt Slam (g)	0,0198	0,0204	0,022	0,0209	0,0207	0,021	0,0204	0,0224	0,0213	0,0197	0,0189	0,0208	0,0208	0,0215	0,0202
Vikt Magnett (g)	0,01782	0,01886	0,0198	0,01881	0,01863	0,0189	0,01886	0,02016	0,01917	0,01773	0,01809	0,01872	0,01872	0,01935	0,01818
Vikt Järn (g)	0,012891344	0,013281991	0,014323716	0,01360753	0,013477315	0,013672638	0,013281991	0,014584147	0,013867961	0,012826237	0,013086688	0,013542422	0,013542422	0,013988177	0,013151716
Koncentration järn enligt AAS (ppb)	687	924	547	758	976	779	927	864	512	588	873	946	496	583	805
Spädningfaktor vid AAS	5	5	10	5	5	5	5	4320	2560	2940	4365	4730	2480	2915	4025
Sann koncentration järn enligt AAS (ppb)	3435	4620	5470	3790	4880	3895	4635	0,0000432	0,0000256	0,0000294	0,00004365	0,0000473	0,0000248	0,00002915	0,00004025
Massa löst järn (g)	0,00003435	0,0000462	0,0000547	0,0000379	0,0000488	0,00003895	0,00004635	0,0000432	0,0000256	0,0000294	0,00004365	0,0000473	0,0000248	0,00002915	0,00004025
Procentuell differens AAS (%)	0,27%	0,35%	0,38%	0,28%	0,36%	0,28%	0,35%	0,30%	0,18%	0,23%	0,33%	0,35%	0,18%	0,21%	0,31%

Medel koncentration löst järn enligt AAS (ppm)		10 ppm PAA	100 ppm PAA
Blank	4,508	3,546	3,538

Medel andel löst järn enligt AAS (%)		1 ppm PAA	10 ppm PAA	100 ppm PAA
Blank	0,332%	0,319%	0,261%	0,262%

Temperatur 25 °C

Tid 24 h

Datum 25/4

Prov	Medel koncentration löst järn enligt AAS (ppm)			Medel andel löst järn enligt AAS (%)											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Koncentration PAA (ppm)	0	0	0	1	1	1	1	10	10	10	10	100	100	100	100
PAA lösning 100 ppm (ml)	0	0	0	0,1	0,1	0,1	0,1	1	1	1	1	10	10	10	10
Tillberedd MAVA (ml)	10	10	10	9,9	9,9	9,9	9,9	9	9	9	9	0	0	0	0
Totalvolym lösning (ml)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Vikt Slam (g)	0,0195	0,0206	0,0207	0,0192	0,0196	0,0199	0,0197	0,0197	0,0213	0,0191	0,0192	0,0199	0,0199	0,0207	0,0212
Vikt Magnett (g)	0,01755	0,01854	0,01863	0,01728	0,01764	0,01791	0,01773	0,01773	0,01917	0,01719	0,01728	0,01791	0,01791	0,01863	0,01908
Vikt Järn (g)	0,012696021	0,013412207	0,013477315	0,012500698	0,012761129	0,012956452	0,012826237	0,012826237	0,013867961	0,01245359	0,012500698	0,012956452	0,012956452	0,013477315	0,013802854
Koncentration järn enligt AAS (ppb)	436	437	457	336	456	444	485	498	650	406	505	413	311	323	309
Spädningfaktor vid AAS	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Sann koncentration järn enligt AAS (ppb)	2180	2185	2285	1680	2280	2220	2425	2490	3250	2030	2525	2065	1555	1615	1545
Massa löst järn (g)	0,0000218	0,00002185	0,00002285	0,0000168	0,0000228	0,0000222	0,00002425	0,0000249	0,0000325	0,0000203	0,00002525	0,00002065	0,00001555	0,00001615	0,00001545
Procentuell differens AAS (%)	0,17%	0,16%	0,17%	0,13%	0,18%	0,17%	0,19%	0,19%	0,23%	0,16%	0,20%	0,16%	0,12%	0,12%	0,11%

Medel koncentration löst järn enligt AAS (ppm)		10 ppm PAA	100 ppm PAA
Blank	2,217	2,151	1,695

Medel andel löst järn enligt AAS (%)		1 ppm PAA	10 ppm PAA	100 ppm PAA
Blank	0,168%	0,168%	0,198%	0,128%

Rödmarkerade värden bör tolkas med försiktighet då de innehar någon form av osäkerhet
 Gulmarkerade värden erhöles från ICP-MS

Fall 3

Temperatur 90 °C
Tid 24 h
Datum 26/4

	AAS koncentration löst järn (ppm)				AAS skillnad i järn				700 ppm medel						
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Blank medel	0,617														
Prov	0	0	0	0	0	0	0	700	700	700	700	700	700	700	700
Koncentration PAA (ppm)	0	0	0	0	0	0	0	10	10	10	10	10	10	10	10
PAA lösning 700 ppm (ml)	10	10	10	10	10	10	10	0	0	0	0	0	0	0	0
Tillberedd MAVA (ml)	10	10	10	10	10	10	10	0	0	0	0	0	0	0	0
Totalvolym lösning (ml)	0,01	0,0095	0,0093	0,0095	0,0096	0,0096	0,0101	0,0111	0,0095	0,01	0,0097	0,0098	0,0101	0,0106	0,0106
Vikt Slamm (g)	0,009	0,00855	0,00837	0,00855	0,00864	0,00864	0,00909	0,0099	0,00855	0,009	0,00873	0,00882	0,00909	0,00954	0,00954
Vikt Magnett (g)	0,00651078	0,006185241	0,00605025	0,006185241	0,006250349	0,006250349	0,006575888	0,007161858	0,006185241	0,00651078	0,006315457	0,006380564	0,006575888	0,006901427	0,006901427
Koncentration järn enligt AAS (ppb)	604	177	334	214	705	705	28	175	525	128	452	826	38	82	71
Spädningfaktor vid AAS	2	1	1	1	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Sann koncentration järn enligt AAS (ppb)	1208	177	334	214	1650	705	28	175	525	128	452	826	38	82	71
Massa löst järn (g)	0,00001208	0,00000177	0,00000334	0,00000214	0,0000165	0,00000705	0,00000028	0,00000175	0,00000525	0,00000128	0,00000452	0,00000826	0,00000038	0,00000082	0,00000071
Procentuell differens AAS (%)	0,186%	0,029%	0,055%	0,035%	0,264%	0,113%	0,004%	0,024%	0,085%	0,020%	0,072%	0,129%	0,006%	0,012%	0,010%

Temperatur 175 °C
Tid 2 h
Datum 2/5

	AAS koncentration löst järn (ppm)				AAS skillnad i järn				700 ppm medel						
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Blank medel	0,761														
Prov	0	0	0	0	0	0	0	700	700	700	700	700	700	700	700
Koncentration PAA (ppm)	0	0	0	0	0	0	0	10	10	10	10	10	10	10	10
PAA lösning 700 ppm (ml)	10	10	10	10	10	10	10	0	0	0	0	0	0	0	0
Tillberedd MAVA (ml)	10	10	10	10	10	10	10	0	0	0	0	0	0	0	0
Totalvolym lösning (ml)	0,0099	0,0091	0,0095	0,0097	0,0092	0,0096	0,0101	0,0096	0,0098	0,0109	0,01	0,0101	0,0096	0,0109	0,0097
Vikt Slamm (g)	0,00891	0,00819	0,00855	0,00873	0,00828	0,00864	0,00909	0,00864	0,00882	0,00981	0,009	0,00909	0,00864	0,00981	0,00873
Vikt Magnett (g)	0,006445672	0,00592481	0,006185241	0,006315457	0,00598918	0,006250349	0,006575888	0,006250349	0,006380564	0,00709675	0,00651078	0,006575888	0,006250349	0,00709675	0,006315457
Koncentration järn enligt AAS (ppb)	618	819	530	833	597	695	707	156	179	72	152	145,7	220,3	191,3	187,3
Spädningfaktor vid AAS	1	1	2	1	1	1	1	1	1	2	1	1	1	1	1
Sann koncentration järn enligt AAS (ppb)	618	819	1060	833	597	695	707	156	179	144	152	145,7	220,3	191,3	187,3
Massa löst järn (g)	0,00000618	0,00000819	0,0000106	0,00000833	0,00000597	0,00000695	0,00000707	0,00000156	0,00000179	0,00000144	0,00000152	0,000001457	0,000002203	0,000001913	0,000001873
Procentuell differens AAS (%)	0,096%	0,138%	0,171%	0,132%	0,100%	0,111%	0,108%	0,025%	0,028%	0,020%	0,023%	0,022%	0,035%	0,027%	0,030%

Rödmarkerade värden bör tolkas med försiktighet då de innehar någon form av osäkerhet
Gulmarkerade värden erhöles från ICP-MS

Fall 4

Temperatur 175 °C

Tid 2 h

Datum 14/5

AAS koncentration löst järn (ppm)
Blank medel
0,329

700 ppm mdel
0,220

AAS skillnad i järn
Blank medel
0,050%

700 ppm medel
0,034%

Prov	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Koncentration PAA (ppm)	0	0	0	0	0	0	700	700	700	700	700	700	0	700	700
PAA lösning 700 ppm (ml)	0	0	0	0	0	0	10	10	10	10	10	10	0	10	10
MAVA utan extra hydrazin (ml)	10	10	10	10	10	10	0	0	0	0	0	0	10	0	0
Totalvolym lösning (ml)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Vikt Slam (g)	0,0101	0,0103	0,0101	0,0111	0,0094	0,0096	0,0095	0,0096	0,0099	0,0099	0,01	0,0104	-	-	-
Vikt Magnett (g)	0,00909	0,00927	0,00909	0,00999	0,00846	0,00864	0,00855	0,00864	0,009	0,00891	0,009	0,00936	-	-	-
Vikt Järn (g)	0,006575888	0,006706103	0,006575888	0,007226966	0,006120133	0,006250349	0,006185241	0,006250349	0,00651078	0,006465672	0,00651078	0,006771211	-	-	-
Koncentration järn enligt AAS (ppb)	214	328	671	324	127	311	207	244	192	198	221	260	-	-	-
Spädningsfaktor vid AAS	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	-	-	-
Sann koncentration järn enligt AAS (ppb)	214	328	671	324	127	311	207	244	192	198	221	260	-	-	-
Massa löst järn (g)	0,00000214	0,00000328	0,00000671	0,00000324	0,00000127	0,00000311	0,00000207	0,00000244	0,00000192	0,00000198	0,00000221	0,0000026	-	-	-
Procentuell differens AAS (%)	0,033%	0,049%	0,102%	0,045%	0,021%	0,050%	0,033%	0,039%	0,029%	0,031%	0,034%	0,038%	-	-	-

Rödmarkerade värden bör tolkas med försiktighet då de innehar någon form av osäkerhet
Gulmarkerade värden erhålls från ICP-MS