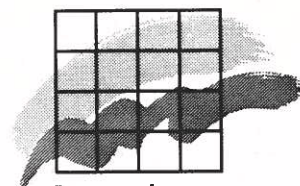


Miljøministeriet



Danmarks  
Miljøundersøgelser

Læsø-projektet

# Nedbrydnings- studier af ilanddrevet olie

Kemiske analyser

Faglig rapport fra DMU, nr. 13  
Eva Storr-Hansen  
Per Wrang  
Afdeling for Miljøkemi

DANMARKS  
MILJØUNDERSØGELSER  
BIBLIOTEKET  
Vejsøvej 25, Postboks 314  
8600 Silkeborg

Miljøministeriet  
Danmarks Miljøundersøgelser  
November 1990

- TITEL:** Læsø-Projektet  
Nedbrydningsstudier af ilanddrevet olie.  
Kemiske analyser.
- SERIETITEL, NR:** Faglig rapport fra DMU, nr. 13.
- FORFATTER:** Eva Storr-Hansen  
Per Wrang
- BEDES CITERET:** Storr-Hansen, Eva, Per, Wrang: Læsø-Projektet Nedbrydningsstudier af ilanddrevet olie. Kemiske analyser. Danmarks Miljøundersøgelser, 1990.
- TEKSTBEHANDLING:** Majbritt Pedersen-Ulrich
- LABORATORIEMÅLINGER:** Pernille Nielsen, Lars Korsbjerg Nielsen
- UDGIVELSESRÅR OG OPLAG:** December 1990, 30 eks.
- PAGINERING:** 29 s.
- ISEN:** 87-7772-012-1
- ISSN:** 0905-815X
- EMNEORD:** Kemisk analyse, olie, biologisk nedbrydning.
- COPYRIGHT:** Miljøministeriet  
Danmarks Miljøundersøgelser  
Gengivelse kun tilladt med tydelig kildeangivelse.
- KØBES HOS:** Danmarks Miljøundersøgelser, Afd. for Miljøkemi,  
Mørkhøj Bygade 26, Bygn. H, 2860 Søborg.  
Tlf. 31 69 70 88.
- PRIS:** Kr. 160,-

<u>Indholdsfortegnelse:</u>	<u>Side:</u>
1. Resume .....	5
2. Indledning .....	6
3. Forsøgsområdet .....	7
4. Behandling af parcellerne .....	9
5. Prøveudtagning .....	10
6. Prøveforberedelse .....	12
7. Olieanalyse ved gaschromatografi .....	12
8. Resultater og diskussion .....	14
8.0 Generelt om vejerresultater og gaschromatogrammer .....	14
8.1 Generelt om evaluering af resultaterne .....	19
8.2 Olien fra Jan af Bremen. ....	20
8.3 Parcel 1 .....	20
8.4 Parcel 2 .....	21
8.5 Parcel 3 .....	21
8.6 Parcel 4 .....	21
8.7 Parcel 5 .....	22
8.8 Parcel 6 .....	22
8.9 Parcel 7 .....	23
8.10 Parcel 8 .....	23
8.11 Parcel 9 .....	24
8.12 Parcel 10 .....	24
8.13 Parcel 11 .....	25
8.14 Parcel 12 .....	25
8.15 Parcel 13 .....	25
8.16 Parcel 14 .....	25
8.17 Sammenfattende konklusion .....	26

## BILAG

1. Prøvetagningsinstruks .....	1
2. Prøver fra Låsø, 1986 .....	3
3. Prøveforberedelse .....	4
4. Gaschromatografi - parametre .....	7
5. Vejerresultater .....	8
6. Chromatogrammer af alifatfraktioner .....	11



## 1. Resume

I forbindelse med en olieforureningsepisode på Læsø i efteråret 1985, oprettede Miljøstyrelsen et forsøgsområde på Læsø's forurenede strandeng hvor den mikrobielle nedbrydning af olien skulle studeres. Forsøgsområdet blev inddelt i en række parceller, der blev behandlet med gødning, fræsning etc. for at undersøge om den mikrobielle nedbrydning kunne fremmes. På parcellerne blev der i 1986 udtaget prøver til mikrobiel og kemisk analyse, dels før behandlingen af parcellerne, dels i løbet af sommeren efter behandlingen.

Resultaterne af de mikrobielle undersøgelser er beskrevet i miljørapport nr. 15 (1987): "Læsø-projektet. Mikrobiel omsætning af ilanddrevet olie", Hans Jørgen Albrechtsen, Københavns Universitet.

Miljøstyrelsens Analytisk-Kemiske Laboratorium (nu: Danmarks Miljøundersøgelser, Afdeling for Miljøkemi) har analyseret 63 ud af ca. 100 prøver fra parcellerne på Læsø, dels ved vejning og fraktionering af det ekstraherbare organiske materiale i prøverne, dels ved gaschromatografi. De kemiske analyser bekræfter i resultaterne af de mikrobielle undersøgelser:

- Gødskning fremmer den mikrobielle nedbrydning mest.
- Sphagnum og fræsning, samt andre kombinationsbehandlinger med fræsning er vanskelige at vurdere på grund af usikkerheden på prøveudtagningen efter fræsningen.
- Det har ingen effekt at lægge sand på parcellerne.

Den naturlige forvitring af olien på den ubehandlede parcel D er gennemgået i detalje ved GC/MS analyse (ref. 2).

## 2. Indledning

Den 2. august 1985 grundstødte olietankeren "Jan af Bremen" ved Hals Barre, med et udslip af 10% af sin last - ca. 300 tons svær fyringsolie - til følge. 80 tons blev opsamlet af Miljøstyrelsens skibe mens resten i løbet af få dage drev til Læsø, hvor et stort strandengsareal blev stærkt forurenet.

Området blev rensset mekanisk ved at der blev "skrællet" et lag olie + græs + tørv af. Dette oprydningssarbejde resulterede dels i ca. 900 m<sup>3</sup> affald med et olieindhold større end 5%, som sendtes til Kommunekemi. Dels i ca. 900 m<sup>3</sup> affald med et olieindhold på mindre end 5%, som blev deponeret på Læsø. Inden den mekaniske oprydning blev påbegyndt, reserverede Miljøstyrelsen et mindre område som forsøgsområde. En del af forsøgsområdet blev rensset mekanisk. På forsøgsområdet skulle der undersøges hvorvidt hastigheden af den mikrobielle nedbrydning af olien kunne øges. Der blev nedsat en arbejdsgruppe med botanikere, mikrobiologer og kemikere, og forsøgsområdet blev inddelt i et antal parceller hver på mindst 17 x 17 m<sup>2</sup>.

På parcellerne skulle følgende undersøges:

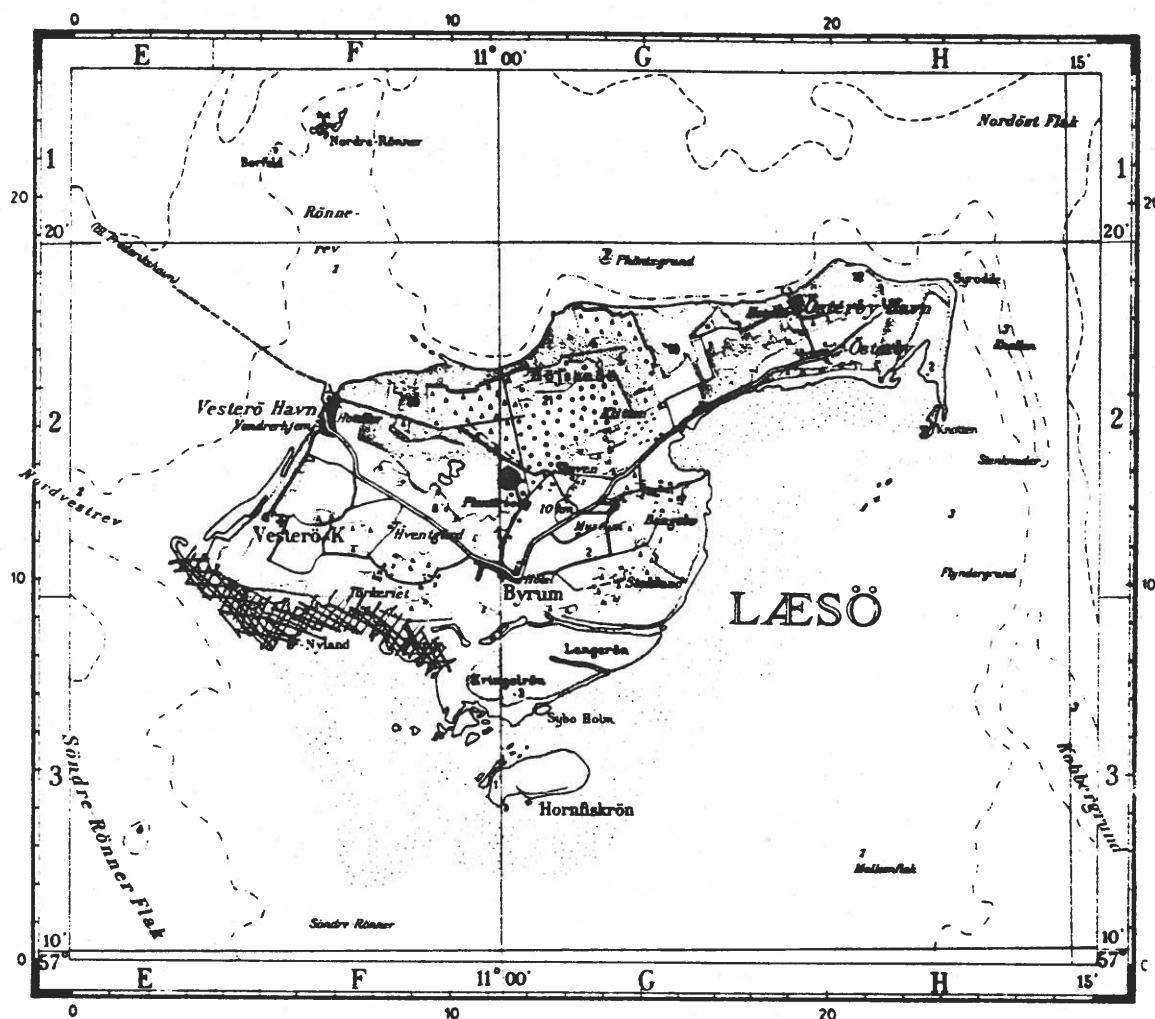
- 1) Strandengs floraens gendannelse efter den mekaniske rensning.
- 2) Oliens påvirkning af strandengens økosystem.
- 3) Mikrobiel aktivitet i forurenet og ikke-forurenet jord.
- 4) Eksperimenter med at stimulere den mikrobielle nedbrydning via forskellige behandlinger af parcellerne (gødskning, fræsning etc).
- 5) Undersøgelse af hvilke dele af olien, der nedbrydes mikrobielt.
- 6) Undersøgelse af hvor hurtigt nedbrydningen af forskellige typer kemiske stoffer i olien sker.
- 7) Studier af, hvor lange biomarkører i olien "overlever" den mikrobielle nedbrydning.

Nærværende rapport omhandler primært punkt 5.

### 3. Forsøgsområder

Det forurenede område på Læsø er vist i figur 1.

Figur 1: Kort over Læsø. Olieforurenings omfang vist med skravering.

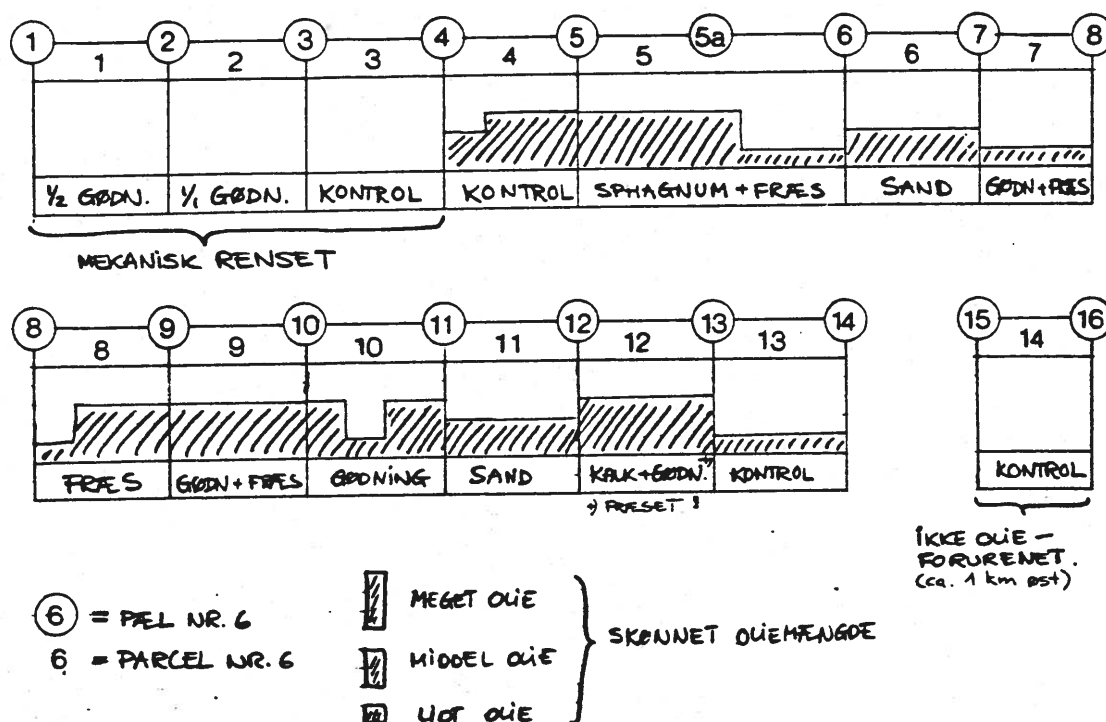


Forsøgsområdet, der måler 230 x 17 meter, blev inddelt i 13 parceller. Derudover blev en uforurenede referenceparcel markeret ca. 1 km øst for feltet, således at der ialt var 14 parceller.

På nogle af parceller var olieforureningen meget varierende, og de blev under opdelt i delparceller: "meget olie" og "lidt olie", hvilket bringer antallet af parceller og delparceller op på 17. Baggrunden for at inddele i delparceller er, at der kan forventes meget forskellige nedbrydningsforhold alt efter om parcellen er mere eller mindre forurenede, og disse forskelle ønskes undersøgt ved de forskellige behandlinger af parcellerne.

I figur 2 er et skematisk kort over parcellerne.

Figur 2: Oversigt over forsøgsområdet på Læsø, med inddeling i parceller, behandling etc.



Parcellerne er afmærket med nummererede pæle, og er nummeret fra 1 - 16. På figuren er endvidere vist en skønnet angivelse af olieforureningens omfang. Nederst er parcellens behandling angivet. Denne er nærmere beskrevet i næste afsnit.



#### 4. Behandling af parcellerne

For at fremme den mikrobielle nedbrydning af olien, blev de enkelte parceller behandlet med gødning, sphagnum, fræsning, sand, kalk eller kombinationer heraf. Ved gødskningen anvendtes NPK-gødning, og der tilførtes 300 kg N, 39 kg P og 91 kg K pr. hektar. Sphagnum blev lagt ud i et 5 cm tykt lag, og den benyttede sphagnum havde en pH-værdi på 3,5 - 5,0. Ved fræsning blev overfloden fræsset til en dybde på 10 - 15 cm. Behandling med sand bestod i at lægge et lag på ca. 5 cm sand over hele parcellen. Ved kalk-tilførsel blev der givet 1200 kg CaCO<sub>3</sub> pr hektar.

En oversigt over parceller og behandlingsmetoder ses i tabel 1.

Tabel 1: Behandling af parceller på Læsø <sup>\*)</sup>.

Parcel nr.	Behandling	Oliemængde	Bemærkninger
1 <sup>x)</sup>	Gødning, halv mængde	-	Mekanisk Rensede Parceller
2 <sup>x)</sup>	Gødskning	-	
3	Ingen	-	
4	Ingen	Meget	
5	Sphagnum + fræs	Meget/lidt +)	
6 <sup>x)</sup>	Sand	Lidt	
7 <sup>x)</sup>	Gødning + fræs	Lidt	
8	Fræsning	Meget/lidt +)	
9	Gødskning + fræs	Meget	
10	Gødskning	Meget/lidt +)	
11	Sand	Middel	
12	Gødskning + fræs + kalk	Meget	
13 <sup>x)</sup>	Ingen	Lidt	
14	Ingen	-	

\*) Foretaget sommer 1986.

+) Opdeling i delparceller.

x) Ikke foretaget mikrobiologiske undersøgelser (ref. 1).

De tre første - mekanisk rensede - parceller refererer spørgsmål i undersøgelsen, nemlig strandengsfloraens gendannelse og oliens påvirkning af økosystemet. Prøverne fra disse parceller kan i kemisk sammenhæng sig primært benyttes som en kontrol på den mekaniske rensnings effektivitet.

Parcel 4 og 13 fungerer som forurenede referenceparceller, til at vurdere effekten af behandlingerne af de øvrige parceller.

Parcel nr. 14 er beliggende udenfor det forurenede område, og tjener til en kontrol af baggrunds niveauet af olieforurening.

Yderligere oplysninger om behandlinger af parcellerne findes i ref. 1.

#### 5. Prøveudtagning

Der blev udtaget prøver af olien på Jan af Bremen kort efter lækagen, samt prøver af den ilanddrevne olie på parcellerne på Læsø. På parcellerne blev der udtaget prøver flere gange i løbet af sommeren 1986, før behandling af parcellerne, og efter behandling ca. 1 gang pr. måned. Oversigt over prøveudtagninger i tabel 2.

Tabel 2: Prøveudtagninger på Læsø (1986).

Dato	Bemærkninger
4. april	Før behandling af parcellerne
18. juni	Efter behandling af parcellerne
5. august	Efter behandling af parcellerne
24. september	Efter behandling af parcellerne

Olien var langt fra ensartet fordelt på parcellerne, og det var derfor vanskeligt at udtage repræsentative prøver. Så prøverne blev forsøgt udtaget som "pooled" prøver, på samme steder som der blev udtaget prøver til mikrobiologisk analyse. Der blev udtaget flere prøver til kemisk analyse end til biologisk, alt ialt blev der udtaget ca. 100 prøver på Læsø i løbet af sommeren 1986.

På parceller med meget olie blev der udtaget en prøve af olien, og en af jorden under oliepletten. På parceller med lidt olie blev der udtaget en prøve i randen af en olieplet prøven indeholder både jord (sand) og olie, og en prøve i et område uden oliepletter. Baggrunden for at tage prøver ud på denne måde er, at nedbrydningsforholdene kan forventes at være meget forskellige ved de to forureningsgrader. Ved kraftig olieforurening (tykt lag) vil der stort set ikke udvaskes olie, og nedbrydningen vil gå langsomt (oxidation og fordampning). Ved svagere olieforurening vil den største nedbrydning ske i oliepletternes randområder, ved udvaskning af komponenter til jorden og dermed følgende biologiske nedbrydning.

Prøverne blev udtaget i Duranflasker. Prøveudtagningen udførtes efter 4/4-86 af Teknisk forvaltning på Læsø. Prøveudtagningsinstruks ses i bilag 1. Prøverne blev sendt til AKL, og blev her nedfrosset indtil prøveforberedelsen kunne påbegyndes. Oversigt over de udtagne prøver ses i bilag 2.

Det skal nævnes, at der er nogle "indbyggede" problemer i at studere biologisk nedbrydning på strandengen, da strandengen til tider oversvømmes. Dette kan "fordele" behandlingerne over parceller og udvaske f.eks. gødning. Muldlaget i strandengen er tyndt eller fraværende, hvorfor mere hydrofile komponenter i olien yderst hurtigt vaskes ud af sandet til grundvandet. Ved parceller der fræses, kan det desuden være vanskeligt at lokalisere olien efter behandlingen.

## 6. Prøveforberedelse

35 g prøve soxhletekstraheres med dichlormethan, ekstraktet inddampes, tørres og inddampningsresten vejes til konstant vægt. Dette massetal kaldes SOM (soluble organic matter). Der afvejes 50 mg af den ekstraherede olie, og dette fraktioneres på aktiveret kieselgel i tre fraktioner ved successiv eluering med

- 1) 25 ml n-hexan - "alifat"-fraktion.
- 2) 35 ml chlormethan - "aromat"-fraktion.
- 3) 25 ml methanol - "hetero"-fraktion.

Solventerne fordampes, og fraktionerne vejes til konstant vægt. Disse massetal kaldes Ali., Aro. og Het.

Fraktionerne genopløses i 200  $\mu$ l  $\text{CCl}_4$  og er klar til gaschromatografisk analyse. En detaljeret beskrivelse af prøveforberedelsen findes i bilag 3.

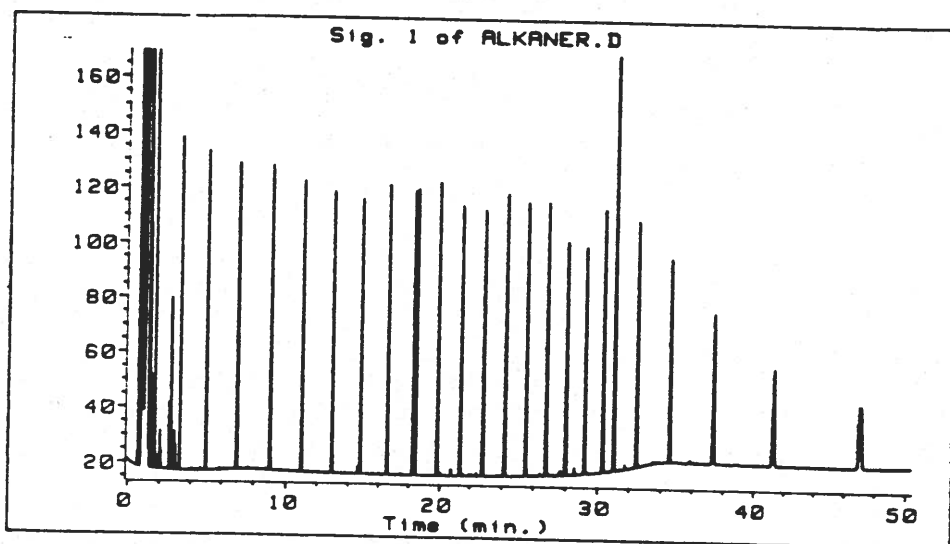
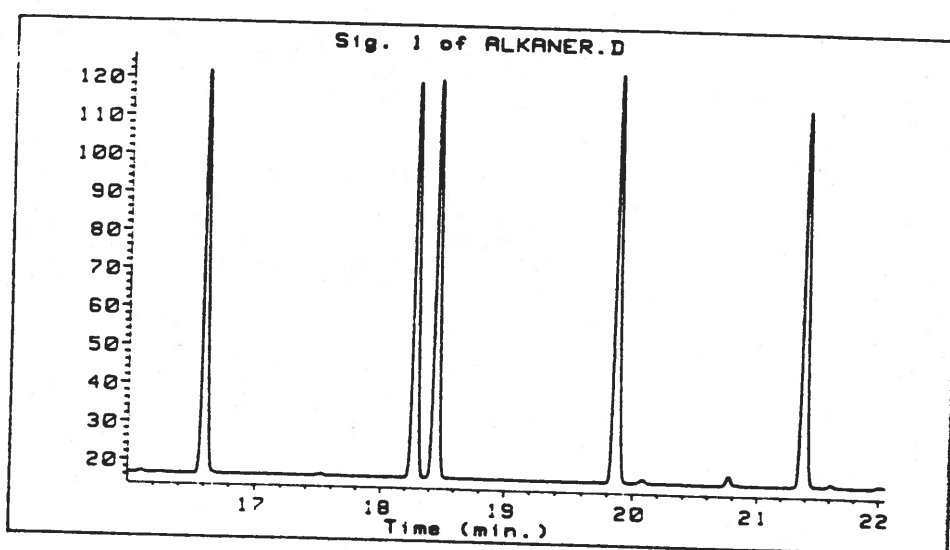
Der udføres blindprøve med mellemrum.

## 7. Olieanalyse ved gaschromatografi

Prøveekstrakterne (fraktion 1 og 2) analyseres ved temperaturprogrammeret gaschromatografi med upolær kapillarkolonne og flammeionisationsdetektor. Analyseparametrene ses i bilag 4.

Kombinationen af en upolær kapillarkolonne og temperaturprogrammering fører til at n-alkanerne ses i chromatogrammet som ækvidistante toppe. Systemets chromatografiske opløsningsevne kontrolleres jævnligt ved indsprøjtning af en standardopløsning. Denne indeholder n-alkaner fra nonan til hexatriacontan ( $n\text{-C}_9$  til  $n\text{C}_{36}$ ), samt to forgrenede alkaner pristan og squalan. Pristan ses i chromatogrammet kort efter  $n\text{-C}_{17}$ , og det chromatografiske system skal mindst kunne adskille disse to toppe ved basislinien. Endvidere må der ikke være tailing. Et chromatogram af standardblandingen ses i figur 3.

Figur 3: Chromatogram af alkan-standard.

Figur 3: Del af chromatogram med n-C<sub>17</sub> og pristan ved 18 minutter.

## 8. Resultater og diskussion

### 8.0 Generelt om vejeresultater og gaschromatogrammer.

Fra prøveforberedelsen fås vægten af det ekstraherbare organiske materiale (SOM), samt vægten af de tre fraktioner (Ali., Aro. og Het.).

Udfra disse tal beregnes:

- "SOM": Mængden af ekstraherbart organisk stof i forhold til prøvens vægt. Indikerer mængden af olie i prøven, men andre organiske stoffer ekstraheres også med methylenchlorid.
- Remanensen "R": Mængden af stof på søjlen, som ikke elueres ved fraktioneringen.
- "Fraktions %": Fraktionernes vægt i % af SOM.
- "Fordelings %": Fordeling af kulbrinter mellem de tre kategorier Ali., Aro., og Het.
- "Pristan/n-<sub>17</sub>": Tophøjdeforhold fra gaschromatogrammet.
- "Pristan/phytan": Tophøjdeforhold fra gaschromatogrammet.

Blandt biomarkerne i olie er pristan (C<sub>19</sub> H<sub>40</sub>) og phytan (C<sub>20</sub> H<sub>42</sub>) væsentlige ved GC/FID-analyse.

Pristan/phytan-forholdet er en såkaldt environmental indicator for olie. Ved et meget reduktivt miljø vil pristan/phytan-forholdet typisk være mindre end 1, hvilket f.eks. ses for olier fra den Arabiske halvø. I et mere iltrigt miljø, vil pristan/phytan-forholdet normalt være større end 1. Denne type miljø ses ved f.eks. Nigerianske olier. Pristan/phytan-forholdet er afhængigt af en eventuel fordampning fra olien, idet phytan har højere kogepunkt end pristan. Kogepunkts forskellen svarer til forskellen på n-C<sub>17</sub> og n-C<sub>18</sub>.

Pristan/n-C<sub>17</sub>-forholdet afhænger ligeledes af oliens modenhed, men kan påvirkes af biodegradering der først angriber n-alkanerne. Pristan/n-C<sub>17</sub>-forholdet afhænger derimod ikke af fordampning, da de to stoffer har næsten identiske kogepunkter.

Rå- og beregnede data udføres i et skema (fig. 4). Resultater for de 14 parceller ses i bilag 5.

Figur 4: Skema til vejeresultater og tophøjdeforhold.

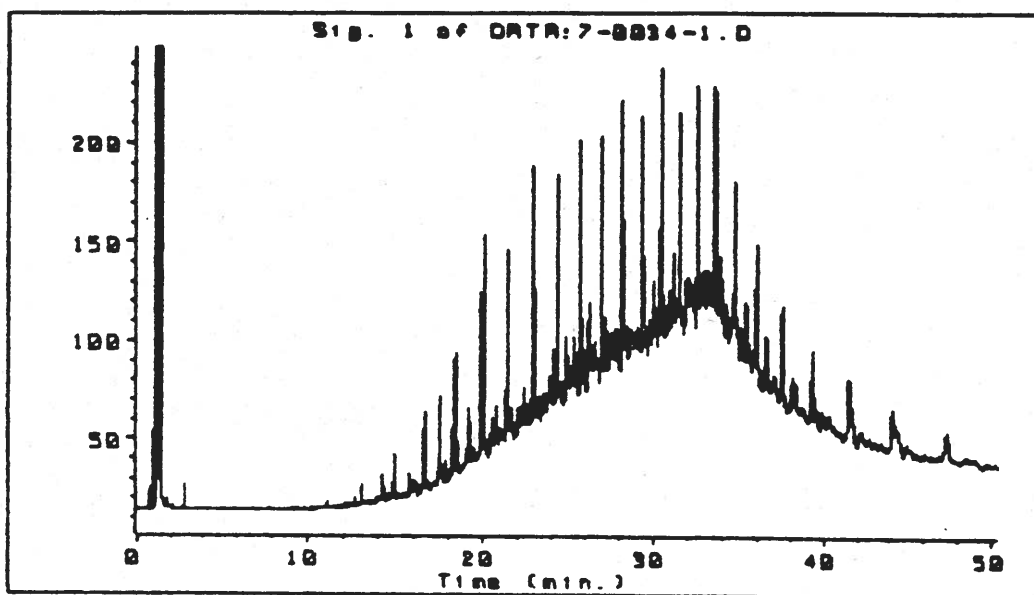
AKL- nr.	Prøvemgt (gr)	SOM (gr)	Fraktionsmgt (mg)				SOM (%)	Fraktionsmgt (%)				Fordelings-%			Pristan n-C <sub>17</sub>	Pristan Phytan	
			Alk	Aro	Het	R		Alk	Aro	Het	R	Alk	Aro	Het			

Chromatogrammer af fraktion 1, 2 og 3 af olien fra parcel 4 ses i figur 5. Ved sammenligning med chromatogrammet i figur 3, ses der at være tale om meget komplekse chromatogrammer, med en pukke af chromatografisk uopløste komponent er.

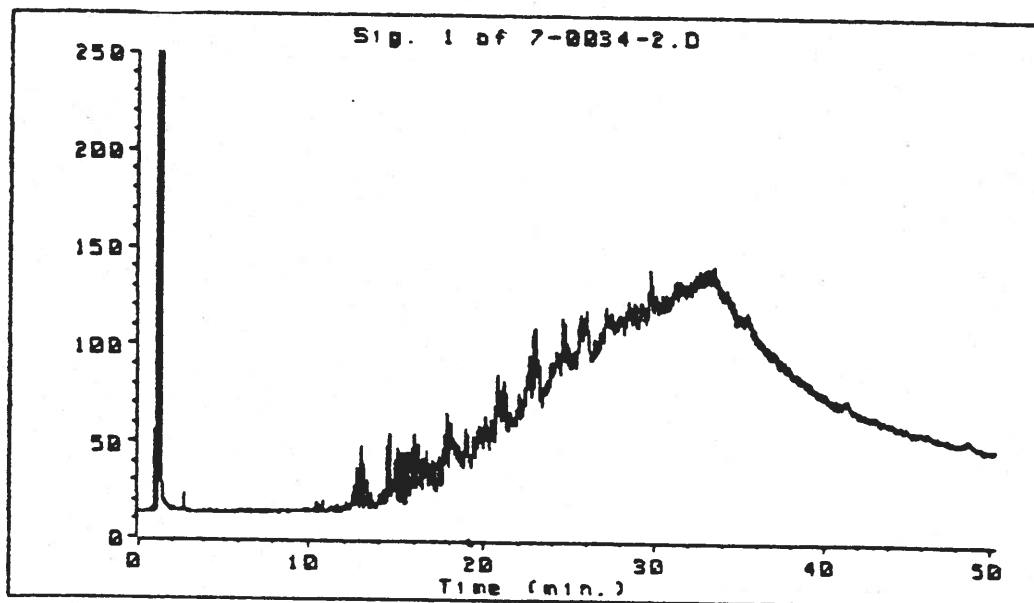
Biomarkerne pristan og phytan ses i fraktion 1 (Ali.), i figur 6 er et udsnit af dette chromatogram vist.

Figur 5: Chromatogrammer af olie fra olien på parcel 4.  
Fraktion 1 og 2 (Ali., Aro.).

Fraktion 1 "Ali".



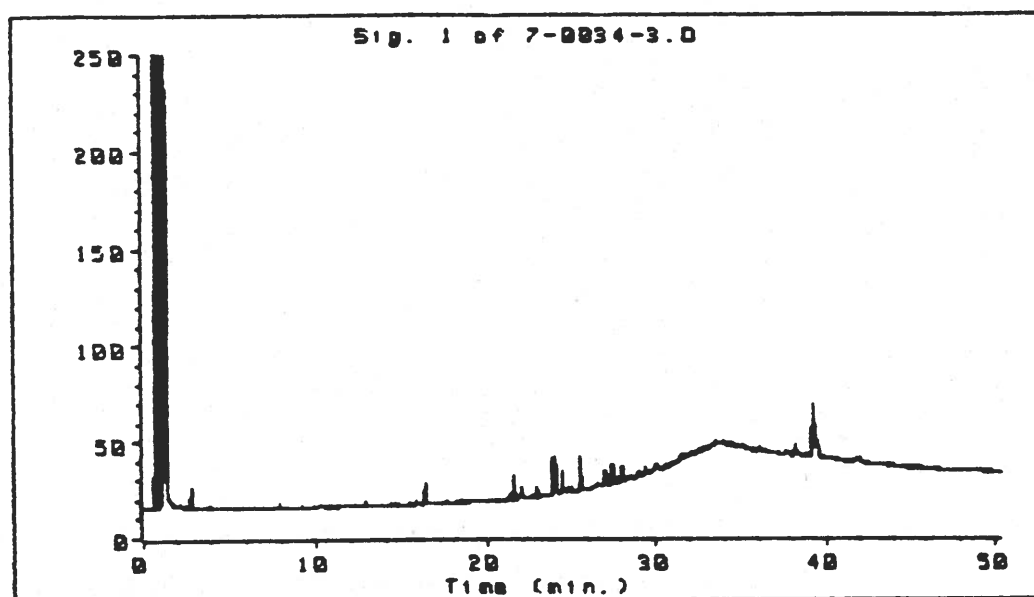
Fraktion 2 "Aro".



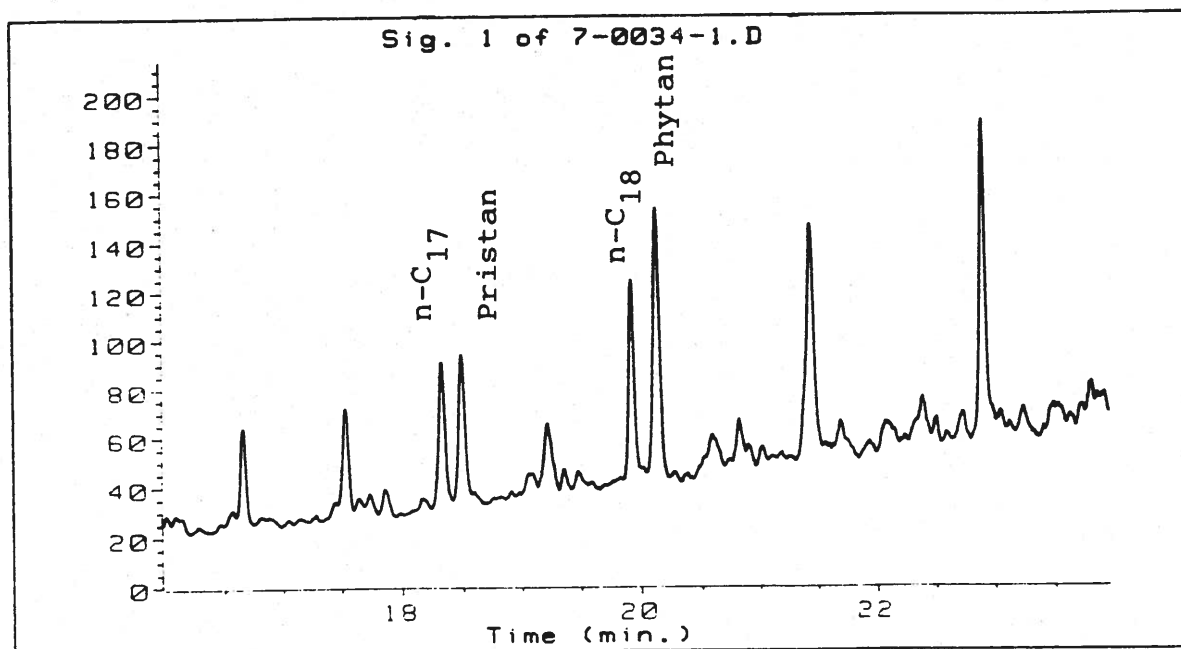


Figur 5: Chromatogrammer af olie fra olien på parcel 4, fortsat. Fraktion 3 (Het.).

Fraktion 3 "Het".



Figur 6: Udsnit af chromatogram af fraktion 1 fra figur 5. Pristan og phytan er markeret.



Der er mange andre biomarkører i olie, men disse forekommer i langt mindre mængde end pristan/phytan, og kan derfor kun analyseres ved GC/MS.

Chromatogrammer af alifat fraktioner fra de analyserede prøver ses i bilag 6.

### 8.1 Generelt om evaluering af resultaterne.

I det "ideelle" tilfælde af mikrobiologisk nedbrydning af en olie vil det forventes at se følgende som funktion af tiden efter forureningsperioden:

- En aftagende SOM-%, altså generelt mindre ekstraherbart materiale.
- At fordelingen mellem de tre fraktioner af SOM (Ali., Aro. og Het.) ændres; mindre alifat fraktion.
- At pristan/phytan-forholdet er konstant, eller svagt aftagende på grund af fordampning (pristan har lavere kogepunkt end phytan), indtil alle n-alkaner er væk.

Den oprindelige olie har været udsat for weathering (fordampning, udvaskning, fotoxidation) dels på havet, dels på Læsø's strandeng inden første prøveudtagning. Derfor vil vi forvente, at pristan/phytan-forholdet i prøverne fra Læsø er lavere end i den oprindelige olie.

Prøverne til mikrobiel undersøgelse blev udtaget på parceller med meget olie.

Prøverne fra parceller med lidt olie er vanskelige at evaluere. SOM-% skal helst være  $>0,2$ , svarende til at der skal bruges 50 mg ekstrakt til søjlechromatografisk separation i Ali.-, Aro- og Het.fraktioner. Meget små mængder giver erfaringsmæssigt svagere GC-signaler og dermed mere unøjagtige analyseresultater.

Præcis afvejning af fraktionerne er et yderst kompliceret arbejde, hvor et enkelt fingeraftryk kan ødelægge flere dages arbejde.

En kontrol på veje-resultaternes pålidelighed er udført ved dobbelt afvejning og fraktionering af et ekstrakt (6-0943). Sammen med selve prøven er der altså tale om tre bestemmelser af samme parametre. Resultaterne af dette er vist i tabel 3.

Tabel 3: Tre bestemmelser af vejetal for 6-0943.

Bestemmelse	Fraktions-%				Fordeling-%		
	Ali%	Aro%	Het%	R%	Ali%	Aro%	Het%
6-0943	28	33	16	23	36	43	21
"1"	24	34	19	23	31	45	24
"2"	24	33	19	27	33	45	22
X ± S (RSD %)	25 ± 2 (9%)	33,3 ± 0,6 (2%)	18 ± 2 (10%)	24 ± 2 (10%)	34 ± 3	48 ± 6	18 ± 8

X = middelværdi, S = standardafvigelse, RSD = relativ standardafvigelse

Tabellen viser, at vejetalene for de tre fraktioner er rimeligt pålidelige (ca. 10% variation).

### 8.2 Olien fra Jan af Bremen.

Chromatogrammet af den oprindelige olie ses i bilag 6.1. Der ses at være tale om en svær fyringsolie, hvor komponenterne væsentligst ligger mellem  $n-C_{14}$  og  $n-C_{32}$ . Et udsnit af chromatogrammet mellem  $n-C_{16}$  og  $n-C_{19}$  viser biomarkerne pristan og phytan. Fraktioneringen af olien viser fordelingsprocenter Ali.: Aro.: Het på 46: 47: 7%. Tophøjdeforholdene pristan/ $n-C_{17}$  og pristan/phytan er henholdsvis 0,51 og 0,67.

### 8.3 Parcel 1: Mekanisk rensset, 1/2 gødskning.

Prøven udtaget 4/4-86 har et indhold af ekstraherbart organisk materiale ("SOM-%") på kun 0,009%, det vil sige kun 90 ppm. I chromatogrammet ses yderst svage spor af  $n-C_{17}$ /pristan og  $n-C_{18}$ /phytan. I prøven udtaget 24/9-86 er SOM% 470 ppm, og også her ses kun svage pristan/phytan spor. Resultaterne indikerer mindre olierester i prøven fra parcellen, dog kan de beregnede tophøjdeforhold ikke anvendes, da der tydeligvis er interferenser.

#### 8.4 Parcel 2: Mekanisk rensset, 1/1 gødskning.

Her er SOM-indhold på 80 ppm (4/4-86) og 430 ppm (24/9-86). Der er ingen indikationer på biomarkører i chromatogrammerne.

#### 8.5 Parcel 3: Mekanisk rensset, kontrol.

SOM-indholdet er på 90 ppm (4/4-86) og 370 ppm (24/9-86). I chromatogrammet fra 4/4-86 ses svage spor af pristan og phytan. Pristan/n-<sub>17</sub> og pristan/phytan-forholdene er henholdsvis 0,81 og 0,77, men disse er igen vanskelige at vurdere på grund af interferenser.

#### 8.6 Parcel 4: Meget olie, kontrol.

I alle fem prøver fra parcellen viser chromatogrammet tydeligvis tilstedeværelsen af olie. For "olie"-prøverne varierer SOM-% mellem 17 og 58%, mens prøverne af jorden under oliepletten har SOM-% på ca. 0,20%. Pristan/n-C<sub>17</sub>-forholdet vokser med tiden fra første til sidste prøvetagning, mens pristan/phytan-forholdet er nogenlunde konstant. Pristan/phytan forholdene er alle mindre end for den originale olie, mens pristan/n-C<sub>17</sub> forholdene alle er større. Dette gælder både for prøverne af oliepletten og for prøverne af jorden under pletten. Fraktionsmængde og fordelingsprocent er vanskeligt at fortolke, mens heterofraktionens procentandel ser ud til at vokse med tiden, mens alifat- og aromatfraktions % ser ud til at aftage.

### 8.7 Parcel 5: Meget olie, sphagnum og fræsning.

I alle fem prøver viser chromatogramerne olie. Før behandling af parcellen er SOM-% af olien 16% og af jorden under olien 1%. Efter fræsningen er SOM-% for olie + jord 4-7%.

Pristan/n-C<sub>17</sub>-forholdet er større i jorden under olien end i olien, mens pristan/phytan-forholdet er nogenlunde konstant.

### 8.7 Parcel 5: Lidt olie, sphagnum og fræsning.

Chromatogrammerne af olie + jord, første og sidste prøveudtagning viser olie. SOM-% er 13 (4/4-86) og 18 (24/9-86) pristan/n-C<sub>17</sub>-forholdet er begge gange ca. 2,30 (oprindelig olie 0,51), og pristan/phytan-forholdet lidt lavere end den oprindelige olies. Alifat fraktionen aftager, mens aromat- og hetero fraktioner vokser. I prøverne af jorden er SOM-%en meget lav, henholdsvis 0,033 og 0,380%. Remanenserne er store. Chromatogrammerne viser tydelig dominans af de ulige n-alkaner. Dette er karakteristisk for plante-voks, ikke for olie der er modnet.

### 8.8 Parcel 6: Middel olie, sand.

SOM-% af første prøve er 19%, mens anden prøve kun er 0,05%. Chromatogrammet af første prøve viser tydeligt olie, mens disse biomarkører er fraværende i anden prøve. Anden prøve er - med den usikkerhed der er på prøveudtagningen - formodentlig udtaget et sted på parcellen uden olie. Se også 7.13.

### 8.9 Parcel 7: Lidt olie, gødning og fræs.

I chromatogrammerne af olie + jord ses olie, og biomarkørerne pristan/phytan. Den første prøve har en ret lav SOM-%, mens den anden har 19% SOM. Det er vanskeligt at sammenligne udviklingen mellem de to prøver på grund af forskellen i SOM-værdi. I jordprøverne er SOM-%en meget lav, og ingen af biomarkørerne er til stede i chromatogrammet, hvilket indikerer fravær af olie i disse prøver.

### 8.10 Parcel 8: Meget olie, fræsning.

SOM-%en er 71 i olieprøven og 0,5 i prøven af jorden under olien. Efter fræsning ligger SOM-% mellem 5,0 og 7,2%. Alle chromatogrammer viser tilstedeværelsen af olie, inkluderende biomarkører. Fraktions-vejetal og fordelingsprocenter er vanskelige at fortolke. Pristan/n-C<sub>17</sub> - tophøjdeforholdet vokser jævnt fra 0,56 til 2,30, mens pristan/phytan-forholdet er stort set konstant i tiden fra første til sidste prøveudtagning.

### 8.10 Parcel 8: Lidt olie, fræsning.

Resultaterne af denne delparcel er vanskeligt fortolkelige. SOM-% stiger kraftigt fra første til sidste prøveudtagning både i oliepletens rand (olie + jord) og i jorden.

Der er dog ingen spor af biomarkører i oliepletten d. 24/9-86. Det er derimod i jorden. Dette må være en effekt af fræsningen. Pristan/phytan-forholdet er højere i 6-0941 (4/4-86) end i den oprindelige olie, hvilket må skyldes interfererende stoffer.

### 8.11 Parcel 9: Meget olie, gødning + fræsning.

SOM-% af olien er 84 og for jorden under olien 0,3%. Efter fræsning er SOM-indholdet 7-8%, undtagen ved sidste prøveudtagning hvor den kun er 0,03%. Desuden ses der interferens ved pristan-toppen. Denne sidste prøve er derfor vanske nogenlunde konstant - lidt lavere end den originale olie - medens pristan/n-C<sub>17</sub>-forholdet stiger langsomt med tiden.

### 8.12 Parcel 10: Meget olie, gødning.

Chromatogrammerne viser tydeligt olieindhold, undtagen 7-0047. SOM-%erne for olien falder jævnt med tiden, fra 76% (4/4-86) til 23% (24/9-86). Pristan/n-C<sub>17</sub>-forholdet varierer mellem 0,60 og 0,51, mens pristan/phytan-forholdet er nogenlunde konstant.

I jorden under olien stiger pristan/n-C<sub>17</sub>-forholdet mens pristan/phytan-forholdet falder. SOM-%erne er som forventeligt lavere end i olien 0,2-2%.

Forholdet mellem de tre fraktioner (fordelings %-en) er forholdsvis ens for de forskellige prøver - der er ingen klar tendens.

### 8.12 Parcel 10: Lidt olie, gødning.

På grund af vanskelighed med prøveudtagningen er resultaterne for denne parcel vanskeligt tolkbare (meget lave SOM-%er). Prøven der er udtaget 24/9-86 (SOM-%=16) har pristan/n-C<sub>17</sub> på 2,23 og pristan/phytan-forhold på 0,49.



#### 8.13 Parcel 11: Middel olie, sand.

Mængden af ekstraherbart organisk materiale er lav i (5,98) og pristan/phytan-forholdet lavt. Chromatogrammet indikerer en kraftigt nedbrudt olie. Den sidste udtagne prøve har 28% SOM, pristan/n-C<sub>17</sub> - og pristan/phytan-forholdene er mere "normale" for en begyndende biologisk nedbrydning.

#### 8.14 Parcel 12: Meget olie, kalk og gødning.

I prøverne udtaget 4/4-86 ses oliens biomarkører pristan og phytan tydeligt i både olien og jorden under olien. Pristan/n-C<sub>17</sub>-forholdet er højere end i den oprindelige olie, medens pristan/n-C<sub>17</sub>-forholdet er lavere. Dette indikerer en biologisk nedbrydnings proces er i gang. De to prøver udtaget d. 24/9-86 ses ingen af disse, og SOM-ferne er lave. Parcellen er fræset ved en fejl, og fræsningen medfører en stor usikkerhed på prøveudtagningen.

#### 8.15 Parcel 13: Lidt olie, kontrol.

Chromatogrammerne af olie + jord, første og sidste prøveudtagning viser biodegraderet olie tydeligt, og lave SOM-fer. Pristan/n-C<sub>17</sub>-forholdet vokser fra 2,36 til 5,47 hen over sommeren, mens pristan/phytan-forholdet er konstant, og lidt lavere end den oprindelige olies.

#### 8.16 Parcel 14: Ingen olie, uforurenede kontrolparcel.

De to prøver, der blev udtaget på den uforurenede kontrolparcel viser ingen spor af olie. SOM-ferne er lave (0,02-0,04).

### 8.17 Sammenfattende diskussion.

Analyseresultaterne for behandlede del-parceller med lille olieforurening bliver ikke diskuteret i denne sammenhæng, dels fordi der ikke er udtaget prøver til mikrobiel analyse på disse steder (det er der kun på steder med meget olie), dels fordi vejerresultaterne er vanskeligt fortolkelige når der ikke er så meget ekstraherbart organisk materiale at arbejde med.

Kontrolparcellerne 1-3, der alle var mekanisk rensede, udviste lave tal for ekstraherbart organisk materiale. Det ser således ud til at den mekaniske rensning af parcellerne er effektiv, vurderet udfra disse få resultater. Der sker en stigning på en faktor 10 i mængden af ekstraherbart organisk materiale på disse parceller i sommerens løb, dette må stamme fra vegetationen. Kun et enkelt sted ses svage spor af biomarkørerne pristan/phytan.

De olieforurenede, ikke mekanisk rensede parceller 4 og 13, med henholdsvis meget og lidt olie på, viser begge tydelige tegn på biologisk nedbrydning af olien, vurderet udfra biomarkørernes tophøjde-forhold. Disse opfører sig som forventet; pristan/n-C<sub>17</sub> vokser, og pristan/phytan forbliver stort set konstant, indtil alle n-alkaner er opbrugt. Mængden af ekstraherbart organisk materiale i olieprøverne svinger meget. I prøverne udtaget 4/4-86 og 24/9-86 med høj SOM-% skyldes den høje SOM-% primært remanensen R. Denne remanens stammer ikke fra olien, snarere fra vegetationen. I modsætning hertil afspejler olieprøven udtaget 8/5-86 en fordeling svarende til den oprindelige olie. I jorden under olien er der 100 gange mindre ekstraherbart materiale, og biomarkørernes tophøjde-forhold indikerer en yderligere fremskreden biologisk nedbrydning.

Den uforurenede kontrolparcel (14) ca. 1 km øst for forsøgsområdet udviser ingen tegn på olie i de to prøver der blev udtaget.

På parcellen der udelukkende blev fræset (8), viser mængden af ekstraherbart materiale efter fræsningen at holde sig temmelig konstant (ca. 6%). Til gengæld indikerer udviklingen i biomarkører at der sker en biologisk nedbrydning. Fordelingen mellem fraktioner i olien er stort set konstant hen over sommeren. Det er vanskeligt at sammenligne denne parcel med referenceparcellen (4), på grund af fræsningen, men de konstante SOM-tal indikerer en meget langsom biologisk nedbrydning.

Behandling med gødning (10) har tydeligvis en effekt på olienedbrydningen i forhold til referenceparcellen (4). På den gødede parcel falder mængden af ekstraherbart organisk materiale i olien støt henover sommeren fra 76% til 23%. Oliens biomarkører indikerer samme tendens.

Ved kombinationsbehandling med gødning og fræsning (9), ser det også ud til at den biologiske nedbrydning går bedre end på referenceparcellen (4). Mængden af ekstraherbart organisk materiale er nogenlunde konstant ved de to første prøveudtagninger efter fræsningen, men falder så til 1/100 ved sidste prøveudtagning. Om dette er udtryk for reel nedbrydning af olien, eller for at der ikke kom olie med i den sidste prøve er vanskeligt at udtale sig om. Biomarkører opfører sig som forventet ved biologisk nedbrydning. Iøvrigt er der samme problemer med sammenligning med referenceparcellen (4) som nævnt under parcel 8.

Ved kombinationsbehandling med sphagnum og fræsning (5) er mængden af ekstraherbart stof efter behandlingen nogenlunde konstant 4-6%, men det er vanskeligt at vurdere omfanget af nedbrydningen udfra disse tal, da parcellen er fræset. Biomarkører viser en begyndende biologisk

nedbrydning, og vurderet udfra størrelsen af pristan/n-C<sub>17</sub> tophøjde-forholdet er denne nedbrydning ikke nået længere end på den forurenede referenceparcel (4) ved sidste prøveudtagning.

Parcel 12, der oprindeligt skulle have været behandlet med kalk og gødning, er også blevet fræset. Ingen af de to prøver, der er udtaget efter behandlingen af parcellen viser tegn af pristan eller phytan, og der er et meget lavt indhold af ekstraherbart materiale. Da vores prøveudtagning var indrettet på en ikke fræset parcel, er resultaterne vanskelige at fortolke.

Resultaterne fra de parceller, der blev dækket med et 5 cm tykt lag sand (6 og 11), indikerer ikke en bedre nedbrydning af olien end på referenceparcellen.

De kemiske analyser af prøverne fra Læsø understøtter således resultaterne fra de mikrobiologiske undersøgelser, nemlig at gødskning er den væsentligste parameter til forøgelse af nedbrydningshastigheden, af specielt alifatfraktionen. Denne fraktion oftest den dominerende i olieprodukter.

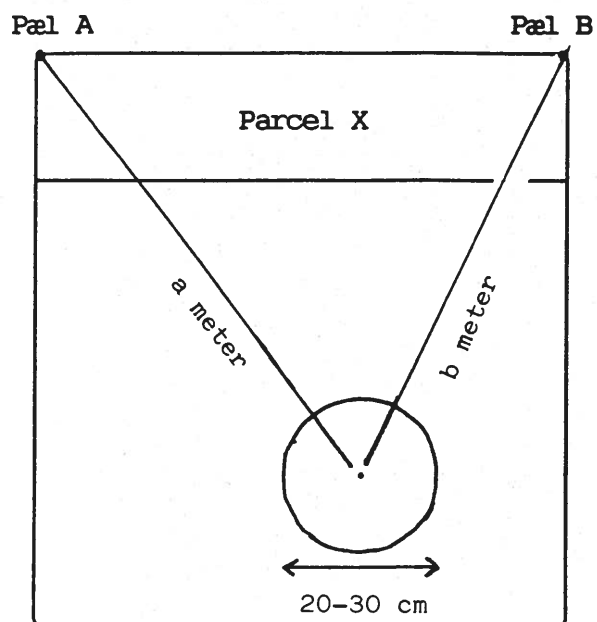
### Referenceliste

1. Arbejdsrapport fra Miljøstyrelsen nr. 15 (1987).  
  
"Læsøprojektet - mikrobiel omsætning af ilanddrevet olie".  
Hans-Jørgen Albrechtsen, Københavns Universitet.
  
2. Olieidentifikation ved GC/MS III. Forvitring.  
P. Wrang, T. Cederberg og E. Storr-Hansen. AKL rapport  
j.nr. 0-7001 (1990).

## Bilag 1: Prøveudtagningsinstruks.

Parcel	Oliemængde	Prøvetype	Antal prøver der udtages						
			1	2	3	4	5	6	7 <sup>+</sup> )
1	-	Jord	+	+	+	+	+	+	+
2	-	Jord	+	+	+	+	+	+	+
3	-	Jord	+	-	+	+	+	+	+
4	Meget	Olie	+	-	+	+	+	+	+
		Jord under olie	+	-	+	+	+	+	+
5	Meget Lidt	Olie	+	+	+	+	+	+	+
		Jord under olie	+	+	+	+	+	+	+
		Olie + jord	+	+	+	+	+	+	+
		Jord	+	+	+	+	+	+	
6	Middel	Olie + jord	+	+	+	+	+	+	+
7	Lidt	Olie + jord	+	+	+	+	+	+	+
		Jord	+	+	+	+	+	+	+
8	Meget Lidt	Olie	+	+	+	+	+	+	+
		Jord under olie	+	+	+	+	+	+	+
		Olie + jord	+	+	+	+	+	+	+
		Jord	+	+	+	+	+	+	
9	Meget	Olie	+	+	+	+	+	+	+
		Jord under olie	+	+	+	+	+	+	+
10	Meget Lidt	Olie	+	+	+	+	+	+	+
		Olie + jord	+	+	+	+	+	+	+
		Jord	+	+	+	+	+	+	+
11	Middel	Olie + jord	+	+	+	+	+	+	+
12	Meget	Olie	+	+	+	+	+	+	+
		Olie under jord	+	+	+	+	+	+	+
13	Lidt	Olie + jord	+	-	+	+	+	+	+
		Jord	+	-	+	+	+	+	+
14	-	Jord	+	-	-	-	-	-	-
		Jord	+	-	-	-	-	-	-

<sup>+</sup>) 1 = før behandling, resten er efter.



Noteres på glasset:

Parcel.

Tidspunkt.

A (a meter).

B (b meter).

Prøvetype

De to afstande udmåles, og prøve udtages inden for cirkel med radius 10-15 cm fra målebåndenes skæringspunkt.

**Prøvetyper:**

Olie:	Kun pletten er udtaget.
Jord under olie:	Jorden under den opgravede plet.
Jord + olie:	I randområdet af en olieplet udtages både jord og olie.
Jord:	I området uden oliepletter.

## Bilag 2: Prøver udtaget på Læsø 1986.

Parcel-nr.	Oliemængde	Prøvetype	AKL-nr./prøveudtagningsdato			
			4/4-86	18/6-86	5/8-86	24/9-86
1	-	Jord	6-0928	6-1057	7-0007	7-0031
2	-	Jord	6-0929	6-1058	7-0008	7-0032
3	-	Jord	6-0930	-	7-0009	7-0033
4	Meget	Olie Jord under olie	6-0931 6-0932	- -	7-0010 7-0016	7-0034 7-0035
5	Meget  Lidt	Olie Jord under olie Olie + jord Jord	6-0934 6-0933 6-0935 6-0936	6-1059*  6-1060 6-1061	7-0011*  7-0012 7-0015	7-0036*  7-0037 7-0038
6	Middel	Olie + jord	6-0937	6-1062	7-0013	7-0039
7	Lidt	Olie + jord Jord	6-0938 6-0939	6-1063 6-1064	7-0014 7-0017	7-0040 7-0041
8	Meget Lidt	Olie Olie + jord Jord under olie Jord	6-0945 6-0941 6-0940 6-0942	6-1065* 6-1066  6-1067	7-0018* 7-0020  7-0019	7-0042* 7-0044  7-0043
9	Meget	Olie Jord under olie	6-0943 6-0944	6-1068*	7-0021*	7-0045*
10	Meget  Lidt	Olie Jord under olie Olie + jord Jord	6-0946 6-0948 6-0947 6-0949	6-1070 6-1069 6-1071 6-1072	7-0025 7-0024 7-0023 7-0022	7-0046 7-0047 7-0048 7-0049
11	Middel	Olie + jord	6-0950	6-1074	7-0026	7-0050
12	Meget	Olie Jord under olie	6-0951 6-0952	6-1073 6-1075	7-0028 7-0027	7-0051 7-0052
13	Lidt	Olie + jord Jord	6-0954 6-0953	- -	7-0029 7-0030	7-0053 7-0054
14	- \$)	Jord +) Jord +)	6-0955 6-0956	- -	- -	- -

Mekanisk rensede parceller.

\$) Uforurennet kontrol parcel.

+) Fra hhv strandbræmme og 3 meter inde på stranden.

\*) Fræset parcel.



Bilag 3: Oprensning af olie fra jordprøver.Forberedelse

## Materialer:

Soxhlethylstre (B &amp; B 1-F-740 33 x 118 mm).

250 ml soxhlet.

Mellemstykke.

500 ml fladbundet kolbe.

Bluecap flaske 250 ml.

Vat.

 $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Kiselgel Merck nr. 7734.

 $\text{Na}_2\text{SO}_4$  Merck nr. 6649.

Cu-plader Merck nr. 647 K2615 800.

Redestilleret dichlormethan.

HPLC-grade methanol.

Konc. HCl.

## Fremgangsmåde:

Soxhlethylstrene soxhletrenses først med HPLC-grade methanol i ca. 24 timer ved  $85^{\circ}\text{C}$ . Derefter renses de med redestilleret  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  også i 24 timer ved  $50-55^{\circ}\text{C}$ . Vat,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , kiselgel og  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  sættes over i hvert sit hylster og soxhlet renses først i MeOH i 24 timer og bagefter i  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  i 24 timer ligesom ovenover. Derefter kommes de i lukkede glas. Kiselgelen sættes i ovnen i en morter ved  $150^{\circ}\text{C}$  minimum 1 døgn da den skal være aktiveret når den bruges. Lige før brug sættes den i eksikator til afkøling og efter brug sættes den i ovnen igen.

Cu-pladen klippes i 1,5 x 1,5 cm stykker. Der skal bruges 3 stk. pr. prøve minimum. De lægges i en bluecap-flaske, der hældes HCl over og flasken sættes væk. Kan bruges efter 2 døgn.

Prøvebehandling:

## Materiale:

Soxhlet 100 ml.  
Mellemstykke.  
500 ml fladbundet kolbe.  
Tragte.  
Glassøjle med filter + hane 0,9 mm i indre diameter.  
50 ml spidsbundet kolber.  
10 ml dramglas.  
Måleglas.  
Eksikator.  
  
Redestilleret dichlormethan.  
HPLC-grade hexan.  
HPLC-grade methanol.  
HPLC-grade acetone.  
Milliporevand.  
Tetrachlorkulstof  $\text{CCl}_4$ .

## Fremgangsmåde:

35 g prøve afvejes (eller mindre hvis prøven er meget olierig) ned i et soxhlethylster. Undgå at røre hylstret med fingrene. Der tages 3 stk. kobberstykker op af HCl, før st skylles de med millipore vand bagefter med acetone. Når de er tørre puttes de i den fladbundede kolbe. Soxhletten sættes oven på og der hældes 1,5 gang  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  i. Derefter sættes prøven i og det hele o sættes på Soxhletten tages af og al væske hældes gennem en tragt med vat og vandfrit  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  ned i en kolbe. Der skylles efter med 3-4 gange  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ . Prøven inddampes på rotationsfordamper med dråbefang ved  $30^\circ\text{C}$ , 400 mm Hg. Når der er et par ml tilbage tages kolben af.

Prøven overføres til et tareret dramglas (10 ml), og inddampes med  $\text{N}_2$  ved meget svagt flow. Prøven sættes i eksikator efter at kolben er skyllet godt med  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ .

Efter  $\frac{1}{2}$  time afvejes olien og sættes igen i eksikatoren efter  $\frac{1}{2}$  time vejes olien igen, og så fremdeles til olien har en konstant vægt.

Af olien vejes ca. 50 mg ned i et 10 ml dramglas som efter vejningen tilsættes  $\frac{1}{2}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Oven i tilsættes  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  så  $\text{Al}_2\text{O}_3$  er dækket samt olien er opløst. Der inddampes under  $\text{N}_2$  for at fjerne  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ . Når væsken er væk slukkes for nitrogenen og prøven dampes helt af til tørhed. Ind i mellem skal der rystes godt for at fordele olien.

Kisegel tilsættes en passende mængde hexan og kvælder i 10 min.

Kisegel hældes ned på søjlen. Kisegelen skal nå mellem 15-18 cm op. Når søjlen er gennem skyllet med hexan sættes prøven på.

Eluer med:

1. fraktion alifat 25 ml hexan ned i en 50 ml spidsbundet kolbe.
2. fraktion aromat 35 ml dichlormethan ned i en 50 ml spidsbundet kolbe.
3. fraktion hetero 25 ml methanol ned i en 50 ml spidsbundet kolbe.

Hexan og MeOH inddampes ved  $40^\circ\text{C}$  dråbefang 200 mm Hg.

Dichlormethanen inddampes ved  $30^\circ\text{C}$  med dråbefang 400 mm Hg .

Fraktioner inddampes til ca. 1 ml. Fraktionerne overføres med  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  til tarerede dramglas og inddampes med nitrogen. Sæt prøverne i eksikator. Efter 1 til  $1\frac{1}{2}$  time vejes de og fraktion 1 og 2 er klar til kørsel.

Bilag 4: Gaschromatografi - parametre.

De chromatografiske parametre var følgende:

System: HP 5890A m. datasystem.

Kolonne: 25 m fused silica, crosslinked methylsilikon (HP-1, ultra). Indre diameter 0,32 mm, filmtykkelse 0,51  $\mu\text{m}$ .

Bæregas: Helium, 15 psi.

Make-up gas: Nitrogen.

Temperatur: 60°C i 0,5 min., herefter temperaturprogrammes med 7°C/min. til 290°C. Denne temperatur holdes i 18 min..

Injektion: 0,3  $\mu\text{l}$  on-column.

Detektor: Flammeionisationsdetektor, 320°C.

H<sub>2</sub>: 20 psi.

Luft: 38 psi.

Bilag 5: Vejeresultater og tophøjdeforhold.

Parcel	Olienængde	Prøvetype	Dato	AKL-nr.	SOM-%	Fraktionsnængde (%)				Fordeling-%				Pristan n-C17	Pristan Phytan	
						Ali.	Aro.	Het.	R.	Ali.	Aro.	Het.				
1	-	Jord Jord	4/4-86 24/9-86	6-0928 7-0031	0,009 0,047	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2	-	Jord Jord	4/4-86 24/9-86	6-0929 7-0032	0,009 0,043	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
3	-	Jord Jord	4/4-86 24/9-86	6-0930 7-0033	0,009 0,037	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
4	Meget	Olje Olje Olje Jord under olie Jord under olie	4/4-86 5/8-86 24/9-86 4/4-86 24/9-86	6-0931 7-0010 7-0034 6-0932 7-0035	50 17 58 0,25 0,21	20 41 12 22 18	39 43 22 49 21	10 16 8 14 38	31 0 58 15 23	30 41 29 26 24	56 43 52 58 27	14 16 19 16 49	0,70 0,83 1,05 1,27 6,33	0,56 0,60 0,54 0,57 0,53		
5	Meget	Olje Jord under olie Olje + jord Olje + jord Olje + jord	4/4-86 4/4-86 18/6-86 5/8-86 24/9-86	6-0934 6-0933 6-0159 7-0011 7-0036	16 1,0 4,1 6,8 6,8	22 18 39 43 16	37 66 38 33 39	7 9 11 15 33	34 7 12 9 12	33 20 44 47 19	56 71 43 37 44	11 9 13 16 37	0,62 1,03 1,07 1,14 1,17	0,57 0,60 0,68 1,00 0,49		
5	Lidt	Olje + jord Olje + jord Jord Jord	4/4-86 24/9-86 4/4-86 24/9-86	6-0935 7-0037 6-0936 7-0038	13 1,8 0,033 0,38	32 24 2 2	31 40 11 4	16 20 36 17	21 16 51 77	40 29 4 7	39 47 22 19	21 24 74 74	2,28 2,33 0,64 6,00	0,57 0,48 0,69 1,50		
6	Middel	Olje + jord Olje + jord	4/4-86 24/9-86	6-0937 7-0039	19 0,05	16 1	40 3	9 10	35 86	25 8	61 20	14 72	0,81	0,62		



Parcel	Oliemængde	Prøvetype	Dato	AKL-nr.	SOM-%	Fraktionsmængde (%)				Fordeling-%				Pristan n-C <sub>17</sub>	Pristan Phytan
						Ali.	Aro.	Het.	R.	Ali.	Aro.	Het.			
11	Middel	Olje + jord Olje + jord	4/4-86 24/9-86	6-0950 7-0050	0,33 28	16 19	39 37	20 10	25 34	22 29	52 56	26 15	5,98 1,42	0,31 0,50	
12	Meget	Olje Olje Jord under olie Jord under olie	4/4-86 24/9-86 4/4-86 24/9-86	6-0951 7-0051 6-0952 7-0052	1,4 17 0,025 0,20	12 12 *- 11	36 34 - 29	17 22 - 15	35 32 - 45	19 18 - 20	56 49 - 53	25 33 - 27	1,48 - 1,13 -	0,47 - 0,44 -	
13	Lidt	Olje + jord Olje + jord Jord Jord	4/4-86 24/9-86 4/4-86 24/9-86	6-0954 7-0053 6-0953 7-0054	2,9 1,2 0,02 0,03	*- 36 25 *-	- 36 23 -	- 16 44 -	- 12 8 -	- 41 27 -	- 41 25 -	- 18 48 -	2,36 5,47 - -	0,57 0,56 - -	
14	-	Jord Jord	4/4-86 4/4-86	6-0955 6-0956	0,02 0,04	22 8	22 8	56 20	0 64	22 21	22 23	56 56	- -	- -	
Jan af Bremen	-	Olje	2/8-86	7-0074	-	47	47	7	*-1	46	47	7	0,51	0,67	

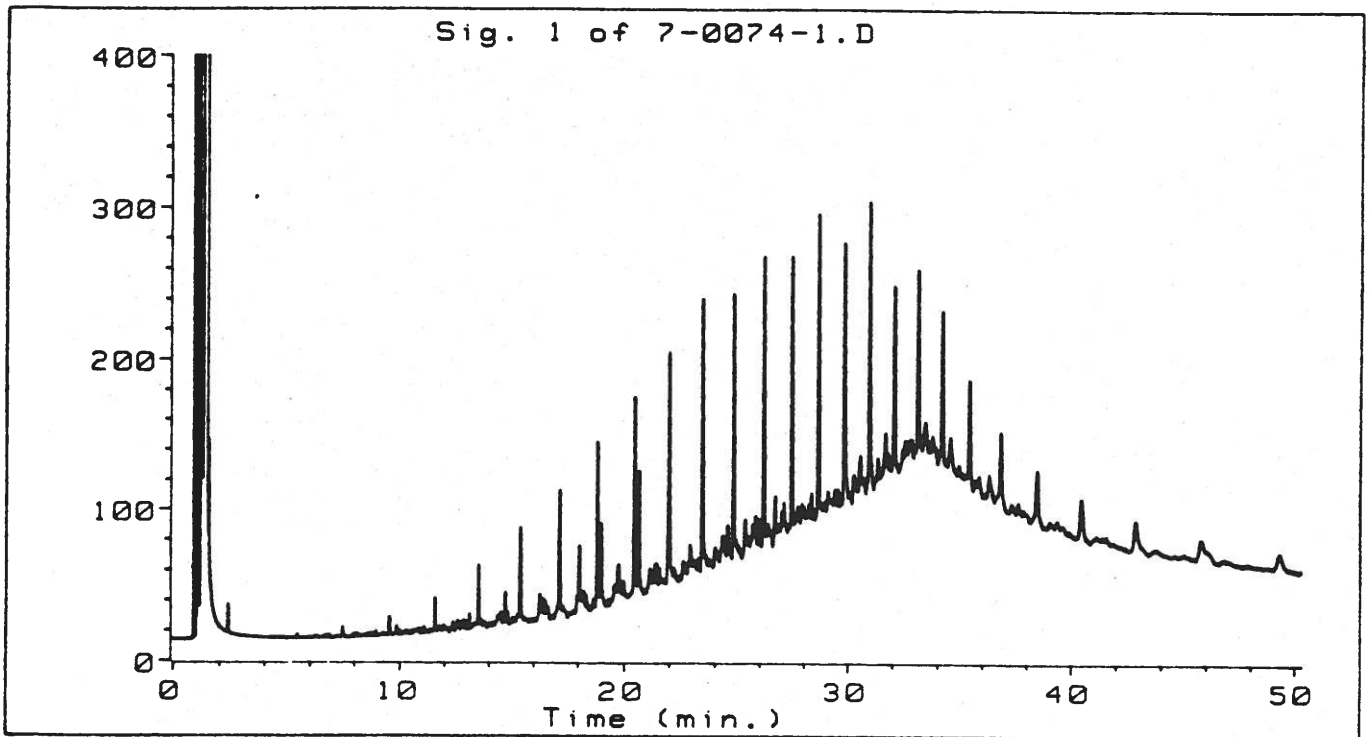
\* Vejefejl. (Fingeraftryk på glas).

Bilag 6: Chromatogrammer af alifatfraktioner.

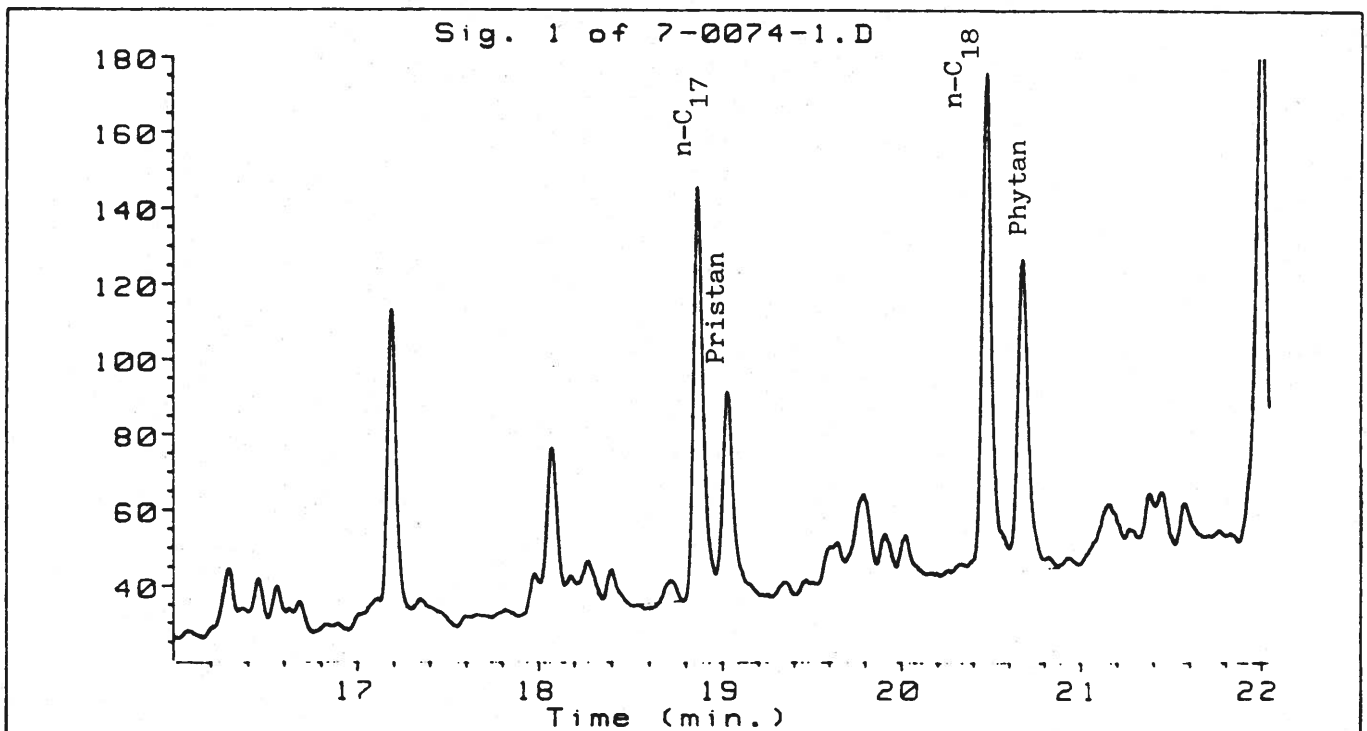
- s. 12: Olie fra Jan af Bremen (7-0074).
- s. 13: Parcel 1 (6-0928; 7-0931).
- s. 14: Parcel 2 (6-0929; 7-0032).
- s. 15: Parcel 3 (6-0930; 7-0033).
- s. 16: Parcel 4 (6-0931; 6-0932; 7-0034; 7-0035; 7-0010).
- s. 21: Parcel 5 (6-0933; 6-0934; 6-1059; 7-0011; 7-0036).  
(meget olie).
- s. 26: Parcel 5 (6-0935; 6-0936; 7-0037; 7-0038).  
(lidt olie).
- s. 30: Parcel 6 (6-0937; 7-0039).
- s. 32: Parcel 7 (6-0938; 6-0939; 7-0040; 7-0041).
- s. 36: Parcel 8 (6-0945; 6-0940; 6-1065; 7-0018; 7-0042).  
(meget olie).
- s. 41: Parcel 8 (6-0941; 6-0942; 7-0044; 7-0043).  
(lidt olie).
- s. 45: Parcel 9 (6-0943; 6-0944; 6-1068; 7-0021; 7-0045).
- s. 50: Parcel 10 (6-0946; 6-0948; 6-1070; 7-0025; 7-0046;  
7-0047).  
(meget olie).
- s. 56: Parcel 10 (6-0947; 6-0949; 7-0048; 7-0049).  
(lidt olie).
- s. 60: Parcel 11 (6-0950; 7-0050).
- s. 62: Parcel 12 (6-0951; 6-0952; 7-0051; 7-0052).
- s. 66: Parcel 13 (6-0954; 6-0953; 7-0053; 7-0054).
- s. 70: Parcel 14 (6-0955; 6-0956).



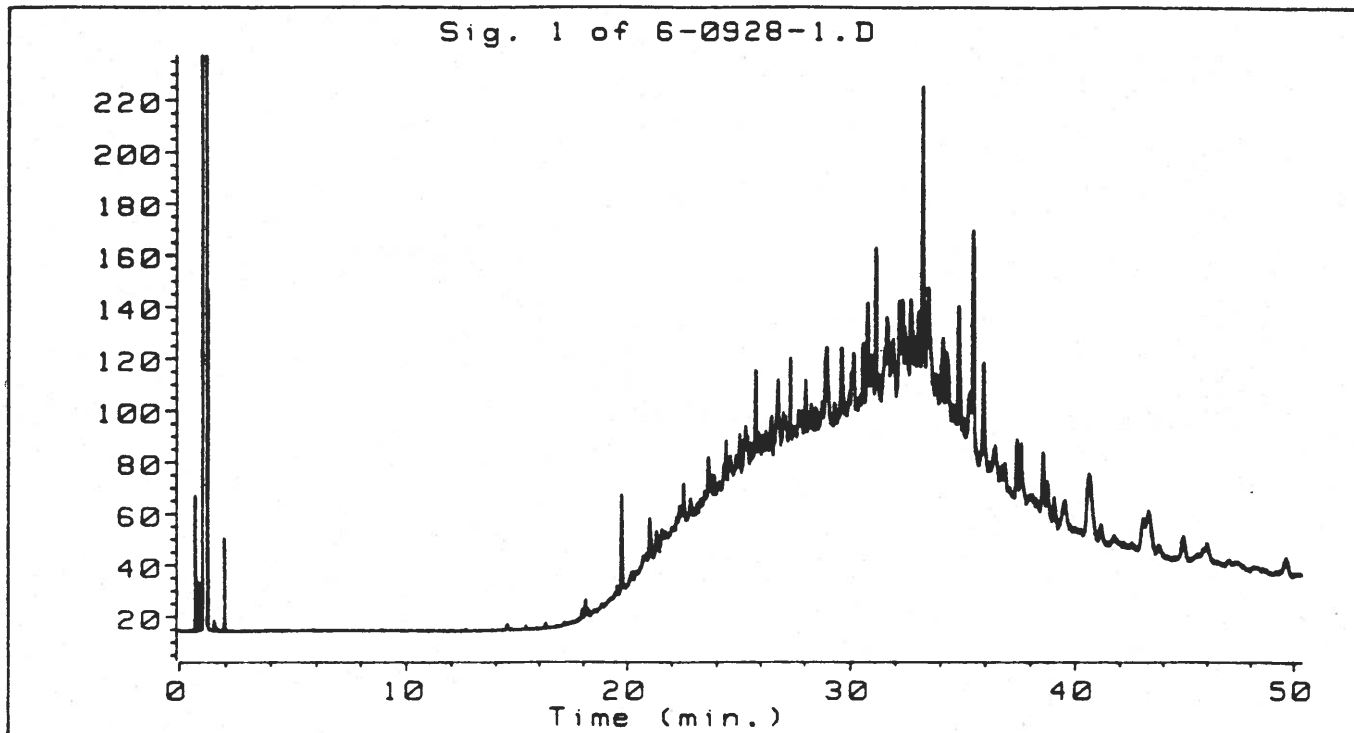
Olie fra olietankeren "Jan af Bremen", udtaget den 2. august 1985.



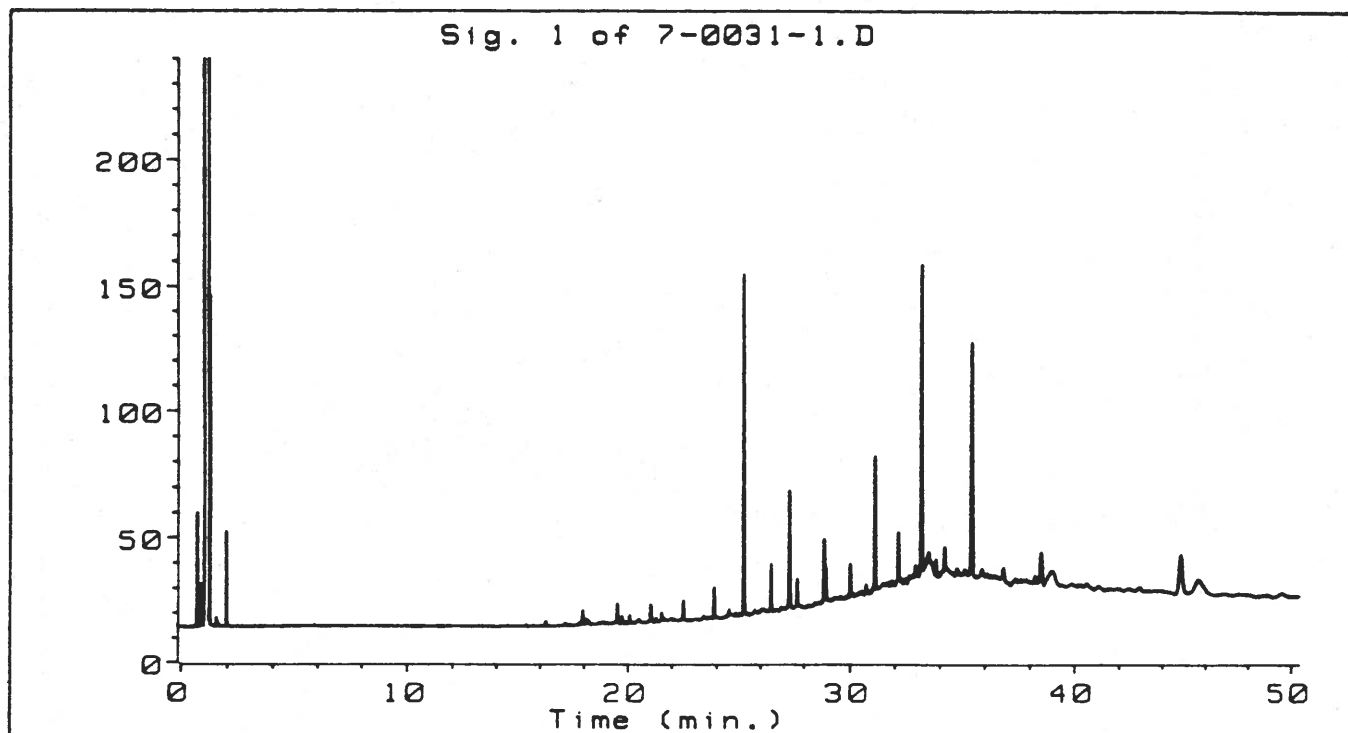
Udsnit af chromatogrammet øverst, med biomarkerne pristan og phytan.



PARCEL 1 - Mekanisk rensset -  $\frac{1}{2}$  gødning.

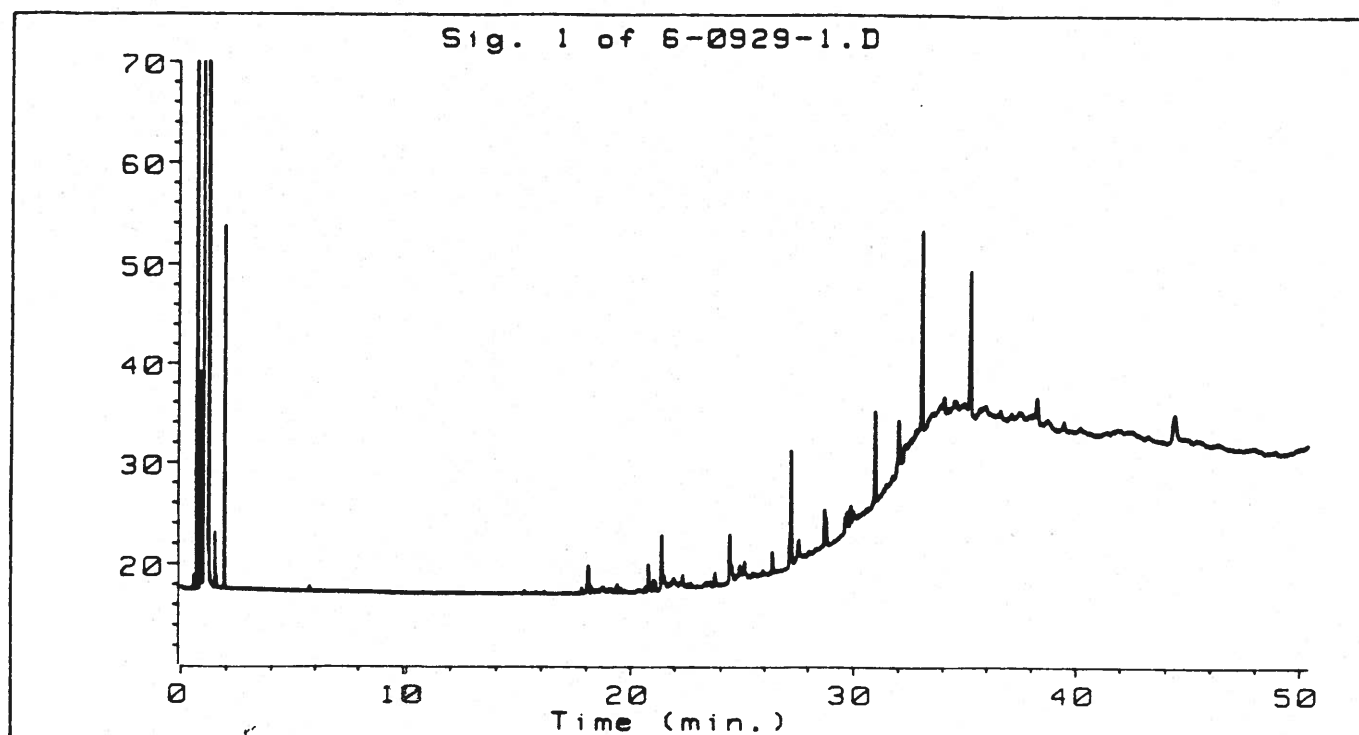


4. april 1986.

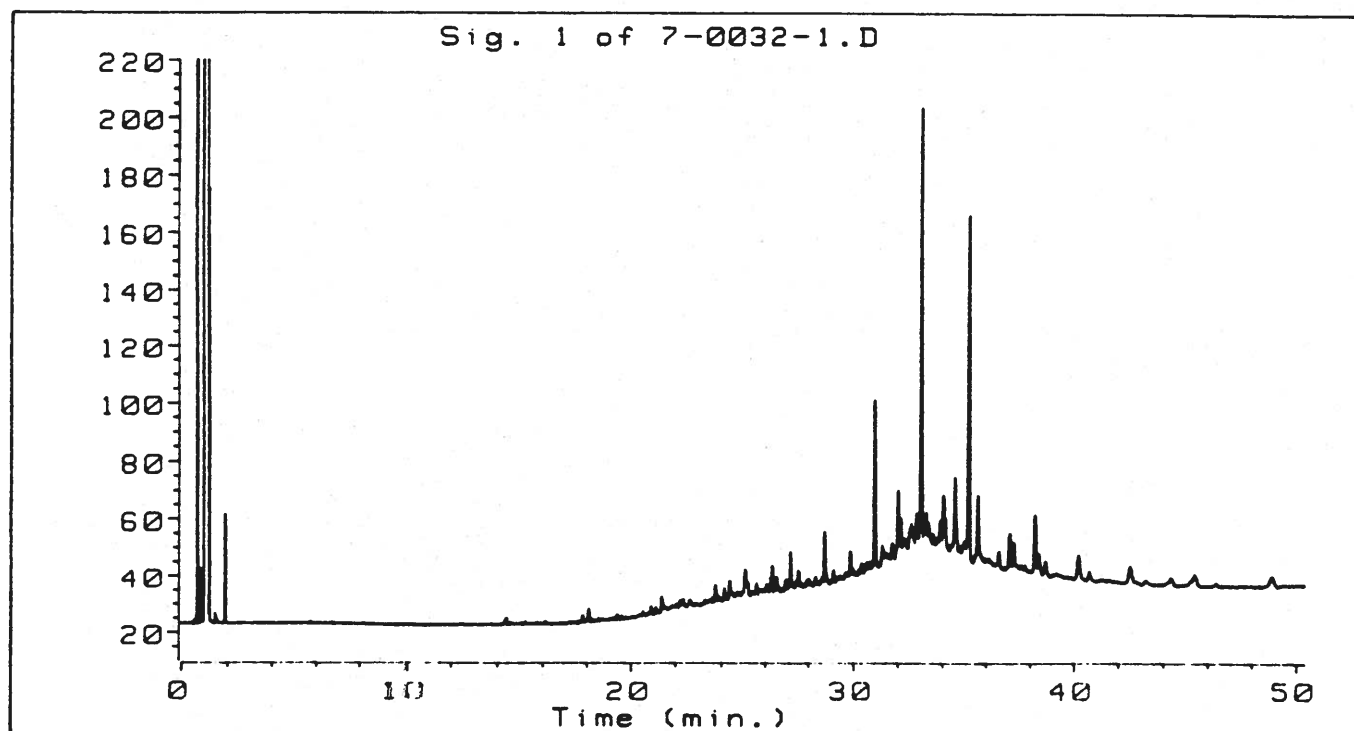


24. september 1986.

PARCEL 2 - Mekanisk rensset - 1/1 gødning.

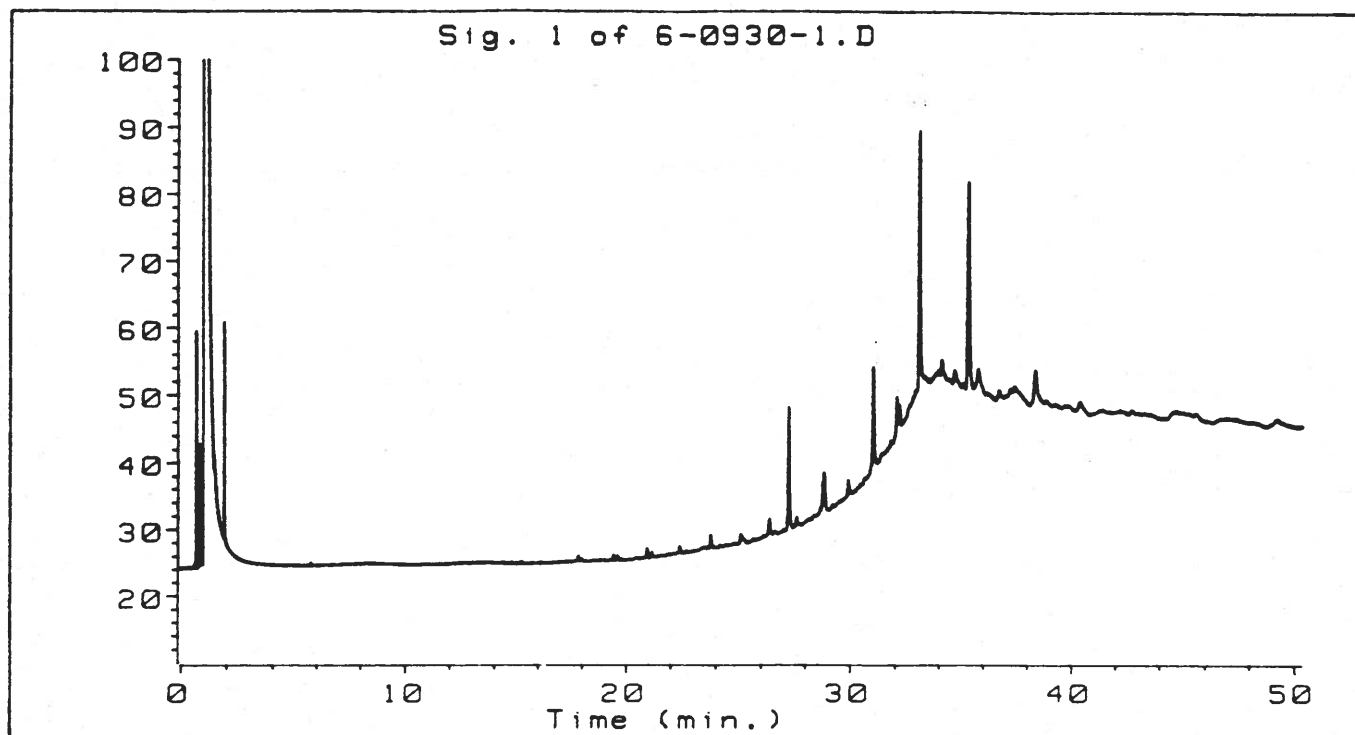


4. april 1986.

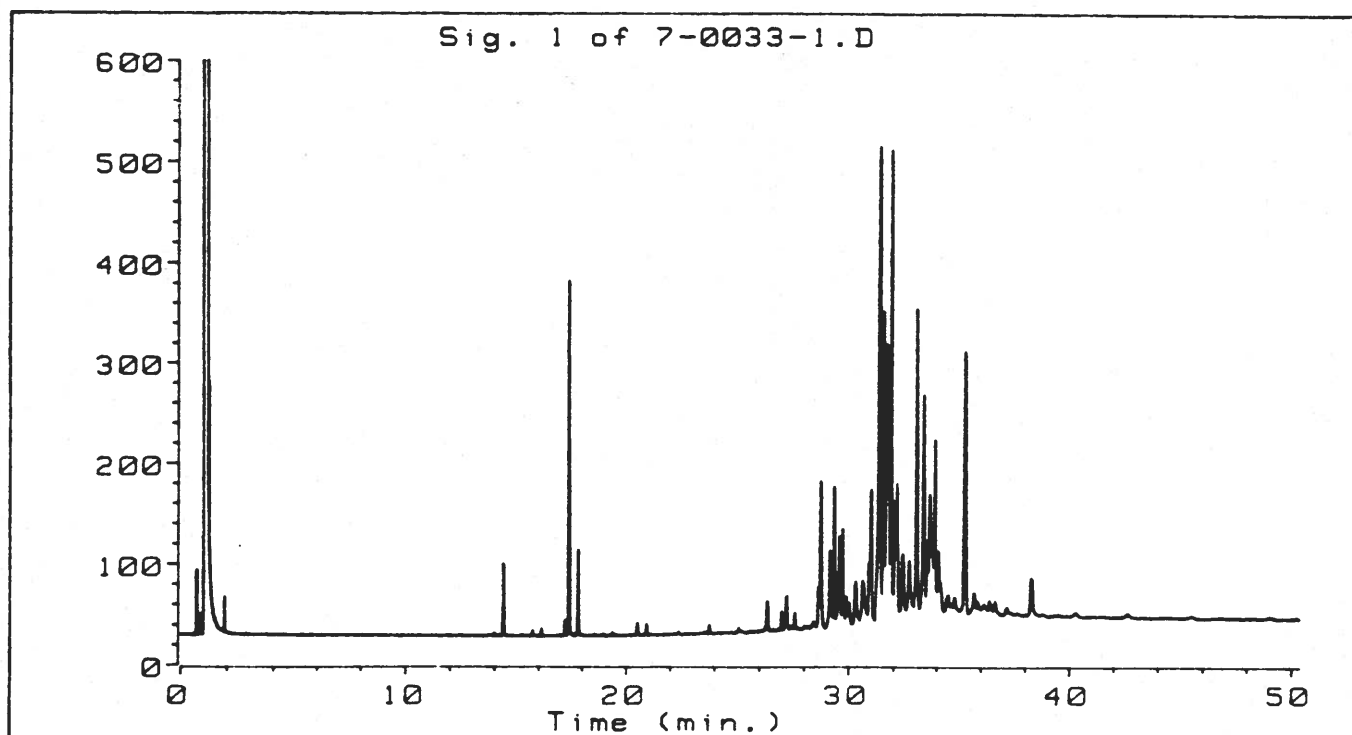


24. september 1986.

PARCEL 3 - Mekanisk renset - kontrol.

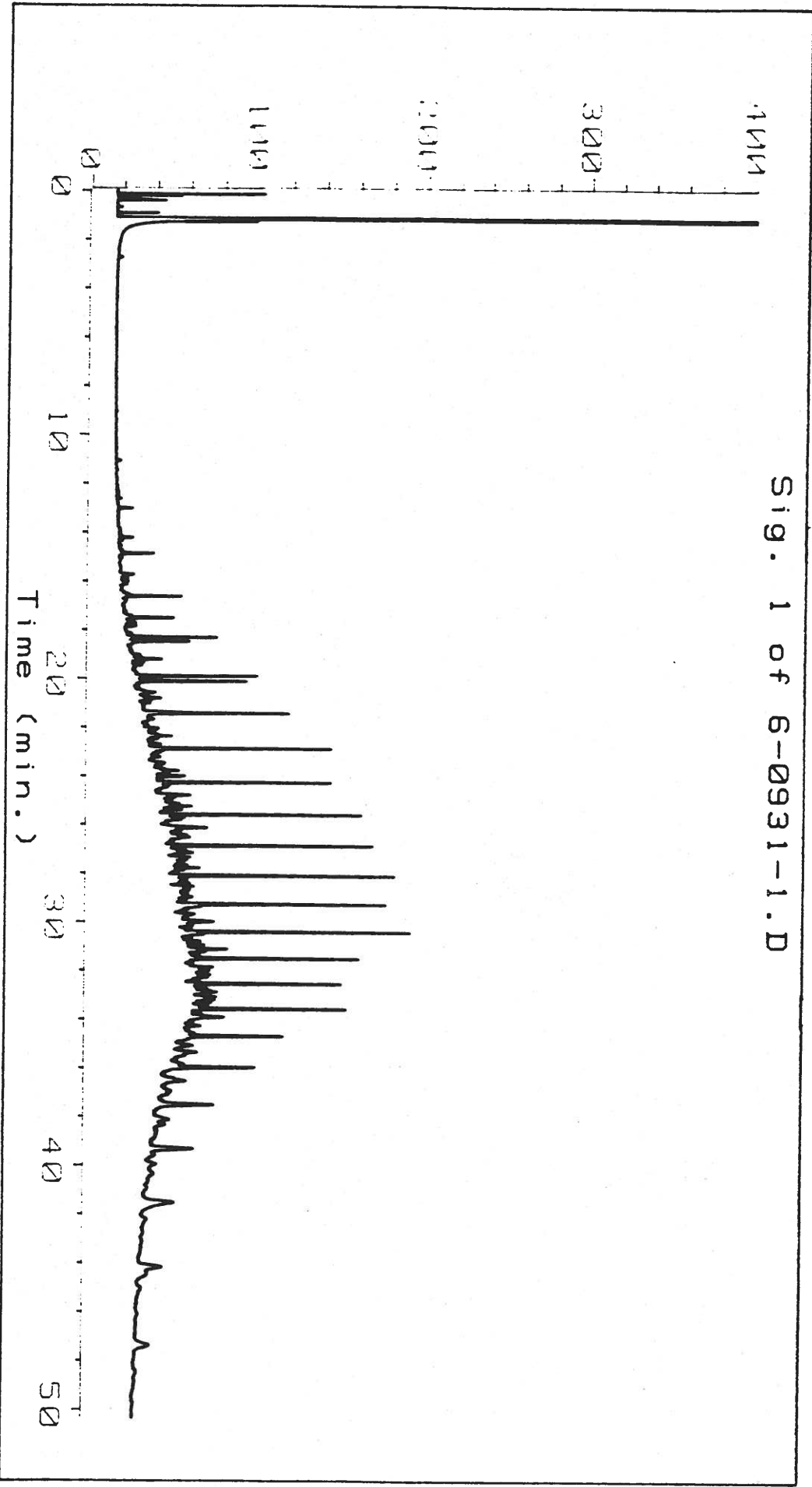


4. april 1986.



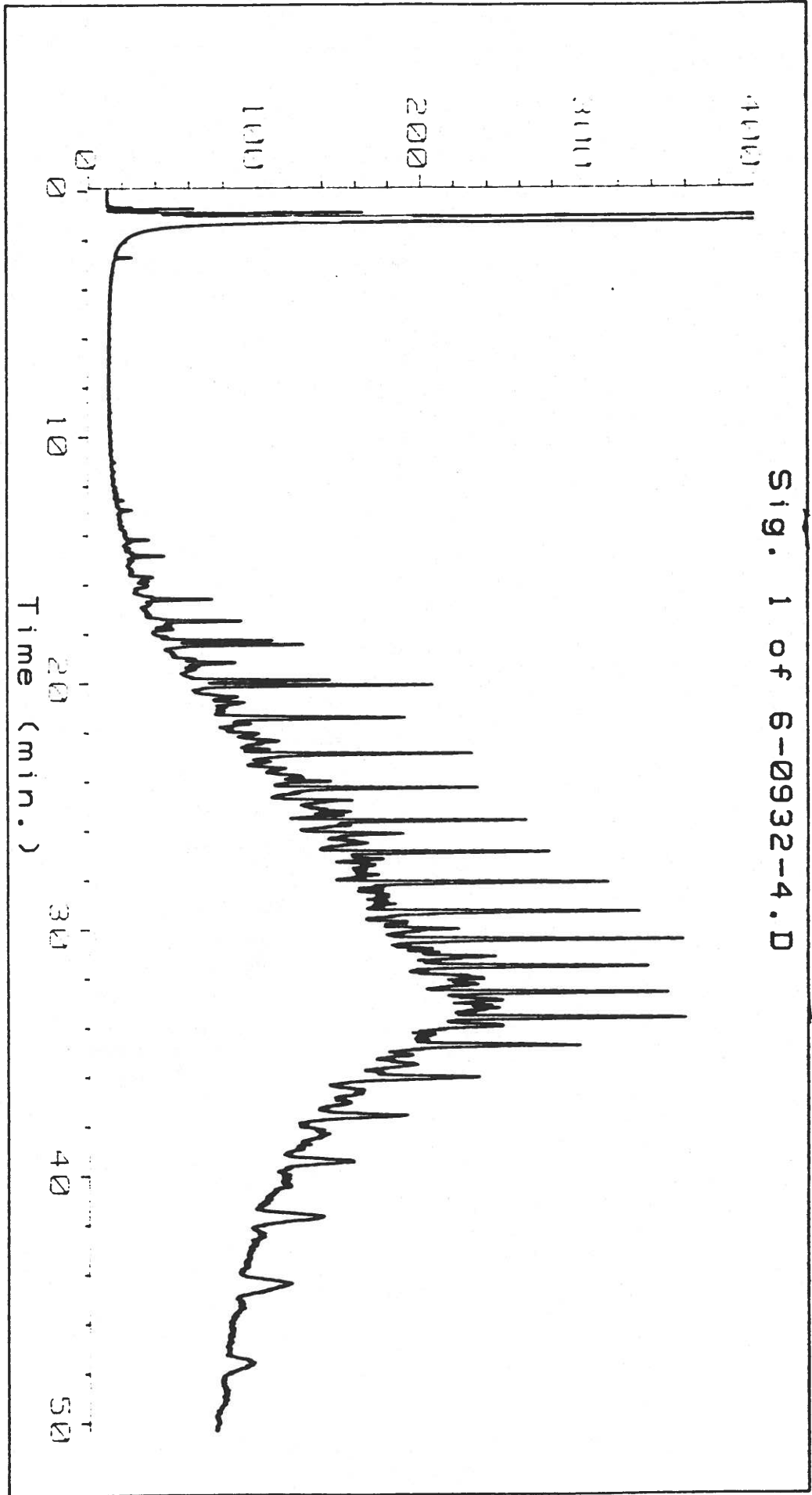
24. september 1986.

PARCEL 4: Kontrol, meget olie.  
Prøvetype: Olie (4. april 1986).



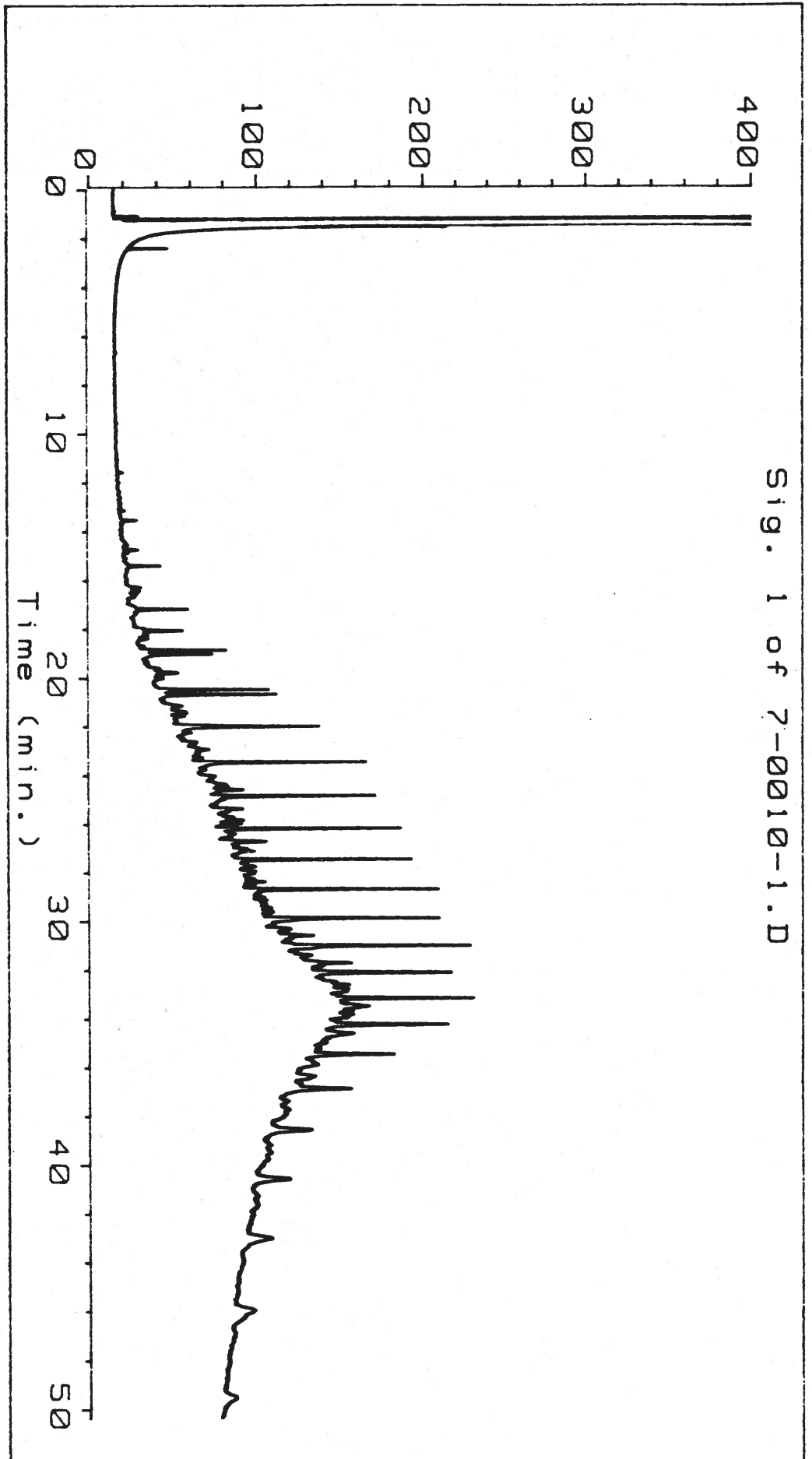
Sig. 1 of 6-0931-1.D

PARCEL 4: Kontrol, meget olie.  
Prøvetype: Jord under olie (4. april 1986).

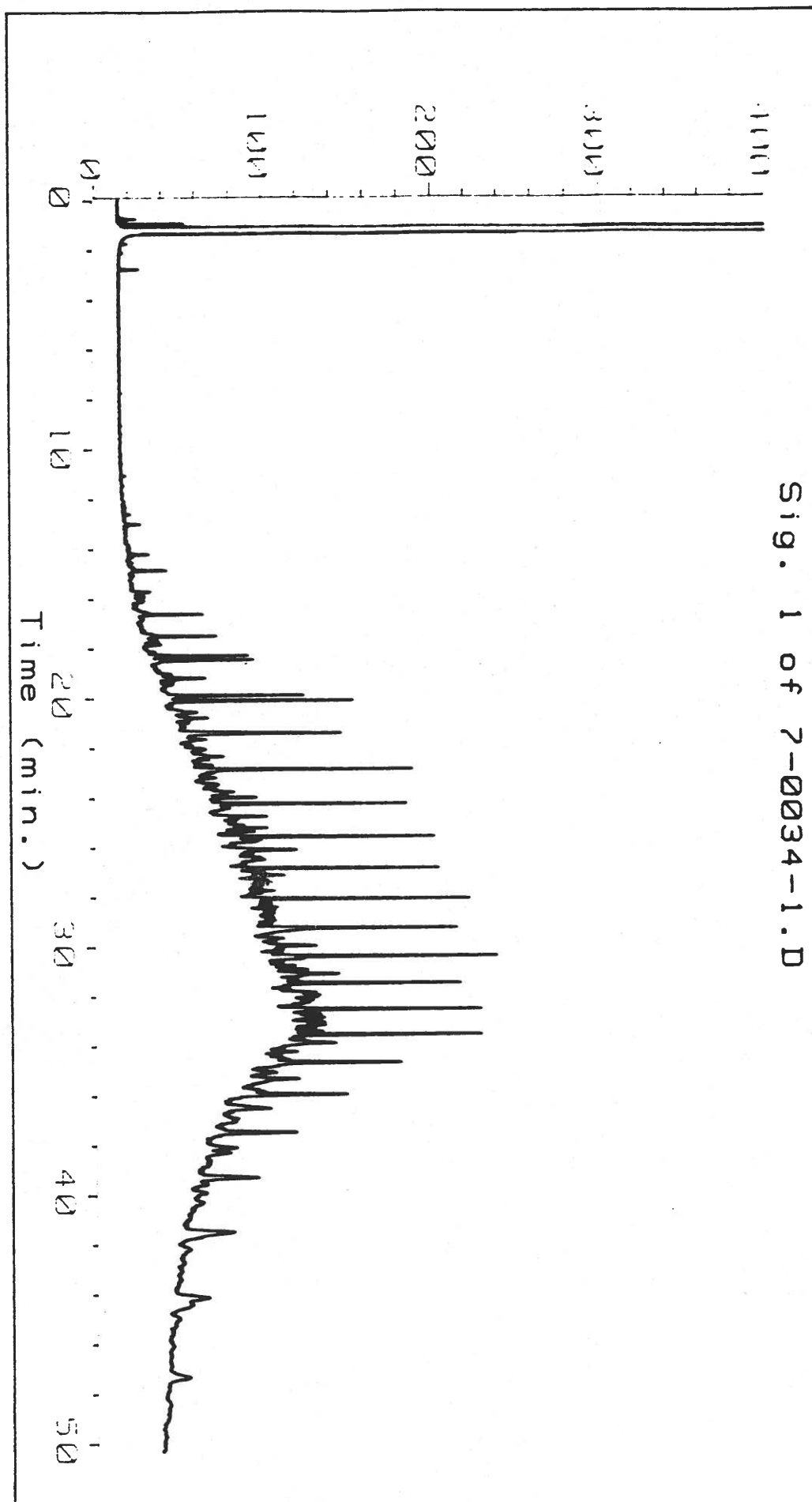


Sig. 1 of 6-0932-4.D

PARCEL 4: Kontrol, meget olie.  
Prøvetype: Olie (5. august 1986).

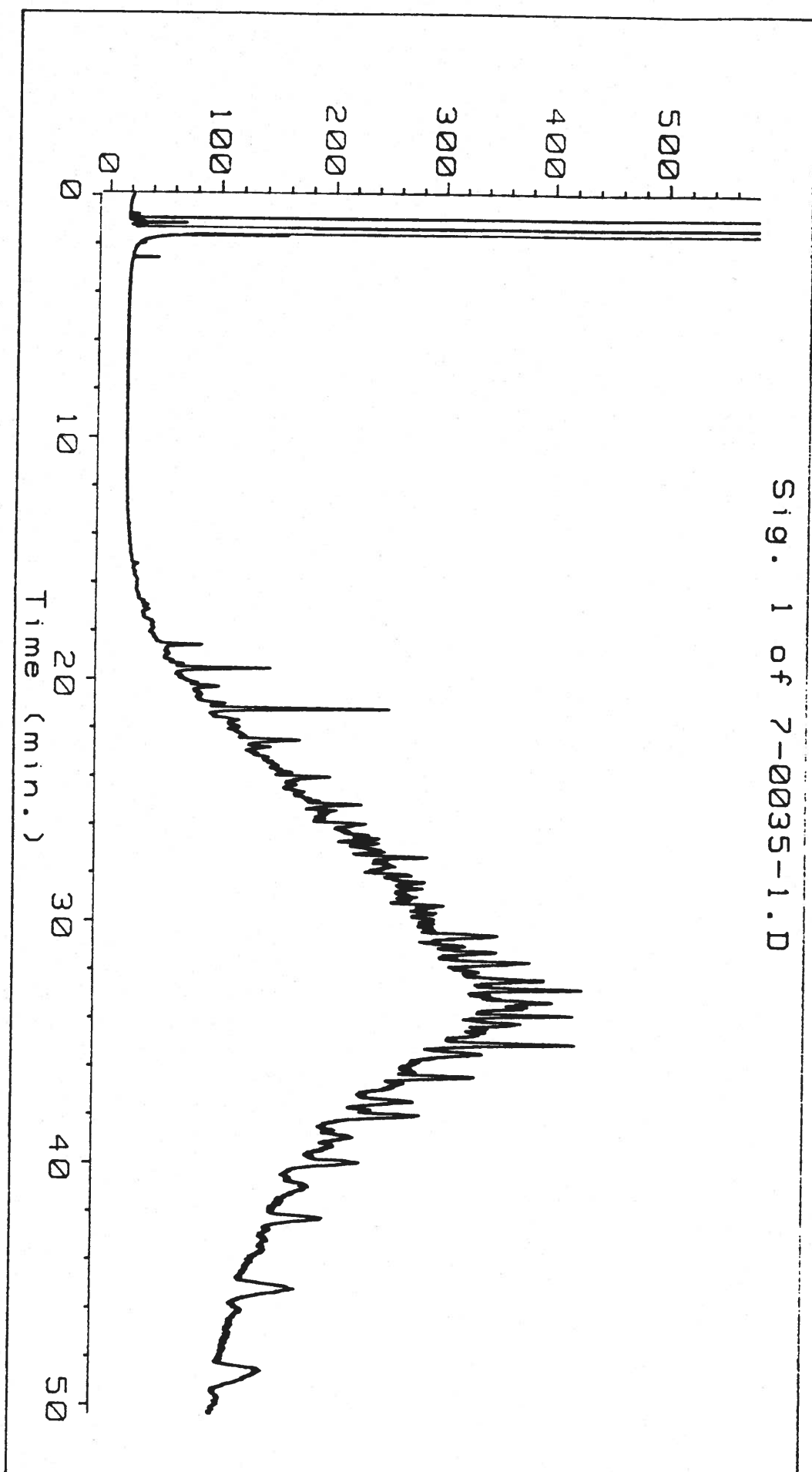


PARCEL 4: Kontrol, meget olie.  
Prøvetype: Olie (24. september 1986).



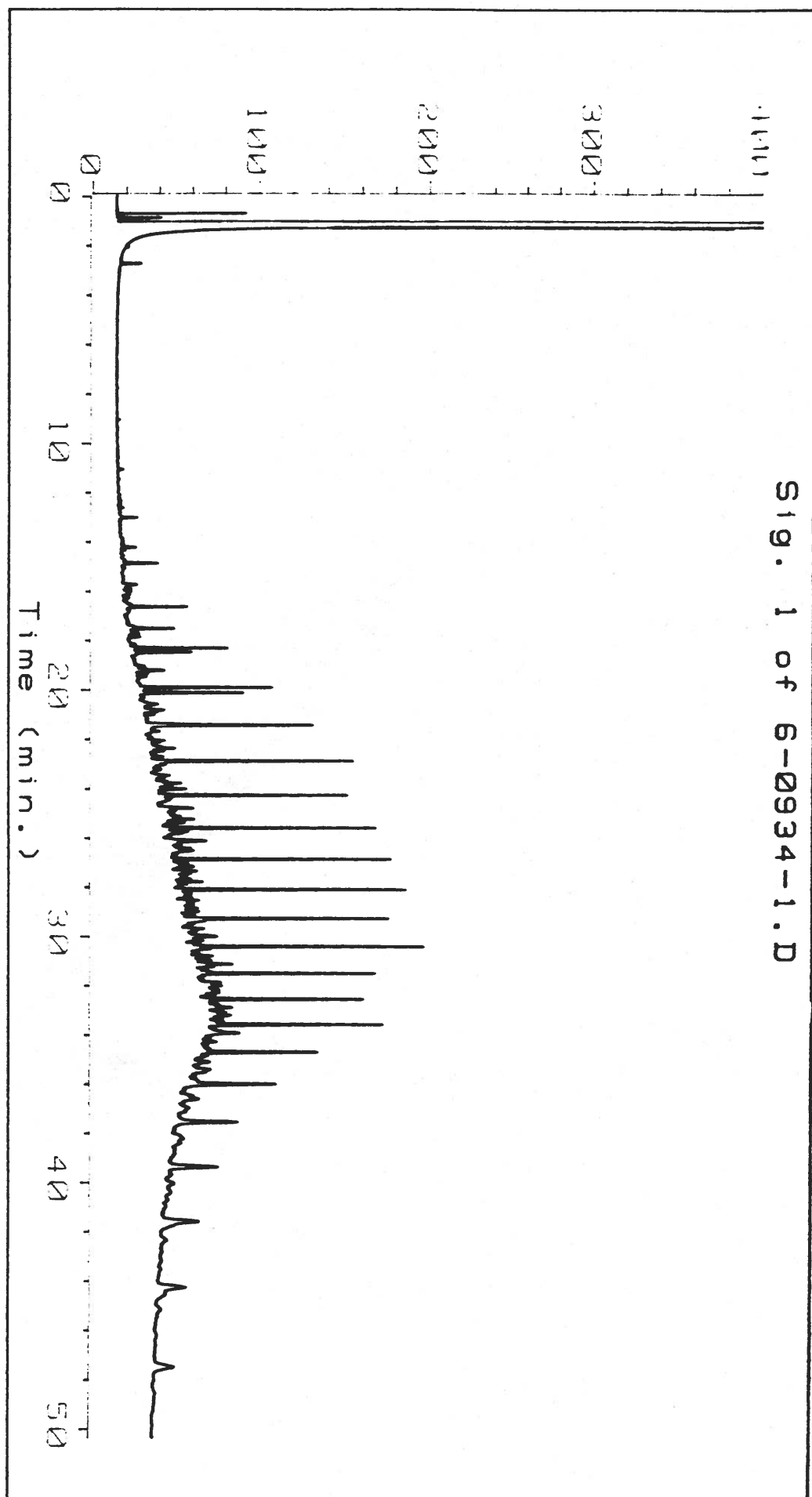


PARCEL 4: Kontrol, meget olie.  
Prøvetype: Jord under olie (24. september 1986).

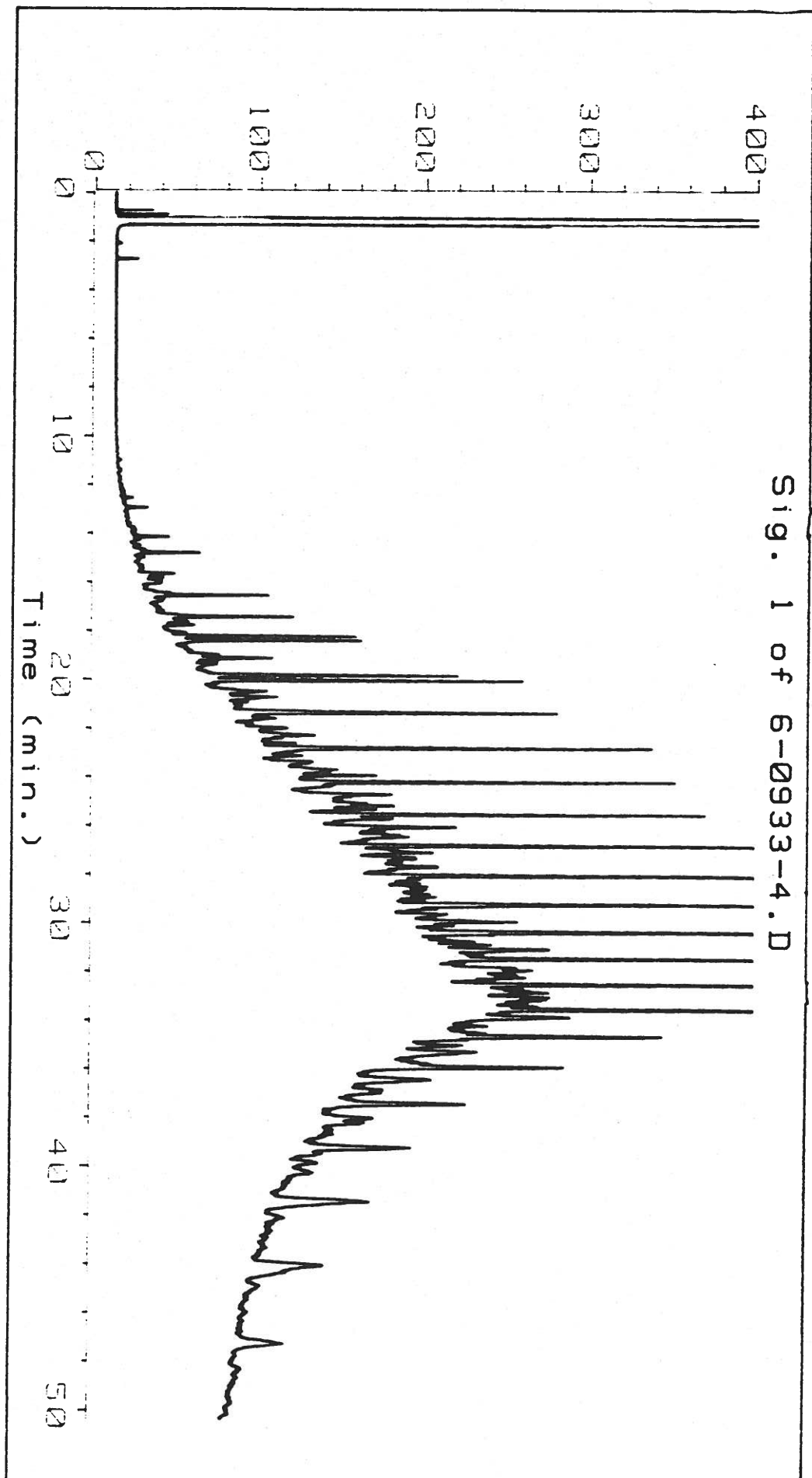


Sig. 1 of 7-0035-1.D

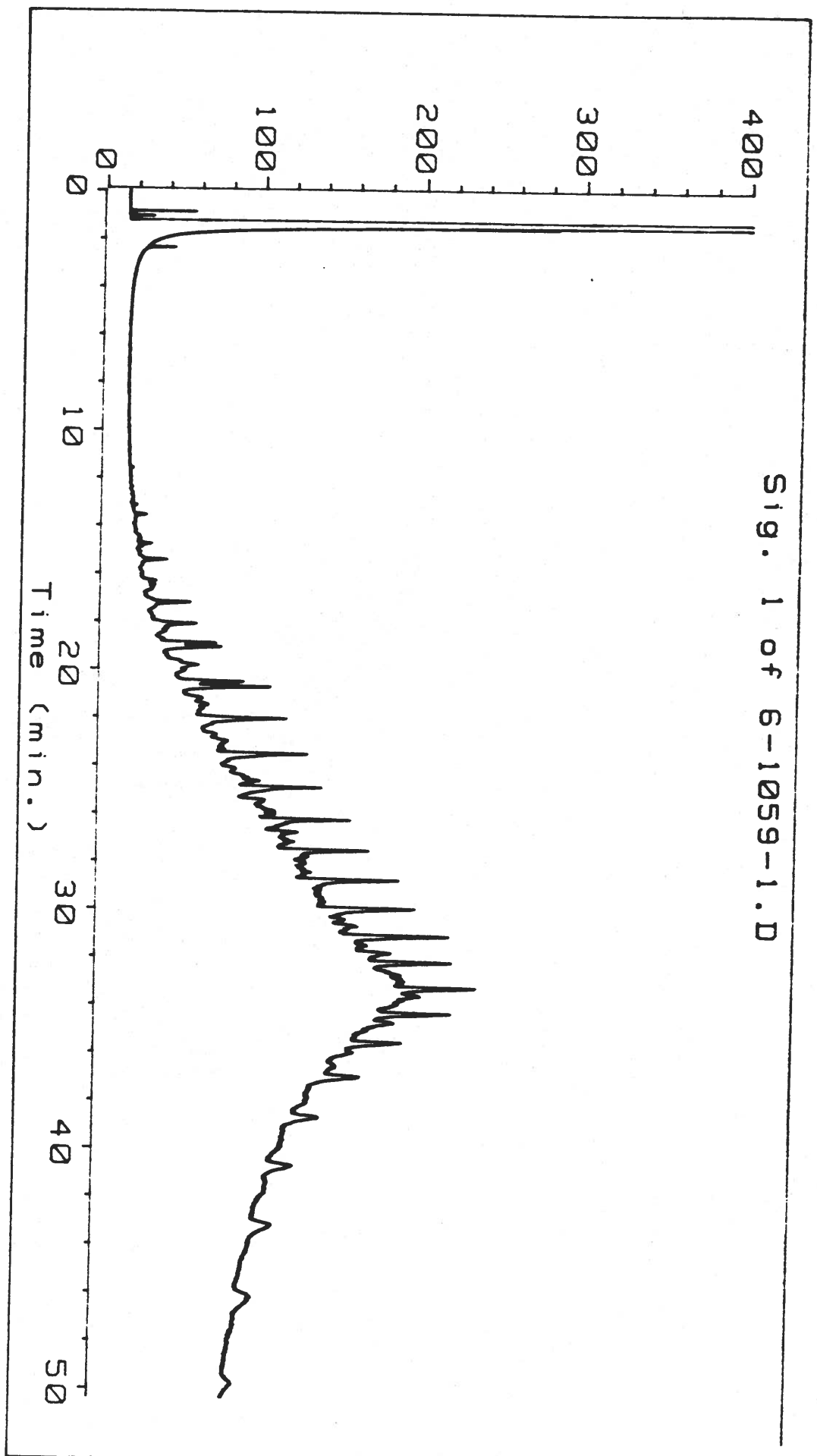
PARCEL 5: Sphagnum og fræs, meget olie.  
Prøvetype: olie (4. april 1986).



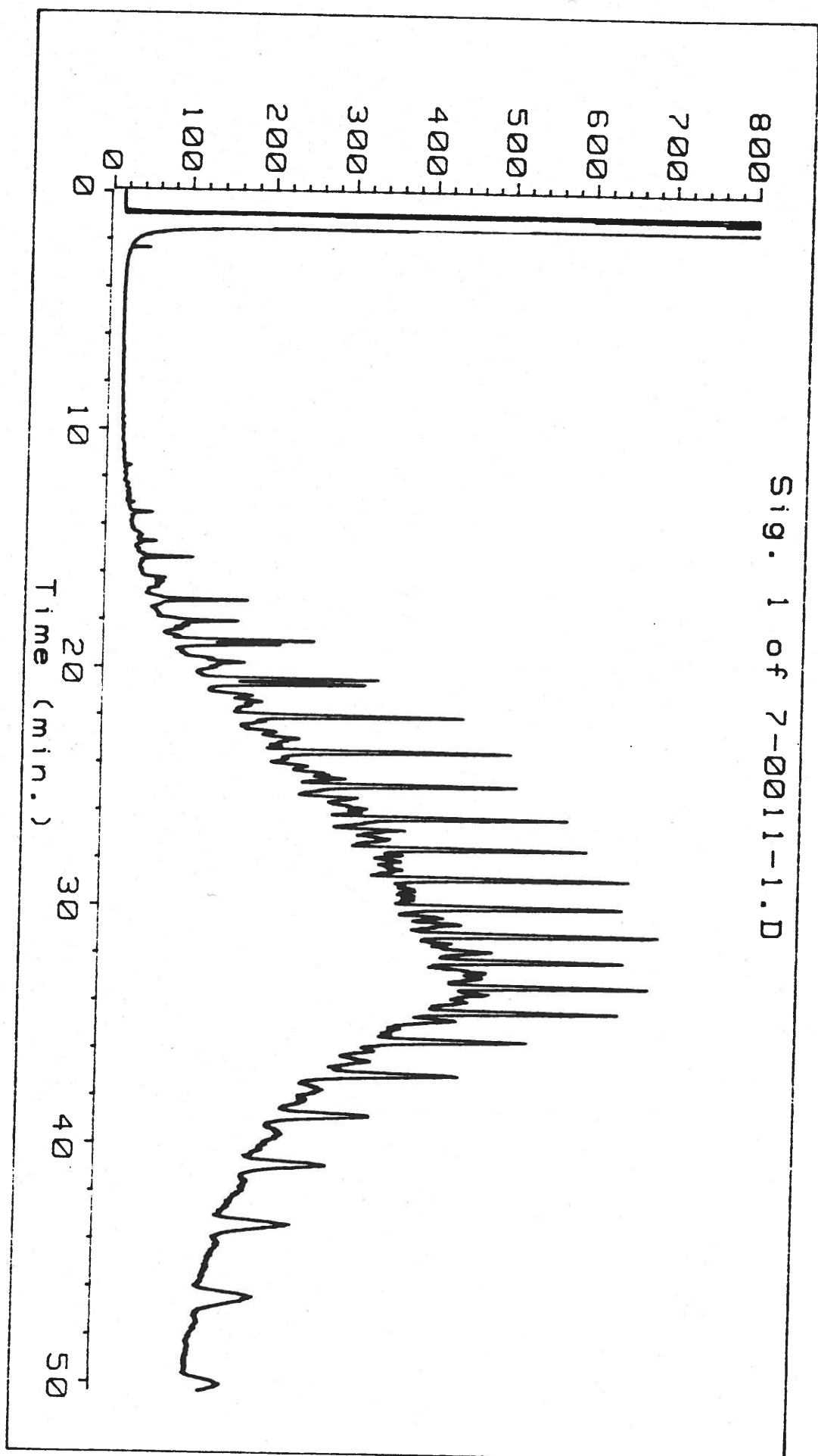
PARCEL 5: Sphagnum og fræs, meget olie.  
Prøvetype: Jord under olie (4. april 1986).



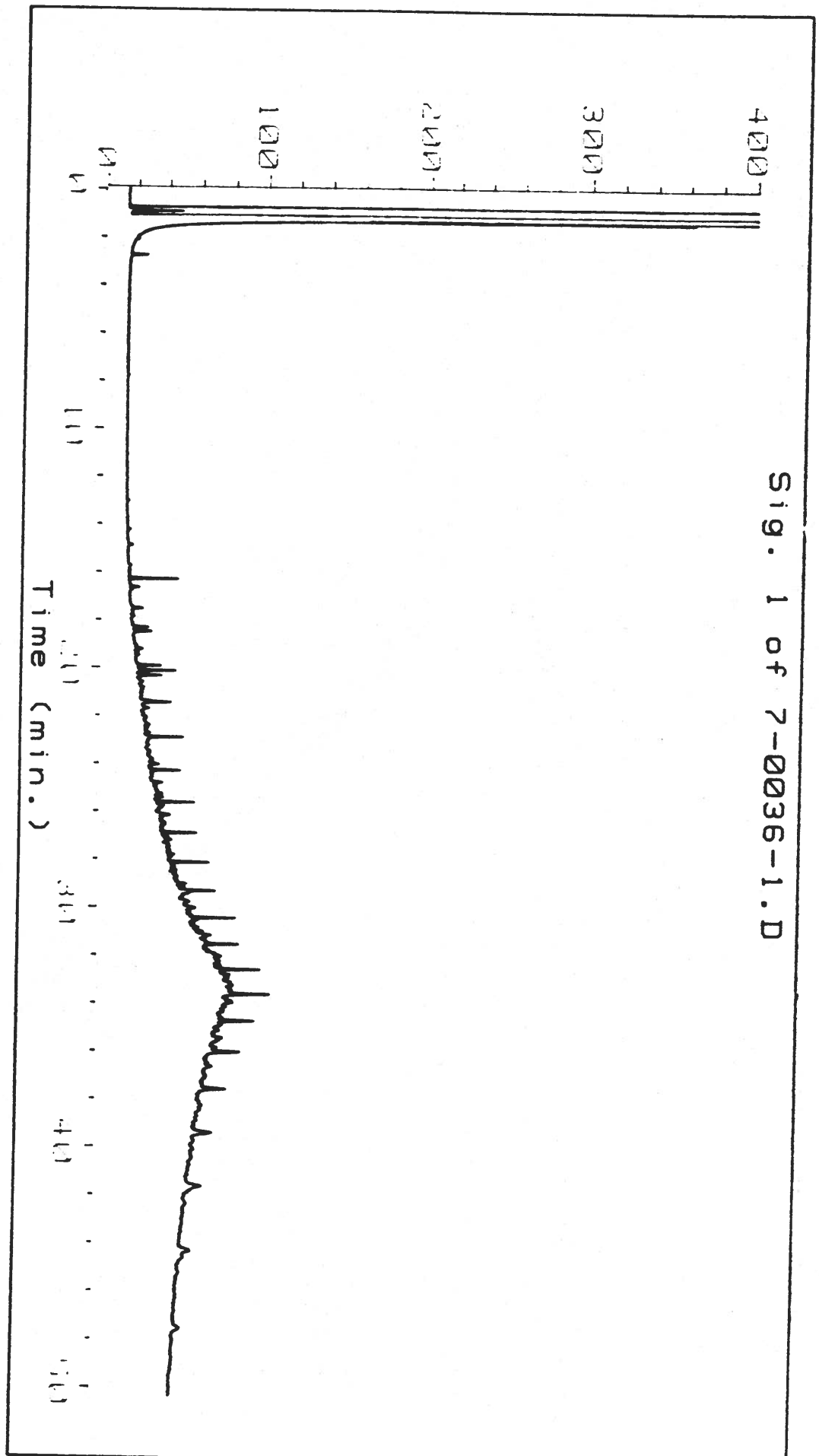
PARCEL 5: Sphagnum og fræs, meget olie.  
Prøvetype: Olie + jord (18. juni 1986)



PARCEL 5: Spahgnum og fræs, meget olie.  
Prøvetype: olie + jord (5. august 1986).



PARCEL 5: Spahgnum og fræs, meget olie.  
Prøvetype: Olie + jord (24. september 1986).



Sig. 1 of 7-0036-1.D

PARCEL 5: Spahgnum og fræs, lidt olie.  
Prøvetype: Olie + jord (4. april 1986).

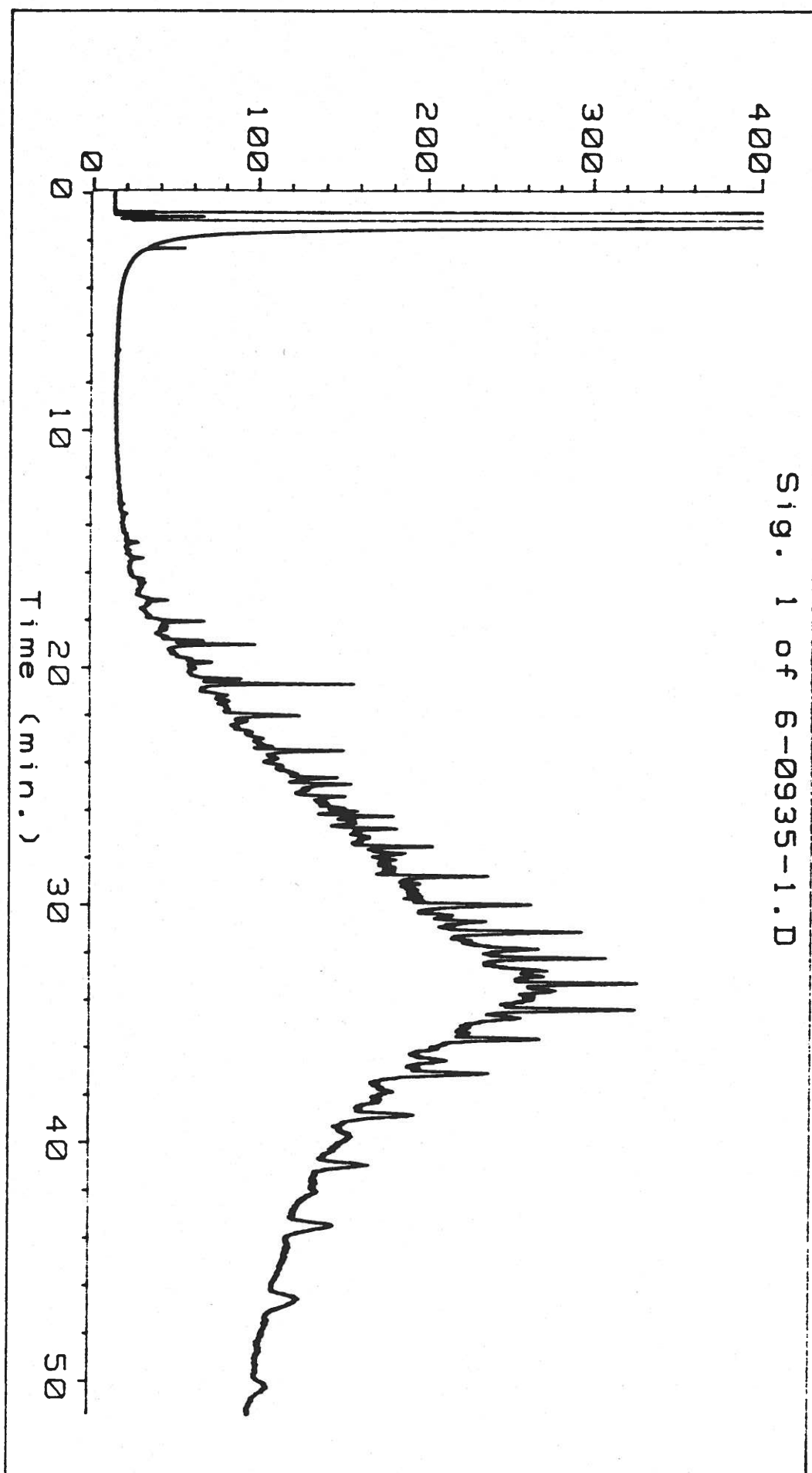
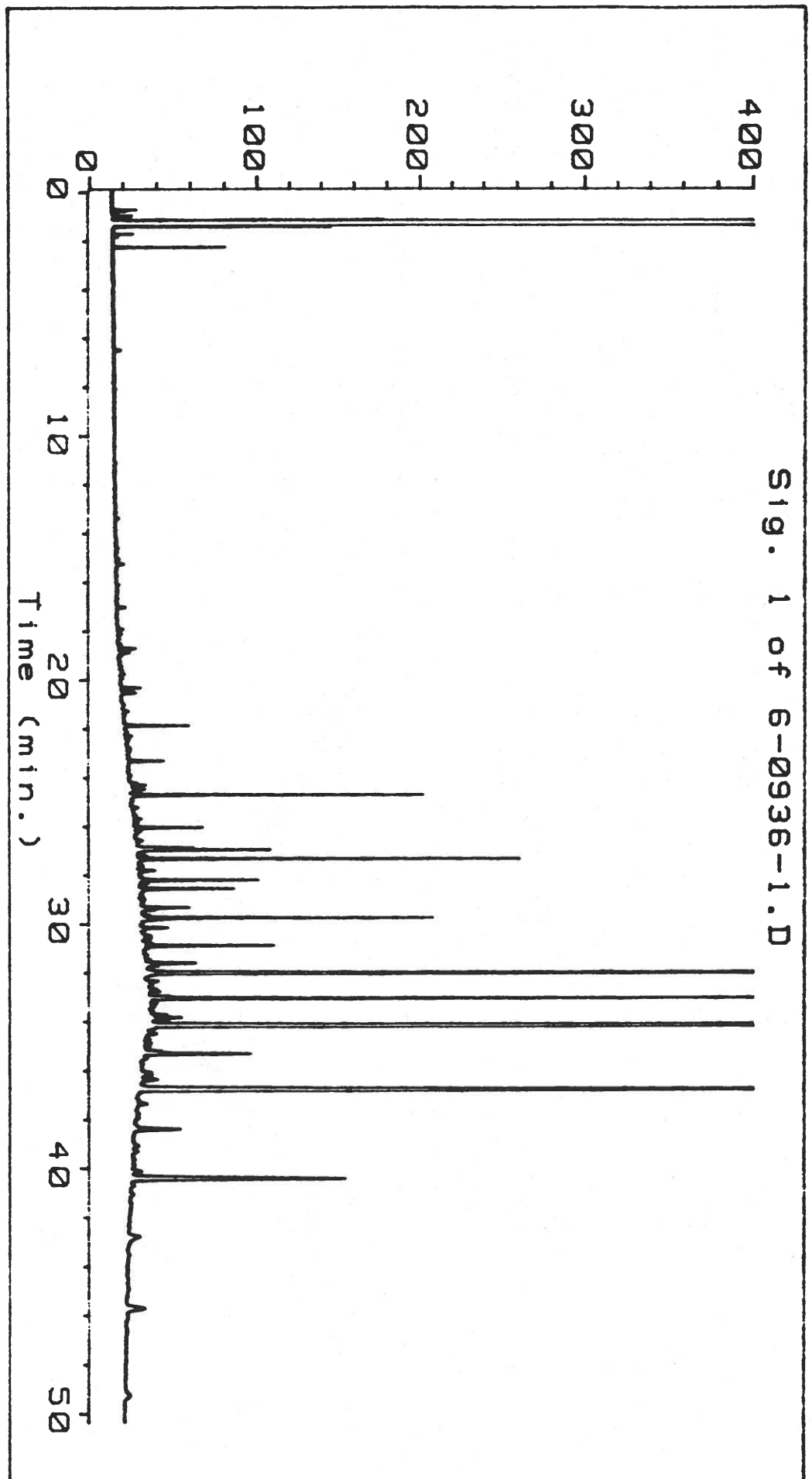


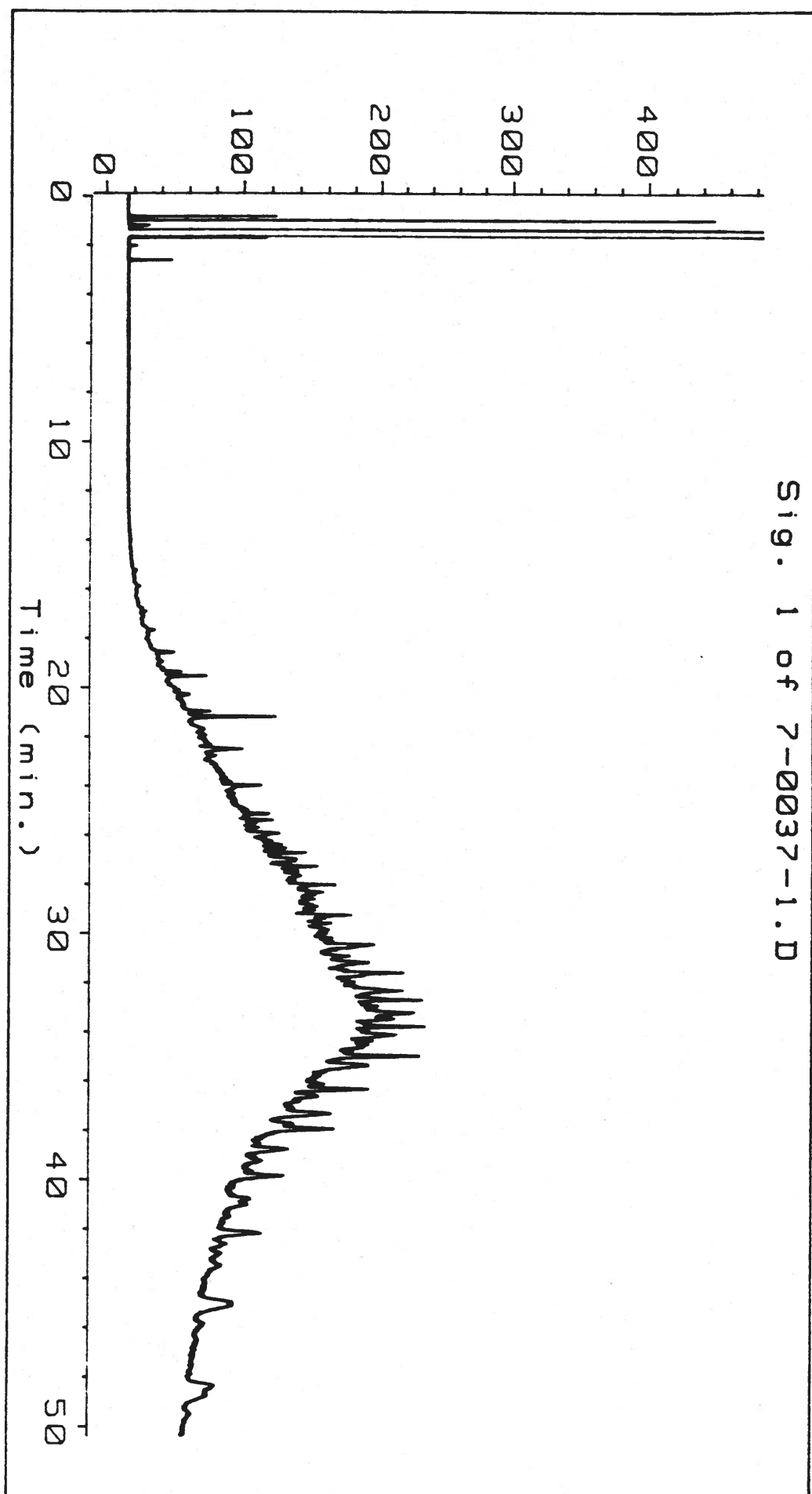
Fig. 1 of 6-0935-1.D

PARCEL 5: Sphagnum og fræs, lidt olie.  
Prøvetype: Jord (4. april 1986).

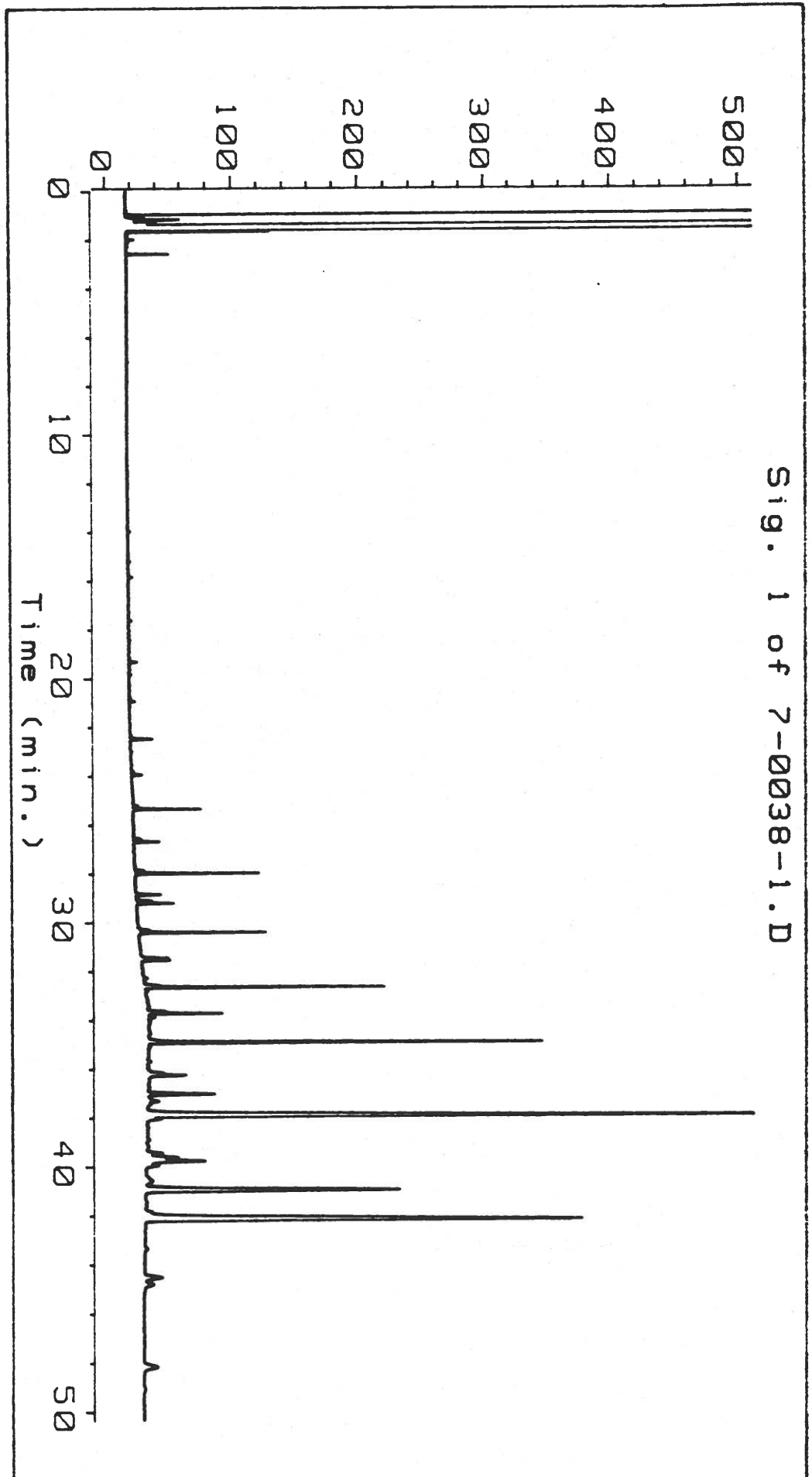




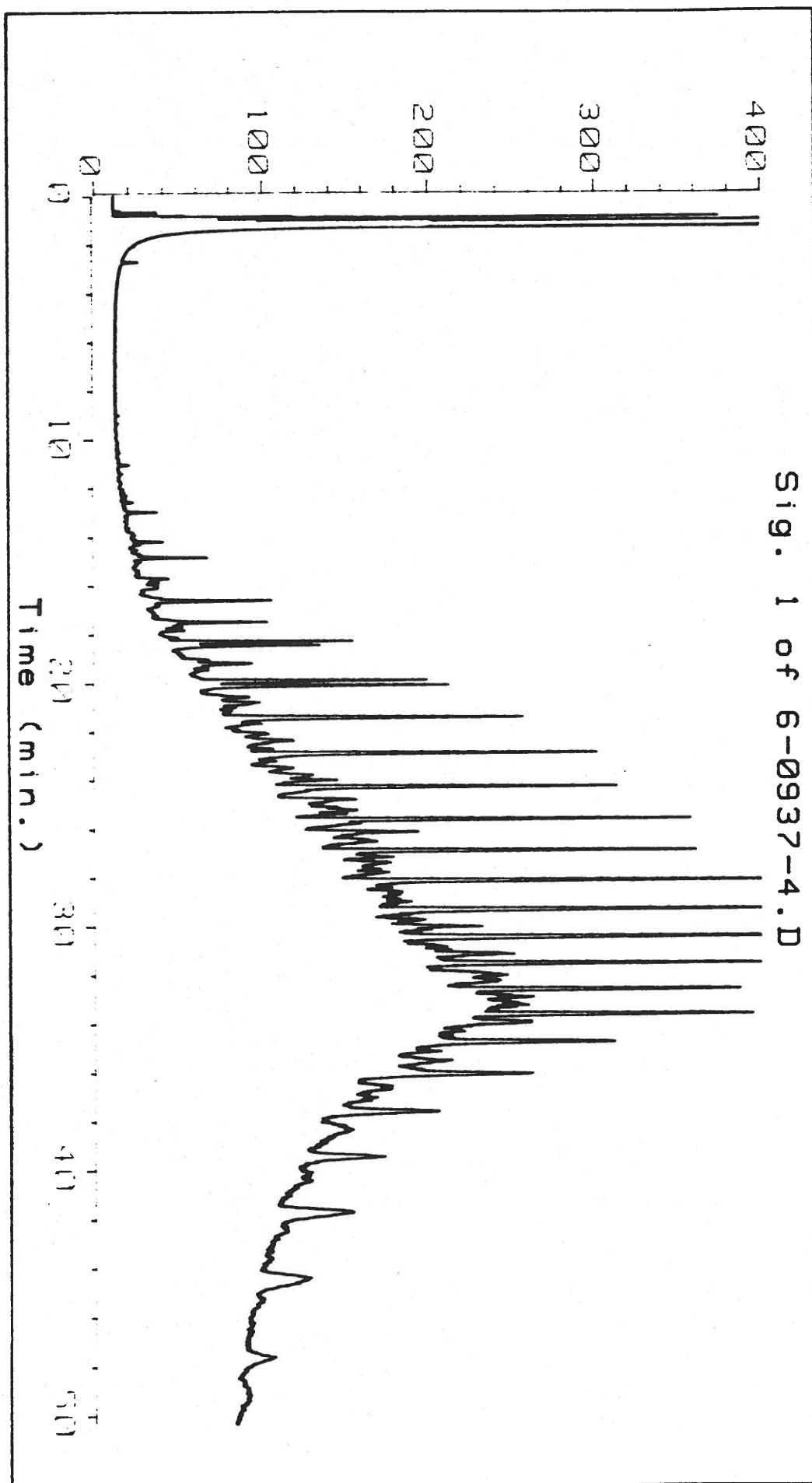
PARCEL 5: Sphagnum og fræs, lidt olie.  
Prøvetype: Olie + jord (24. september 1986).



PARCEL 5: Sphagnum og fræs, lidt olie.  
Prøvetype: Jord (24.september 1986).

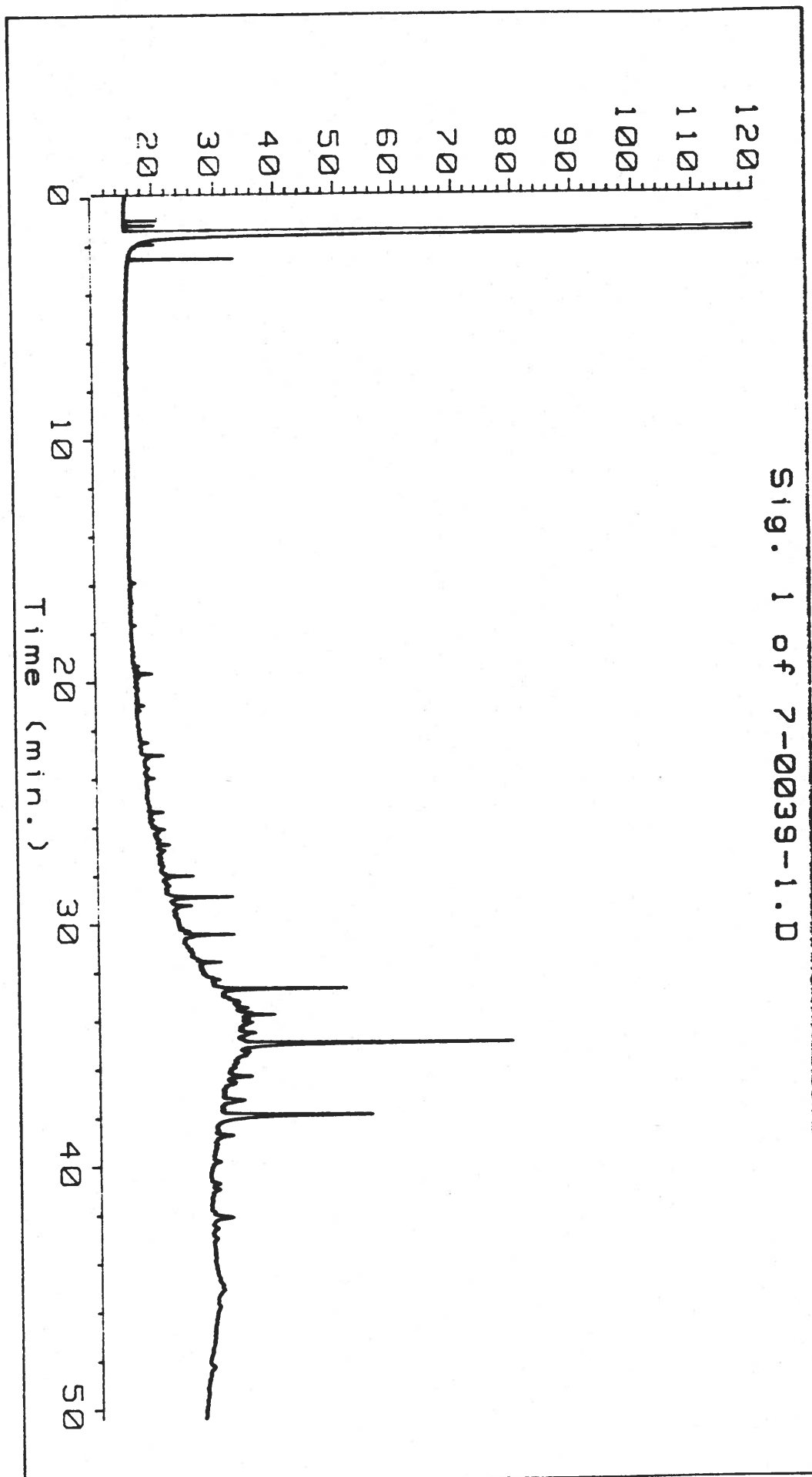


PARCEL 6: Sand, middel olie.  
Prøvetype: Olie + jord (4. april 1986)

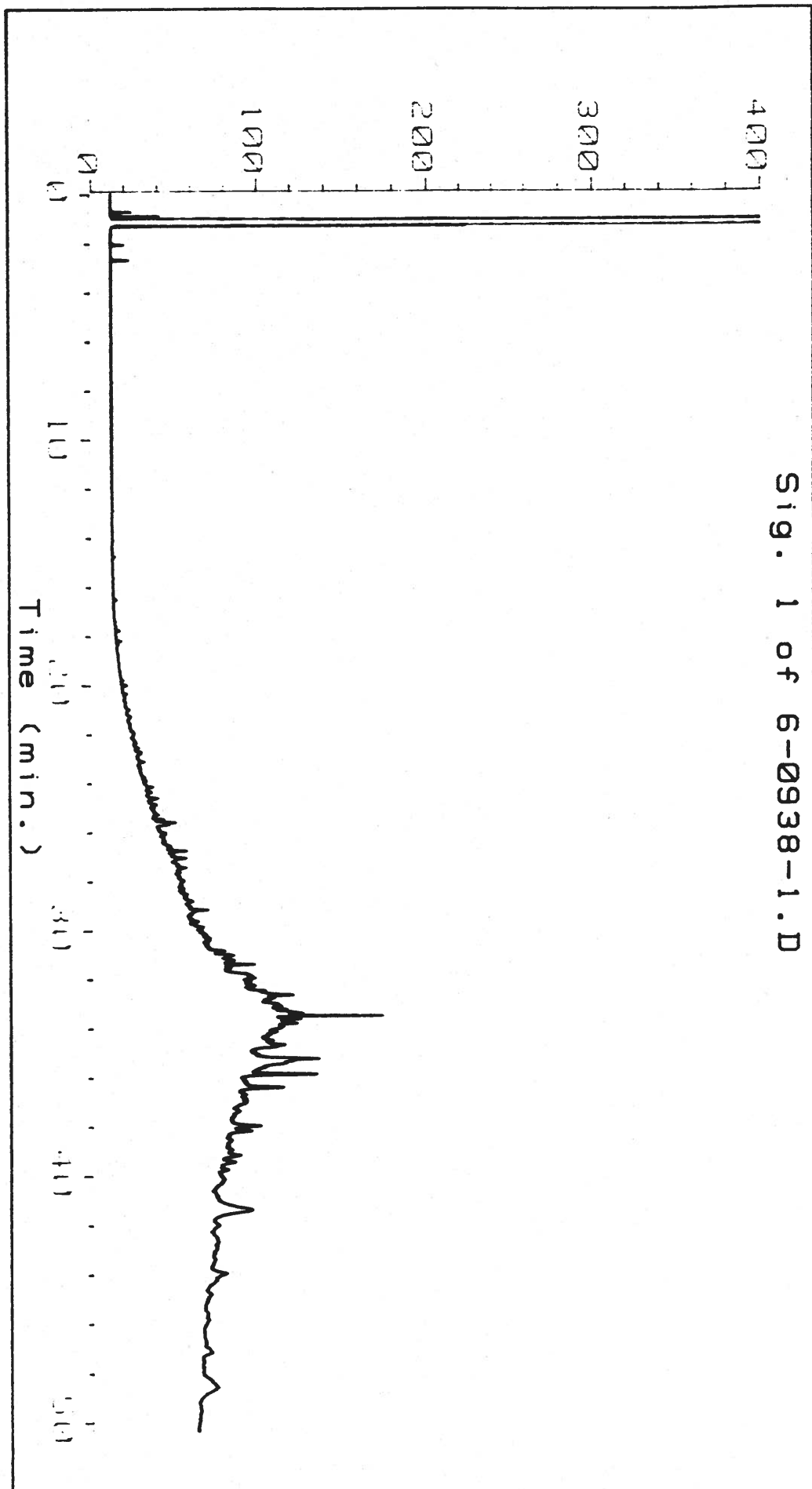


Sig. 1 of 6-0937-4.D

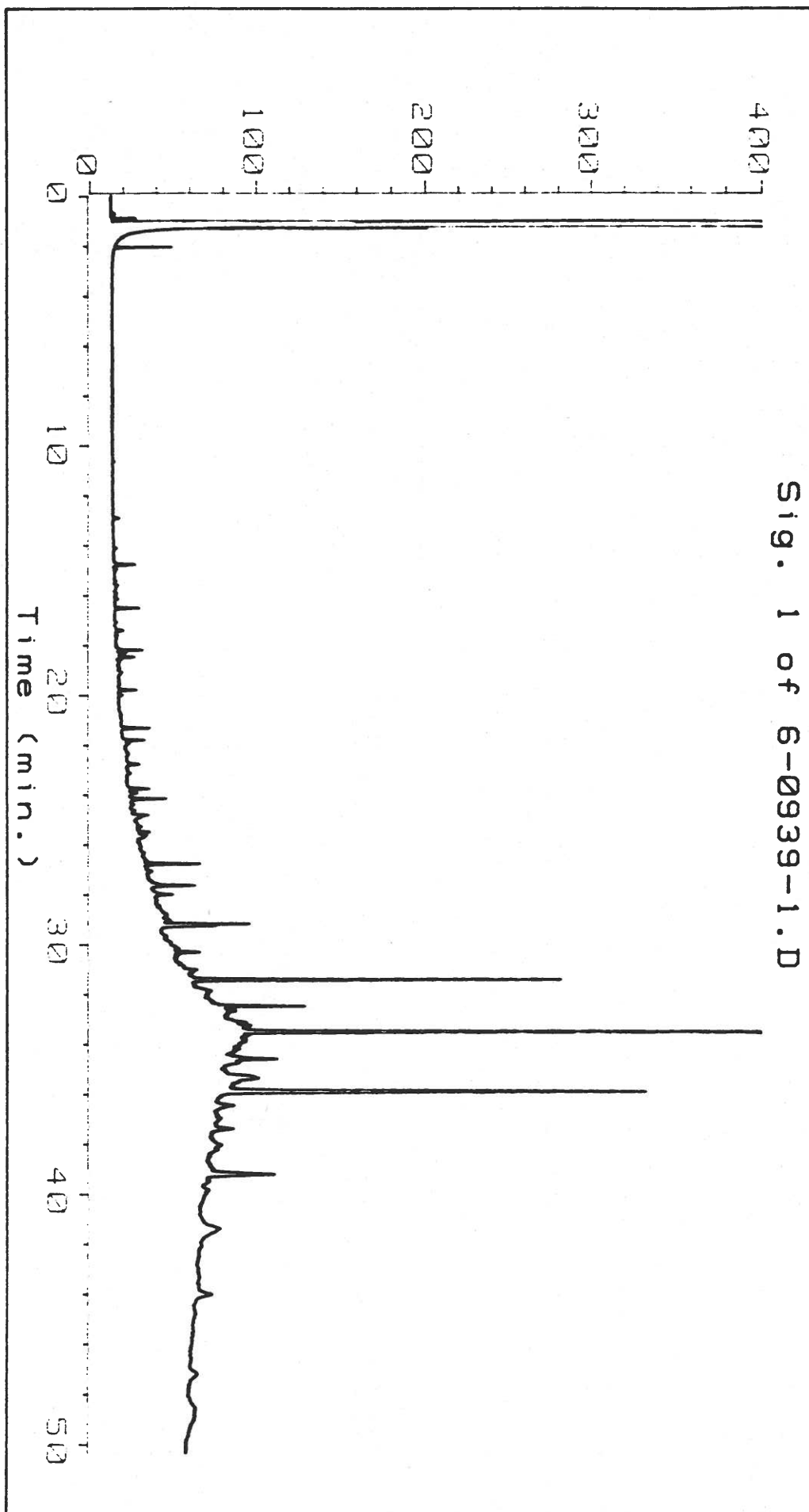
PARCEL 6: Sand, middel olie.  
Prøvetype: Olie + jord (24. september 1986)



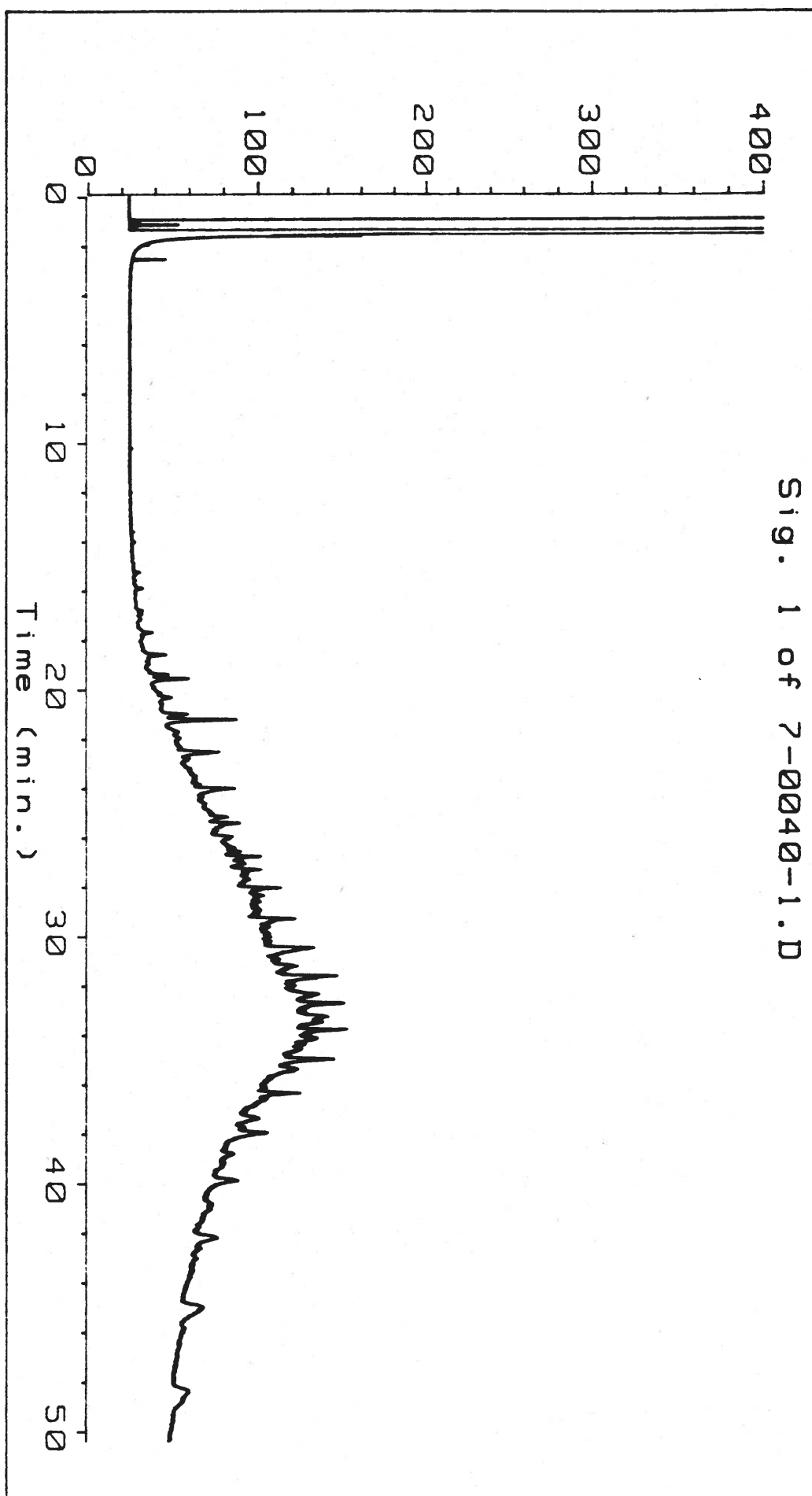
PARCEL 7: Gødning og fræs, lidt olie.  
Prøvetype: Olie + jord (4. april 1986).



PARCEL 7: Gødning og fræs, lidt olie.  
Prøvetype: Jord (4. april 1986)

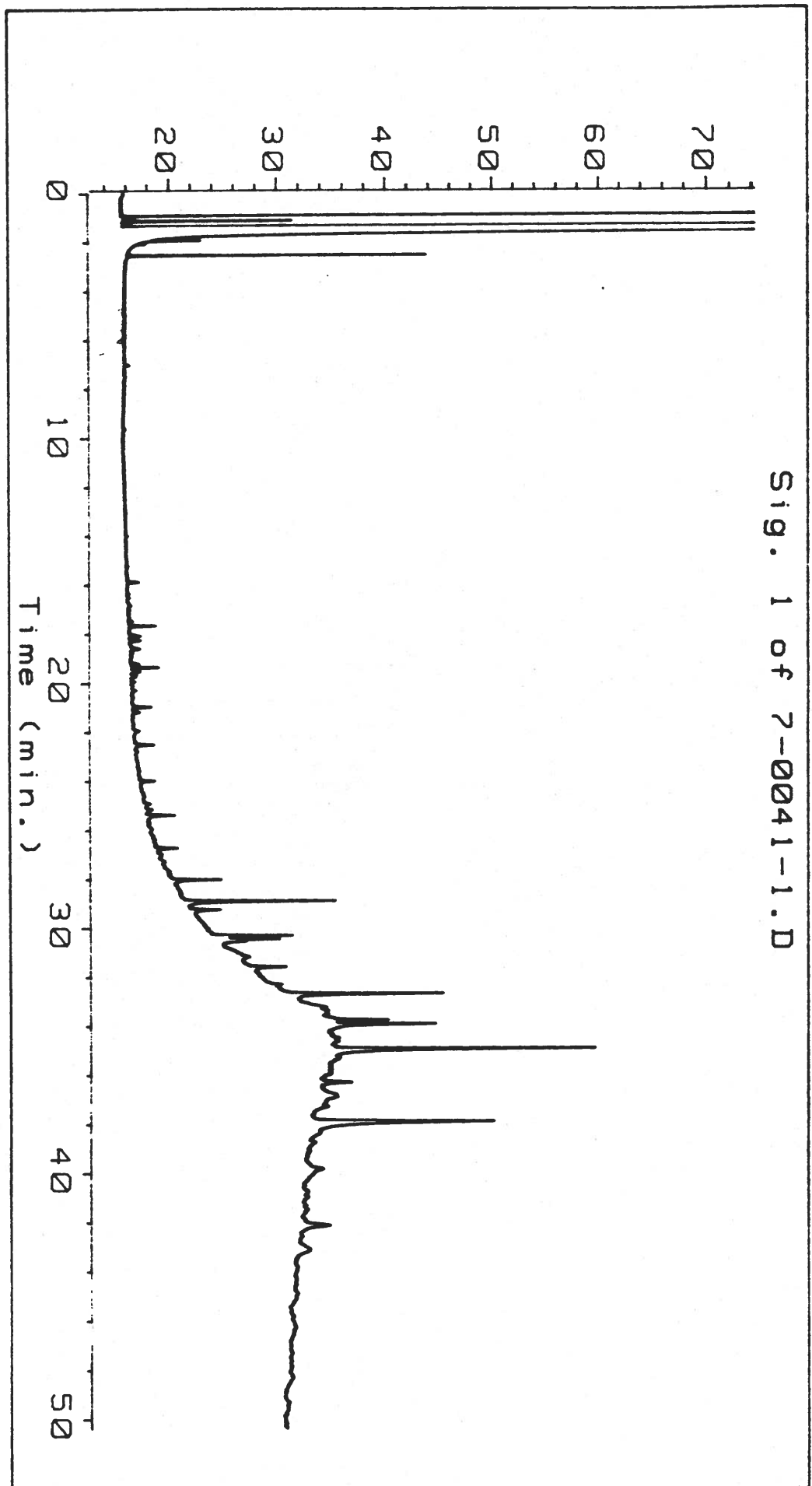


PARCEL 7: Gødning og fræs, lidt olie.  
Prøvetype: Olie + jord (24. september 1986).



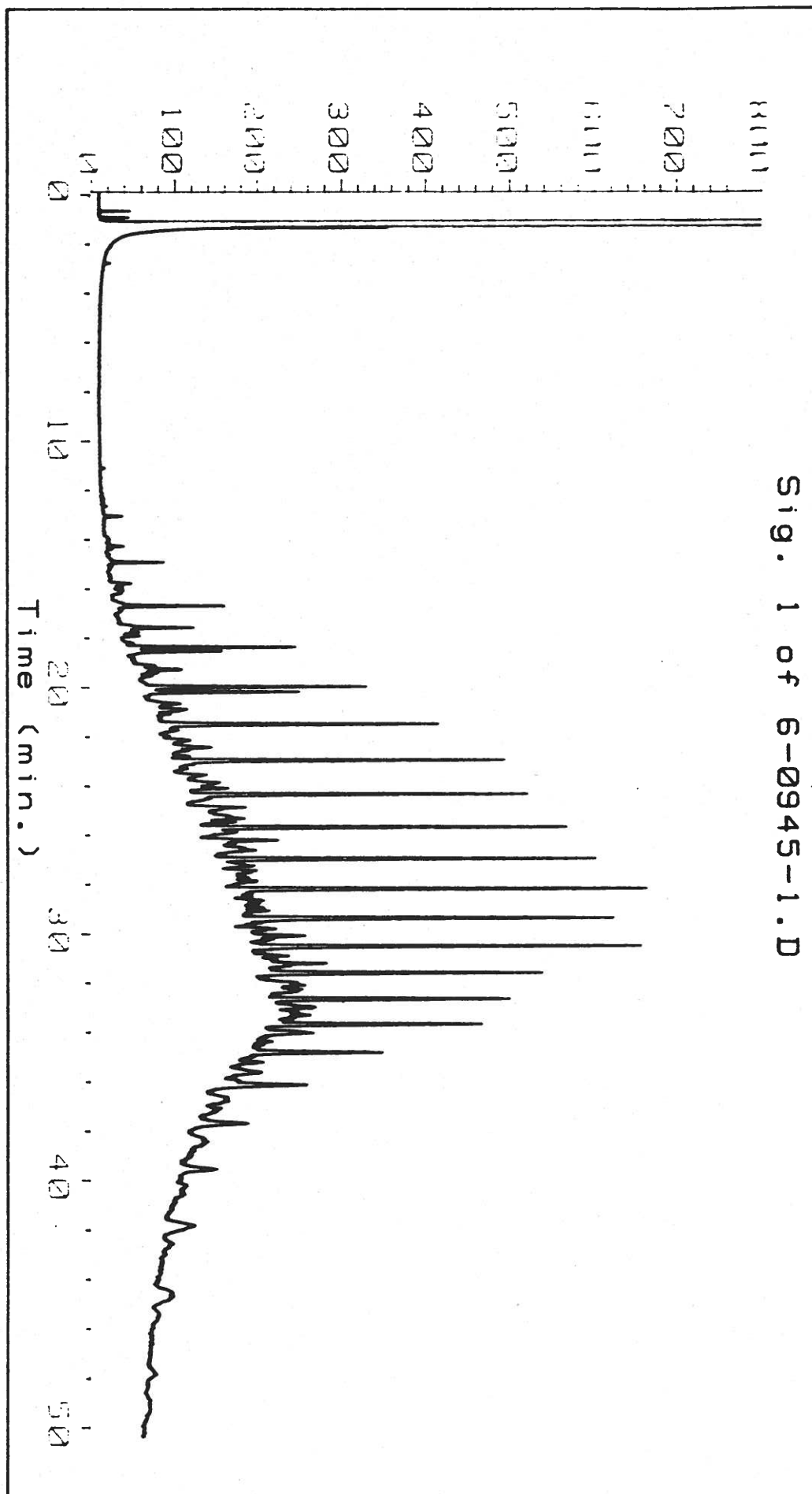
Sig. 1 of 7-0040-1.D

PARCEL 7: Gødning og fræs, lidt olie.  
Prøvetype: Jord (24. september 1986).

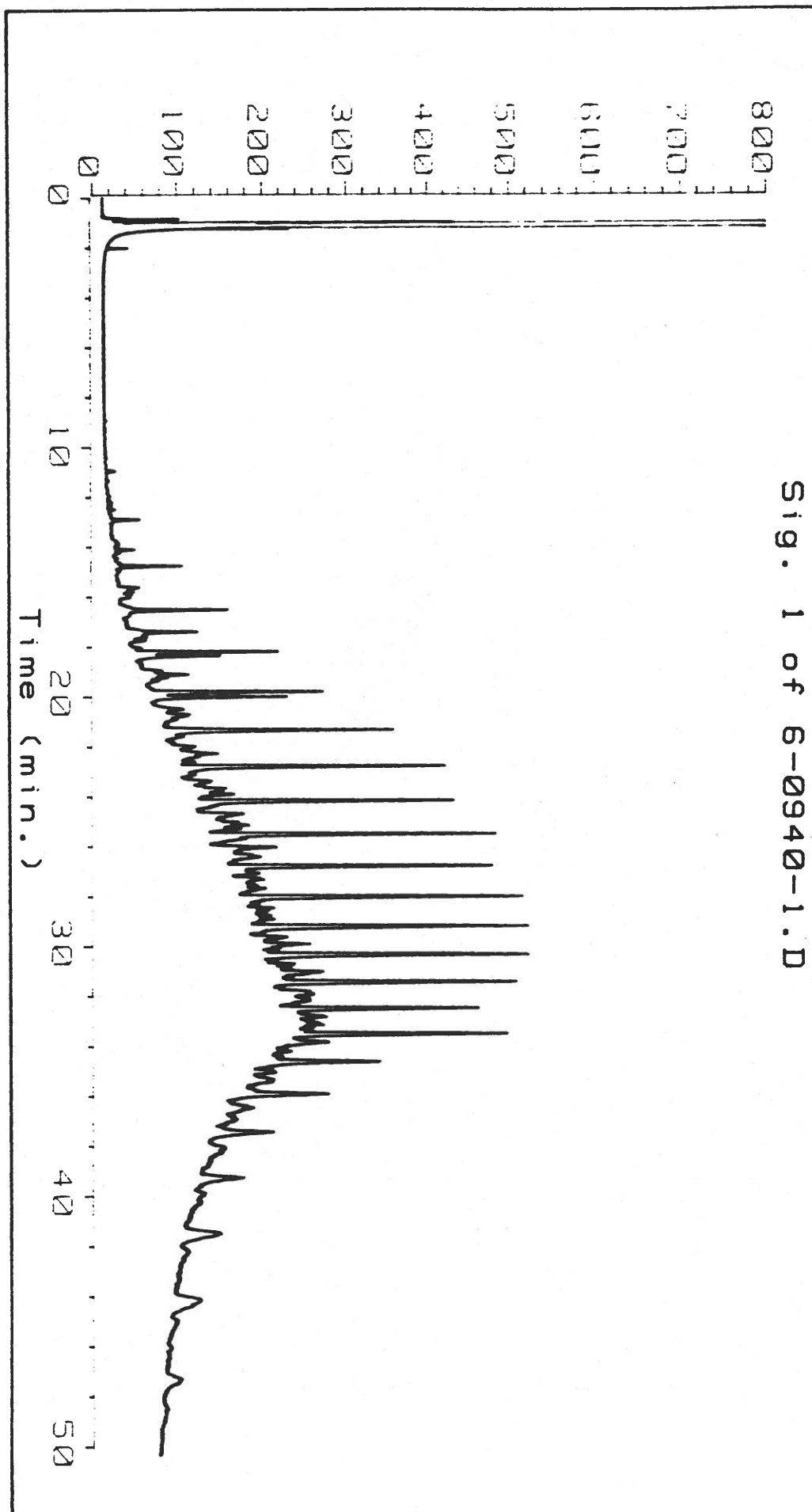




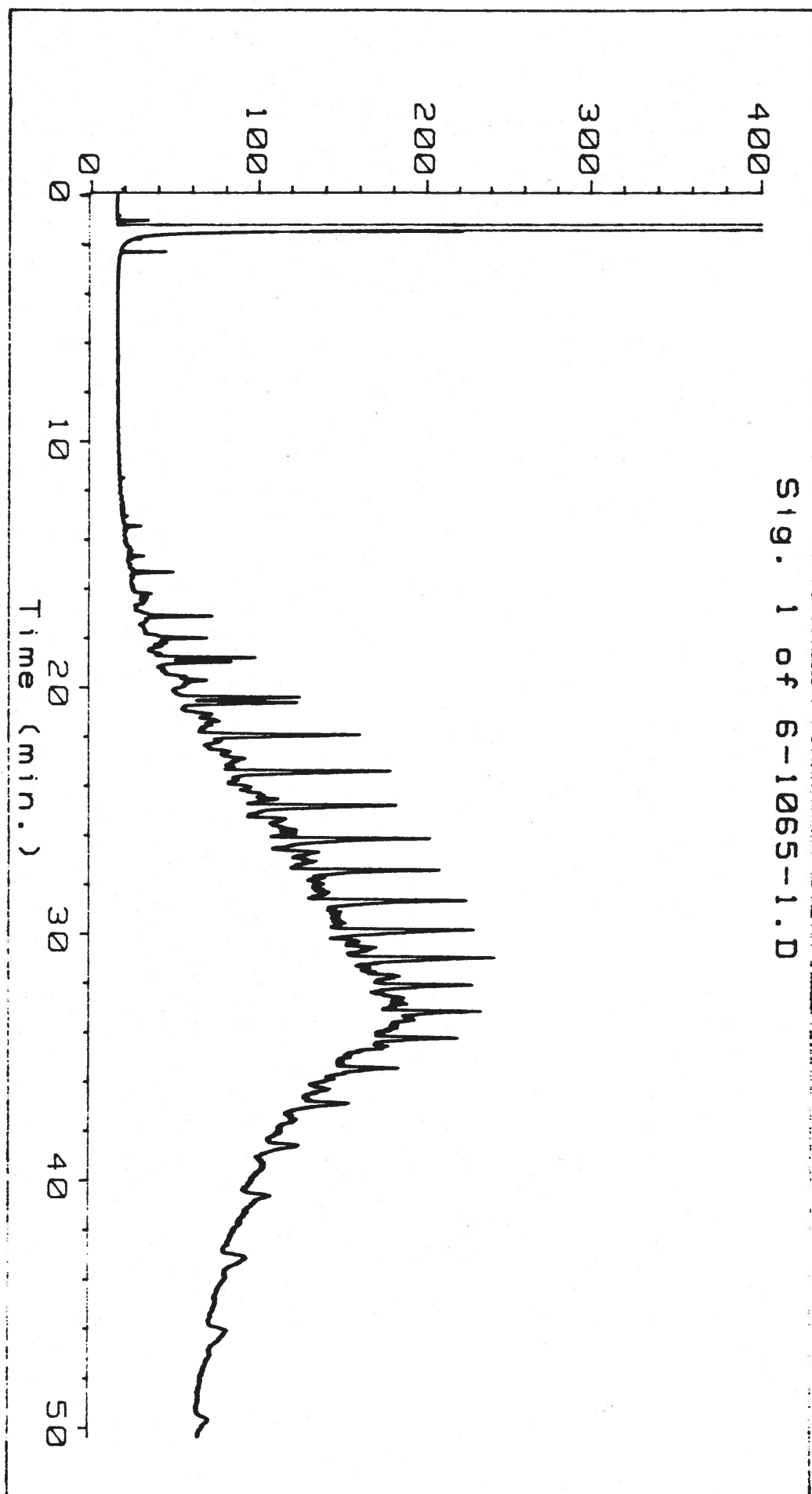
PARCEL 8: Fræsning, meget olie.  
Prøvetype: Olie (4. april 1986).



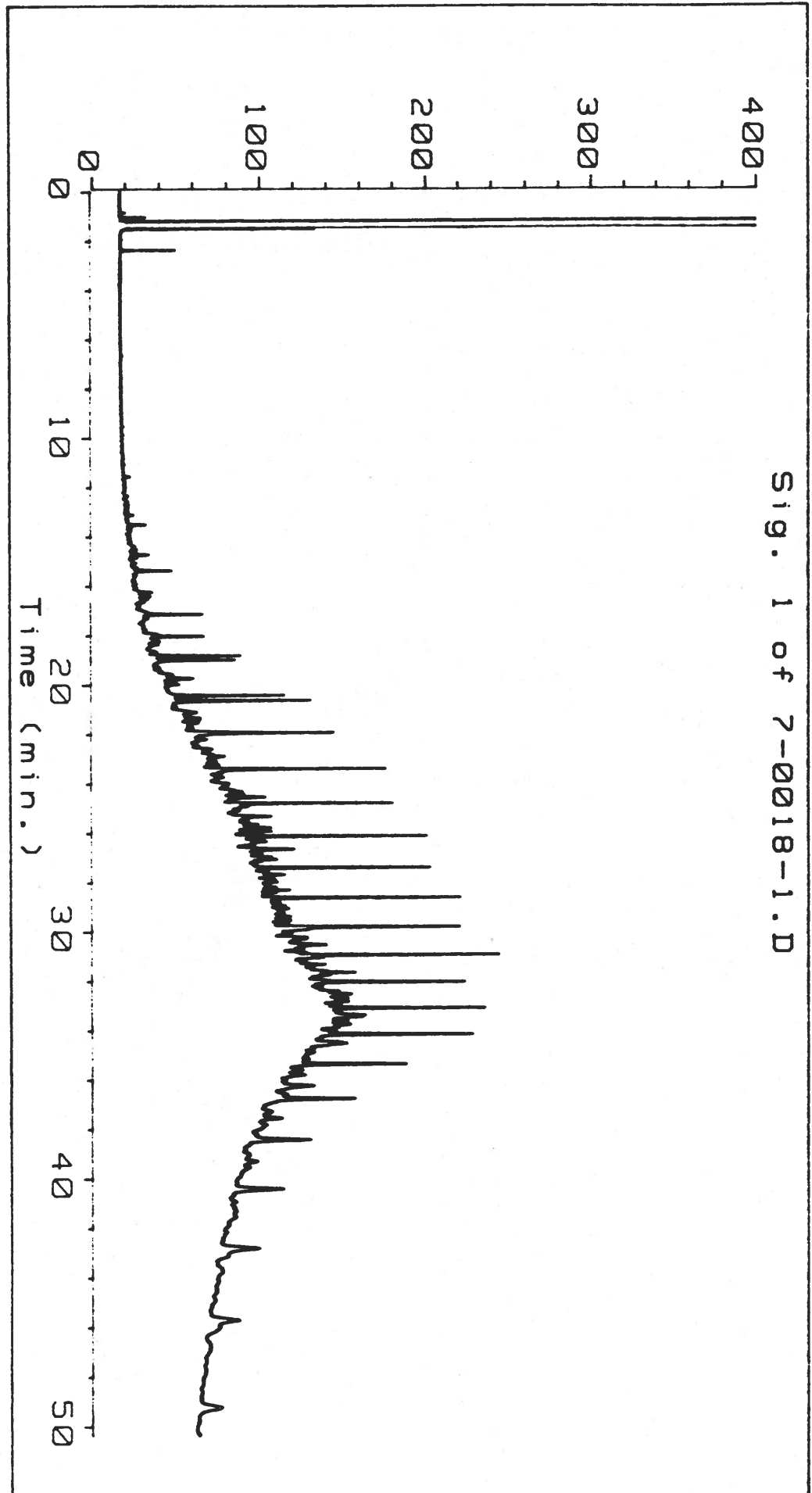
PARCEL 8: Fræsning, meget olie.  
Prøvetype: Jord under olie (4. april 1986).



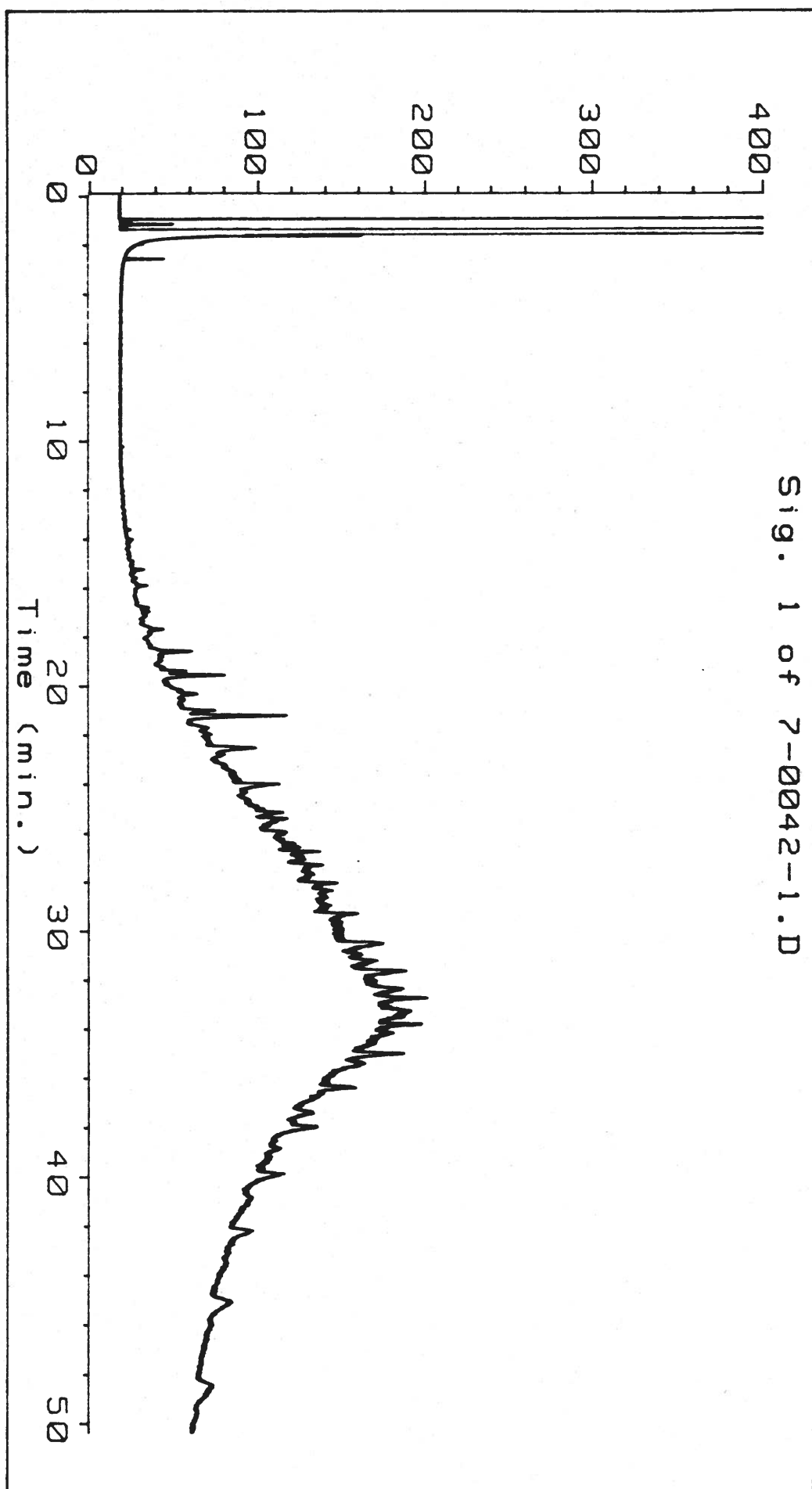
PARCEL 8: Fræsning, meget olie.  
Prøvetype: Olie + jord ( 18. juni 1986).



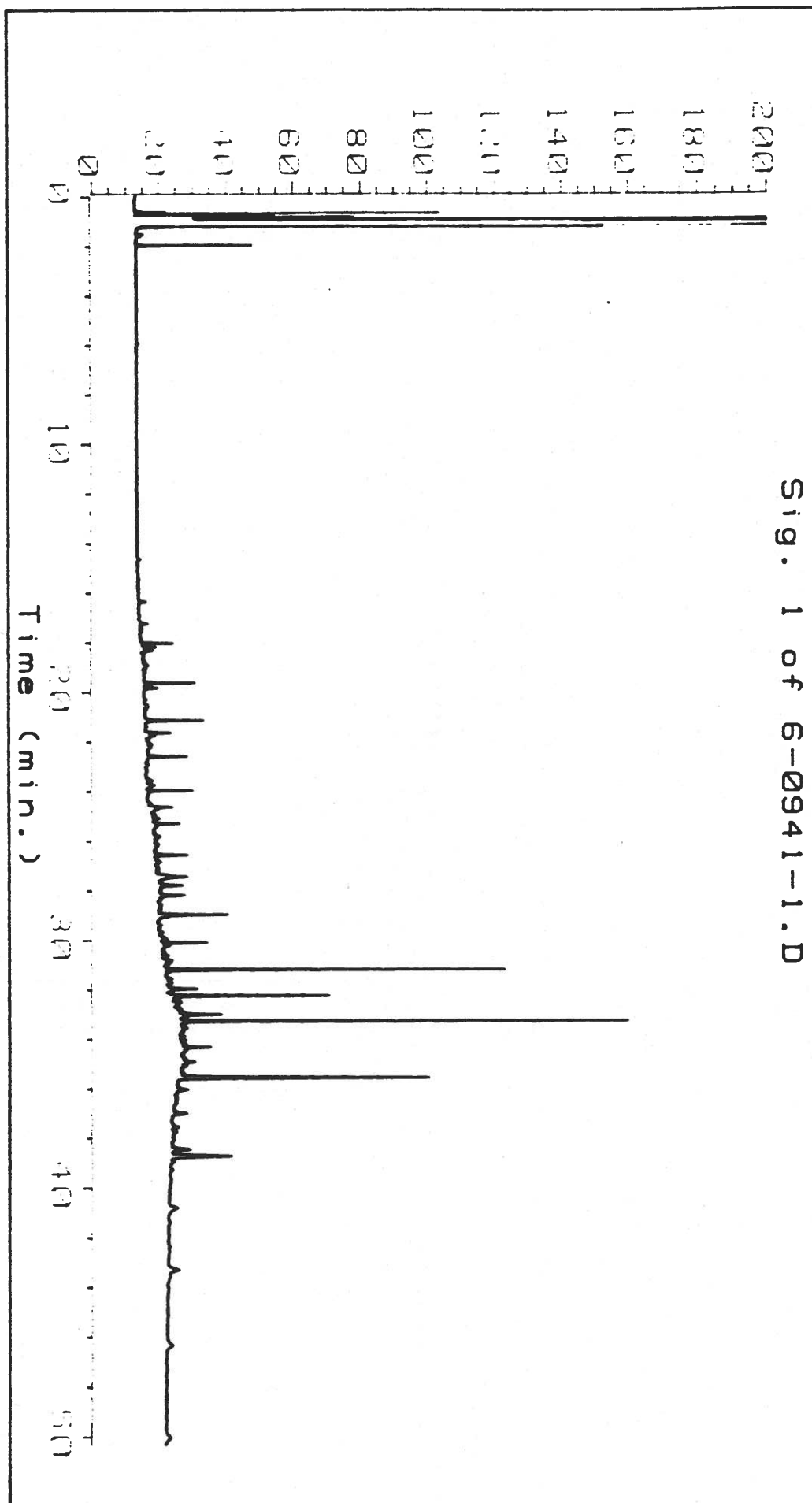
PARCEL 8: Fræsning, meget olie.  
Prøvetype: Olie + jord (5. august 1986)



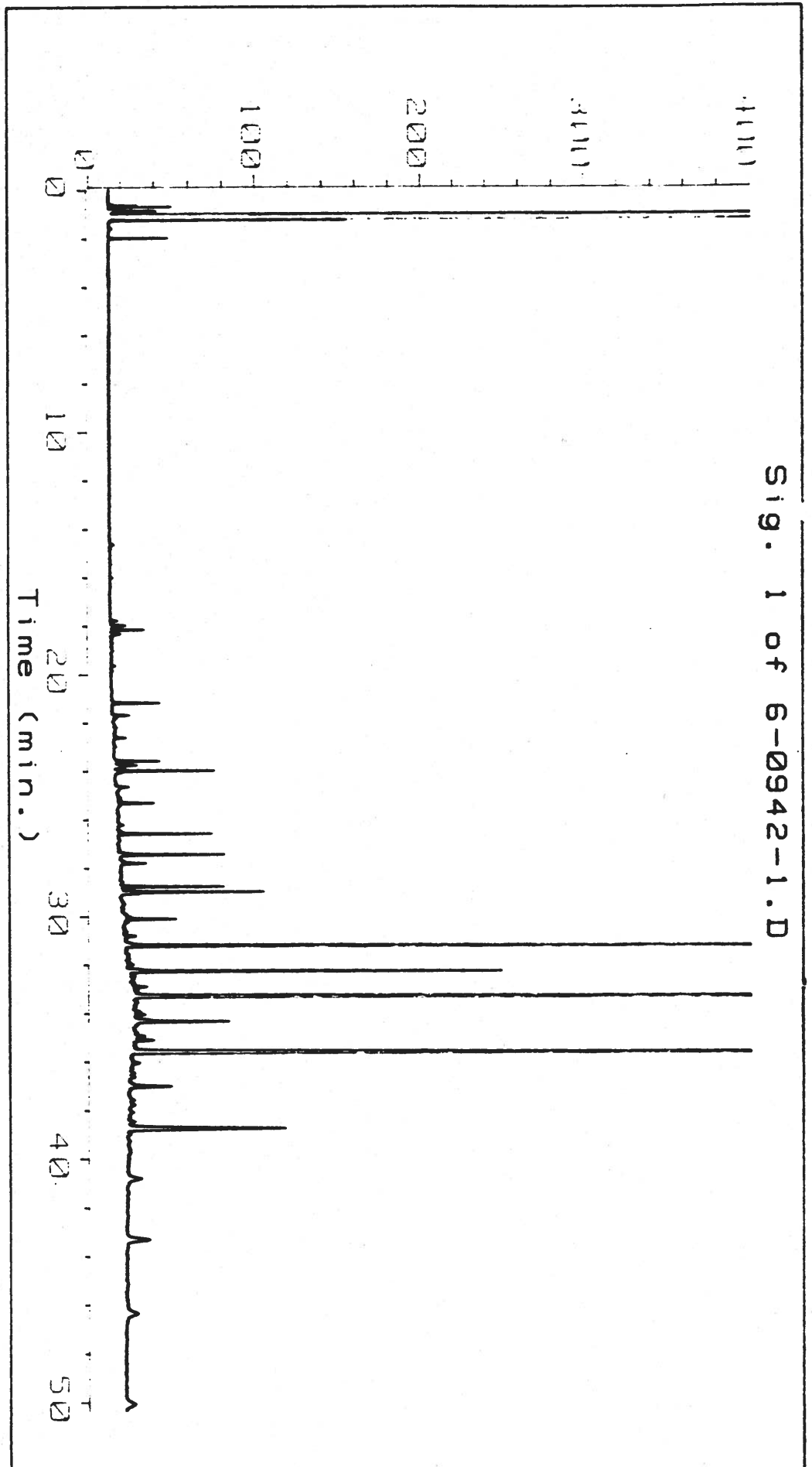
PARCEL 8: Fræsning, meget olie.  
Prøvetype: Olie + jord (24. september 1986).



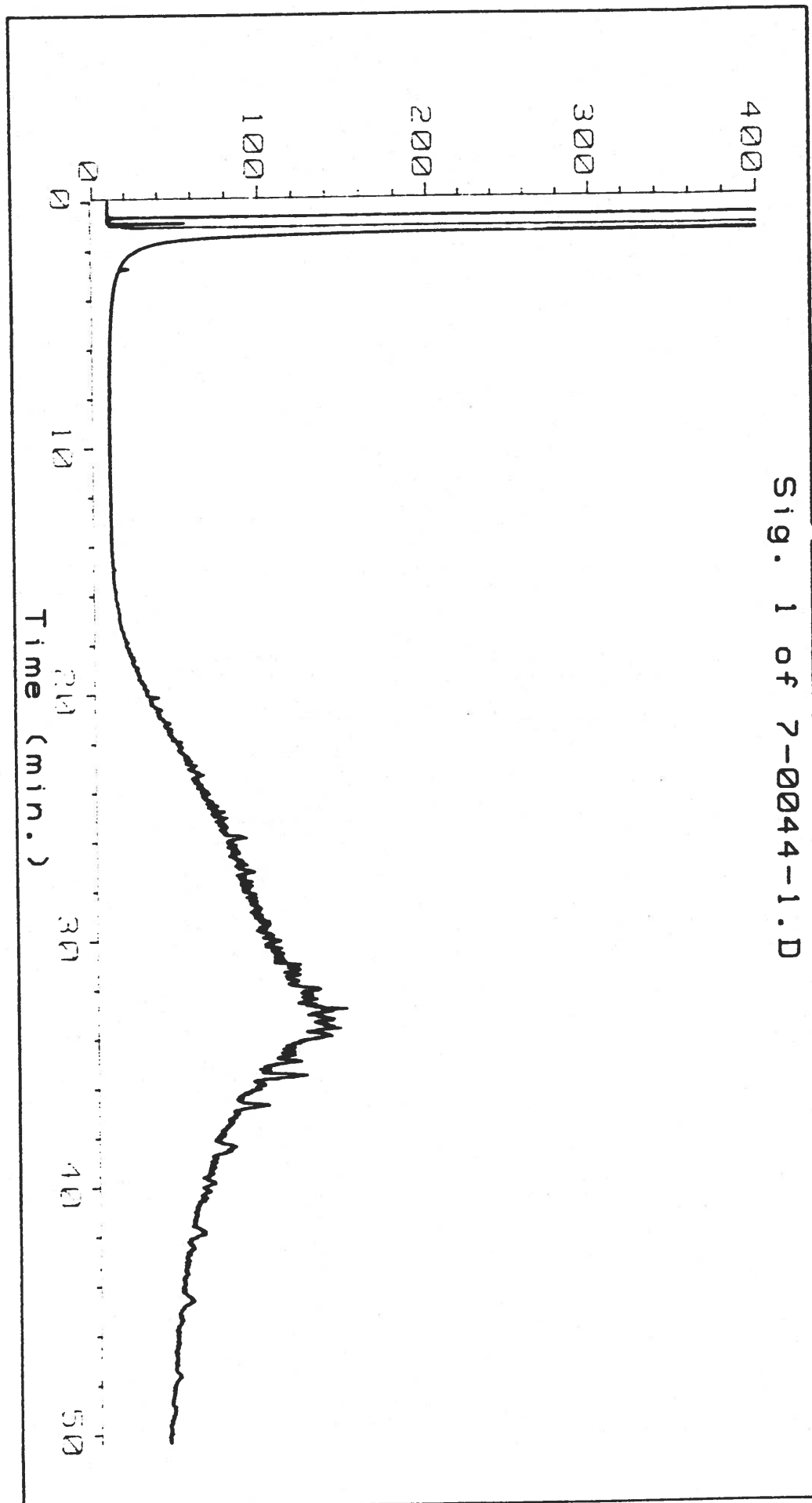
PARCEL 8: fræsning, lidt olie.  
Prøvetype: Olie + jord (4. april 1986).



PARCEL 8: Fræsning, lidt olie.  
Prøvetype: jord (4. april 1986).

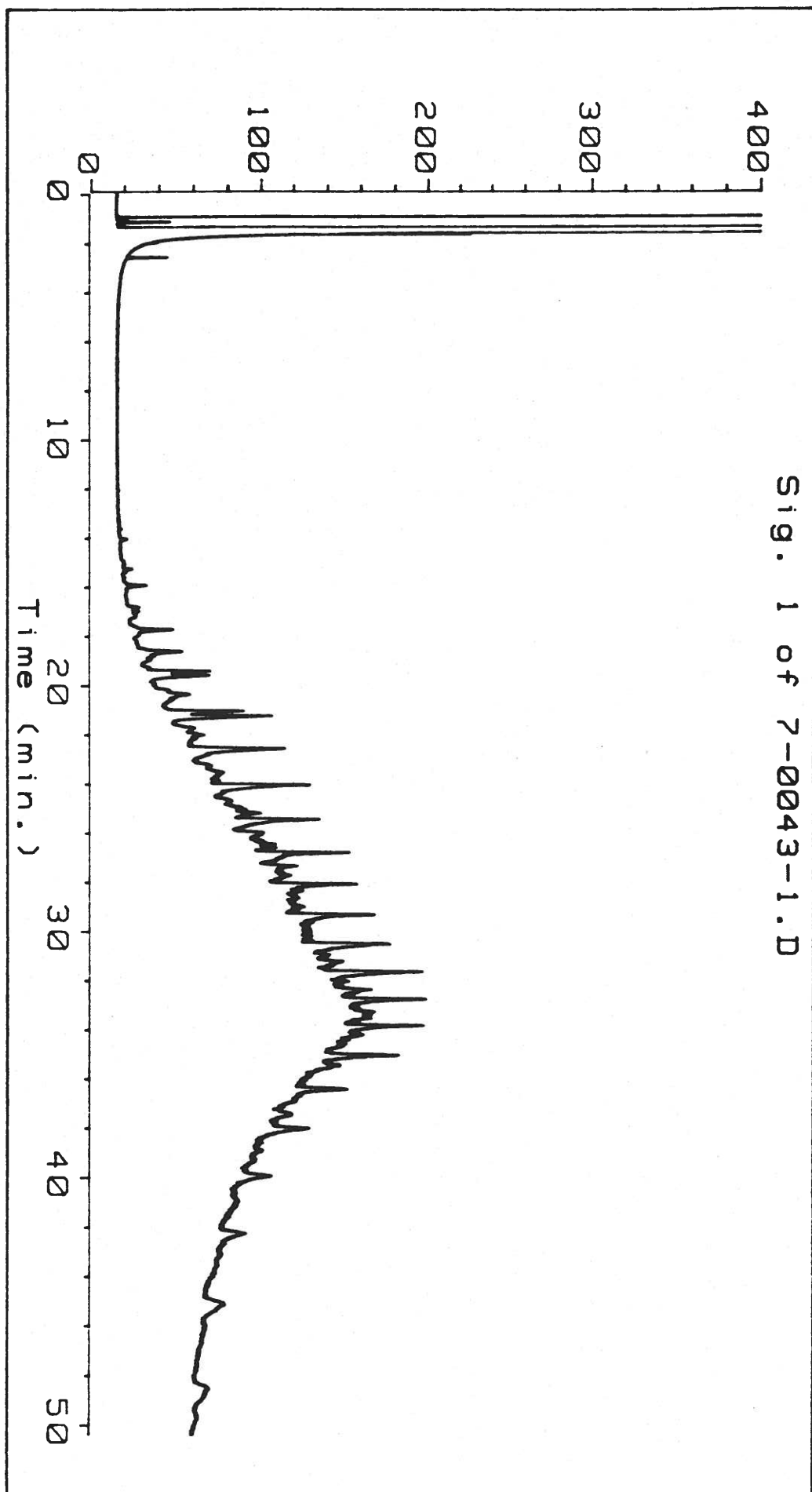


PARCEL 8: Fræsning, lidt olie.  
Prøvetype: Olie + jord (24. september 1986).



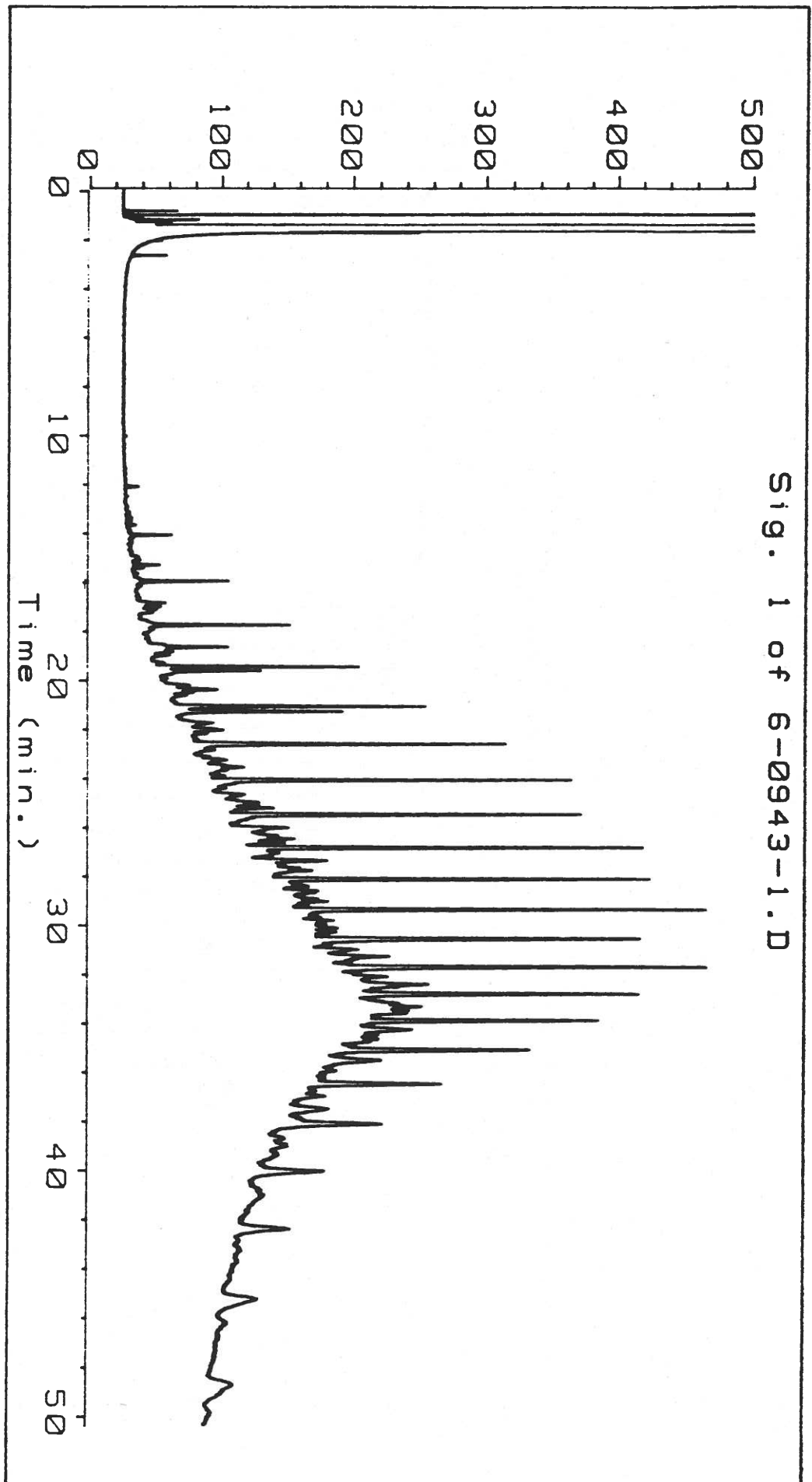


PARCEL 8: Fræsning, lidt olie.  
Prøvetype: Jord (24. september 1986).

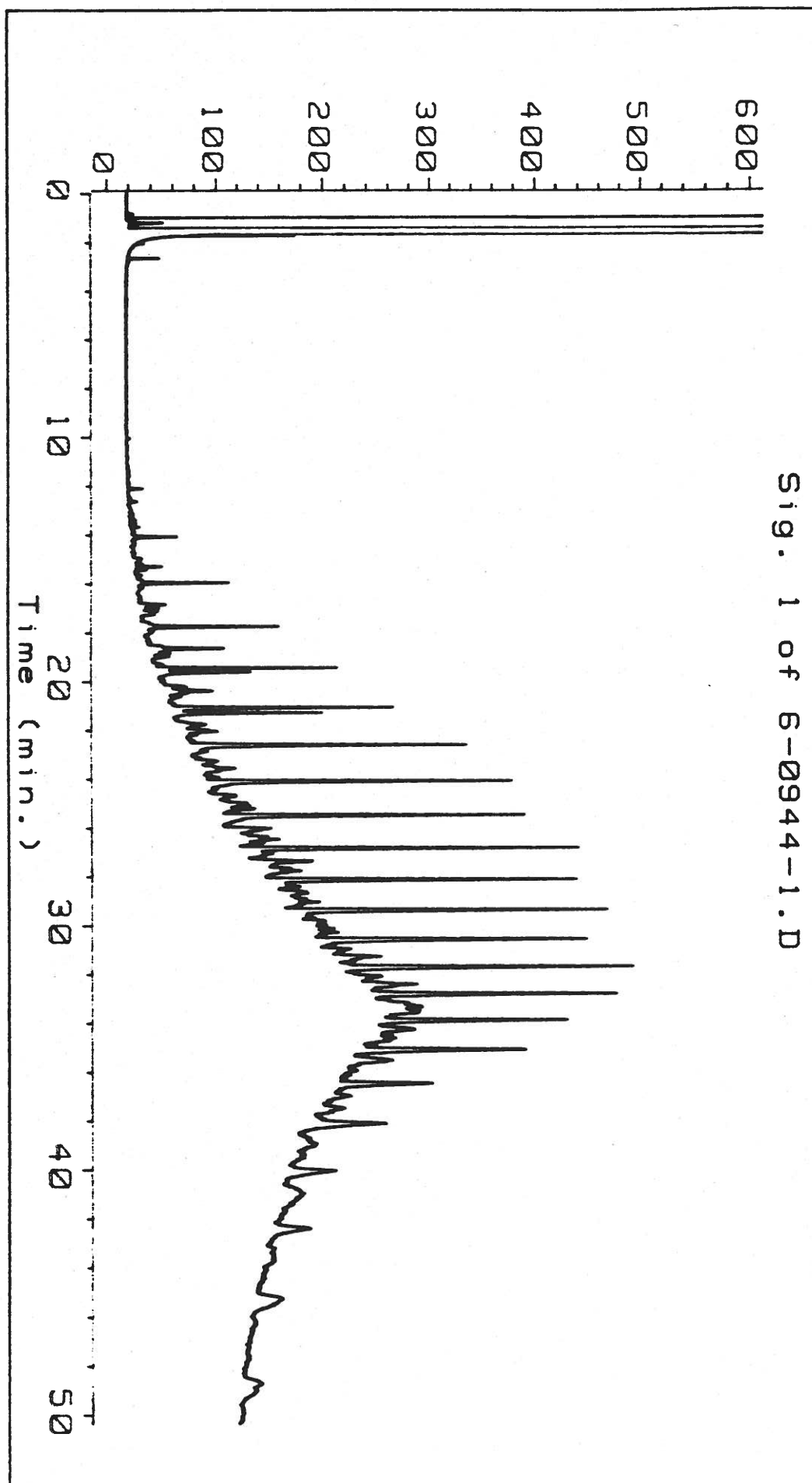


Sig. 1 of 7-0043-1.D

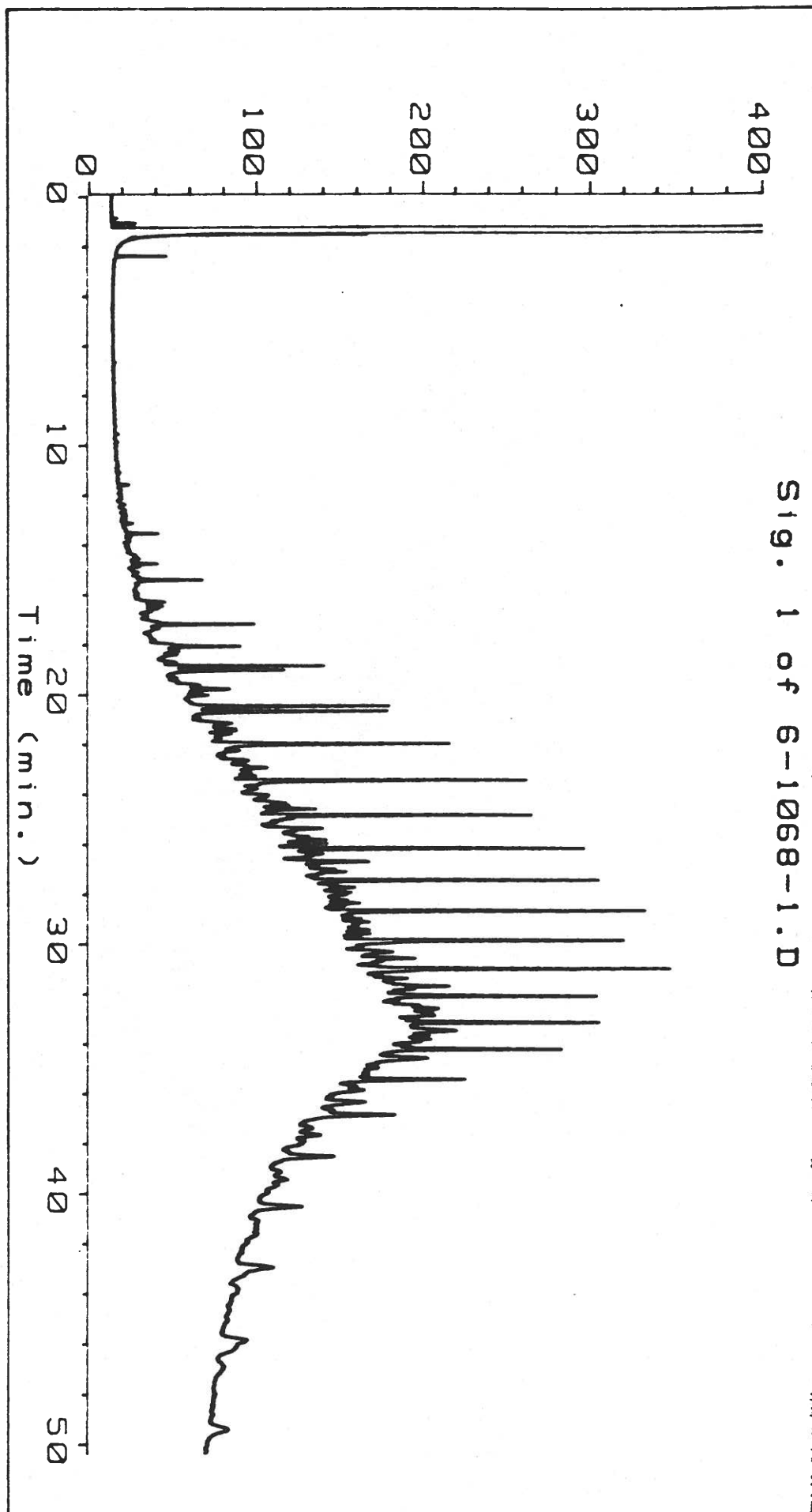
PARCEL 9: Gødning og fræs, meget olie.  
Prøvetype: Olie (4. april 1986).



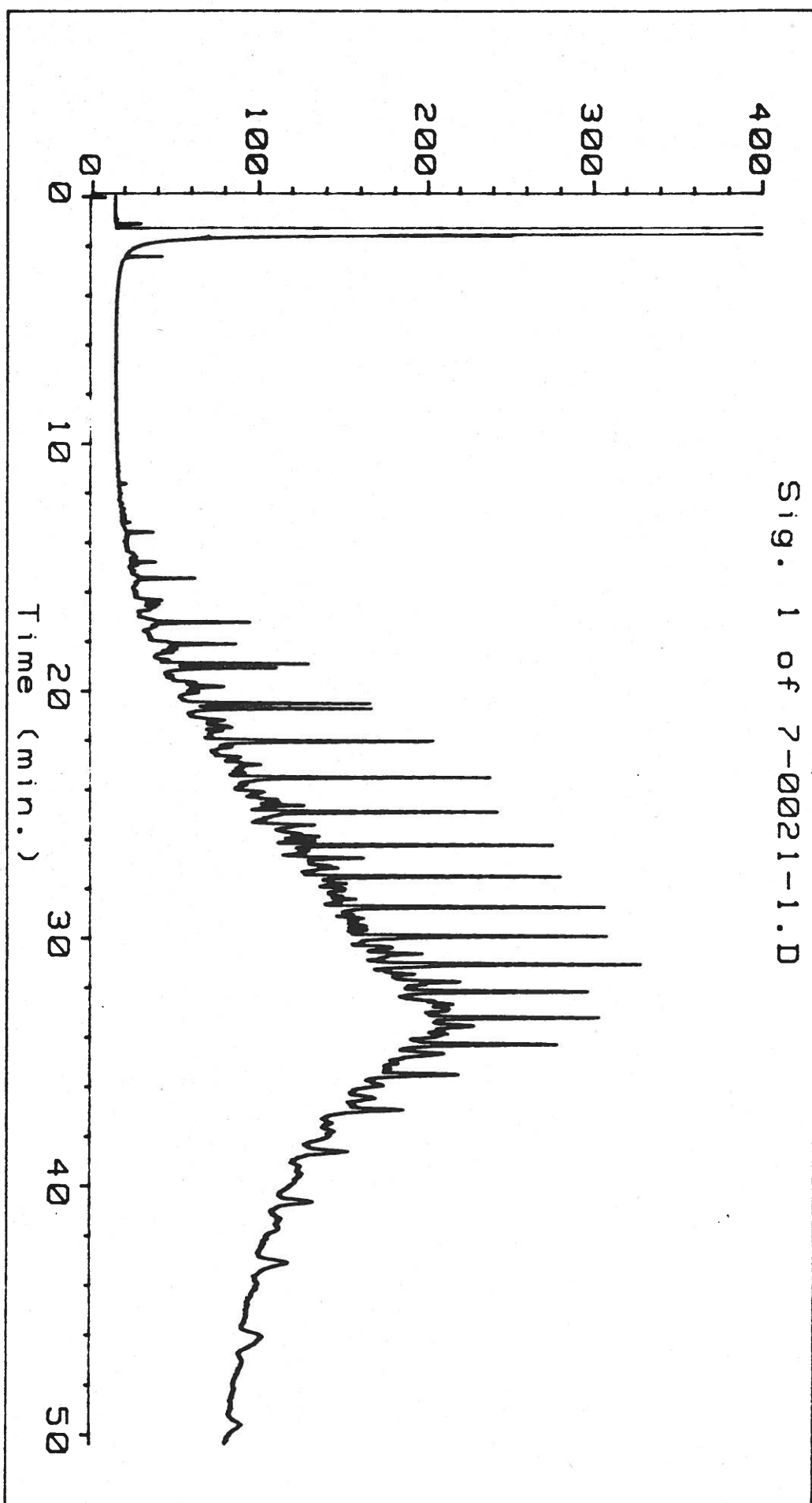
PARCEL 9: Gødning og fræs; meget olie.  
Prøvetype: Jord under olie (4. april 1986).



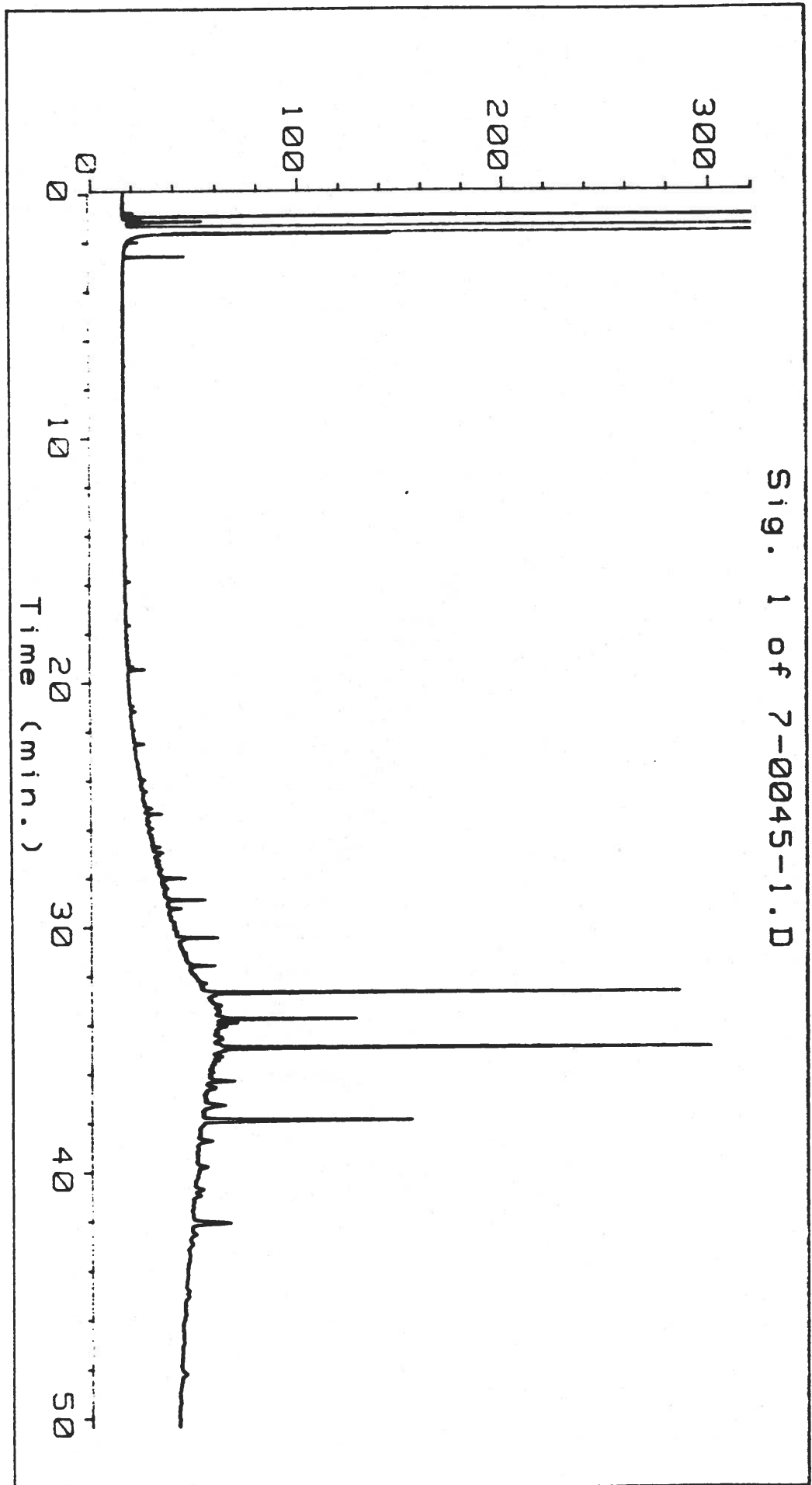
PARCEL 9: Gødning og fræs, meget olie.  
Prøvetype: Olie + jord (18. juni 1986).



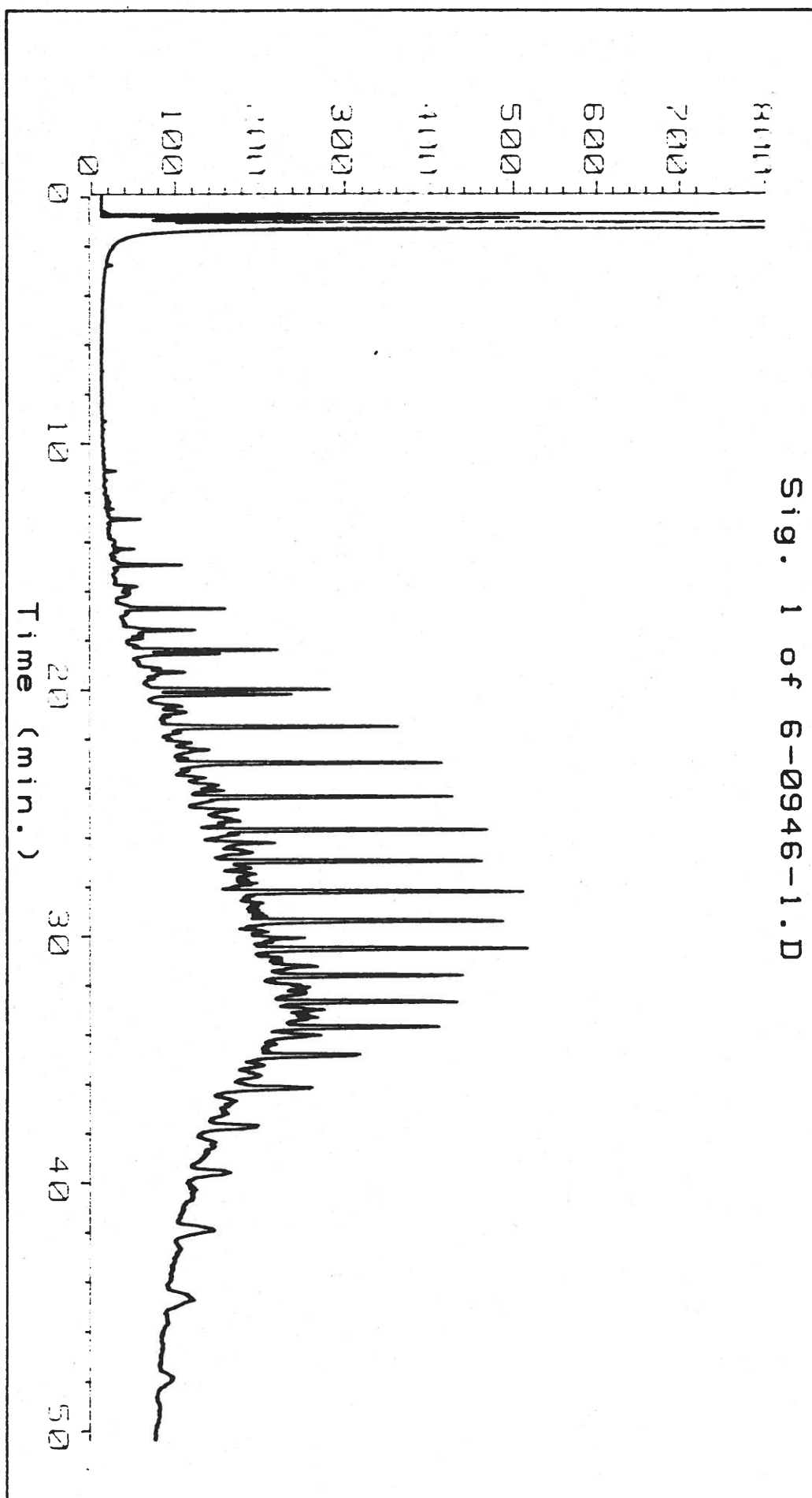
PARCEL 9: Gødning og fræs, meget olie.  
Prøvetype: Olie + jord (5. august 1986).



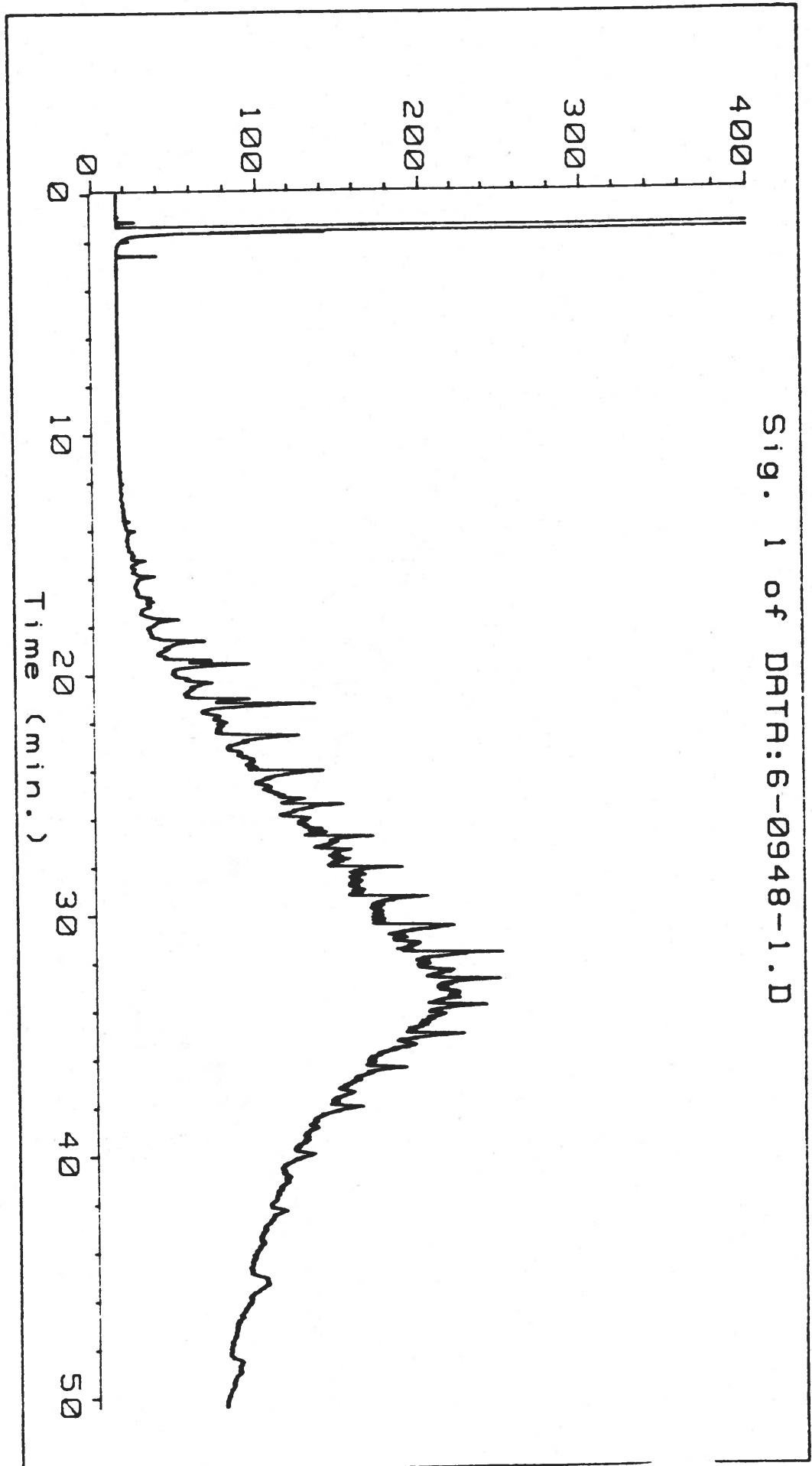
PARCEL 9: Gødning og fræs, meget olie.  
Prøvetype: Olie + jord (24. september 1986).



PARCEL 10: Gødning, meget olie.  
Prøvetype: Olie (4. april 1986).

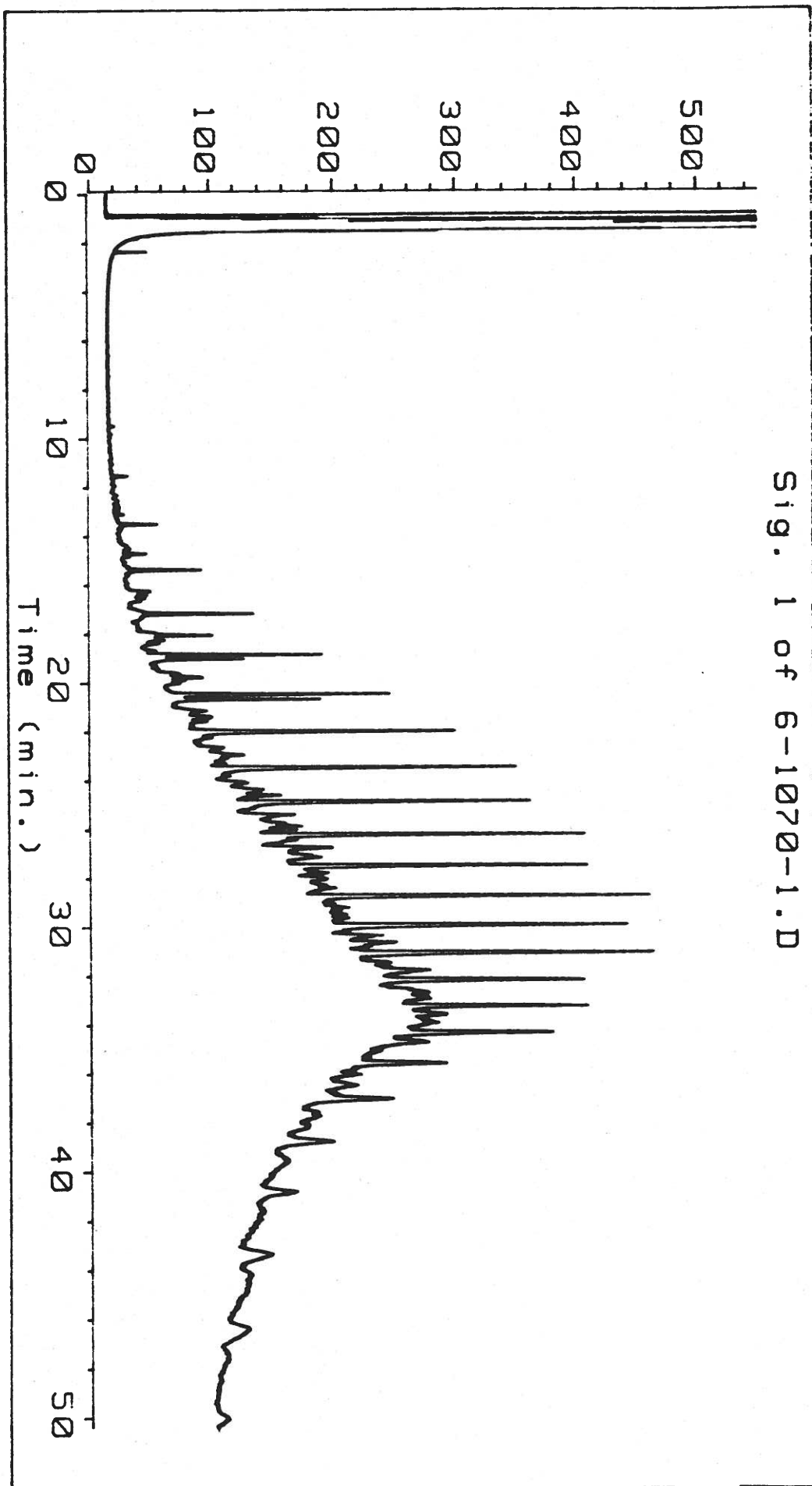


PARCEL 10: Gødning, meget olie.  
Prøvetype: Jord under olie (4. april 1986).



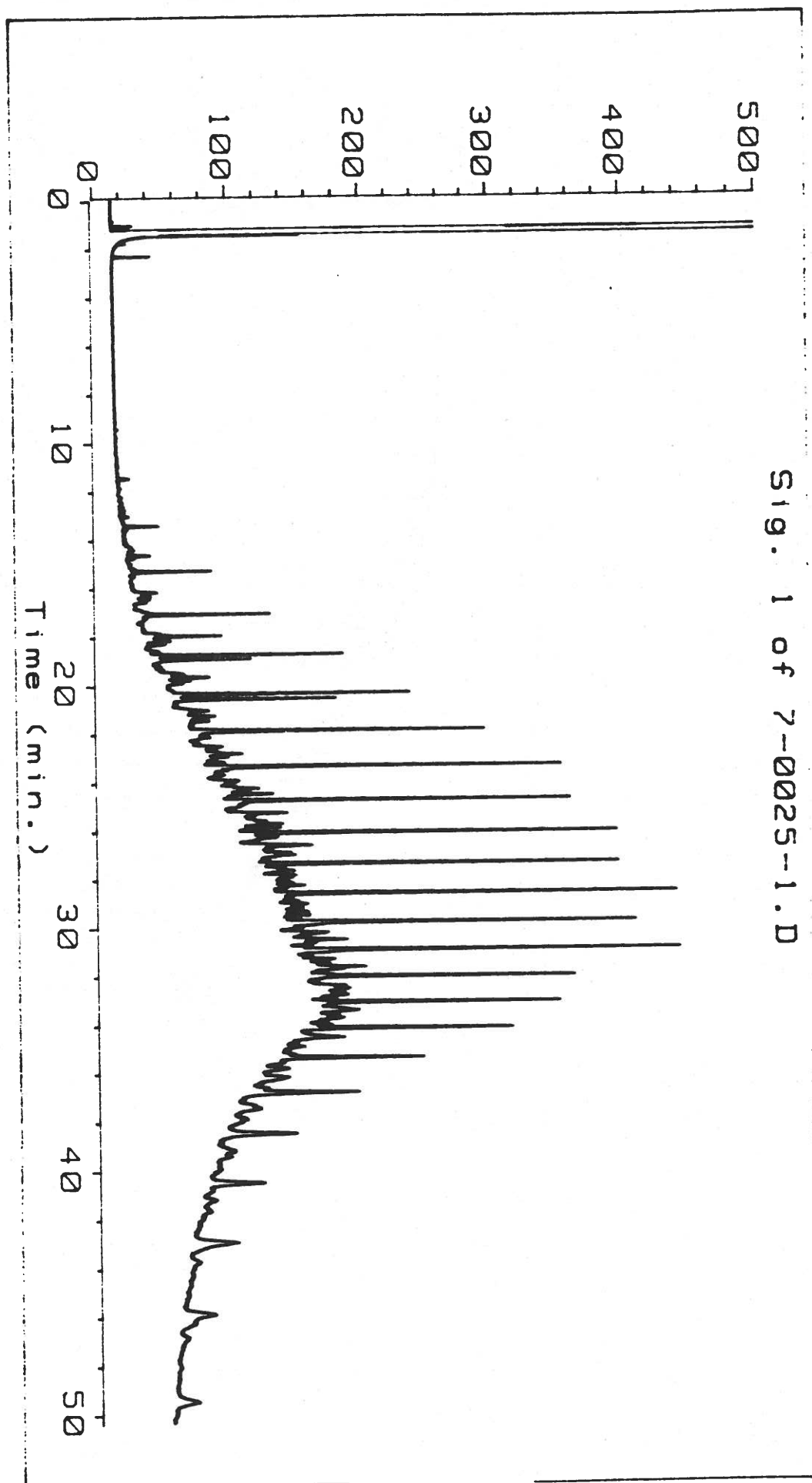


PARCEL 10: Gødning, meget olie.  
Prøvetype: Olie (18. juni 1986).

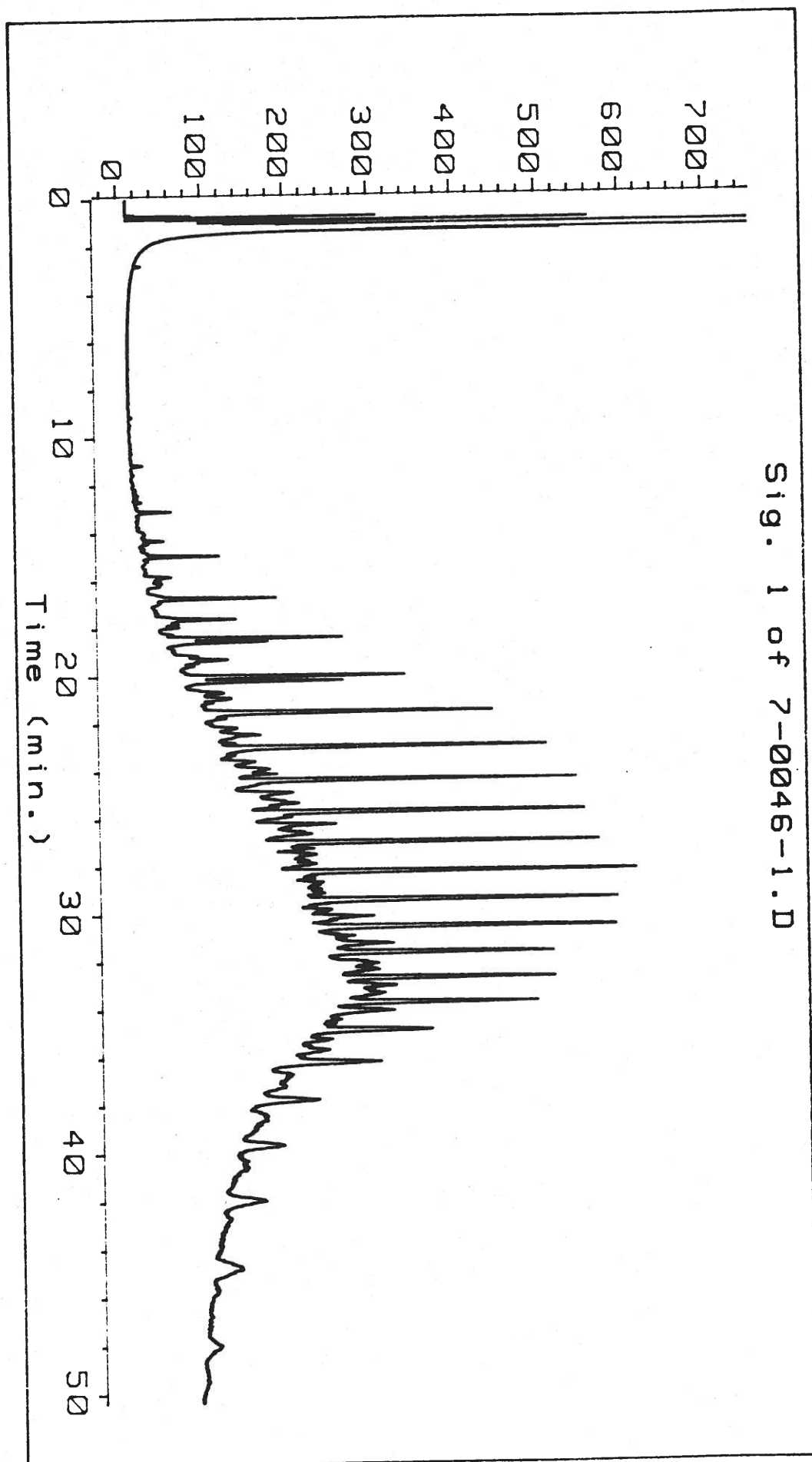


Sig. 1 of 6-1070-1.D

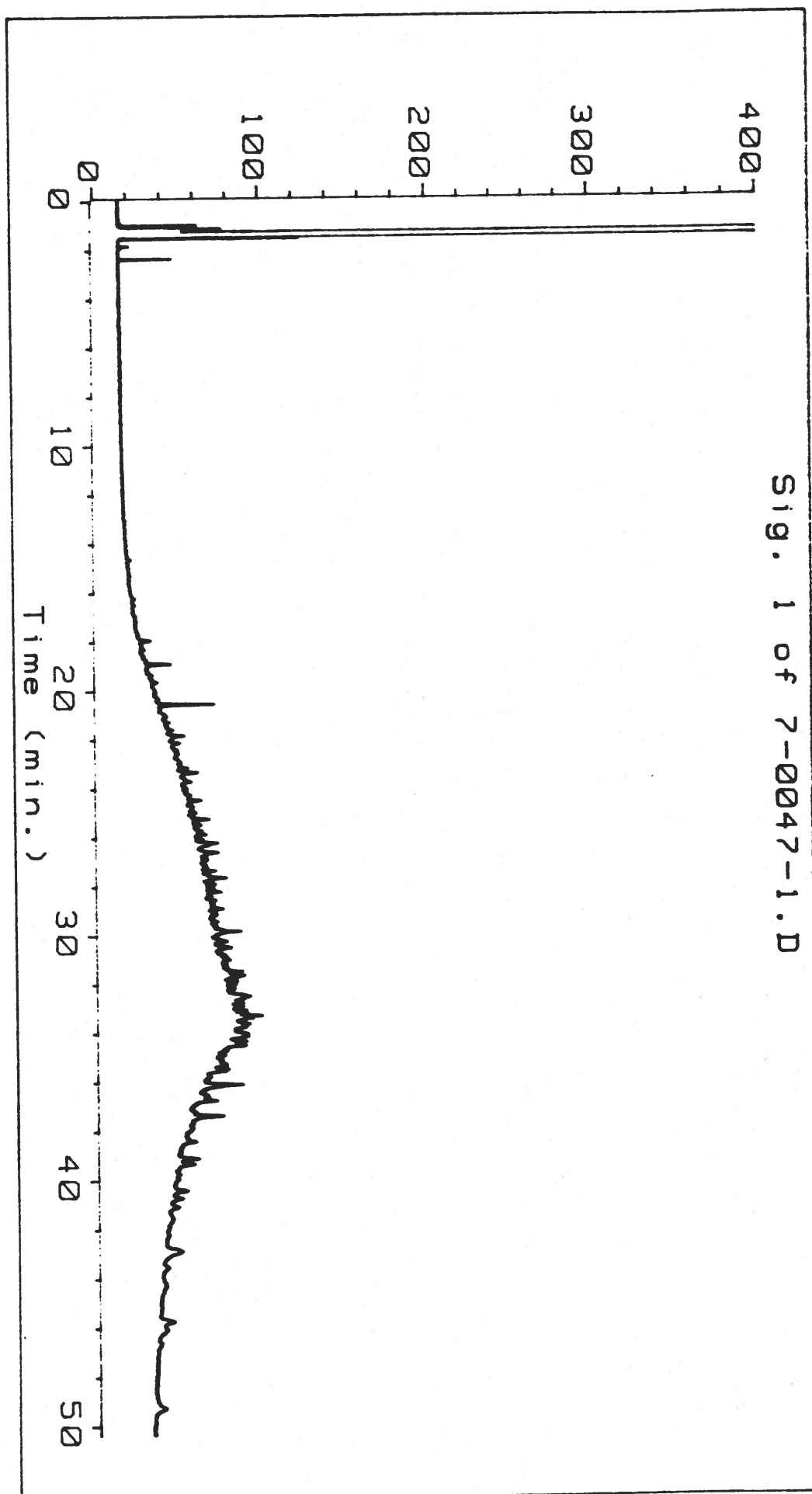
PARCEL 10: Gødning, meget olie.  
Prøvetype: Olie (5. august 1986).



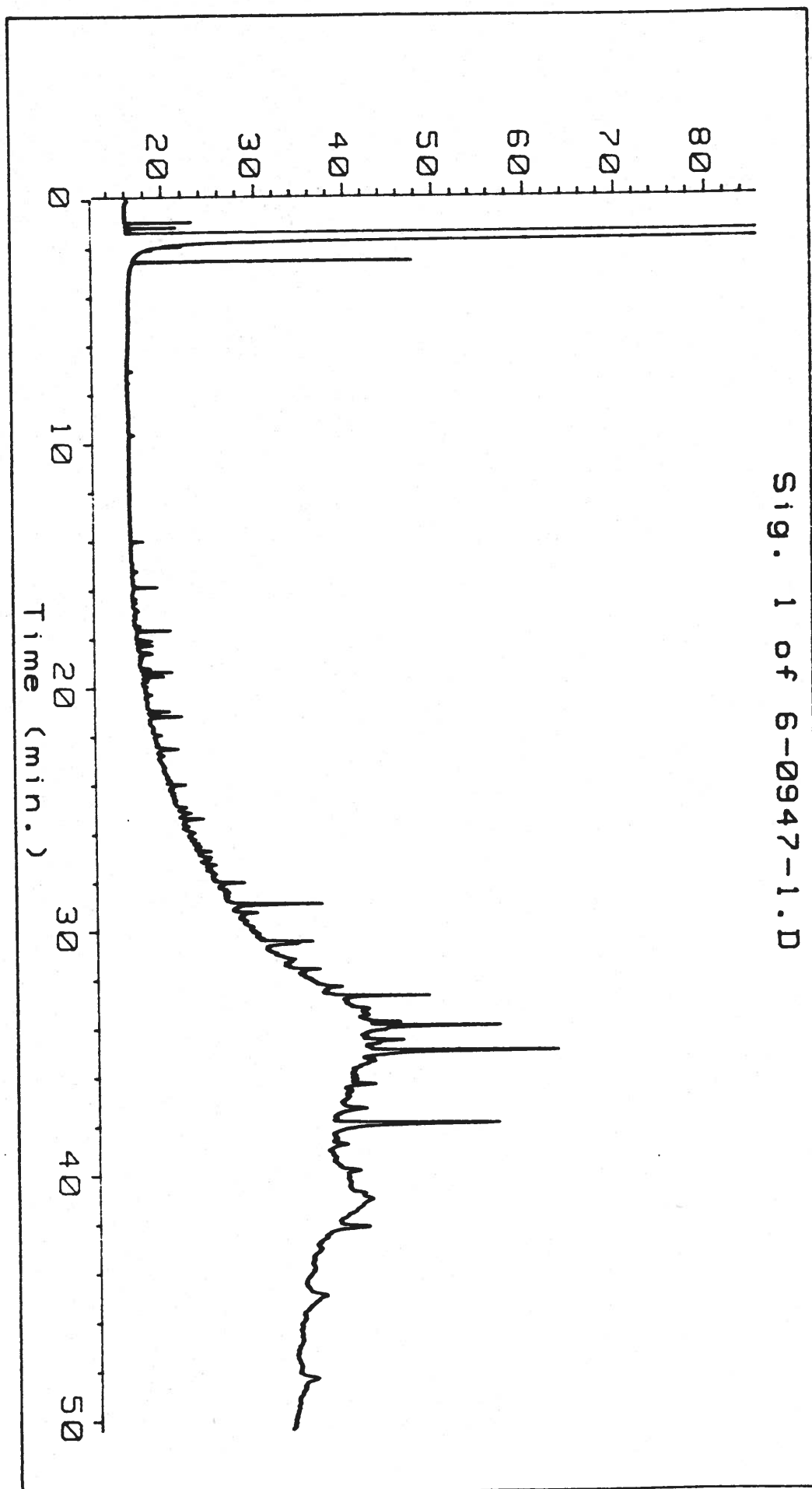
PARCEL 10: Gødning, meget olie.  
Prøvetype: Olie (24. september 1986).



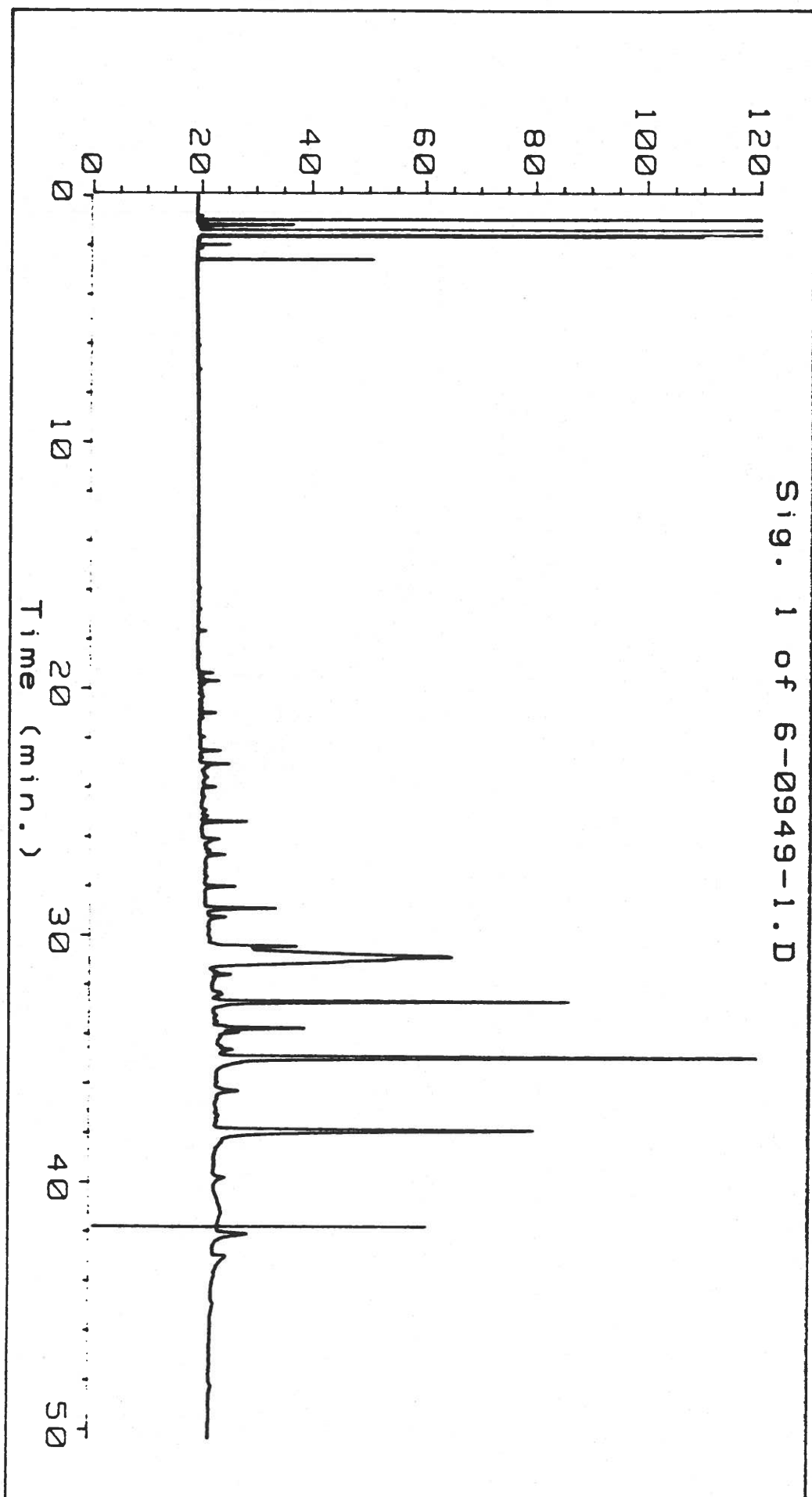
PARCEL 10: Gødning, meget olie.  
Prøvetype: Jord under olie (24. september 1986).



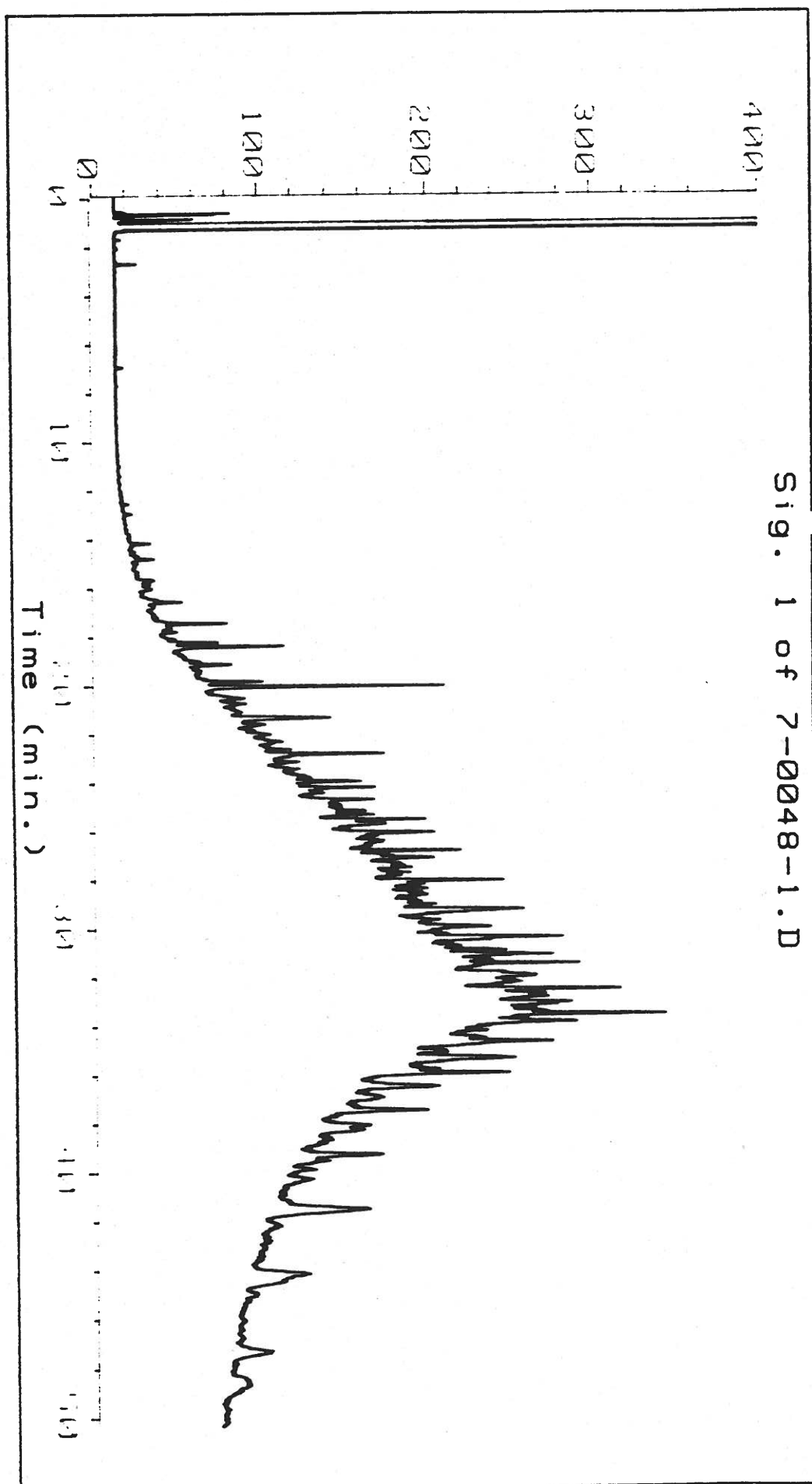
PARCEL 10: Gødning, lidt olie.  
Prøvetype: Olie + jord (4. april 1986).



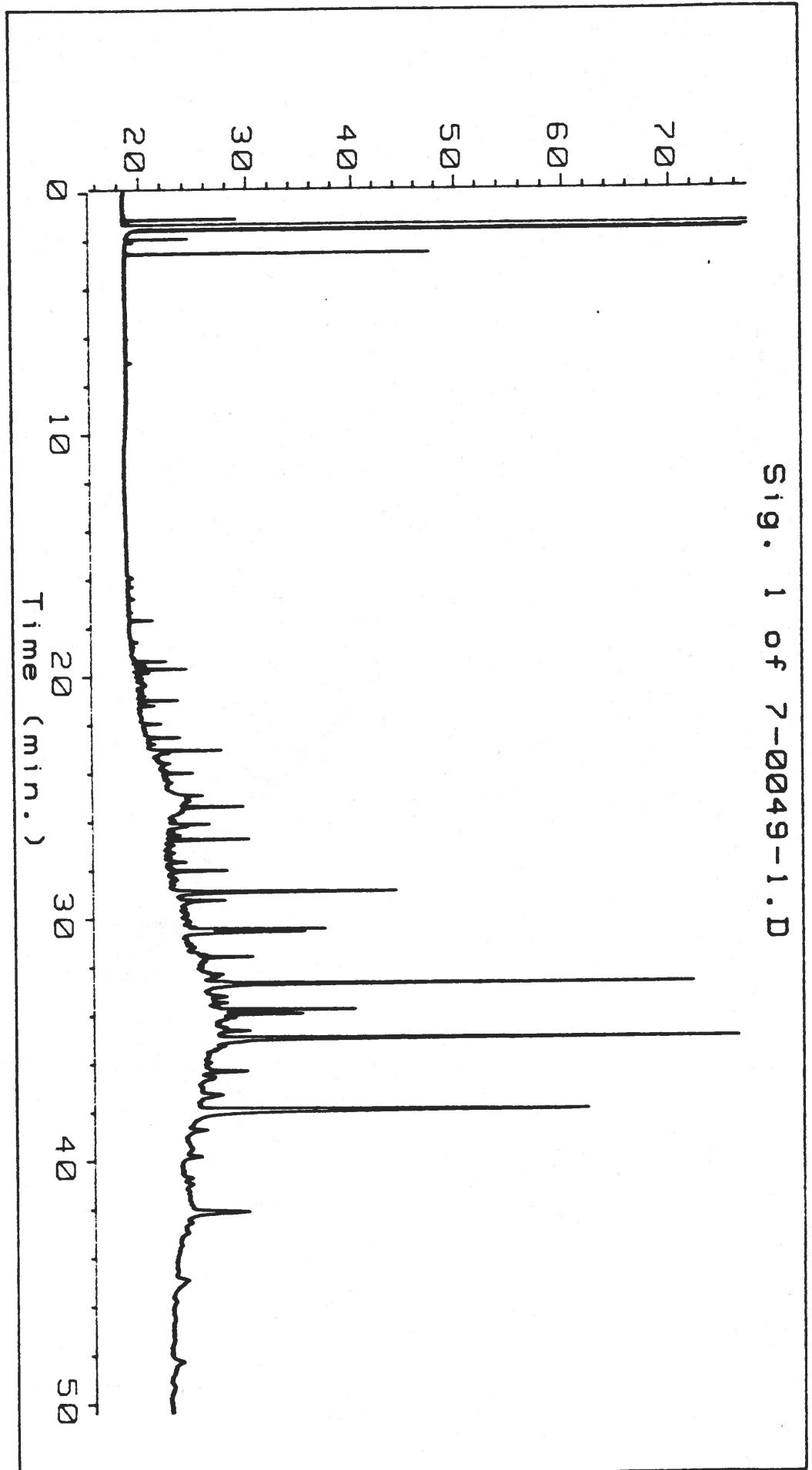
PARCEL 10: Gødning, lidt olie.  
Prøvetype: Jord (4. april 1986).



PARCEL 10: Gødning, lidt olie.  
Prøvetype: Olie + jord (24. september 1986).

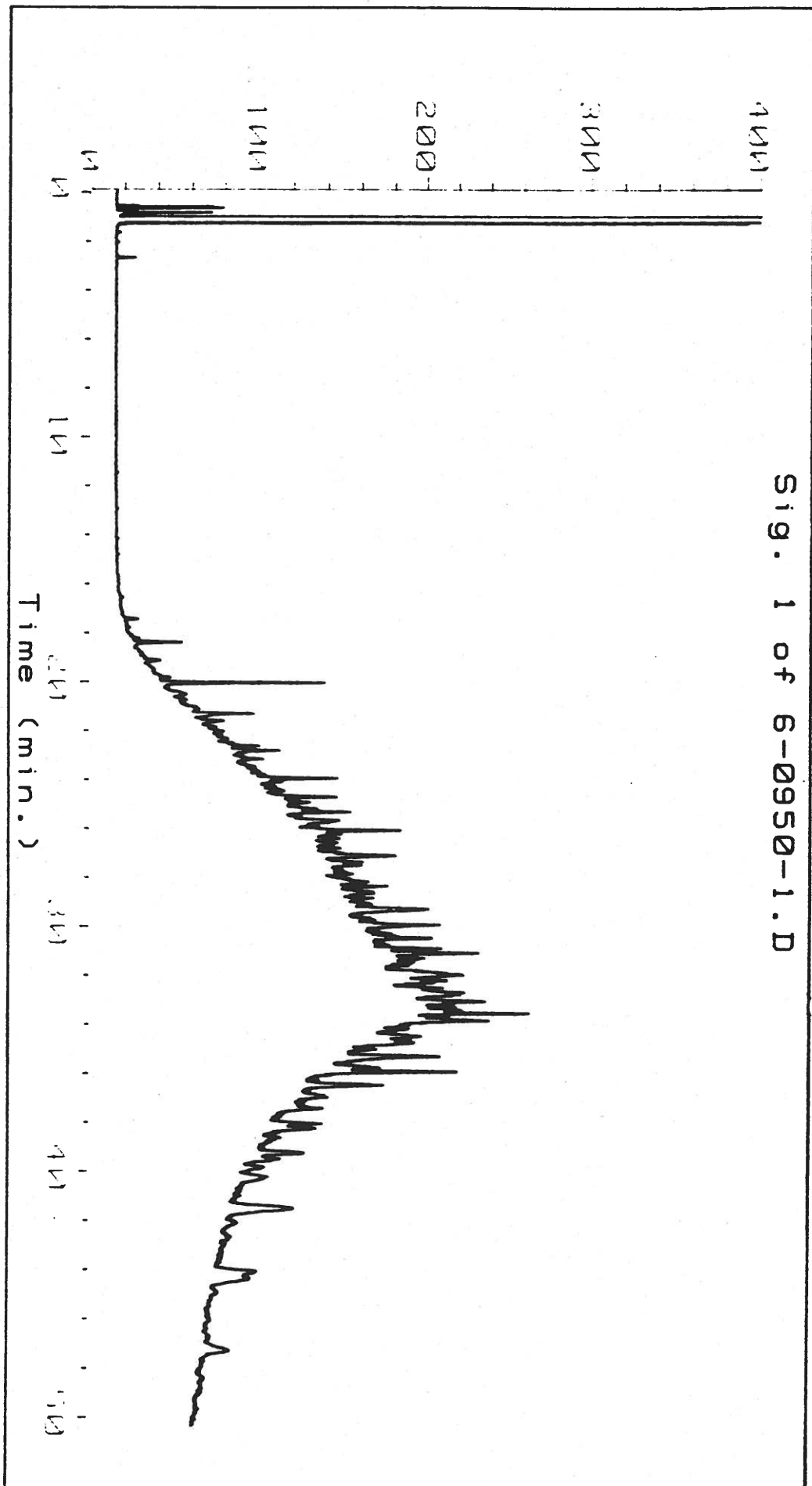


PARCEL 10: Gødning, lidt olie.  
Prøvetype: Jord (24. september 1986).



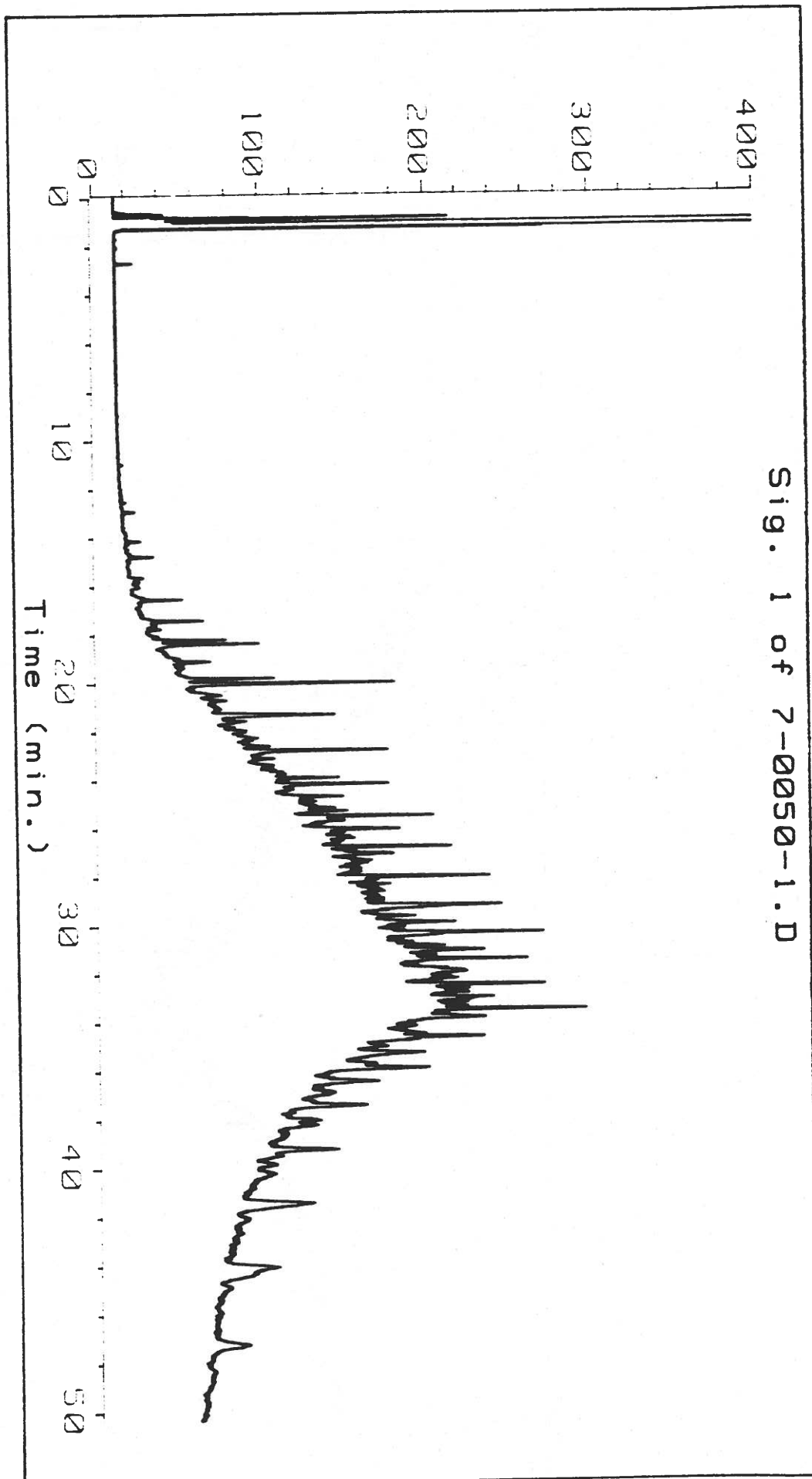


PARCEL 11: Sand, middel olie.  
Prøvetype: Olie + jord (4. april 1986).

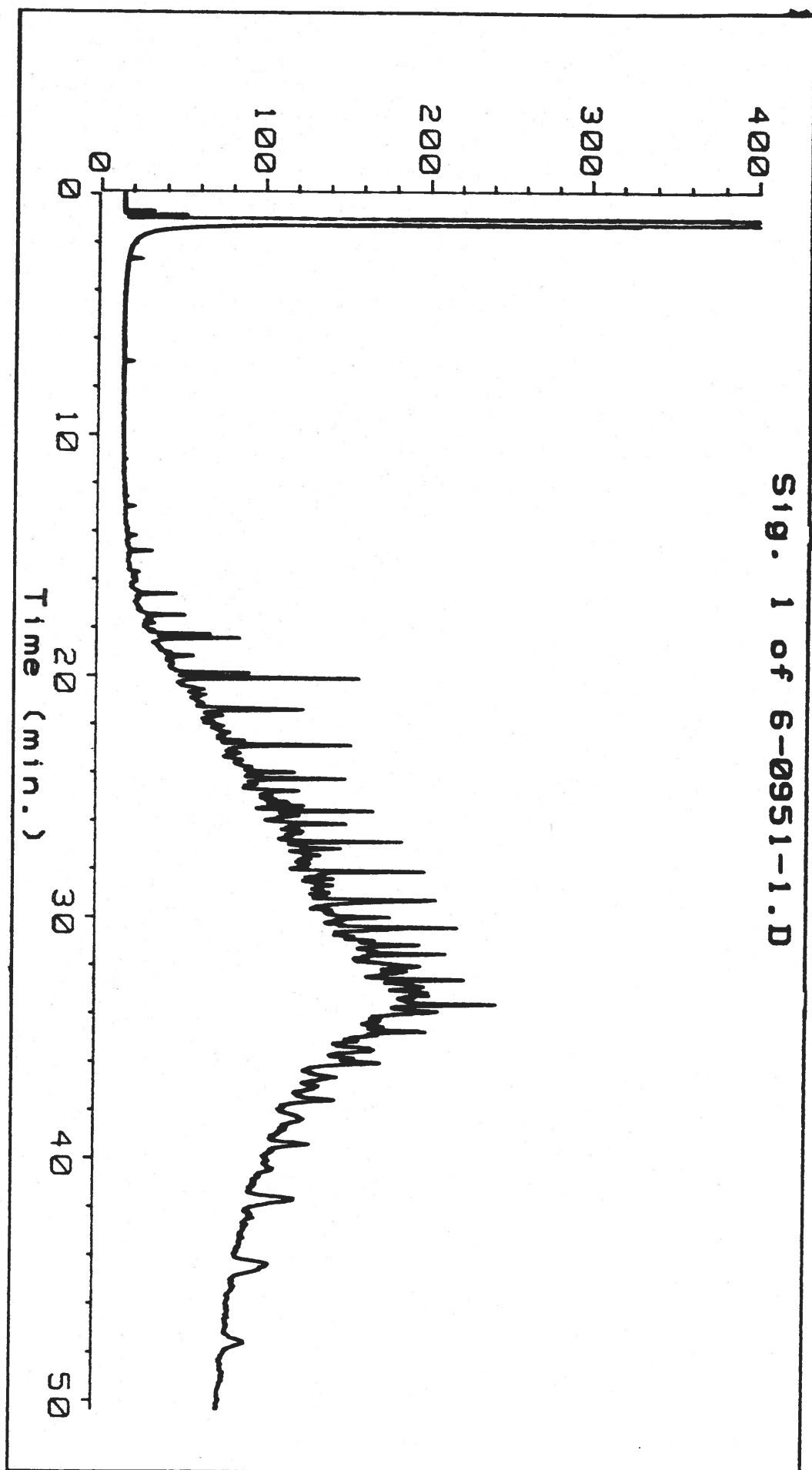


Sig. 1 of 6-0950-1.D

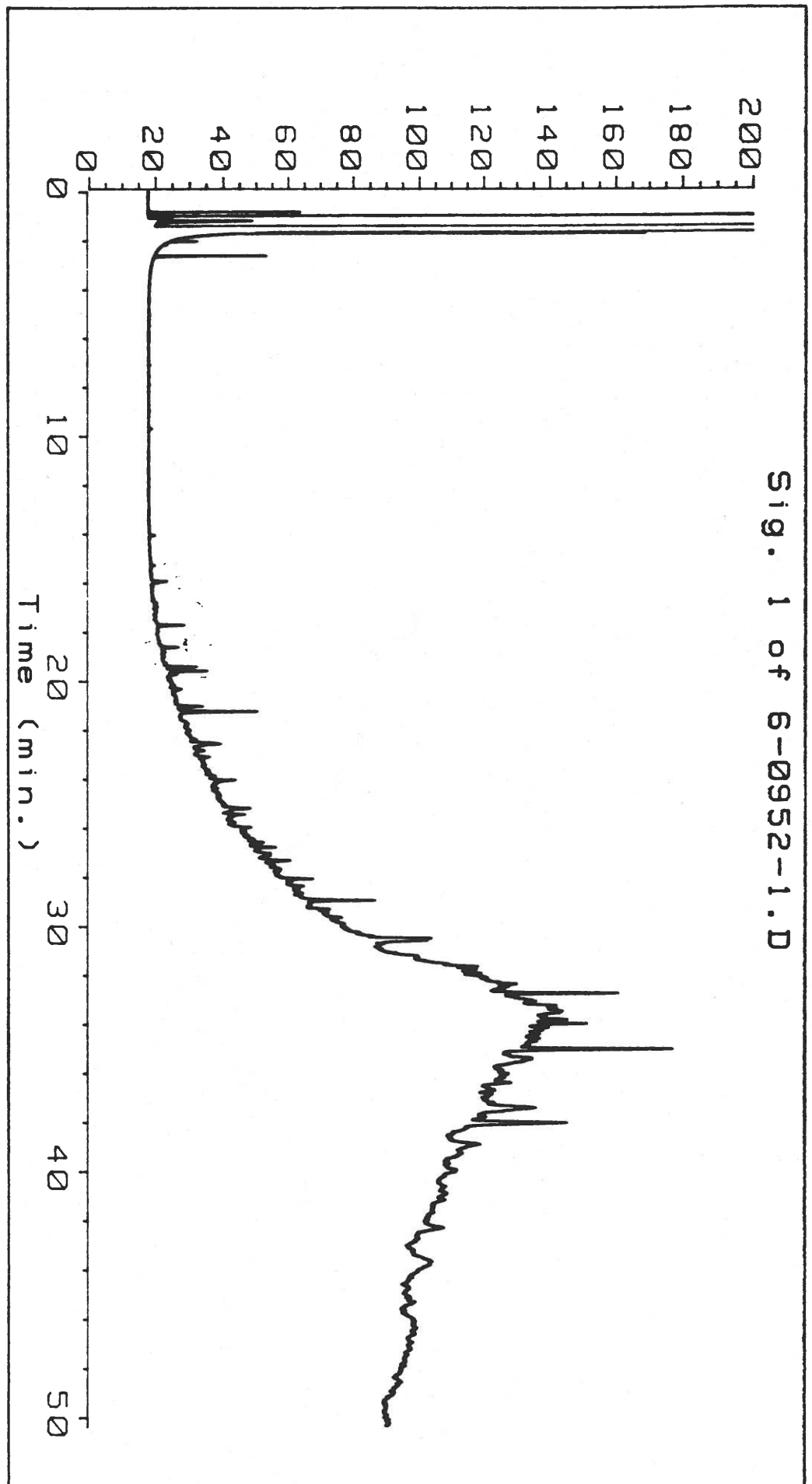
PARCEL 11: Sand, middel olie.  
Prøvetype: Olie + jord (24. september 1986).



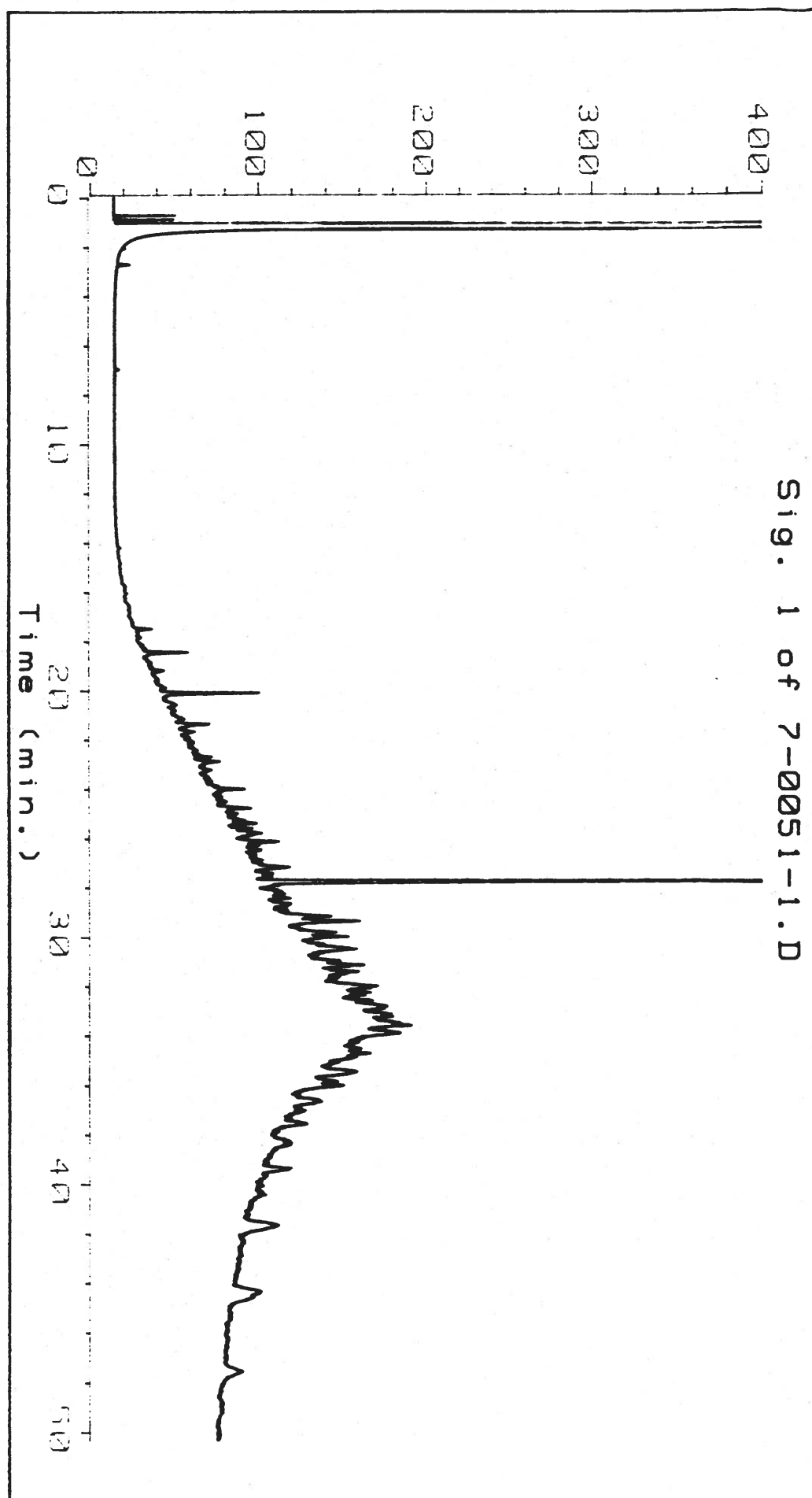
PARCEL 12: Kalk og gødning, meget olie.  
Prøvetype: Olie (4. april 1986).



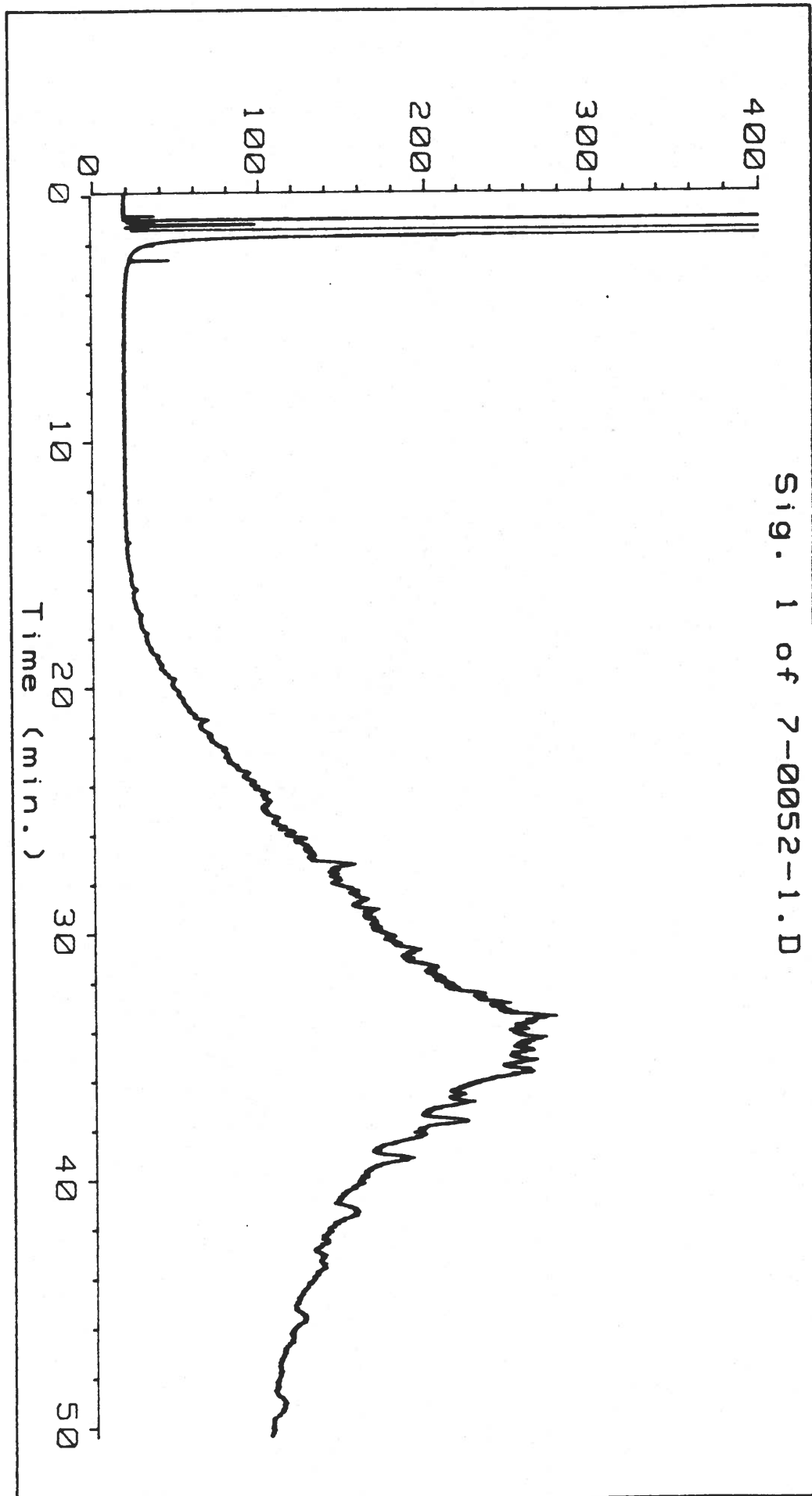
PARCEL 12: Kalk og gødning, meget olie.  
Prøvetype: Jord under olie (4. april 1986).



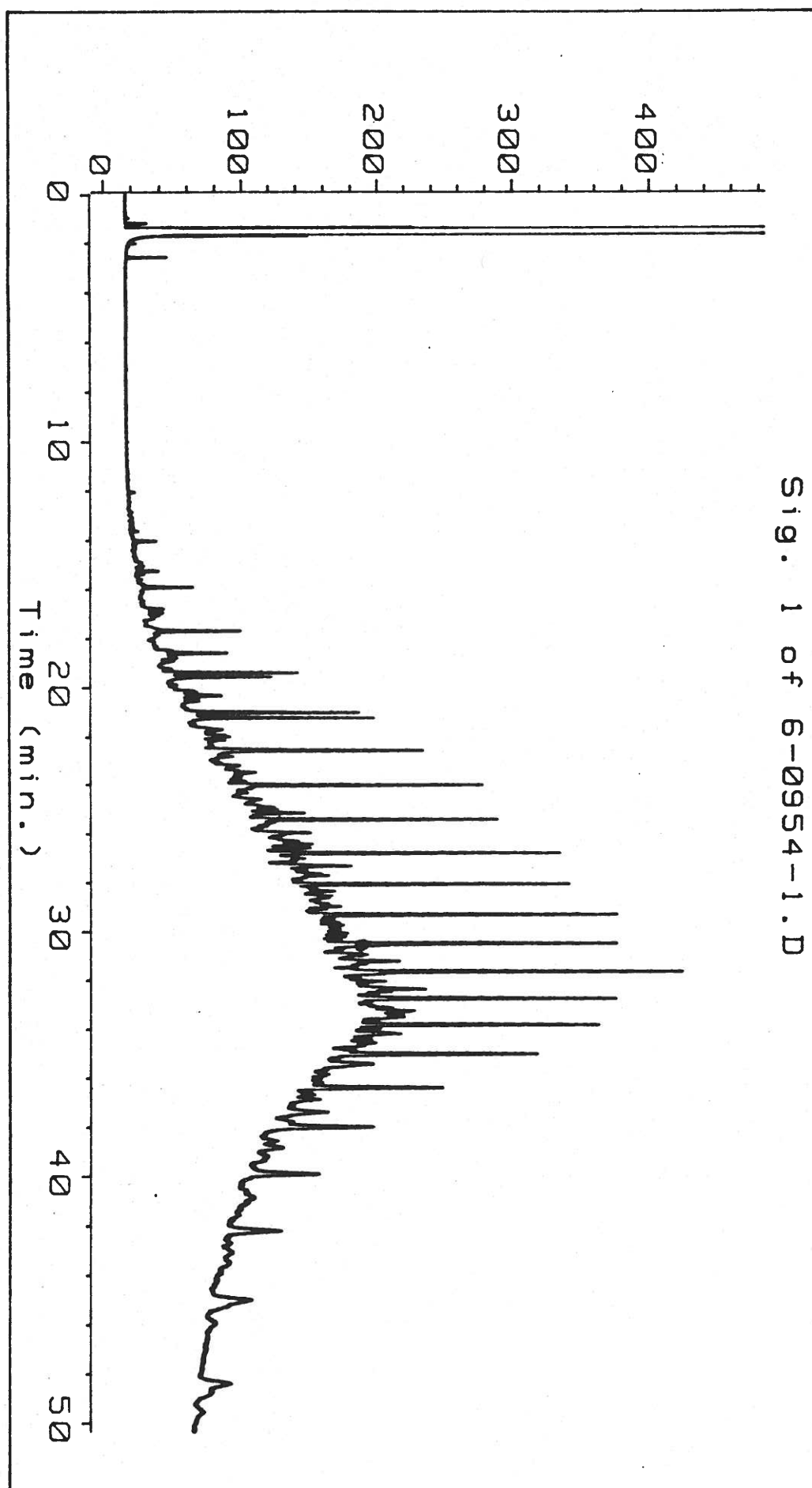
PARCEL 12: Kalk og gødning, meget olie.  
Prøvetype: Olie (24. september 1986).



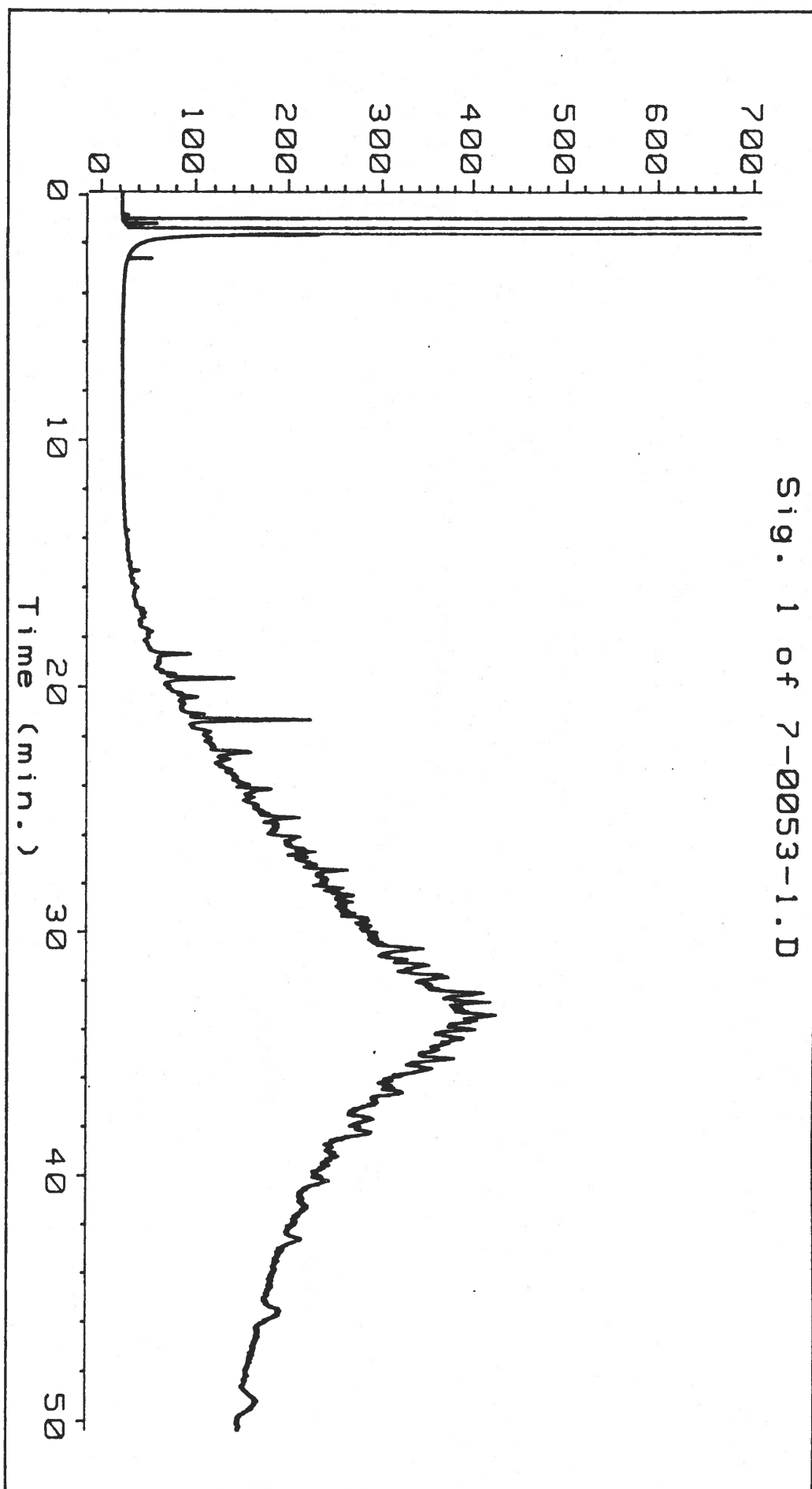
PARCEL 12: Kalk og gødning, meget olie.  
Prøvetype: Jord under olie (24. september 1986).



PARCEL 13: Kontrol, lidt olie.  
Prøvetype: Jord + olie (4. april 1986).



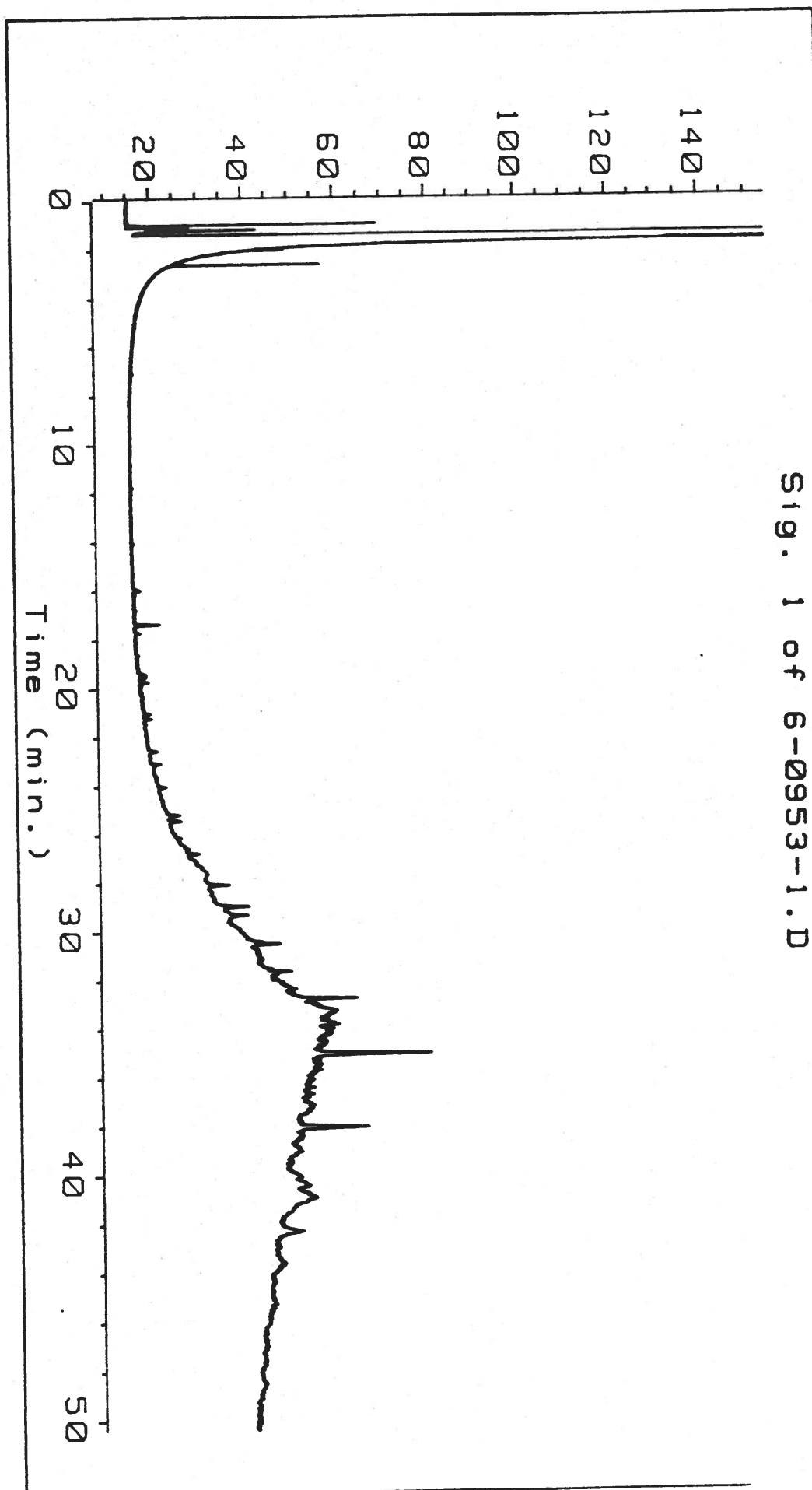
PARCEL 13: Kontrol, lidt olie.  
Prøvetype: Jord + olie (24. september 1986).



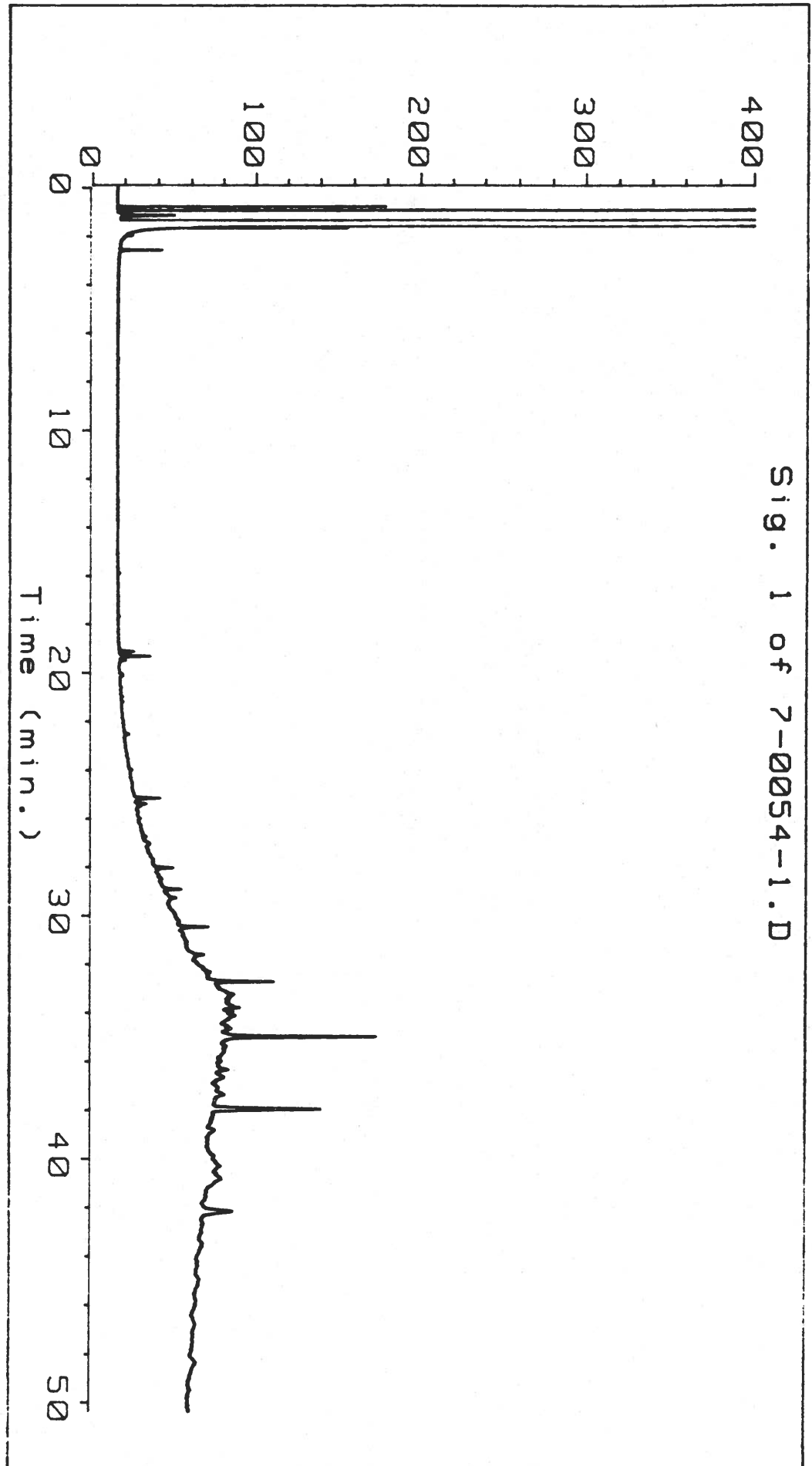
Sig. 1 of 7-0053-1.D



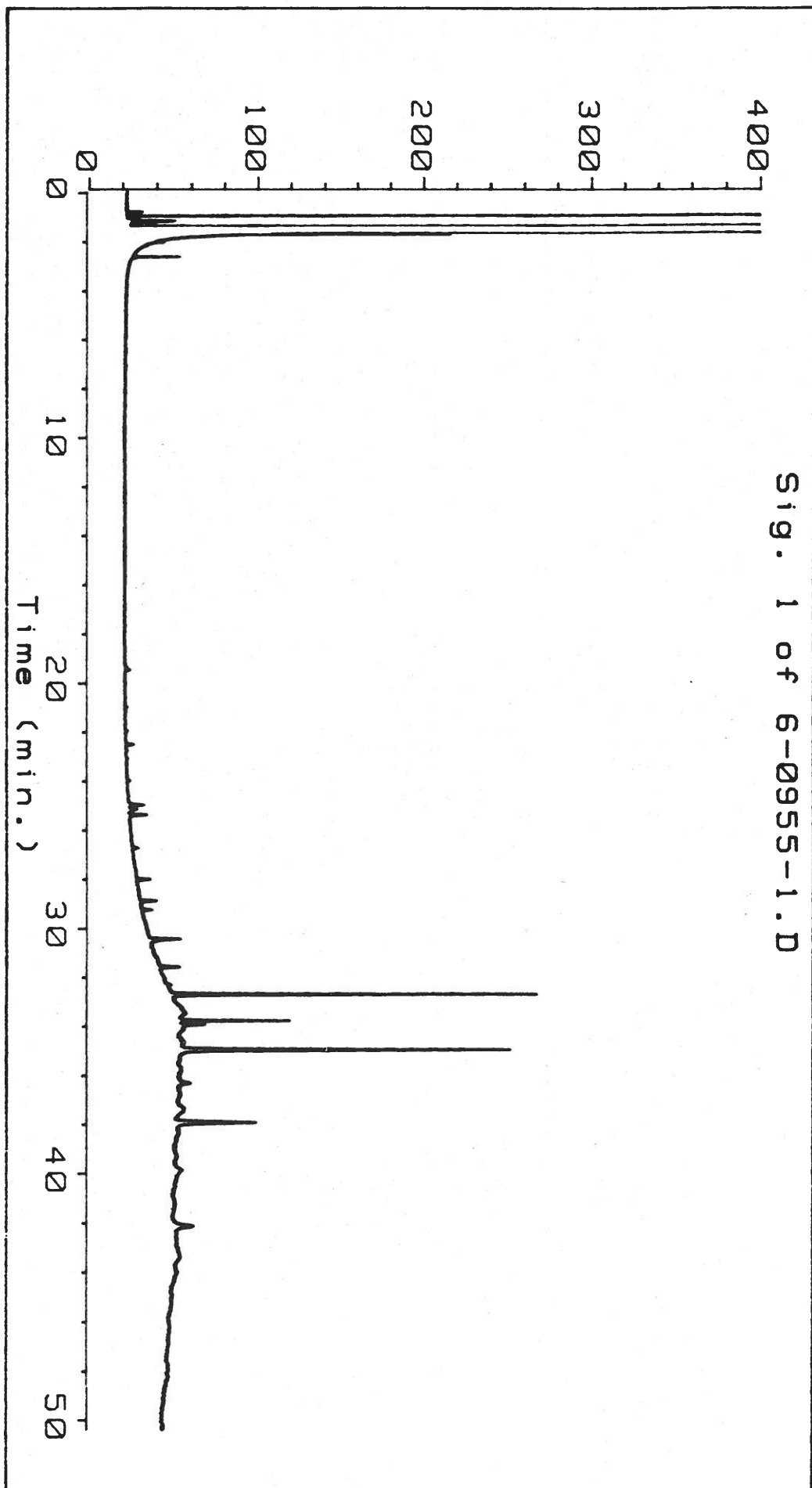
PARCEL 13: Kontrol, lidt olie.  
Prøvetype: Jord (4. april 1986).



PARCEL 13: Kontrol, lidt olie.  
Prøvetype: Jord (24. september 1986).



PARCEL 14: Uforurennet kontrolparcel (4. april 1986)



PARCEL 14: Uforurennet kontrolparcel (4. april 1986).

