

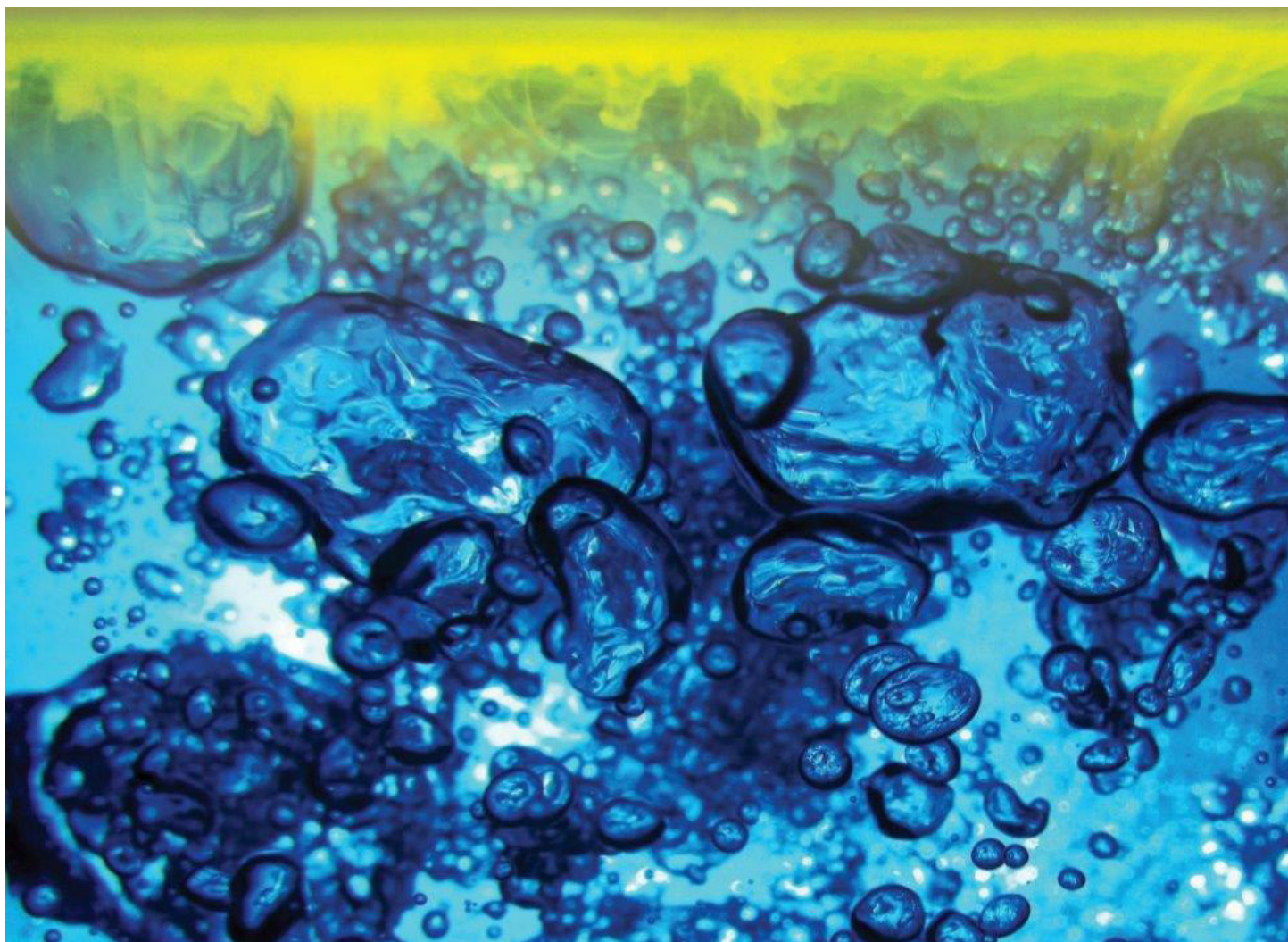


# Bruk av XRF på bergartar for vurdering av miljørisiko

Eksempel frå Rv 4 Gran og E18 Grimstad – Kristiansand

STATENS VEGVESENS RAPPORTAR

Nr. 516



## Tittel

Bruk av XRF på bergartar for vurdering av miljørisiko

## Undertittel

Eksempel frå Rv 4 Gran og E18 Grimstad–Kristiansand

## Forfattar

Per Hagelia, Halldis Fjermestad

## Avdeling

Vegdirektoratet

## Seksjon

Tunnel og betong

## Prosjektnummer

603019

## Rapportnummer

Nr. 516

## Prosjektleder

Hedda Vikan

## Godkjent av

Hedda Vikan

## Emneord

Handheldt XRF, klassifisering av forureinande berg, alunskifer, sulfidførande gneis

## Samandrag

Statens vegvesen har omfattande ansvar innan samferdselssektoren. Kjemisk analyse er nødvendig for å løyse konkrete oppgåver knytta til miljø og materialar. Svært rask kjemisk analyse kan nå utførast med handheldt Røntgenfluorescens (HH-XRF) i felt og laboratorium. Denne rapporten forklarar kva HH-XRF er, og viser eksempel på bruk av instrumentet i Statens vegvesen sine prosjekt. Erfaringa viser at HH-XRF analyse har vore til uvurderleg nytte i samband med klassifisering og deponering av alunskifer. Instrumentet kan også nyttast til analyse av stål, kloridinfisert betong m.m.

## Title

Analysis using handheld XRF on rocks for assessment of environmental risk

## Subtitle

Examples from Rv 4 Gran and E18 Grimstad–Kristiansand

## Author

Per Hagelia, Halldis Fjermestad

## Department

Traffic Safety, Environment and Technology Department

## Section

Tunnel og betong

## Project number

603019

## Report number

No. 516

## Project manager

Hedda Vikan

## Approved by

Hedda Vikan

## Key words

Handheld XRF, classification of bedrock, alum shale, sulfide-bearing gneiss

## Summary

The Norwegian Public Roads Administration (NPRA) has comprehensive responsibilities within the transport sector. Chemical analysis is required in order to deal with tasks related to environment and choice of material. Very fast chemical analysis may now be performed using handheld X-ray fluorescence (HH-XRF). This report explains what HH-XRF is, along with examples from NPRA projects. Experience shows that HH-XRF analysis has been extremely valuable for classification and deposition of Alum Shale. The instrument can also be used for analysis of steel alloys, chloride infected concrete etc.

## **Samandrag**

Statens vegvesen har omfattande ansvar innan samferdselssektoren. Kjemisk analyse er nødvendig for å løyse konkrete oppgåver knytta til miljø og materialar. Svært rask kjemisk analyse kan nå utførast med handheldt Røntgenfluorescens (HH-XRF) i felt og laboratorium. Denne rapporten forklarar kva HH-XRF er, og viser eksempel på bruk av instrumentet i Statens vegvesen sine prosjekt. Erfaringa viser at HH-XRF analyse har vore til uvurderleg nytte i samband med klassifisering og deponering av alunskifer. Instrumentet kan også nyttast til analyse av stål, kloridinfisert betong m.m.

## **Summary**

The Norwegian Public Roads Administration (NPRA) has comprehensive responsibilities within the transport sector. Chemical analysis is required in order to deal with tasks related to environment and choice of material. Very fast chemical analysis may now be performed using handheld X-ray fluorescence (HH-XRF). This report explains what HH-XRF is, along with examples from NPRA projects. Experience shows that HH-XRF analysis has been extremely valuable for classification and deposition of Alum Shale. The instrument can also be used for analysis of steel alloys, chloride infected concrete etc.

## FORORD

NORWAT er eit fireårig etatsprogram (2012–2015) som gjennom ny kunnskap skal bidra til at Statens vegvesen planlegg, bygger og driftar vegnettet utan at det fører til uakseptabel skade på vassmiljøet. Med dette programmet ønsker vi å redusere risikoen for biologisk skade på avrenningsvatn, redusere utslepp av miljøgifter til resipient og lage reinseløysingar som er tilpassa landskap og resipient. Dette skal vi oppnå ved å utvikle metodar for reinsetiltak og når og kor dei skal settast i verk. I tillegg skal vi etablere forslag til retningsliner og rutinar for drift og vedlikehald av reinseløysingane. Meir informasjon om NORWAT inkludert publiserte rapportar finn ein på våre nettsider [www.vegvesen.no/norwat](http://www.vegvesen.no/norwat).

Denne rapporten omtalar kjemisk analyse med handheldt XRF (røntgenfluorescens). Rapporten går gjennom rutinar for kalibrering, HMS, vedlikehald og praktiske utfordringar. Instrumentet har vist seg å vere svært nyttig i samband med kartlegging- og klassifisering av forureinande berg. Eksempel frå Rv. 4 på Gran og E18 Lillesand illustrerer praktisk bruk av handheldt XRF. Instrumentet kan også nyttast i fleire andre samanhengar.

# Innhald

FORORD.....	2
1. Innleiing .....	4
1.1 Behov for geokjemisk analyse, mineralidentifikasjon og analyse av vatn og partiklar.....	4
1.2 Forholdet til forureiningsmyndigheitene.....	4
2. Målsetting for denne rapporten .....	5
3. Instrumentet og praktisk bruk.....	5
3.1 XRF – instrumentet generelt.....	5
3.2 Deteksjonsgrenser og kjelder til usikkerheit.....	7
3.3 HMS .....	9
3.4 Prøver og prøvepreparering .....	10
3.5 Kalibrering .....	11
3.6 Vedlikehald .....	12
3.7 Nokre praktiske utfordringar .....	12
4. Eksempel frå Rv 4 Gran .....	13
4.1 Klargjering og kalibrering for XRF analyse må tilpassast lokal geologi .....	14
4.2 Prøvetaking og analyse .....	16
4.3 Bruk av XRF-data som grunnlag for vurdering av forureiningspotensiale til kvar salve .....	18
4.4 Erfaringar .....	20
5. Eksempel frå E18 Lillesand .....	21
5.1 Sur avrenning knytta til sprenging i rusta svovelførande gneis.....	21
5.2 Analysar av deponert stein utført innan NORWAT .....	24
6. Erfaringar etter tre års bruk.....	36
6.1 Oppsummering – økonomi og effektivitet .....	36
6.2 Behov for tilleggsanalysar – når er det viktig?.....	38
6.3 Andre bruksområde .....	39
7. Konklusjonar.....	40
<b>Referansar.....</b>	<b>41</b>

## 1. Innleiing

### 1.1 Behov for geokjemisk analyse, mineralidentifikasjon og analyse av vatn og partiklar

Statens vegvesen har omfattande ansvar innan samferdselssektoren. Vegar skal planleggast, byggast og driftast i samsvar med vedtekne kostnadsrammer og dei til ei kvar tid gjeldane lovar og regelverk. I alle fasar av vegprosjekt er det behov for analyseverktøy. Når det gjeld kjemisk analyse har vi tradisjonelt hatt ganske liten aktivitet. Men krava til dokumentasjon blir stadig strengare, anten fordi Statens vegvesen sjølv ser fordelene av det eller fordi handteringa av regelverk og løyver av ulike slag krev det. I tillegg har utvikling innan analysemetodikk gitt oss heilt nye mulegheiter.

Etatsprogrammet NORWAT har lagt stor vekt på å utvikle metodar og kunnskap om forureining knytt til veg og tunnel. Kjemisk analyse av berg, jord, vatn og partiklar er svært viktig for å finne ut korleis Statens vegvesen sine aktivitetar påverkar miljøet. Ein del av prosjektarbeidet har lagt vekt på analyse av forureinande berg, som etter sprenging bl.a. fører til sur avrenning og metallutlekking til resipient.

NORWAT etablerte alt i 2012 eit delprosjekt knytt til driving og lagring av alunskifer på nye Rv 4 Gran grense – Jaren. Det blei vidare sett i gang eit arbeid om sur avrenning etter bygging av ny E18 gjennom Lillesand. Eit av hovudmåla har vore å komme fram til analysemetodar som kan gi raske og pålitelege svar på forureiningspotensialet til svarte skifrar og rusta svovelførande gneisar.

Forureiningspotensialet frå utsprengt berg er først og fremst avhengig av følgjande:

- Totalkjemisk samansetning (tungmetall, strålefare og syrepotensial)
- Mineralinnhald (jernsulfid, forvittringsprodukt m.m.)
- Grad av fragmentering (reaktiviteten aukar i takt med nedknusing)

Totalkjemiske variasjonar kan nå raskt analyserast ved hjelp av moderne handheldt XRF, og gir raskt svar på om bergarten inneheld potensielt skadelege konsentrasjonar av tungmetall så som nikkel, kadmium, arsen, koppar og uran, samt svovelinnhald. Sjølv om dette instrumentet ikkje gir all nødvendig dokumentasjon så har analysemetoden gitt oss heilt ny innsikt og «handlekraft» i samband med krevande vegprosjekt.

Denne rapporten omhandlar analyse med handheldt XRF (HH-XRF) og erfaringane til Statens vegvesen.

### 1.2 Forholdet til forureiningsmyndigheitene

Statens vegvesen styrer si verksemd i samsvar med norsk lov. Når det gjeld avrenning frå veg er særleg Forureiningsloven og EUs Vannrammedirektiv sentrale. Saman med Forureiningsforskriften og Vannforskriften er det gitt klare føringar og plikter for vår verksemd. Frå og med 1. januar 2011 er radioaktivitet tatt inn i Forureiningsloven. Statens vegvesen må søke Statens strålevern dersom vi bygger veg i berg eller jord som overskrider grenseverdi på 1 Becquerel/gram. Slik radioaktiv masse kan ikkje disponerast fritt.

Statens vegvesen søker skal søke Fylkesmannen om utsleppsløyve etter § 11 i Forurensningsloven. Vanlegvis blir det definert grenseverdier for utslepp av olje, pH og partiklar som er tilpassa den lokale resipienten, og i samband med tunnelprosjekt blir det i tillegg sett krav til utslepp av ammoniakk. I tilfelle der berget i seg sjølv er ei forureiningskjelde (sur avrenning, metallmobilisering eller strålefare) blir det også spørsmål om:

- relevant klassifisering av sprengstein/evt. jord og
- riktig handtering og bruk av masse
- tiltak for å avgrense forureinande avrenning

Hovudproblematikken dreier seg her om kva som kan leggest ut i veglinja, kva som kan disponerast fritt og kva som må gå til sikre deponi. Søknaden går fortsatt til Fylkesmannen, men i kompliserte saker vil Miljødirektoratet bli kopla inn. I tilfelle ein har indikasjonar på strålefare må det sendast separat søknad til Statens strålevern.

Det er Statens vegvesen si plikt å skaffe fram dokumentasjon om faren for forureining i sine prosjekt. Dette inneber at vi nå legg auka vekt på undersøkingar i samband med vegbygging. Geologiske forundersøkingar var tidlegare bare retta mot stabilitet og sikring mot nedfall frå vegskjeringar, tunnelar og sideterreng. Men i dei seinare åra har det vore fleire eksempel på at forureining frå visse bergartar har ført til store ulemper for miljøet og høge ekstrakostnader i etterkant.

Forurensningsloven krev implisitt at forundersøkingane også må avdekke problematisk berggrunn. Statens vegvesen har gjennom dei siste 15 åra lagt auka vekt på geologisk undersøkingsmetodikk for ivareta våre plikter på best muleg måte.

## 2. Målsetting for denne rapporten

Målet med denne rapporten er å:

- gi ei innføring om handheldt XRF, med vekt på praktiske rutinar og HMS
- gi eksempel på bruk på berg og jord (forureina jord) for å oppfylle ytre miljøkrav
- vise at ulike geologiske historier og bergartsassosiasjonar gir ulike problemstillingar
- diskutere vidare bruk av XRF i Statens vegvesen

Bakgrunnen for rapporten er erfaringar gjort med handhaldt XRF (NITON XL3t GOLDD+) i forbindelse med kartlegging av svartskifer gjennom tunneldriving på nye Rv 4, Gran og analysar av sulfid- og sulfatførande berg på nye E18 forbi Lillesand.

## 3. Instrumentet og praktisk bruk

### 3.1 XRF – instrumentet generelt

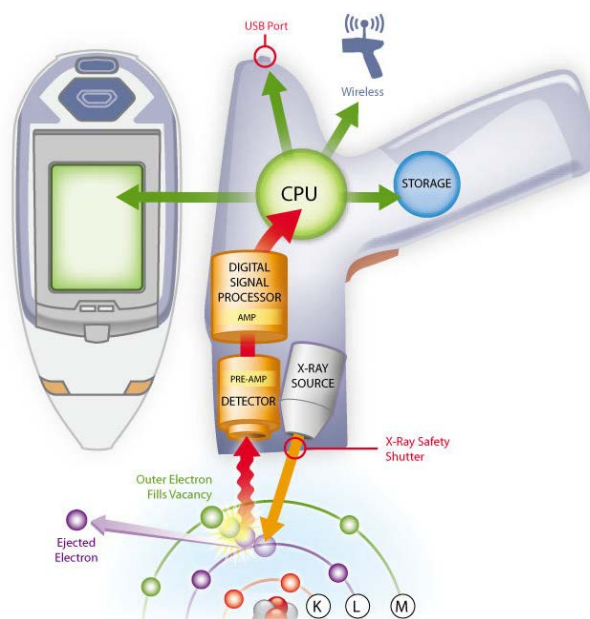
XRF er ein analysemetode som nyttar røntgenstråler til å utføre ein grunnstoffanalyse av ein prøve. XRF står for X-Ray Fluorescens, røntgen fluorescens, som er nemninga på den

reflekterte strålinga som oppstår når eit materiale blir treft av røntgenstråler. XRF er mykje brukt innanfor gruvedrift, miljøkartlegging og arkeologi. Andre bruksområder er analysar av metall, bygningmateriale eller forbruksvarer.

Figur 1 viser ei forenkla skisse av korleis ein XRF fungerer. Instrumentet sender ut røntgenstråler (høg-frekvente elektromagnetiske stråler) til prøven som skal analyserast. Strålane treff atomet og sparkar ut elektron frå dei inste elektronskala. For å utlikne tomrommet hoppar elektron frå ytterliggande skal inn på plassen til det utskotne elektronet, og frigir samstundes røntgenfluorescerande stråling, som er karakteristisk for grunnstoffet. Denne strålinga blir registrert i instrumentet, og på bakgrunn av intensiteten til dei ulike energiane (bølgelengdene), blir konsentrasjonar av dei ulike grunnstoffa bestemt (figur 2).

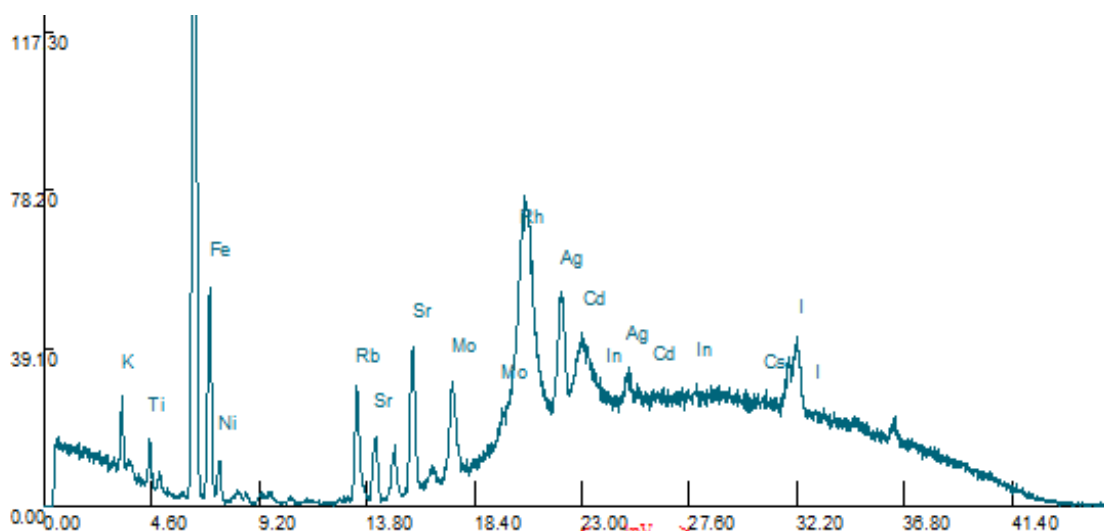
Konsentrasjonar av ulike grunnstoff blir registrert frå ppm-nivå til prosent (vekt ppm, vekt %). Analyserte grunnstoff og tilhøyrande deteksjonsgrenser er avhengig av type instrument. På grunn av lette element gir frå seg stråling med låge energi ved XRF-analyse, vil det ikkje vere mulig å kvantifisere grunnstoff som er lettare enn magnesium (Mg).

Energikjelda er i dei fleste tilfelle eit røntgenrøyr, men det kan også vere ein eller fleire radioisotopkjelder, som til dømes Fe-55, Co-57, Cd-109, og Am-241 (Kalnicky & Singhvi, 2001).



Figur 1. Modell som skildrar prinsippet for ein XRF-analyse (Thermo Scientific, 2011). Den reflekterte strålinga blir registrert i ein detektor. Bølgelengdene og intensiteten til strålinga dannar grunnlaget for å bestemme innhald og konsentrasjonen av dei ulike grunnstoffa i prøven.





Figur 2: Røntgenfluorescensspekter frå ein svartskifer analysert med XRF. Y-aksen viser teljingar per sekund, medan X-aksen viser energiar i KeV.

XRF-analysen er hovudsakleg ein overflateanalyse. Instrumentet måler på eit lite, avgrensa område, og har rekkevidde frå nokre  $\mu\text{m}$  til mm-skala ned i prøven, avhengig av prøvematriks. Analysetida kan stillast inn avhengig av kor mange grunnstoff ein vil analysere, og ønska nøyaktigheit på analysen. Ei normal analysetid ved full skanning er frå eitt til to minutt.

### 3.2 Deteksjonsgrenser og kjelder til usikkerheit

Som ved alle analysemetodar, finst det ei grense for kor låge konsentrasjonar instrumentet kan måle. Denne grensa er ikkje lik for dei ulike grunnstoffa, og vil vere oppgitt i instrumentet sine spesifikasjonar. Deteksjonsgrenser vil variere frå ulike instrument, og er avhengig av analysetid, interferens/matriks og statistisk konfidensintervall (Thermo Scientific, 2010). Tabell 1 viser eksempel på deteksjonsgrenser for eit instrument. Tabell 2 gir oversikt over deteksjonsgrenser for uran og andre tungmetall som blei analysert i samband med Rv 4 Gran grense – Jaren.

Tabell 1. Eksempel på deteksjonsgrenser (Thermo Scientific, 2010). Denne tabellen er basert på instrumentet Niton XL2 GOLDD+ ved bruk av analysefunksjonen «mining» på matriks av silisium ( $\text{SiO}_2$ ), typisk jordmatriks ( $\text{SiO}_2 + \text{Fe} + \text{Ca}$ ) og standard referansemateriale (SRM).

Limits of Detection in ppm (mg/kg)							
Time	60s per filter w/out He						
	Matrix	$\text{SiO}_2$		$\text{SiO}_2 + \text{Fe} + \text{Ca}$		SRM	
Elements	Ba	35		40		45	
	Sb	12		15		15	
	Sn	15		18		20	
	Cd	8		10		10	
	Pd	5		5		5	
	Ag	A/S		A/S		A/S	
	Mo	3		3		3	
	Nb	3		3		3	
	Zr	3		3		5	
	Sr	3		3		5	
	Rb	3		3		3	
	Bi	3		5		5	
	As	3		5		5	
	Se	3		3		3	
	Au	16		20		20	
	Pb	5		10		10	
	W	40		60		60	
	Zn	8		15		15	
	Cu	12		15		15	
	Ni	25		30		30	
	Co	20		100		100	
	Fe	35		N/A		N/A	
	Mn	60		65		85	
	Cr	20		30		35	
	V	10		20		35	
	Ti	10		20		60	
	Ca	50		N/A		N/A	
	K	40		N/A		N/A	
	Cl	60	50*	80	65*	75	65*
	S	70	55*	90	75*	125	90*
	P	250	200*	400	330*	300	230*
	Si	N/A	N/A*	N/A	N/A*	N/A	N/A*
Al	500	220*	1000	500*	2500	1000*	
Mg	3500	750*	6000	1500*	6500	2000*	

Ei analyse vil samtidig ha ei usikkerheit knytt til seg. Feilmarginen vil vere oppgitt etter analyseresultatet, og er normalt gitt som to gangar standardaviket ( $2\sigma$ ). Den oppgitte feilmarginen vil då representere intervallet der den sanne verdien med 95 % sannsyn vil vere.

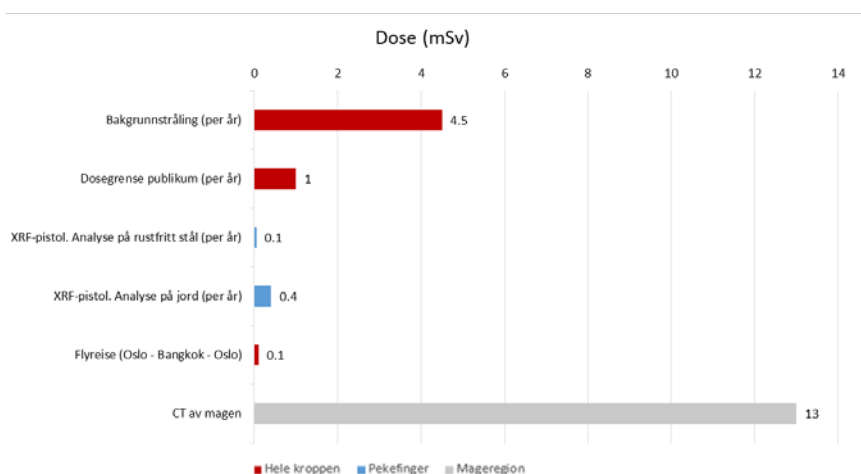
Usikkerheita til ein analyse kan vere relatert til (Shaffer, 2012):

- Prøveprepareringsmetode
- Effekt av kornstorleik (som ideelt bør vere under 50  $\mu\text{m}$ )
- Mineralogiske effektar
- Linjeinterferens på grunn av overlapp av energiar
- Matriks-effektar (Absorpsjon eller forsterking av strålinga i prøven)
- Fukt
- Prøveutval

Generelt har dei tunge grunnstoffa med høge atomnummer ein betre deteksjon enn grunnstoffa med låge atomnummer. Handheldt XRF gir derfor i praksis meir pålitelege analysar av forureinande tungmetall inklusive uran og thorium, men litt mindre nøyaktige analysar av dei lettare grunnstoffa, som for eksempel svovel og kalsium. Handheldt XRF kan ikkje brukast til å analysere grunnstoff som er lettare enn magnesium (karbon, nitrogen, natrium).

### 3.3 HMS

Ved analysering med XRF blir det sendt ut høg-energetisk stråling (røntgen) i ei smal stråle inn mot prøven. Det er viktig at personell som skal bruke XRF-en har gjennomgått sikkerhetsrutinane på førehand, slik at instrumentet blir brukt på rett måte. Den viktigaste regelen for sikker bruk er å aldri rette XRF-en mot seg sjølv eller andre medan ein utfører analysar. Når instrumentet ikkje er i bruk, bør det vere låst inne på ein trygg plass. Styresmaktene har sett strenge reglar for kor mykje stråling ein bør utsette seg for i året. Anbefalt dosegrense for allmennheita er 1 mSv per år. Ved ein aktiv bruk av XRF gjennom eit heilt år vil stråledosane til kroppen komme godt under denne grensa. Figur 3. illustrerer kva dosar i mSv peikefingeren får ved å analysere jord 1/3 av arbeidstida i eit heilt år (0,4 mSv/år). Til samanlikning vil heile kroppen få ein dose på 0,1 mSv ved ei flyreise tur retur Oslo-Bangkok. Den naturlege bakgrunnsstrålinga er omtrent 4,5 mSv/år.



Figur 3. Strålingsdoser ved bruk av XRF-pistol samanlikna med bakgrunnsstråling og andre strålekjelder. Ved bruk av handheldt XRF (blå farge) er det i praksis berre peikefingeren som

*blir påverka av strålinga, og med låge doser samanlikna med andre kjelder (figur mottatt frå Holger Hartmann, 2016).*

### 3.4 Prøver og prøvepreparering

Generelt gjeld følgjande:

- Preparat av fint nedknust materiale gir alltid best analyseresultat, men kan vere tidkrevjande
- Analyse direkte på stein-, jord- eller sedimentprøver er raskt, men gir noko lågare analysekvalitet

Ein bør derfor legge opp strategien etter ei vurdering av behov for analysekvalitet.

#### Stein

XRF-en kan måle direkte på enkeltsteinar, og overflata bør helst vere jamn, slik at instrumentet kjem heilt inntil steinen (prøven skal vere nærmast mogleg strålingskjelda). Det kan ofte vere nødvendig å analysere fleire stader på steinoverflata, slik at ein får eit meir representativt resultat for steinprøven. For finkorna skifrige bergartar, særleg svarte leirskifrar (alunskifer m.m.), er det viktig å plassere analyseområdet på tvers av lagdelinga. Svarte skifrar er kjent for stor kjemisk variasjon frå lag til lag på liten skala (< 1 mm). For slike svake bergartar er det om nødvendig ofte lett å file til eit nokså plant område. Analysen vil då dekke fleire tynne sjikt. Motsett vil analyse på ei enkelt lagflate bare representere ytterste laget og kan gi heilt feil inntrykk av totalkjemien. For meir grovkorna bergartar er det nyttig å analysere meir enn eitt område, og særleg når bergartane har tydeleg lagdeling. Slik kan ein samtidig sikre seg mot at tilfeldige heterogenitetar i bergarten spelar inn, og påverkar analyseresultatet. Det er vidare viktig å merke seg at forvitring eller annan omdanning kan føre til auka forureiningspotensial. Dersom steinprøven har vore utsett for forvitring på overflata, kan det vere nyttig å dele steinen i to, og analysere både den indre delen («frisk»), og ytre forvittra del. Problemstillinga er illustrert ved eksempela frå Rv4 Gran og E18 Lillesand.

#### Jord

XRF-analysar kan også nyttast direkte på jord- og sedimentprøver. Ved analysering direkte på jord, er det anbefalt at laget har ein tjuknad på minst 10 mm (Imanishi, Bando, Komatani, Wada, & Tsuji, 2009). Generelt gjeld det at jordartar med liten partikkelstorleik gjev best føresetnader for gode resultat. Høg fuktigheit kan også påverke nøyaktigheita til XRF-analysen. *Den totale feilen er som oftast liten når fuktinnhaldet er lågt (5– 20 %)*, men dersom fuktinnhaldet er større enn 20% er det anbefalt å tørke prøven (Kalnicky & Singhvi, 2001). Ein bør ha i mente at XRF-en ikkje analyserer for karbon.

#### Preparering av prøver

Variasjonar i prøvematerialet kan spele inn på analyseresultatet. Dette inkluderer parameter som partikkelstorleik, homogenitet og overflateforhold (Kalnicky & Singhvi, 2001). For å

minimere slike feilkjelder, kan ein preparere prøvane før analyse. Det finst fleire ulike prepareringsmetodar. Pulverpreparering er ein enkel metode og blir gjort ved å male ned steinen til fint pulver ved bruk av morter. Ein bør bruke agatmortar fordi denne ikkje avgir sporstoff som kan påverke analyseresultatet. Knusing i mortar er velegna for svake bergartar som svartskifer og kalkstein, medan knusing av hardare bergartar (gneis, granitt etc.) krev knusing i mølle. Stålmøller inneheld ofte Cr, V og Mo, som i knuseprosessen vil smitte over på prøva. Ved bruk av stålmølle er det viktig å kjenne innhaldet av slike sporstoff. Dette kan ein raskt avklare ved å analysere med XRF direkte på godset. Prøvane blir deretter overført til eigne «prøvekoppar» tilpassa XRF-en (Figur 4), og bør vere fylte med analysemateriale opp til 2/3 av prøvekoppen. Ein annan prepareringsmetode går ut på å presse bergartspulveret til pellets før analyse.

### 3.5 Kalibrering

Kalibrering av instrumentet må utførast etter fast rutine. Kalibrering av instrumentet vart utført av leverandør ein gong per år etter vår avtale på Rv 4. Det er likevel anbefalt å legge inn *kalibreringskorreksjonar* basert på eigne prøver med kjent kjemi (sjå Kapittel 4.1). Årsaka til dette er at handheldt XRF er ein semi-kvantitativ metode, dvs. at målingane er berre omtrentleg nøyaktige og i tillegg meir eller mindre påverka av bergartseigenskapar. Ukorrigerde målingar basert på kalibreringa til produsenten av instrumentet kan derfor avvike frå sann verdi utført ved kvantitative analyse i laboratorium (eksempelvis ICP-MS og kvantitativ XRF).



*Figur 4. Ein oppnår meir nøyaktige analyseresultat når ein nyttar finknust bergartspulver i prøvekoppar dekte med ein tynn spesialtilpassa plastfilm frå fabrikanten, og med instrumentet stabilt plassert i eigen holdar. Kalibreringskorreksjonar må utførast på denne måten (eksempel frå skiferanalyse Rv 4 Gran). Foto: Halldis Fjermestad.*

Det er ofte nødvendig å etablere eit sett av *kalibreringsstandardar* :

- Ein vel først ut ein serie med typiske bergartsprøver som dekker observert variasjon innan eige prosjektområde. Dette må bygge på relativt grundig geologisk feltarbeid.
- Deretter analyserer ein desse bergartane med ein kvantitativ metode ved akkreditert laboratorium for å skaffe fram «fasit»: Det er viktig at det eksterne laboratoriet leverer tilbake finknust representativt pulver.
- Analyserer til slutt dei same prøvane (finknust pulver) med XRF-instrumentet stabilt plassert i holdar etter metoden vist i Figur 4.

Kalibreringsstandardane må vere representative for matriksen (særleg storleiken til mineralkorna) og variasjonar mht. grunnstoffkonsentrasjonane i bergartane. Der det er stor variasjon i berggrunnen (kornstorleik, mineralogi, m.m.) bør det lagast separate kalibreringar for kvar bergartsgruppe, særleg når det er behov for nøyaktige analysar (evt, også nedknusing og rutinemessig analyse av bergartspulver i plastkoppar). Korreksjonsfaktorar kan enkelt leggst inn i instrumentet, ved å bruke stigningstalet og skjeringspunktet i dei tillagde kalibreringskurvene (sjå Figur 5).

### 3.6 Vedlikehald

I tillegg til ein årleg kalibrering hos leverandøren, bør instrumentet jamnleg sjekkast opp mot kjente prøver, både for å avdekke avvik eller drift i instrumentet. Det daglege vedlikehaldet av XRF-en inkluderer å gjennomføre ein automatisk «system check» som sjekkar at instrumentet fungerer som det skal.

Ein må også følgje med på om smuss festar seg på Polypropylen-filmen på snuten av instrumentet. Filmen må skiftast ut dersom det går hol på det eller den blir skitna til.

Generelt bør ein halde instrumentet unna større elektriske apparat som omnar eller, mikrobølgeomnar medan ein analyserer.

### 3.7 Nokre praktiske utfordringar

Måling gjennom pose kan i nokre tilfelle vere ønskeleg for rask «screening» av pulverisert materiale (t.d. jord eller borekaks). Ein pose vil påverke målingane i ulik grad og i større grad for lette grunnstoff enn for dei tyngre grunnstoffa (Kalnicky & Singhvi, 2001). Analysering gjennom prøveposar kan dermed ha mykje å seie for mellom anna svovel, som dermed kan bli underestimerte. Tynnare posar er generelt gunstigare enn tjukke. Dersom det ikkje er nødvendig med veldig låge deteksjonsgrenser, kan instrumentet bli kalibrert til å måle gjennom ulike typar medium (Thermo Scientific, 2013).

I bergartar er som oftast mineralkorna ujamnt fordelt i matriksen. Dermed vil også det kjemiske innhaldet variere noko etter kvar på steinen ein måler. Nokre gonger kan det vere vanskeleg å vite om ein XRF-analyse er representativ for steinen ein måler på. Slike

usikkerheitlar vil reduserast ved å utføre fleire analyser på ulike område av prøvematerialet eller male opp materialet og preparere prøven før analyse.

#### 4. Eksempel frå Rv 4 Gran

Alunskifer er kjent som ein problematisk bergart, som kan gi kraftig forureining ved forsuring og tungmetallmobilisering, inklusive utlekking av uran til resipient. Av denne grunn set Forurensningsforskriften strenge krav til handtering og deponering. Hittil har omtrent all alunskifer blitt sendt til deponering på Langøya i Vestfold, og i det er også mistanke om at annan uproblematisk svart skifer har hamna i dette deponiet for spesialavfall. I samband med utbygginga av RV 4- parsellen Gran grense - Jaren vart bygginga av ein 1,7 km lang tunnel forbi Gran sentrum starta hausten 2013. Tunnelen skulle gå gjennom sedimentære bergartar frå Kambrosilur, med varierende grad av faldingar. På grunn av svært lange transportavstandar fekk Statens vegvesen løyve frå Miljødirektoratet og Statens strålevern til å lagre alunskifer lokalt. Dette har vore eit pilotprosjekt, og det vart sett svært strenge krav til gjennomføringa. Grunnboringar utført i forprosjektet hadde dokumentert eit større innslag av alunskifer og andre svarte skifrar fleire stader i tunnelen og elles innan prosjektområdet (Iversen og Klüver 2001, Rui 2005, Hagelia 2005, Endre 2013, Multiconsult 2013). Både alunskifer (1 - 3 a) og deler av svartskiferen i det såkalla Galgebergledet (3b $\beta$ ) i Tøyenformasjonen var på førehand klassifiserte som potensielt forureinande massar (Endre 2013). I tillegg kjem kalkleirskifer (3b $\alpha$ ), urein kalkstein (3c) og leirskifer (4a). Namna og nummereringa på dei ulike bergartane referer seg til den klassiske stratigrafiske inndelinga i Oslofeltets kambrosiluriske lagrekke (sjå Statens vegvesen 2015).

Årsaka til forureininga er varierende høgt innhald av jernsulfid og tungmetall. Innleiande analysar med utgangspunkt i borekaks dokumenterte stratigrafien, på grunnlag av ledefossil, forkomst av sulfid og andre geologiske kriterium (Geokart AS 2005). Det blei på dette grunnlaget tatt ut ein del typiske prøver av alunskifer, svartskifer og ulike kalksteinar for mineralogisk analyse og enkel statisk utlekkingstest (Hagelia 2005). Det er først og fremst svovelkis (pyritt) i alunskiferen som kan føre til sur avrenning og tungmetallmobilisering. Men også nikkelsulfid (pentlanditt) blei identifisert.

Forureiningspotensialet i prøver frå Gran blei også undersøkt på NMBU-Ås. Utlekkingstest med sekvensiell ekstraksjon, viste at også det såkalla Galgebergledet kan gje forureining (Fjermestad 2013, Helmers 2013). Dette var i samsvar med undersøkingar ved NGI, som viste at det totale innhaldet av svovel og fleire tungmetall i deler av Galgebergledet overlappar med verdiane for alunskifer (Endre 2013). Alunskiferen inneheld også uran i konsentrasjonar som lokalt overskrid grenseverdien på 1 Bq/gram (sjå under).

Utlekking av forureinande komponentar frå alunskifer og svartskifer er nært knytta til forvitring. Desse prosessane blir forsterka etter sprenging fordi store overflater av fragmentert til nedknust masse kjem i kontakt med luft og vatn. Handheldt XRF vart brukt for å klassifisere og skilje ut potensiell forureinande fjell frå resten av massane i tunnelen.

## 4.1 Klargjering og kalibrering for XRF analyse må tilpassast lokal geologi

### 4.1.1 Instrumentet

Instrumentet som vart nytta i Rv 4 prosjektet var ein handheldt XRF av typen NITON XL3t GOLDD+. Instrumentet kan analysere konsentrasjonar av grunnstoff frå magnesium (Mg) til uran (U). Grunnstoff som er lettare enn Mg, inklusive natrium (Na) og karbon (C), kan ikkje analyserast. Analyseprogrammet «Mining», som følger med instrumentet, vart nytta på alle analysar, sidan dette var best tilpassa bergartsanalysar. Det var likevel behov for å justere fabrikkkalibreringane (sjå 4.1.2). Innstilt analysetid varierte frå 100 til 120 sekund, alt etter kor god nøyaktigheit som var nødvendig.

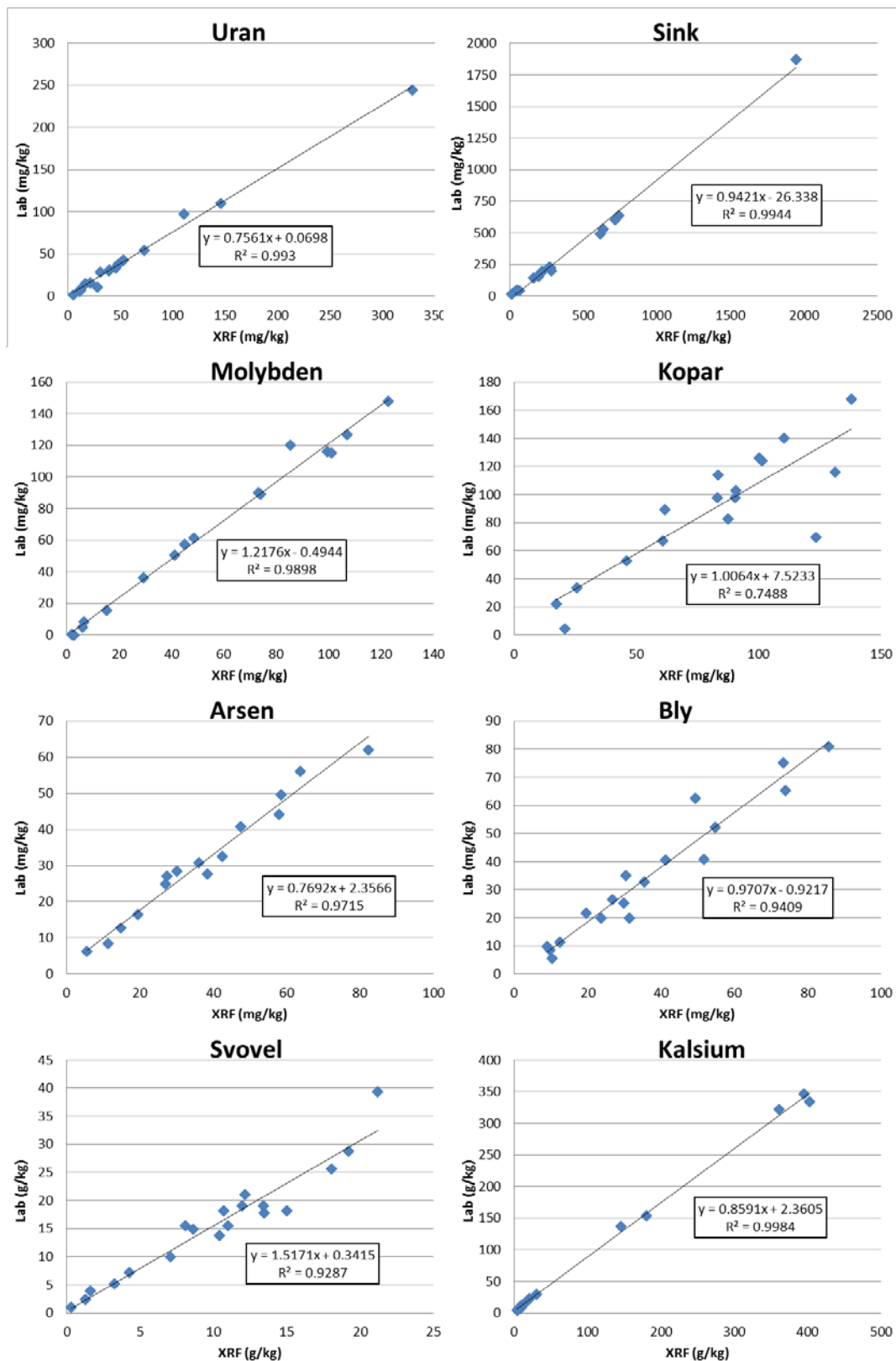
### 4.1.2 Justering av kalibrering – korrelasjon mot bergartsprøver med kjent kjemi

Kalibreringsjusteringa vart gjort ved hjelp av prøver av finknuste bergartar som på førehand var analyserte med fullt kvantitative metodar ved eit akkreditert laboratorium. NGI hadde på førehand utført undersøkingar av borkjerner med vekt på geokjemisk stratigrafi (Endre 2013). Erik Endre hadde sikra seg at pulverpreparat av alle prøver var tilgjengeleg, og vi valte ut 20 prøver («fasit») som dekte heile den kjemiske variasjonen i bergartane på Gran. Fem ulike bergartstypar frå tunnelen var representert i utvalet: *Alunskifer* (2–3a), *kalkleirskifer* (3b $\alpha$ ), *svartskifer* (3b $\beta$  = Galgebergledet), *urein kalkstein* (3c) & *leirskifer* (4a). Det vart laga kalibreringskurver for alle grunnstoffa me hadde kjente analysedata på. Analysane vart utført på finknust bergartspulver (ca. 5–10  $\mu$ m) i små plastkoppar med XRF-instrumentet plassert i holdar (sjå Figur 4). Dei grunnstoffa som hadde tydelege og systematiske avvik frå kjente labverdiar fekk ein korreksjonsfaktor lagt inn i instrumentet. Målingar med instrumentet gir dermed resultat som samsvarer med sann verdi innan statistisk usikkerheit.

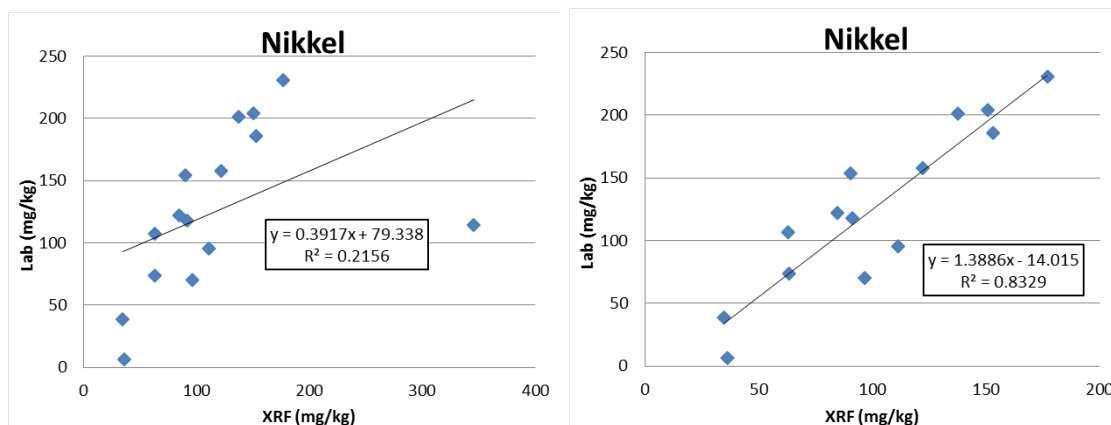
Korrelasjonsfigurar for grunnstoff brukt til analysering av bergartar på Gran er gitt i figurar nedanfor (Figur 5). Labverdiar (sann verdi) er gitt på y-aksen, XRF-verdiar på x-aksen. Det vart lagt inn justerte kalibreringar for grunnstoff som hadde ein tydeleg avvikande trend frå kjente verdiar, dette inkluderte uran (U), arsen (As), sink (Zn), molybden (Mo), kalsium (Ca) og svovel (S).

Nokre av grunnstoffa som var planlagt å bruke som grunnlag for XRF-karakteriseringa av svartskifer kunne ikkje nyttast på grunn av dårleg kvalitet på XRF-målingane. Dette gjaldt for nikkell (Ni), som hadde ei høg deteksjonsgrense (omkring 30–40 ppm), og viste ein dårleg korrelasjon med dei kjente prøvene (beste  $R^2 = 0,83$ , men først etter fjerning av uteliggjar, sjå Figur 6), og for kadmium (Cd), som hadde høgre deteksjonsgrenser (omkring 9 ppm) enn våre behov. Dette hadde ikkje innverknad på vurderingane av deponipliktig materiale, fordi Ni og Cd korrelerer positivt med mange av dei andre tungmetalla som var utslagsgivande.





Figur 5. Kalibreringskurver. X-aksen er målinger utført på finknust bergartspulver plassert i små plastkopper og med handheldt XRF plassert i holdar som vist på Figur 4. Y-aksen er «fasit» utført i eksternt laboratorium ved ICP-MS. Alle data i mg/kg = ppm. Lineær regresjon for kvart element viste stort sett gode korrelasjoner, men samsvaret mot sanne verdier varierte. Kalibreringa blei derfor justert for kvart enkelt element.



Figur 6. Nikkel gav generelt dårlegare korrelasjon mot kjente laboratorieverdiar. Høgre bilde viser betre korrelasjon, men etter fjerning av uteliggjar.

## 4.2 Prøvetaking og analyse

### 4.2.1 Tunnel

Prøvetaking blei utført på to måtar:

- Kjerneboring framfor tunnelstuffen
- Prøvetaking på tunnelstuffen

Det vart regelmessig utført kjerneboring 50–100 m framover i tunnellopet, for å få oversikt over forventa geologi dei neste vekene. Kjernane vart logga og analysert med XRF, slik at me kunne vite når me måtte i gang med ei meir omfattande prøvetaking i tunnelen (Figur 7).

Alt arbeidet med XRF-analysane og logging av borkjerner vart gjort inne i ein eigen feltcontainer, eller på plassen utanfor. Feltcontaineren var utstyrt med arbeidsbenk og dockingstasjon for pc. Ein manuell agatmorter vart kjøpt inn for å ha moglegheita til å knuse ned, og preparere prøver når det var nødvendig. Kalsium (Ca) indikerer bergartens syrenøytraliseringskapasitet fordi dette stort sett reflekterer innhaldet av kalsiumkarbonat (kalsitt). 10 % saltsyre vart nytta til å teste bergartar og borkjerner for innhald av kalsitt. Dette er ein tradisjonell feltgeologisk metode som raskt påviser kalsitt, som gir intens brusing. Dolomitt er også nokså vanleg på Gran, men er mindre løyseleg og brusar svært lite i 10 % kald saltsyre.

Prøvetaking frå tunnelstuffen (den innerste veggjen i tunnelen der boreriggen står) vart gjort ved å samle inn seks knyttnevestore steinprøver med hammar i god tid før salva blei fyrt av (sjå Figur 8). Det vart henta ut tre prøver frå øvre delar av stuffen (ved bruk av korga), og tre frå nedre deler. Som oftast blei prøvane tatt i samband med tunnelkartlegginga etter sprenging, men dersom fjellet var for dårleg, vart det henta prøver etter at tunnelveggen var sikra med betong. Steinprøvane vart oppbevart i posar merka med pelenummer og lokalitet på stuff før dei vart tatt med inn i feltcontaineren for analyse. Våte steinar låg ei stund til tørking før analyse vart gjennomført. Målinga vart gjennomført på ei eigna homogen overflate på steinprøven, og om mogleg på tvers av lagdelinga til skiferen.



Figur 7. Måling med handheldt XRF på borkjerner. Kvart analyseområde blei teikna inn med tusj (sjå sirkel på kjerne til venstre i kassa) og dokumentert. Foto: Stian Ellingsen.



Figur 8: Framgangsmåte for prøvetaking av steinar frå tunnelstuffen. Foto: Halldis Fjermestad.

#### 4.2.2 Veglinja

XRF-analysar på steinmateriale frå sprenging i dagen vart utført ved XRF-analysar på stein som var synleg i skjeringa, og somme tider ved å analysere borekaks frå området. Borekaksset vart knust i agatmortar og preparert i prøvekoppar før analyse.

### 4.3 Bruk av XRF-data som grunnlag for vurdering av forureiningspotensiale til kvar salve

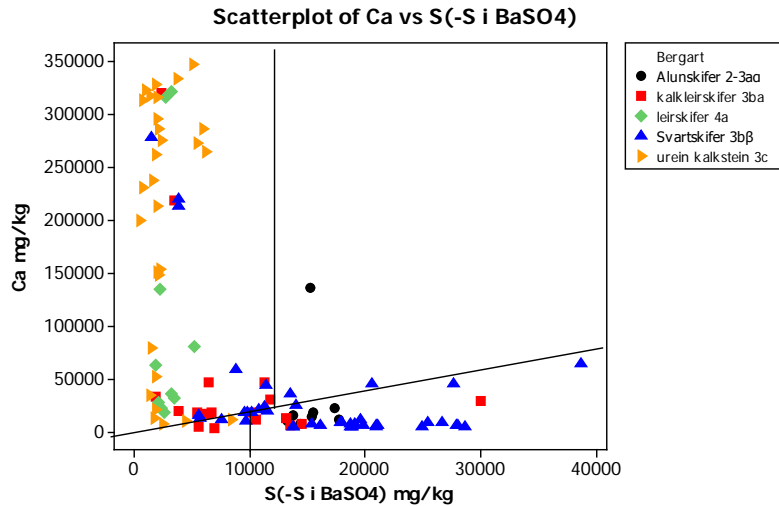
Basert på konsentrasjonar av fleire grunnstoff frå XRF-analysen vart kvar prøve klassifisert som *deponipliktig* eller *ikkje deponipliktig*. Det vart gjort via eit Excel-ark som XRF-resultata vart kopiert inn i (Tabell 3). Vurderinga var basert på konsentrasjonar av svovel, kalsium og totalt innhald av tungmetall i prøven. På dette tidspunktet eksisterte det ikkje grenseverdier for bruk av XRF med tanke på alunskifer. Det var derimot krav om at all alunskifer måtte deponerast. Vi etablerte derfor *interne grenseverdier* etter følgjande hovudprinsipp:

- Alunskifer i alle variantar definerte den kjemiske variasjonen for deponipliktige masse.
- Kalksteinar definerte på same måte kjemisk variasjon for ikkje-deponipliktige masse.
- Bergartar som heilt eller delvis overlappa den kjemiske variasjonen i alunskifer blei definert som deponipliktige.

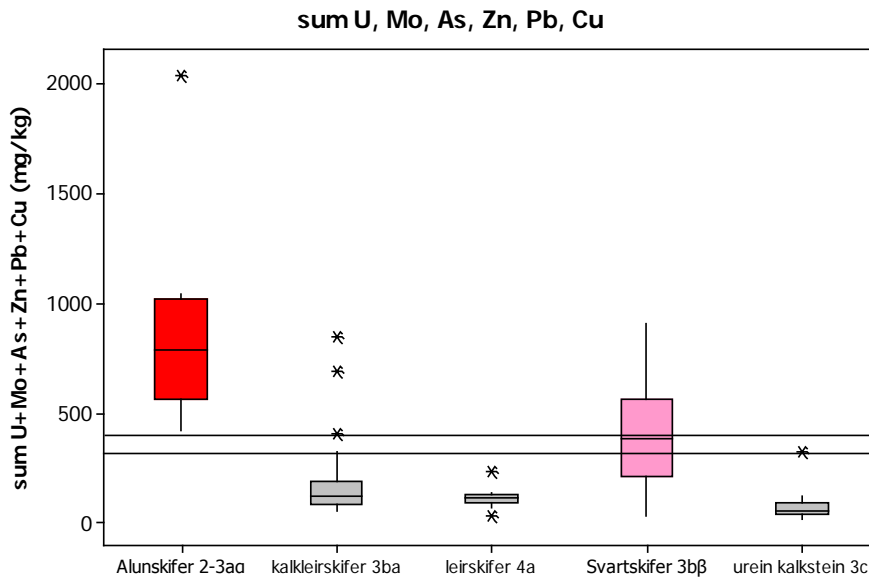
Grenseverdier for parametrane i Tabell 2 var satt på førehand på grunnlag av statistisk behandling av alle kjemiske analysar utført under forprosjektet på Gran (Endre 2013), og var vidare basert på utlekingstestar og potensiell syreproduksjon (Fjermestad 2013). Grenseverdiene er plotta i Figur 9 og 10, og den kjemiske variasjonen viser at svartskifer av typen Galgeberg med kjemi tilsvarande alunskifer også burde deponerast. I første delen av tunnelen, der svartskifer av typen Galgeberg vart kartlagt, vart salven definert som deponipliktig dersom over halvparten av tunnelsteinane var deponipliktige. For alunskifer var grensa 2 av 6 deponipliktige steinar, eller over 10 % alunskifer i salva.

*Tabell 2. Interne grenseverdier for grunnstoff-brukt til å klassifisere deponipliktige bergartar på Gran. Deteksjonsgrensene er basert på analysar av standard referansemateriale jord (Thermo Scientific, 2010).*

Grunnstoff	Grenseverdi (mg/kg)	Deteksjonsgrenser for XRF (mg/kg)
U	25	5
Zn	150	15
As	20	5
Cu	70	15
Pb	20	10
Mo	35	3
Total tungmetall	>320-400	
S	10.000 (1%)	100



Figur 9. Interne grenseverdier for syrepotensial blei definert med utgangspunkt i typisk alunskifer (svarte symbol). Potensielt syredannande berg har  $S > 10000 \text{ mg/kg}$  og  $Ca/S < 2$ . Nokre variantar av svartskiferen 3b $\beta$  hadde same syrepotensial som alunskifer, og blei også deponerte. Kalsium i desse sedimentære bergartane reflekterer hovudsakleg innhald av kalsiumkarbonat, som er uttrykk for pH buffer. Diagrammet er ikkje nødvendigvis gyldig for andre bergartar.



Figur 10. Figuren viser variasjon i summert tungmetallkonsentrasjon (U, Mo, As, Zn, Pb og Cu) i bergartar frå Granstunnelen, basert på kjemiske analysar ved ICP-MS. ( $n = 8, 19, 10, 42$  og  $29$  for dei respektive bergartane. \* = uteliggjar (ein verdi som aviker frå resten av data). Boksen representerer området der 50% av data ligg, medan den horisontale streken i midten er medianen til datasettet. Den interne grenseverdien for skadeleg tungmetallinnhald blei, med bakgrunn i erfaring, plassert mellom alunskifer (alltid potensielt skadeleg) og kalksteinar (reknast ikkje som skadelege). Berg med sum av tungmetall  $> 400 \text{ mg/kg}$  blei definert som potensielt skadelege mht. utlekking. Ved konsentrasjonar mellom  $320 - 400 \text{ mg/kg}$  (mellom

dei to horisontale linjene) blei det i tillegg sett på konsentrasjon av utvalgte tungmetall, for å vurdere om skiferen var deponipliktig. Nokre variantar av svartskifer (Galgeberg –3bβ) hadde like mykje tungmetall som alunskifer, og blei også deponerte. Diagrammet er ikkje nødvendigvis gyldig for andre bergartar.

Tabell 3. Grunnstoffa med tilhøyrande konsentrasjonar kjem opp på XRF-skjermen på instrumentet etter kvart som dei blir målt. Ved å legge inn grenseverdier for visse grunnstoff, kjem konsentrasjonane opp med raud farge.

Pelnr	Analyser	Link	Vurdering
8285,5	1	<a href="#">Utrekning</a>	Ikke deponipliktig
8287,5	2	<a href="#">Utrekning</a>	Ikke deponipliktig
8288,7	3	<a href="#">Utrekning</a>	Ikke deponipliktig
8290,5	4	<a href="#">Utrekning</a>	Ikke deponipliktig
8292,5	5	<a href="#">Utrekning</a>	Ikke deponipliktig
8294,4	6	<a href="#">Utrekning</a>	Ikke deponipliktig
8296,7	7	<a href="#">Utrekning</a>	Deponipliktig
8296,7	8	<a href="#">Utrekning</a>	Deponipliktig
8298,4	9	<a href="#">Utrekning</a>	Ikke deponipliktig
8300,3	10	<a href="#">Utrekning</a>	Deponipliktig
8302,6	11	<a href="#">Utrekning</a>	Deponipliktig
8304,1	12	<a href="#">Utrekning</a>	Deponipliktig
8305,8	13	<a href="#">Utrekning</a>	Ikke deponipliktig
8306,6	14	<a href="#">Utrekning</a>	Ikke deponipliktig
8307,6	15	<a href="#">Utrekning</a>	Ikke deponipliktig
8308,5	16	<a href="#">Utrekning</a>	Ikke deponipliktig

## 4.4 Erfaringar

### 4.4.1 For tidkrevjande å bore ut kaks frå tunnelstuffen

I starten var det ynskjeleg å teste ut om borekaks frå tunnelen kunne brukast som analysemateriale for å vurdere bergartane i kvar tunnelsalve. Borekaks, som består av materiale frå heile salvelengda, ville utgjere eit meir representativt materiale enn tilfeldige steinar plukka frå ulike stader av stoffen. Metoden vart likevel forkasta tidleg fordi det var tidkrevande og vanskeleg gjennomførbart. Det er i praksis vanskeleg å samle opp borekaks frå separate borehol, kanskje med unnatak av dei lengst nede på stoffen. Preparering av borekakset til ferdige prøver vil også krevje tørking før det kan knusast og preparerast, noko som krev mykje ekstra utstyr (mølle, behov for omfattande vasking m.m. I tillegg var tidsvindauget ein hadde til å analysere prøven før salva gjekk av var for lite.

### 4.4.2 Klassifisering

Klassifiseringa av kvar salve kunne nokre gonger vere utfordrande i praksis. I starten vart det forsøkt å rekne ut gjennomsnittlege konsentrasjonar av svovel og tungmetall i ei salve basert på XRF-analysar av salvene, og ut frå det avgjere om heile salva var deponipliktig. Denne metoden vart fort forkasta, då heterogenitetar i prøvematerialet vanskeleggjorde å gjere ei vurdering ut i frå dette (ein høg prøve kunne gjere at gjennomsnittet vart høgt, og påverke



sluttresultatet sjølv om resten av prøvane var under grenseverdiar). Volumvurderinga av salven kunne også vere utfordrande, når ein ikkje såg tydelege overgangar mellom laga i tunnelen. Etter kvart vart enklare reglar satt for når salva skulle reknast som «deponipliktig», mellom anna ved å utarbeide eit excelark som gav klart svar om prøven var deponipliktig eller ikkje. Det vart også klare reglar for kor mange av analysane som måtte vere overskrida for at heile salven skulle bli klassifisert som deponipliktig (sjå kapittel 4.3).

#### **4.4.3 Urankonsentrasjon målt ved XRF i alunskifer samsvarer med Bq/gram**

Vi gjorde også ei svært viktig erfaring med tanke på uran. NGI hadde gjort eit utval av representative prøver for å finne ut om utsprengt masse kunne overskride *grenseverdien på 1 Bq/gram*. Prøvene blei undersøkt ved IFE og viste at *alle innsendte prøver låg under grensa*. Ei enkelt prøve av kalkkonkresjon overskreid grensa (Endre 2012), og vi la derfor til grunn at ingen deler av alunskifermassen kunne reknast som radioaktivt avfall. Ved hjelp av XRF blei det etablert ein korrelasjon mellom uraninnhald i ppm og Bq/gram som viste at grenseverdien låg på nær 100 ppm uran. Denne korrelasjonen gjeld bare for alunskifer som har lite av andre radioaktive element (typisk låge thoriumkonsentrasjonar).

Under rutinemessig systematisk analyse av tunnelstein viste det seg at uran i nokre tilfelle var høgare enn 100 ppm. Eksempelet viser at dersom ein hadde brukt handheldt XRF også i forundersøkingane ville ein kunne ha avdekt variasjonen på eit mykje tidlegare tidspunkt. Nå var det likevel slik at all alunskifer gjekk til masselageret på Gran, og det aller meste hadde < 100 ppm uran (< 1 Bq/gram).

Miljødirektoratet setter nå grenseverdien for uran ved 90 ppm (NGI 2015a).

## **5. Eksempel frå E18 Lillesand**

### **5.1 Sur avrenning knytta til sprenging i rusta svovelførande gneis**

Området omkring Lillesand har lenge vore kjent for sur avrenning og metallmobilisering frå rusta svovelførande gneisar. Etablering av industritomter på Gaupemyr (Figur 11) mot slutten av 1980-talet førte til ekstremt sterkt forureining av Langedalstjenna rett nedanfor. Vatnet fekk ganske raskt etter redusert pH-verdien til under 4. Ekstreme konsentrasjonar av aluminium førte til akutt og varig fiskedød. Det blei også rapportert om tungmetallmobilisering (NIVA 1992). Langedalstjenna var tidlegare drikkevasskjelde for opp mot hundre husstandar og eit godt fiskevatn. Trass i kalking er ennå dette vatnet forureina. Tilsvarande sur avrenning og metallmobilisering blei rapportert i samband med sprenging ved Sørlandet travpark (NIVA 1995). Også ved utsprenging av ei industritomt i rusta svovelførande gneis ved Moelva, rett nord for den nye E18 traseen, oppstod det i 2005–2006 akutt forureining og momentan fiskedød etter kraftig regnskyll og utvasking av reaktivt finstoff (NIVA 2006).

Forundersøkingane for nye E18 gjennom Lillesand la stor vekt på kartlegging og analyse. Det blei sett ned ei tverrfagleg prosjektgruppe av Statens vegvesen, NIVA, Institutt for energiteknikk (IFE), Norges geologiske undersøking (NGU), og Geokart AS for å sjå på

årsakssamanhengen mellom geologi, mineralogi og sur avrenning (Geokart AS 2001, IFE 2002 NIVA 2002, NGU 2002, Statens vegvesen 2003a).

Svovelførande mineral opptre på følgjande måte:

- Magnetkis (pyrrhotitt) følger lagdelinga (gneisstrukturen) i bergarten
- Omvandling/forvitring langs sprekker inneheld jern-oksyhdroksid saman med sulfatmineralet jarositt
- Svovelkis (pyritt) opptre på sprekker (ofte saman med rustomvandling og forvittringsprodukt)

Hovudkonklusjonen var at rustforvitring/omvandling er ei svært viktig kjelde til den historiske forsureninga. Undersøkingar ved hjelp av svovel- og bly-isotopar som tracer studie blei utført av IFE (2002). Dette viste at *frisk og uforvittra sulfidgneis med jamt fordelte sulfidkorn (magnetkis) bidrog i svært liten grad til forureininga av Langedalstjenna. Det største bidraget til den lokale forureining kom frå ein muskovittrik gneis med forvittra magnetkis, samt svovelkis på sprekkeflater. IFE sine data viste også at gulbrune forvittringsskorper gav svært viktige bidrag.*

NGU (2002) undersøkte eit *representativt prøveutval* av rusta svovelførande gneis frå heile traseen (samla av Geokart AS). Ein fann at magnetkis-innhaldet varierte frå spormengder til ca. 2–3 %, oftast < 1% (NGU (2002) konkluderte med at slike låge sulfidkonsentrasjonar neppe vil føre til sur avrenning. Kjemisk analyse av fem bergartsprøver frå kjeldeområdet på Gaupemyr viste at svovel varierte mellom 0.58 og 1.28 %.

*Statens vegvesen (2003a) undersøkte pH-utviklinga i ulike materialar.* Alle pH målingar blei utført på forsiktig nedknust materiale i mortar, tilsett destillert vatn og målt over 24 timar. Svakt materiale i prøvene var godt representert på finaste fraksjon. Prøvene blei seinare undersøkt ved røntgendiffraksjon:

- Utseparert magnetkis (FeS) (dvs. fullt eksponerte mineral Korn) gav pH = 3,8–4,2 og var dermed relativt moderat reaktive. Uforvittra magnetkis gav pH = 4,2, medan dei litt lågare verdiane blei oppnådd på forvittra magnetkis.
- Uforvittra svovelkis (FeS<sub>2</sub>) frå sprekkeplan gav pH = 2,5, medan oksidert/rustforvittra svovelkis gav pH ≈ 4.
- Forvittringsskorper/omvandlingskorper med FeOOH (rust), *også utan sulfid*, med jarositt (KFe<sub>3</sub> (SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (OH)<sub>6</sub>) førte til pH senking til 3,8 – 2,3. Det svakaste materialet gav lågast pH.

Dette viste at syrepotensialet i stor grad var knytta til forvitring/omvandling, inklusive sulfidfrie rustskorper med mineralet jarositt. Resultatet var i godt samsvar med internasjonal forskning, som viser at oppløysing av jarositt er ein viktig syregivar (sjå bl.a. Bowell mfl. 2000).

*Ved bergsprenging vil alltid det svakaste materialet bli overrepresentert i finfraksjonen.* Det er dermed av stor interesse å avdekke pH-utviklinga i prøver av svakt materiale.

Statens vegvesen utførte detaljert geologisk kartlegging langs heile traseen, med bistand frå Geokart AS og NGU. Det blei skilt ut tre variantar av svovelførande gneis med sannsynleg ulik



grad av forureiningspotensial (Geokart AS 2001; Statens vegvesen 2003b, c, d, 2005; NGU 2005): NGU og Statens vegvesen konstaterte at sulfidinnhaldet ofte var mindre enn omfanget av rusta omvandlingskorper med jern-oksyhdroksid og jarositt.

Med bakgrunn i alle undersøkingane konkluderte Statens vegvesen med at hovudårsaka til den historiske forureininga i området Gaupemyr–Langedalstjenna i første rekke var knytta til omvandling og forvitring. *Ein rådde til at hovudfokuset med tanke på klassifisering måtte leggest på forvitring/omvandling, med og utan svovelkis, samt fragmenteringsegenskaper og finstoffdanning ved sprenging. Magnetkis i muskovittførande gneis var viktig å ta omsyn til, og ein konstaterte at svovelkis knytta til sprekkesoner med evt. meir kis enn avdekt i forundersøkingane også ville kunne føre til sterk forsuring* (Statens vegvesen 2003a, 2005).

Nøytralisering ved kalking og lutanlegg var påkravd saman med strenge krav til tette deponi. Under bygging av nye E18 blei det etablert tre store deponi for «rusta sulfidførande stein» (Figur 11).

- M15/16 ved Gaupemyr
- M17 ved Mannfalldalen
- M20 ved Urdalen

Omtrent 1 år etter slutføring av deponia viste det seg at det lakk store mengder *svovelsyre, aluminium og tungmetall ut i resipient* frå M15/16 og M17. Utrengsla frå M15/16 går ut i bekk ned til Kaldvellfjorden, og førte til *utfelling av kvite aluminiumsforbindelsar på svaberga* omkring ein populær badeplass. Dette er oppsummert av Hindar og Nordstrøm (2015). Fylkesmannen påla Statens vegvesen å stå føre ei opprydding, og OPS selskapet utførte omfattande ekstra reinsetiltak.

I 2014 blei vi også informert om låge pH-verdiar og sterkt auka aluminiumskonsentrasjonar i ein bekk mellom E18 og indre Kaldvellfjorden ved Kilen. Vatnet renner ut frå eit deponi (M13) for «rein stein» (S-total  $\leq 0,2\%$ ) og «lavsulfidstein» (S-total 0,2 – 1,25 %). I 2007 var vi også blitt informert om at *utbyggjar hadde lagt til grunn at bare frisk uforvittra sulfid var viktig*, og at rusta forvitring og omvandling ikkje bidrog til forureining slik Statens vegvesen hadde rapportert. Ein brukte oksidasjonsmiddelet hydrogenperoksid ( $H_2O_2$ ) på borestøv for raskt å påvise innhaldet av jernsulfid.  $H_2O_2$  gir eit temperaturutslag som er avhengig av sulfidinnhald. Det blei utvikla ein lokal prosedyre for analyse på borestøv. Men denne metoden gir ingen påliteleg informasjon om svovel knytta til jarositt og andre sulfatmineral i forvitringsskorpene som ikkje gir termiske utslag, og det er dermed fare for feilklassifisering.



*Figur 11. Kraftig omvandla og forvittra rusta gneis på Gaupemyr oppstrøms Langedalstjenna ved Lillesand. Det gulbrune materialet inneheld sulfatmineralet jarositt, jernoksyhydroksid og i blant svovelkis (Statens vegvesen 2003a).*

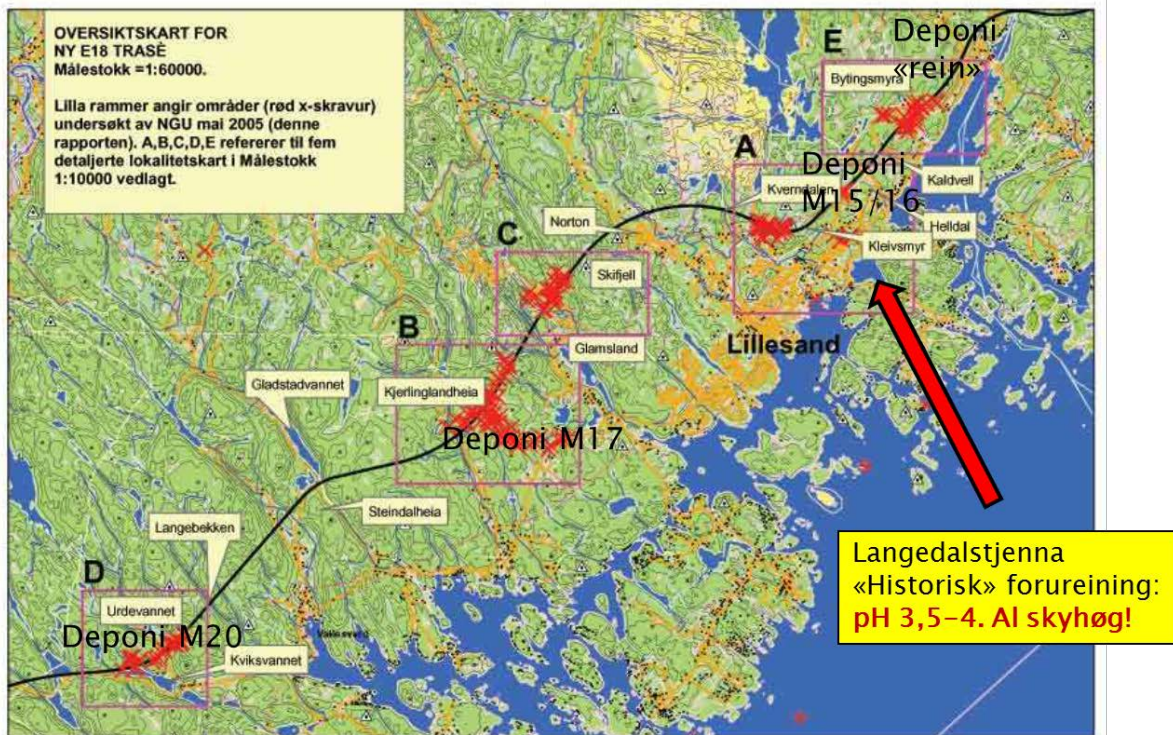
## 5.2 Analysar av deponert stein utført innan NORWAT

NORWAT prosjektet etablerte ein aktivitet for å sjå nærmare på årsakene til problema under og etter bygginga av nye E18. Ein del av dette arbeidet konsentrerte seg om analyse med handheldt XRF av rusta svovelførande gneisane, og blei utført i felt i august 2014 i opphaldsver. Vi konsentrerte oss om to av deponia for «sulfidstein» (M15/16 & M20) og deponiet for «rein stein» (M13) mellom Gitmark og Kilen. På desse stadane var det lett tilgang til eksponert stein i overflata, fordi deponia i utgangspunktet bare var dekt med nokre desimeter usortert morenejord (Hindar og Nordstrom 2015). Deponiet M17 var i seinare tid blitt tildekt av anna fyllmasse, så vi hadde ikkje tilgang til den deponerte gneisen. Det blei også utført XRF målingar på kvite utfellingar ved Kaldvellfjorden.

*Hovudmålet* var å finne ut korleis svovel og tungmetall fordeler seg i rusta sulfid og sulfatførande gneis. Strategien gjekk ut på å analysere typisk deponert stein med tanke på:

- Indre uforvittra/uomvandla bergart med frisk sulfid
- Sprekkebelegg (forvittringshud/omvandlingsprodukt)

XRF instrumentet er godt eigna til dette, fordi kvar enkelt analyse er avgrensa til små volum. Dette gjorde oss i stand til å utføre totalkjemiske analysar innan små og veldefinerte område, med maksimum diameter på 8 mm og ofte <1 mm under overflata, avhengig av porøsitet. Analysane vi utførte viste tydelege kjemiske forskjellar mellom < 1 mm tykke skorper og berget rett under (sjå under). Undersøkingane blei utført med den kalibreringa som blei brukt på Gran. Analyseresultata er halv-kvantitative på same måte som for svartskifer.



Figur 12. Oversikt over deponia som blei etablert i samband med bygging av ny E18 i Lillesandsdistriktet. NORWAT undersøkte bergartar frå deponia M20, M15/16 og deponi for «rein stein» (M13) nær indre Kaldvellfjorden.

Teiknforklaringa gir oversikt over materialet som blei analysert. Fargekoden er brukt i analysesjettene og histogramma frå dei respektive deponia.

Teiknforklaring	
	Uforvittra sulfidførande gneis
	Gulbrun rustskorpe m/jarositt
	Brun rustskorpe ± litt gult preg
	Raud rustskorpe
	Beige rustskorpe
	Pegmatitt
	Frisk amfibolitt
	Glimmerdominert flate
	Aluminiumutfelling

### 5.2.1 Deponi M15/16 for sulfidstein

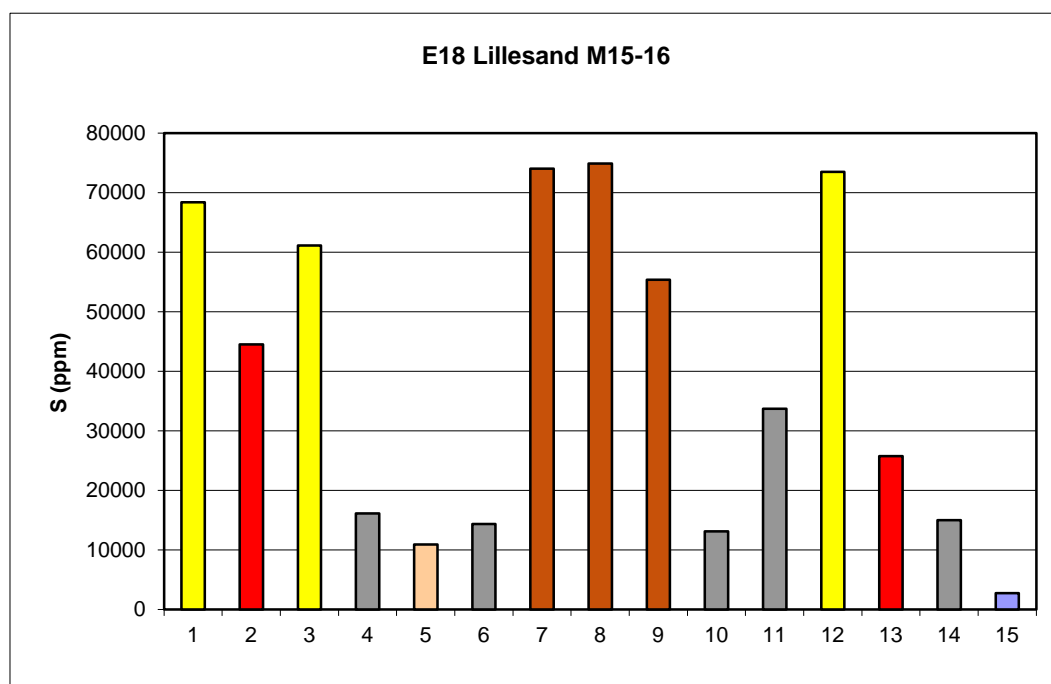
Dette deponiet var bare dekt med nokre få desimeter jord dei først åra. På grunn av svært omfattande sur avrenning og manglande reinseffekt blei heile området avretta og asfaltert for å hindre ytterlegare gjennomstrøyming av oksiderande overflatevatn (Hindar 2013). Under

feltarbeidet i august 2014 hadde vi likevel tilgang til deponerte bergarter i nordaustre enden, i skråninga ned mot Helldal. Dette området ligg rett oppstrøms reinseanlegget og bekken ned til badeplassen i strandsona ved Kaldvellfjorden, der aluminium var utfelt på bart berg som direkte følge av den sure avrenninga til sjø.

Vi analyserte fleire typiske omvandlingskorper og friske bergarter (Tabell 4 og Figur 13).

Tabell 4. Analyseresultat i ppm (= mg/kg) frå deponi M15/16 for sulfidstein. <LOD er under deteksjonsgrensa.

Analyse	S	Fe	K	Ca	Al	Ni	Zn	As
M15-16 a 1	68410	81545	20540	10069	24102	< LOD	21	19
M15-16 a 2	44502	154555	16737	2873	7137	148	31	24
M15-16 a 3	61159	47297	28841	8272	29687	< LOD	65	19
M15-16 a 4	16126	70569	44407	7936	79040	< LOD	108	23
M15-16 b 1	10936	332449	4753	3033	47861	230	86	65
M15-16 b 2	14329	14040	32049	7272	54613	< LOD	24	15
M15-16 c 1	74032	86899	11370	9665	32370	64	58	23
M15-16 c 2	74924	57243	14453	13044	26454	< LOD	50	26
M15-16 c 3	55380	88716	44389	14349	58465	118	137	30
M15-16 c 4	13143	21989	26201	13863	38141	< LOD	43	17
M15-16 c 5	33736	19866	24010	12549	39530	< LOD	26	20
M15-16 d 1	73509	64387	9510	14790	21198	< LOD	34	18
M15-16 d 2	25746	120522	2783	7835	11670	122	19	23
M15-16 d 3	14975	29879	15392	18551	55955	< LOD	89	18
M15-16 e 1	2730	112421	48869	9681	110187	86	263	27



Figur 13. Totalt svovel i bergartsmateriale i deponi M15/16 (10000 ppm = 1 vekt %).

Resultata frå Deponi M15/16 viste at grå og uforvitra gneis inneheldt omkring 1,3 – 3,5 % svovel knytt til sulfid (15000–30000 ppm). Desse konsentrasjonane er å rekne som «høysulfidstein» slik det er definert av utbyggingsselskapet (> 1,25 % S).

NORWAT feltarbeidet viste også at *totalt svovel i gulbrun omvandling/forvittringsskorper har svært mykje høgare svovel (ca. 6–7 %) enn i frisk sulfidgneis*. Også belegg av raudrust og brunrust låg i same intervallet. Pegmatitt hadde svært lågt svovelinnhald.

Kalsium (Ca) låg for det meste under 15000 ppm (1,5 %). I motsetning til alunskifer og andre forureinande svarte skifrar er ikkje Ca-innhaldet i rusta sulfidførande gneis knytta til kalsiumkarbonat, og bufferevne er derfor ubetydeleg. Aluminiuminnhaldet (Al) er generelt høgt og er først og fremst knytta til feltspat og glimmermineral. Desse minerala er ustabile i kontakt med forsura vatn og går i oppløysing.

Tungmetalla fordelte seg som følgjer: Jern (Fe) var anrika i skorpematerialet i forhold til dei fleste analysane av uforvittra sulfidførande gneis, særleg i brune rustskorper. Sink (Zn) var delvis sterk anrika i typisk brune rustskorper, men ikkje i gulbrune rustskorper. Arsen (As) fordelte seg nokså likt, men var sterkt anrika i analysen av beige rustskorpe.

Analysar (ikkje tabulert her) viste elles at uran (U), kadmium (Cd), kobolt (Co) og molybden (Mo) låg under deteksjonsgrensa (ca. 5–10 ppm), medan thorium (Th) låg nær deteksjonsgrensa (over og under) på snaue 10 ppm (ikkje vist). Bly (Pb) låg tett ned mot deteksjonsgrensa på omkring 10 ppm, og koppar (Cu) varierte frå < 5 ppm til 130 ppm utan klar samanheng med omvandlingsgrad. Mangan (Mn) varierte frå ca 200 ppm til 1550 ppm utan klart skille mellom dei ulike variantane.

Resultatet frå XRF analysane viste at:

- *Svovel knytta til jernsulfid i uforvittra gneis samsvarer grovt sett med resultata frå utbyggingsselskapet* (klassifiseringa deira var basert på termisk utslag ved hydrogenperoksidmetoden).
- *Svovel knytta til omvandling og forvittringsskorper (sprekkebelegg) har derimot mykje høgare svovelinnhald enn uforvittra sulfidførande gneis*.

Dette samsvarer godt med resultata frå forundersøkingane. Våre tidlegare mineralogiske undersøkingar viste at mineralet jarositt er svært vanleg i rustskorpene og alltid til stades i gulbrune skorper, og at slikt skorpemateriale var ein svært viktig syregivar. Ein konstaterte at: *«Det totale svovelinnhaldet i bergartane er derfor i stor grad knytt til mineralet jarositt, samt i nokon grad til magnetkis, og svovelkis som seinare sprekkemateriale»*, og *«Kartlegging i alle rustgneisområda viser at rust med jarositt utgjer mykje større volum enn det sulfidinnhaldet skulle tyde på»* (Statens vegvesen 2001a, NGU 2005).

### **5.2.2 Deponi M20 for sulfidstein**

Deponi M20 var i utgangspunktet dekt med nokre få desimeter jord (morene?), som seinare var blitt delvis vaska vekk og tilgrodd med gras og spreidde buskar. Det er neppe utført tildekking etter anleggsarbeidet her, og det var rikeleg med eksponert rusta gneis over eit stort område. Under feltarbeidet i august 2014 hadde vi derfor god tilgang til deponerte bergartar for kjemisk analyse.



Deponi M20 ligg oppstrøms Urdevann som drenerer via Kviksvann til sjøen. Det er etablert eit nøytraliseringsbasseng med kalkstein før utrensla til Urdevann. I ein bekk mellom deponiet og nøytraliseringsbassenget var det utfelt aluminium, både som belegg på steinar og berg og dels som kvitt skum. I mai 2014 var pH i denne bekken 5,0.

Vi analyserte fleire typiske omvandlingsskorper og friske bergartar, samt aluminiumsskorper utfelt på berg (Tabell 5 og Figur 14).

Tabell 5. Analyseresultat frå deponi M20 for sulfidstein. Analysane «m20 bekk 1 til 3» er kvite utfellingar av aluminium på berg langs bekken mellom deponiet og nøytraliserings-bassenget.

Alle	analysar			gitt		i		ppm.
Analyse	S	Fe	K	Ca	Al	Ni	Zn	As
m20 -a 1	50248	44592	14190	14006	32903	< LOD	45	< LOD
m20 -a 2	67634	327423	5119	2411	14417	223	340	50
m20 -a 3	21790	33157	27539	12407	64211	< LOD	81	12
m20 -a 4	10972	33545	27810	11388	60855	< LOD	59	17
m20 -b 1	6354	48180	36936	17594	76692	< LOD	60	17
m20 -c 1	1482	42369	19198	11528	52164	45	29	14
m20 -c 2	1713	124651	26478	3187	39755	117	181	27
m20 -d 1	6412	42030	33358	6029	50555	< LOD	37	19
m20 -e 1	7847	67234	3082	85649	65704	93	51	23
m20-e 2	512	64044	8858	52361	82722	< LOD	69	21
m20-f 1	101880	127436	19741	3818	16254	75	43	34
m20-f 2	2548	22010	32370	7478	51363	< LOD	52	12
m20 bekk 1	99494	215944	1193	4281	227443	169	356	41
m20 bekk 2	138391	22365	2113	3758	210111	43	190	15
m20 bekk 3	123051	40579	4882	4849	214218	157	231	19

Også i M20 var det tydeleg at uforvittra sulfidførande gneis hadde minst total svovel (0,15 % til 2,2 %) av dei undersøkte prøvene. Dette er likevel delvis «høysulfidstein» slik det er definert av utbyggingsselskapet (> 1,25 % S). På same måten som i deponi M15/16 er konsentrasjonane av svovel som regel høge i omvandlingsskorpene, med ca. 0,2–6,8 % i brun rust og *heile 5–10 % svovel i dei gulbrune skorpen med jarositt* (Figur 14). Prøvene av amfibolitt og pegmatitt hadde hhv 0,05 % og 0,6 % svovel.

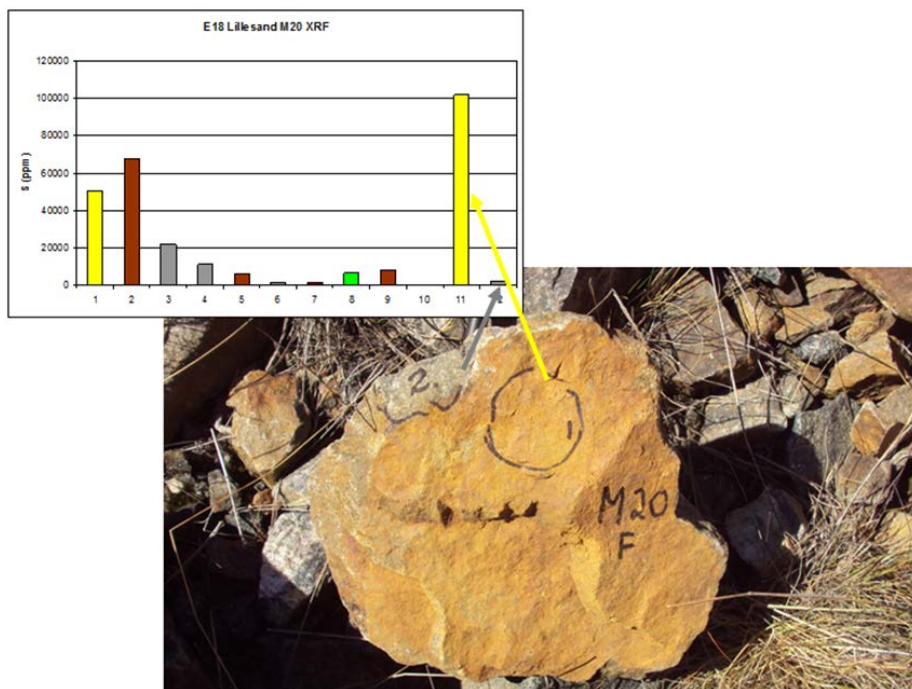
Kalsium (Ca) var for det meste under 15000 ppm (1,5 %). Aluminium (Al) er alltid høgt og derfor lett tilgjengeleg for oppløysing i sterkt forsura vatn.

Tungmetalla fordelte seg som følgjer: Jern (Fe) var anrika i skorpematerialet i forhold til dei fleste analysane av uforvittra sulfidførande gneis, særleg i brune rustskorper. Sink (Zn) var delvis sterk anrika i typisk brune rustskorper, men ikkje i gulbrune rustskorper. Arsen (As) tenderte til å vere anrika i brune rustskorper (17–50 ppm) relativt til uforvittra sulfidgneis (12–17 ppm). Ei av dei gulbrune skorpen var også anrika. Nikkel (Ni) var anrika i brune skorper og i ei gulbrun skorpe.

Analysar (ikkje tabulert her) viste på same måte som for M15/16 at uran (U), kadmium (Cd), kobolt (Co) og molybden (Mo) låg under deteksjonsgrensene (snaue 10 ppm), medan thorium (Th) låg nær deteksjonsgrensa (over og under) nær ppm (ikkje vist). Bly (Pb) låg tett ned mot deteksjonsgrensa på omkring 10 ppm, med unnatak av gulbrun (analyse 1) og brun skorpe (analyse 2) (hhv 44 ppm og 61 ppm). Koppar (Cu) var ofte anrika i brune skorper (54–88 ppm), elles ikkje tydeleg samanheng med omvandlingsgrad. Mangan (Mn) varierte mellom 230 ppm

og 1100 ppm, utan svært tydeleg skille mellom ulike variantar. Det var likevel ein tendens til at brun rust låg på den høge sida, og med ein enkelt analyse på 16000 ppm.

Aluminiumsskorpene hadde 21–22 % Al, og inneheldt også mykje svovel (10–14 %) og jern (2–21 %). Det var elles tydeleg at tungmetall frå avrenninga var anrika i desse utfellingane (sjå bl.a. Ni, Zn og As i Tabell 4). Uran (ikkje tabulert) var også anrika og låg på omkring 15–35 ppm.



*Figur 14: Analyseresultata frå bergprøver i deponi M20. Merk at det gulbrune belegget på prøve M20F (analyse 11 i histogrammet) hadde 10 vekt % svovel (100000 ppm), medan grå uforvittra sulfidførande bergart rett under (tilsvarande analyse 12) hadde svært lite svovel (0,3 %). Det var generelt tydeleg at svovel er sterkt konsentrert i det svake belegget. Foto: Per Hagelia.*



*Figur 15: Foto frå deponi M20, august 2014; Hovudfotoet viser analysestrategien i NORWAT, med separate analysar av ulike skorpemateriale (1 og 2) og uforvittra gneis (3). Topplaget av deponert rusta sulfidførande gneis var lokalt 100 % eksponert (foto oppe, venstre). Bekken mellom deponiet og nøytraliseringsbassenget hadde utfellingar av aluminiumsrikt materiale i form av belegg på stein/berg og flytande skum (foto oppe, midt & høgre). Foto: Per Hagelia.*

Konklusjonen for M20 er at uforvittra sulfidgneis har relativt lite totalt svovel, men analysane indikerer at det er deponert «høysulfidstein». På den andre sida er omvandlingsskorpene som regel sterkt anrika i svovel, og særleg gulbrune skorper med jarositt som vi tidlegare har dokumentert kan gi svært låg pH.

### **5.3.3 Deponi M13 for «rein stein» og «lavsulfidstein» ved Gitmark**

Dette deponiet ved Gitmark blei etablert for «rein stein» ( $\leq 0,2$  vekt % svovel) og «lavsulfidstein» (med 0,2 til 1,25 vekt % svovel knytt til sulfid). Slike låge konsentrasjonar av sulfid var i følgje NGU (2002) ikkje rekna som problematiske med tanke på sur avrenning. Vegen er her lagt med *to høge skjeringar*: 1) på vestsida av deponiet i karakteristisk svovelførande gneis med brun og gulbrun rust, og 2) på austsida i grå tonalittisk gneis utan svovel.

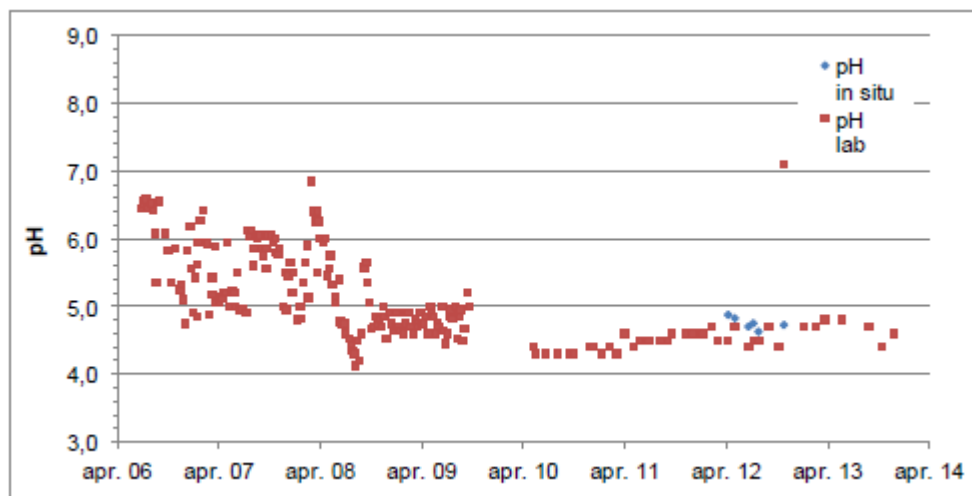
Deponiet er lagt under vegen mellom skjeringane, og på sørsida av vegen (Figur 16), og inneheldt eit tydeleg innslag av bergartar med både brune og gulbrune omvandlingsskorper.





Figur 16. Vegskjeringa langs E18 rett sør-vest for deponi M13 er lagt i typisk rusta svovelførende gneis. Lys bergart i neste vegskjering i bakgrunnen er tonalittisk gneis. Deponert stein ligg under vegbanen og på sørsida av E18 (Foto: Per Hagelia).

Omkring 2007–2008 blei det dokumentert sur avrenning og metallmobilisering i Bådestøbekken (Figur 17). Bekken renn ut frå deponiet og ned til Kaldvellfjorden (Asplan Viak 2014). Før anleggstart var pH i Bådestøbekken på 6,6–6,7 (NIVA 2002), med normalt lågt sulfat og aluminium. Veganlegget i dette området var i full gang omkring 2007, og alt på våren 2008 hadde pH minka til mellom 4 og 5. Sulfatinnhaldet var auka til godt over 100 mg/L og aluminium var kraftig auka. Tilstanden har sidan vore omtrent den same. Under NORWAT sitt feltarbeid i mai 2014 var pH = 4,0–4,6; sulfat = 140–230 mg/L og Al-total på 3–5,5 mg/L. Det var også omfattande utfelling av aluminium i bekken.



Figur 17: pH - utvikling i Bådestøbekken frå deponi M13 for «rein stein» og «lavsulfidstein» f.o.m. 2006 til april 2014 (Asplan Viak 2014).

Med utgangspunkt i at utsprengt masse var klassifisert som «rein» eller «lavsulfidstein» var dette rekna som svært uventa, og årsaka har vore uklar. Asplan Viak (2014) skriver at «*Dette kan skyldes «lavsulfid» stein».*

NORWAT undersøkte derfor bergartar i deponi M13 for å avdekke om det kunne vere snakk om feilklassifisering, eller om «lavsulfidstein» med under 1,25 % totalsvovel faktisk kunne vere årsaka. Bergartar i deponiet var også eksponerte i overflata og tilgjengelege for analysar. NORWAT utførte analysar etter same prinsipp som i M15/16 og M20. Analyseresultata er vist i Tabell 6 og Figur 18.

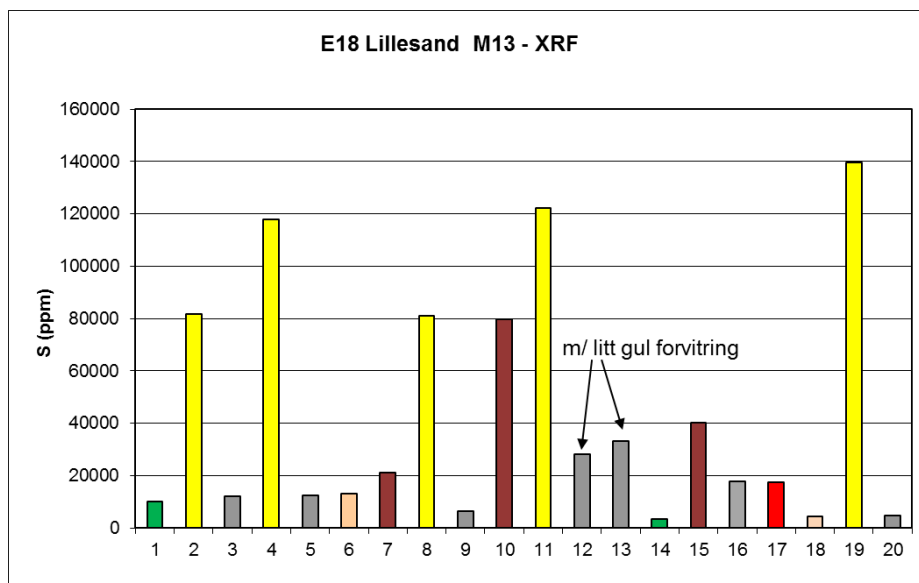
*Tabell 6. Analyseresultat frå M13, deponi for «rein stein» og «lavsulfidstein». Resultata viser at uforvitra bergartar med jernsulfid har lågt innhald av svovel, medan brun-gule skorper knytt til sprekker har mellom 8 og 14 % svovel.*

Analyse	S	Fe	K	Ca	Al	Ni	Zn	As
Git a 1	10161	122634	41584	4290	69726	106	201	23
Git b 1	81757	132370	29603	4970	28301	108	98	29
Git b 2	12100	45410	24137	13870	66741	< LOD	69	14
Git c 1	117696	135766	39008	5329	28654	< LOD	40	34
Git c 2	12368	34749	53600	6117	60658	< LOD	45	15
mGit a 1	13073	164185	22486	9380	75023	124	65	29
mGit a 2	21059	143421	2584	7748	20089	157	< LOD	25
mGit a 3	81127	53515	16588	14655	28437	72	37	17
mGit a 4	6358	36267	19949	19815	58873	< LOD	47	20
mGit b 1	79612	106713	10724	11113	28901	72	28	18
mGit b 2	122104	73204	12251	9619	16589	66	16	17
mGit b 3	27990	34458	17110	14972	39029	< LOD	27	14
mGit b 4	33316	37534	19085	14856	41298	< LOD	40	17
mGit c 1	3311	64715	50023	7671	104832	< LOD	85	20
mGit c 2	40317	92359	16957	7357	40655	< LOD	40	22
mGit c 3	17939	38982	29080	13824	66208	< LOD	51	19
mGit d 1	17391	119705	14931	3217	36816	123	35	22
mGit d 2	4488	53778	15223	19110	68853	< LOD	46	20
mGit d 3	139427	66377	10901	13988	21195	54	25	19
mGit d 4	4571	46895	23194	21713	71169	< LOD	71	18

XRF analysane av uforvitra sulfidførande gneis i M13 hadde svært lite svovel (0,6 % til 2,2 %). Dette svovelet er bunde til jernsulfid og samsvarer stort sett med «rein stein» og «lavsulfidstein», slik det blei klassifisert med hydrogenperoksidmetoden. To analysar av gråaktig gneis med litt *innslag av gul forvitring* hadde derimot omkring 3 % svovel.

Det viste seg derimot at konsentrasjonane av svovel var til dels ekstremt høge i omvandlingsskorpene, med *heile 8–14 % svovel i dei svake gulbrune skorpene med jarositt* (Figur 18). Skorper av brun rust varierte mellom 2 og 8 % svovel.

Kalsium (Ca) var under 15000 ppm (1,5 %) i dei gulbrune skorpen, men ofte litt høgare i uforvitra gneis. Aluminium (Al) er alltid høgt og derfor lett tilgjengeleg for oppløysing i sterkt forsura vatn.



Figur 18. XRF resultat frå stein i deponi M13 ved Gitmark. Gule søyler viser svovelkonsentrasjonar i gulgrøne skorper (4 til 14 % svovel), medan indre uforvittra grå gneis og svakt forvittra grå gneis gav vesentleg lågare verdier (hhv 0,5–1 %, og omkring 3 %). Røde søyler viser sterkt varierende svovelinnhald i brune jernrike rustskorper (2–8 %).

Tungmetalla fordelte seg som følgjer: Jern (Fe) var anrika i skorpematerialet i forhold til dei fleste analysane av uforvittra sulfidførande gneis, særleg i brune rustskorper. Sink (Zn), arsen (As) og nikkel (Ni) var i dette tilfellet ikkje spesielt anrika i typisk brune og gulbrune rustskorper.

Analysar (ikkje tabulert) viste elles at uran (U), kadmium (Cd) og kobolt (Co) låg under deteksjonsgrensene (snaue 10 ppm). Uran i beige omvandlingskorpe (analyse 6) låg likevel på 18 ppm. Thorium (Th) låg på ca. 7–15 ppm i analysane 5, 9, 10, 12, 13, 16 og 18 utan klar samanheng med omvandlingsgrad, men var elles under deteksjonsgrensa. Molybdenkonsentrasjonane (Mo) varierte mellom ca. 5 og 10 ppm for analysane 4, 5, 14 og 18 men låg elles under deteksjonsgrensa og viste ingen samanheng med omvandlingsgrad. Bly (Pb) låg jamt under deteksjonsgrensa. Koppar (Cu) var anrika i raud rustskorpe (27–43 ppm), og varierte elles frå under deteksjonsgrensa til nær 40 ppm utan svært klar samanheng med materialtype. Mangan (Mn) varierte mellom 250 ppm og 800 ppm, utan svært tydeleg skille mellom ulike variantar, men analysar på glimmerdominerte flater (grønt symbol) skilte seg ut med 950–1750 ppm.

pH eksperiment. Som kontroll blei det samla inn ei prøve av svak bergart med typisk gulbrun omvandling. Ein la svakt gulbrunt materiale som drøste av prøva i destillert vatn. pH verdien sank frå nøytral til 4,3 på under ei veke. Deretter falt pH sakte over dei neste fire månadane til 3,6.

Konklusjonen for deponi M13 ved Gitmark er:

- Det er riktig at deponiet inneheld «rein stein» (grå-lys tonalittisk gneis) og «lavsulfid» rusta gneis, slik det er klassifisert med hydrogenperoksid-metoden. Men det er neppe sannsynleg at slike låge konsentrasjonar av sulfid har ført til den lokale forsureninga.

- Det er derimot dei gule omvandlings-/forvitringsskorpene av jernoksyhydroksid med jarositt som er årsaka til forureininga nedstrøms M13.

Eksempelet er i samsvar med resultatata til IFE (2002), NGU (2002, 2005) og Statens vegvesen (2003a). Det viser seg at hydrogenperoksidmetoden bare gir oversikt over sulfidinnhaldet, men ikkje syre og metallpotensialet i dei svake omvandlingsskorpene.

Hydrogenperoksid-metoden blir likevel fortsatt brukt for klassifisering av utsprengt masse i samband med etablering av byggefelt og annan aktivitet i Lillesand (COWI 2011) og er fortsatt sterkt tilrådd (COWI 2016). *Resultata frå Statens vegvesen (2003a, 2005) og NORWAT viser derimot at metoden ikkje er god nok for å avdekke heile forureinings-potensialet.*

NORWAT har i tillegg undersøkt bergartane i deponia med tanke på å komplettere tidlegare resultat. Det blei lagt vekt på meir nøyaktig analyse av mineralsamansetninga og innhaldet av reaktive mineral. Kjemisk samansetning og svovel og blyisotopar i vatn og bergartar er også analysert. Resultata, som vil bli publiserte separat, viser klart at omvandlingsskorpene inneheld kjente syregivande mineral og at forureininga i vatn stammer frå skorpematerialet.

#### ***5.2.4 Kvit utfelling i strandsona ved Kaldvellfjorden nedstrøms M15/16***

OPS-selskapet sørga for å fjerne dei kvite aluminiumsutfellingane ved trykkspyling. Arbeidet blei utført i august 2014. NORWAT undersøkte derfor utfellingane ved hjelp av handheldt XRF.

Det blei lagt vekt på analyse av kvite utfellingar over heile området, og deretter kontroll av reinspylte bergflater (Figur 19 og 20). Analyseresultata er vist i Figur 21.

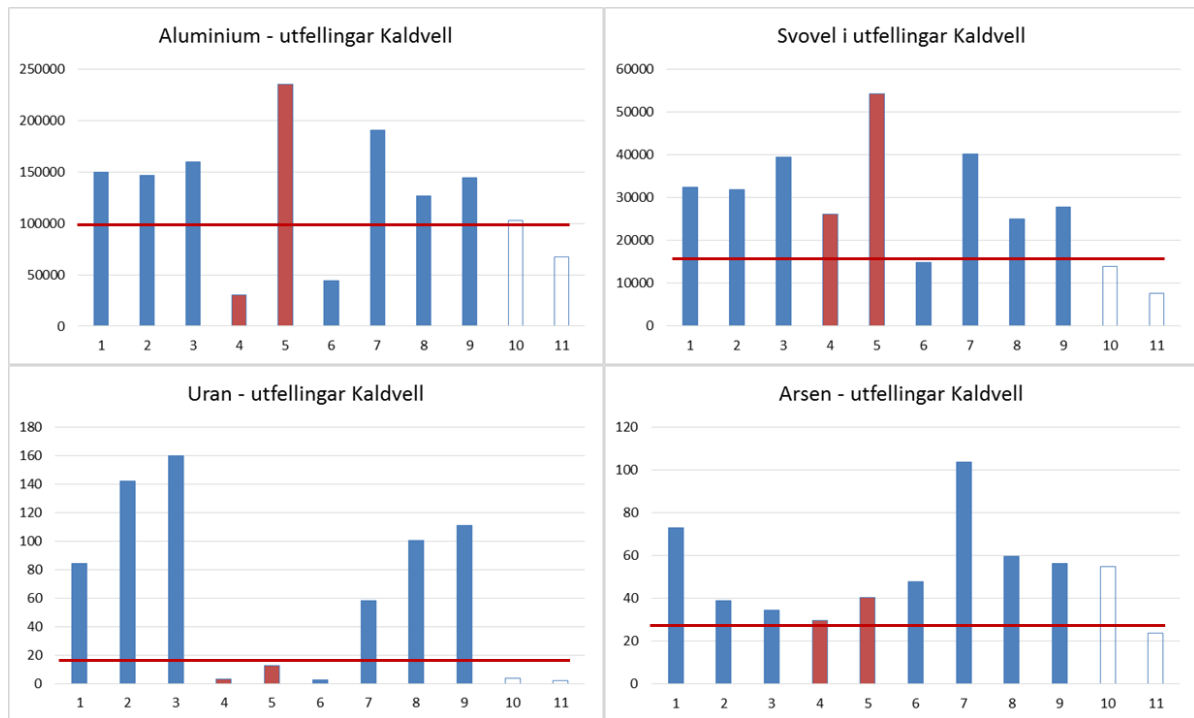


*Figur 19. Det kvite aluminiumsbelegget blei effektivt fjerna ved trykkspyling (Foto: Per Hagelia).*





Figur 20 Kvite utfellingar ved Kaldvellfjorden blei analyserte med XRF før og etter fjerning ved trykkspyling (Foto: Per Hagelia).



Figur 21. XRF analysar av utfellingar i strandsona ved Kaldvellfjorden. Blå søyler viser kjemisk variasjon i kvite aluminiumsutfellingar (analysane 1 t.o.m. 9). Brune søyler er av rustflekker i kvite utfellingar. Effekten av trykkspyling blei undersøkt i eit lite område: Analysane 8 og 9 før trykkspyling blei samanlikna med analysane 10 og 11 utført på same staden (Kvite søyler = visuelt sett «reint berg» etter trykkspyling). Raude horisontale linjer er omtrentlege konsentrasjonar i bergart utan belegg. Alle konsentrasjonar oppgitt i ppm.

Kvite utfellingar var rike på aluminium (15–20 %) og inneheld også ein god del svovel (3–4 %). Uran og arsen var også akkumulert med konsentrasjonar på hhv 60–160 ppm og 40–100 ppm. Nokre rustflekkar i utfellinga hadde i tillegg til jern også svovel og aluminium, men lite uran og arsen.

Trykkspylinga var effektiv, både visuelt vurdert (Figur 19 og 20) og med tanke på kjemisk innhald etter spyling (kvite søyler i Figur 21). Effekten på resipienten er derimot, så vidt vi veit, ikkje dokumentert.

## 6. Erfaringar etter tre års bruk

### 6.1 Oppsummering – økonomi og effektivitet

Analysar ved hjelp av handheldt XRF gir gode semi-kvantitative resultat, men har høgare deteksjonsgrenser enn laboratorieanalysar (for eksempel ICP-MS og kvantitativ røntgenfluorescens: «lab-XRF»). XRF-analyse er ein overflateanalyse, derfor må ein vere bevisst når ein vel ut prøvemateriale. Ved behov for sikrere analysar er preparering av prøven i plastholderar (Figur 4) eit godt alternativ. Kalibreringskurver basert på finknust materiale gav god til svært god korrelasjon med kjent samansetning for mange viktige element. Erfaringane frå Rv 4 Gran viste at også direkte analyse på systematisk og representativt innsamla stoffprøver og borkjerner gir gode nok analysar med tanke på klassifisering av utsprengt masse.

#### 6.1.1 Økonomi

Handheldt XRF er eit dyrt instrument med prislapp på ca. 300 000 kroner. Statens vegvesen inngjekk ein leasingavtale med full avskrivning over ein treårsperiode. Avtalen omfatta to brukarkurs, regelmessig vedlikehald inklusive kalibrering, samt garanti frå leverandøren inkludert rask tilgang på reserveinstrument i tilfelle problem med eige instrument.

Prislappen kan verke svært høg, men på den andre sida gir instrumentet rom for tusenvis av analysar. På grunn av dei svært strenge miljøkrava og behovet for rask klassifisering i samband med prosjektet på Gran valte Statens vegvesen å bruke handheldt XRF.

#### *Eksempel 1: Rv. Gran*

Det er hittil utført over 2000 analysar. Utan tilgang på XRF-instrumentet ville det vere uråd å klassifisere dei ulike skifrane på ein riktig måte innan dei strenge tidsmarginane som gjeld på eit anlegg. Ein lykkast dermed å klassifisere kvar salve riktig innan entreprenøren skulle laste ut sprengstein frå tunnelen. Alternativet med å sende inn prøver til laboratorium hadde vore altfor tidkrevjande, og ville ført til at anlegget måtte stanse opp. Dersom ein hadde basert seg på kjerneboring svært langt framfor stoff med uttak av prøver for laboratorieanalyse så kunne det kanskje ha gitt oss tilstrekkeleg tidsmarginar. Men dette hadde gått ut over den

nødvendige vurderinga på stoff, og prislappen på kvar enkelt laboratorieanalyse ville ha ligge på omkring 3000–4000 kroner. Om ein legg til grunn at det måtte utførast 1000 analysar ville dette tilsvare 3–4 millionar kroner i analyseutgifter (10x høgare enn handheldt XRF).

Instrumentet har også komme til nytte i fleire andre samanhengar. Instrumentet er robust og kan sjåast på som ei varig og god investering. Dette vil spare oss for store analyseutgifter framover, og feil tidsbruk når det gjeld sakshandsaming (sjå under).

### *Eksempel 2: Gran kommune*

Statens vegvesen ytte i løpet av anlegget litt hjelp for Gran kommune for å klassifisere masse i samband med mindre gravearbeider. Det blei på denne måten raskt og påliteleg avklara om massen kunne disponerast fritt eller om dei måtte deponerast. Samfunnskostnadene blei her ekstremt små.

### *Eksempel 3: Taraldrud alunskiferdeponi*

På Taraldrud i Akershus blei det i 1992 etablert eit deponi for alunskifer frå byggeprosjekt i Oslo. Erfaringa viste at oksygenrikt vatn trengte inn og førte til ekstrem forsuring med utlekking av skadelege metall. Deponiet ligg tett opptil E6, der Statens vegvesen er grunneigarar. Deponiet var ikkje nøyaktig teikna inn, og det var usikkert om deponiet også strekte seg inn på Vegvesenet sitt område. I 2015 utførte derfor Statens vegvesen, i samarbeid med NGI, eit feltarbeid for å avklare utstrekninga til deponiet. Det blei grove sjakter i grunnen på ulike lokalitetar, for å avdekke om alunskifer var til stades (Figur 22). Kjemiske analysar av dei deponerte massane vart utført både ved handheldt XRF og ved laboratorieanalyser. I tillegg blei prøver av sigevatnet analysert. Resultata frå arbeidet gav eit tydelegare bilete av utstrekninga til alunskifermassane.



*Figur 22. Bilete til venstre viser graving av sjakter for å undersøke deponert skifer på Taraldrud. Bilete til høgre viser sigevatn påverka av alunskifer (Foto: Halldis Fjermestad).*

#### *Eksempel 4: Graving på Slemmestad i samband med etablering av fartsdempar.*

I 2016 skulle det etablerast ein fartsdempar på Slemmestadveien i Akershus, med behov for to lysmaster på kvar side. Det var i denne samanhengen nødvendig å sprengje/grave ut fundament for lysmastene, tilsvarande eit par lastebillass. I følgje opplysningar vegvesenet hadde var det snakk om alunskifer, som i tilfelle ville krev spesialdeponering. Ved hjelp av handheldt XRF blei det raskt avklara at bergarta ikkje var alunskifer, og byggeherre unngikk derfor å søke om løyve. På den eine sida sparte det utbyggar for tidkrevjande søknad og på den andre sida unngjekk ein å sende ufarleg masse til spesialdeponi.



*Figur 23. Skifer i skjering ved Slemmestadveien (Foto: Halldis Fjermestad)*

## **6.2 Behov for tilleggsanalysar – når er det viktig?**

Det er ikkje først og fremst totalkjemien til bergartar som bestemmer utlekkingspotensial, men mineralogien og fragmenteringsegenskapane. XRF-analysar kan gje indirekte indikasjonar på mineralsamansetninga i prøvematerialet. Men det også nødvendig å vite kva for mineral som førekjem i forskjellig geologisk materiale, samt å innhente kunnskap om korleis bergartane fragmenterer ved sprenging og under anleggstrafikk.

Erfaringane frå alunskifer/svartskifer på Austlandet viser at innhaldet av kalsium (Ca) i all hovudsak er knytt til karbonat som er ein pH-buffer. Rusta sulfid og sulfatførande gneis på Sørlandet har derimot ikkje kalsiumkarbonat i det heile. Ca er knytt til andre mineral og med liten eller ingen bufferevne.

Svovel på Gran er i hovudsak knytt til svovelkis i alunskifer og svartskifer, medan svovel i rusta gneisar ved Lillesand er knytt til både magnetkis, svovelkis (sulfid) og rustskorper med sulfatmineral som bl.a. jarositt. Alle desse minerala er syregivarar og inneheld tungmetall, men på grunn av varierende bufferevne og fragmenteringsegenskapar vil effektane varierer.

Dette understrekar at relevant klassifisering er avhengig av både lokal geologi, lokale erfaringar og kunnskap om korleis dei ulike minerala reagerer med vatn. Det er derfor



vanlegvis nødvendig å undersøke mineralsamansetninga av både uforvitra og forvitra/omvandla bergartar når ein går inn i eit nytt område. Dette kan gjerast ved røntgenopptak og/eller mikroskopering. Miljødirektoratet sin veileidar M 310 (NGI 2015) seier nokså lite om dette og gir informasjon om syrepotensial og nøytraliseringspotensial, M310 fokuserer mest på problematikk i alunskiferområda.

### 6.3 Andre bruksområde

Handheldt XRF blir nå brukt i svært mange samanhengar. Skraphandlarar brukar XRF for sortering av metall og gjenvinning. Metoden blir også brukt i samband med kontroll av legeringar inklusive stål, analyse av leiketøy med tanke på mulege giftstoff osv.

Vi ser føre oss følgjande nye bruksområde for XRF i Statens vegvesen:

- Kontroll av stålkvalitetar i lys av leverandørs dokumentasjon
- Feltundersøkingar av bruer og betongkonstruksjonar med tanke på kloridbelastning.

I samband med feltundersøkingar vil handheldt XRF kunne gi mykje raskare oversikt enn hittil. Det vil vere ein fordel om ein kan sjekke stålkvalitetar raskt og effektivt. XRF analyserer viktige metall som inngår i stål og det vil derfor vere muleg å skilje mellom fleire typar.

Når det gjeld kloridinntrenging er det alltid nødvendig med utboring av prøver og kloridanalysar i laboratorium. På den andre sida vil feltanalysar kunne danne eit betre grunnlag for representativ prøvetaking, samt ikkje minst kunne takast i bruk for effektiv kontroll av kloridinnhald etter bortmeisling av skadd betong.

Eit anna sannsynleg bruksområde er analyse av tilslag med tanke på metall og radioaktive grunnstoff (U, Th). Ny NS-EN 12620 Tilslag til betong, Nasjonalt tillegg (NA 12 Farlige stoffer) set krav til slik dokumentasjon. Med utgangspunkt i våre erfaringar er det grunn til å tru at handheldt XRF vil kunne bli ein effektiv reiskap med tanke på kjemisk analyse av tilslag.

## 7. Konklusjonar

Utfordringar i samband med avrenning frå veganlegg til ytre miljø førte til at Statens vegvesen tok i bruk handheldt XRF. Erfaringane er svært positive. Metoden gjer det mogleg å kombinere effektivitet med tilstrekkeleg nøyaktigheit, og dermed ivareta krava i Forurensningsloven på ein ny og framtidsretta måte.

Følgjande er viktig å ha i mente i samband med nye prosjekt:

- Det er nødvendig å undersøke området geologisk, inklusive detaljert overflatekartlegging og grunnboring.
- Handheldt XRF kan med fordel nyttast i forundersøkingar for å lokalisere berg med høgt innhald av potensielt skadelege grunnstoff og under anlegging av veg.
- Alunskifer og andre svarte skifrar er geologisk sett forskjellig frå rusta sulfidførande gneis, og analysestrategien må leggjast opp deretter.
- XRF avdekkjer totalkemisk innhald, og seier ikkje noko direkte om reaktivitet og utlekkingspotensial utan tilleggsinformasjon.
- Det har vore nødvendig å undersøke alunskifer, svartskifer og rusta sulfidførande gneis med tanke på både mineralogi og innverknad på vassmiljøet for å komme fram til prosedyrar for sikker tolking av XRF-analysane.
- Handheldt XRF er ein svært rask analysemetode og kvar enkelt analyse er rimeleg.
- XRF-analysar vil vere nyttige også i fleire andre samanhengar.

## Referansar

- Asplan Viak (2014). OPS E18 Grimstad – Kristiansand. Årsrapport for ytre miljø 2013.
- Bowell, R.J., Rees, S.B. Parshley, J.V. (2000). Geochemical Predictions of Metal Leaching and Acid Generation: Geologic Controls and Baseline Assessment. *Geology and Ore Deposits 2000: The Great Basin and Beyond, Proceedings Volume II*, 799–823.
- Brouwer, P. (2010). *Theory of XRF; Getting acquainted with the principles*. Almelo: PANanalytical B.V.
- COWI (2011). Tiltaksplan for Kroksteinåsen, boligfelt. Overvåking Kroksteinåsen Blåbærasen boligfelt, Lillesand. Rapport til Lillesand kommune 14.02.2011.
- COWI (2016). Erfaringer med Hydrogenperoxide-test – Metode for å avdekke sulfidholdige bergarter. Hvordan håndtere sulfidholdige bergarter ved utbygginger? Workshop Scandic Dyreparken Hotell, 3. mai 2016.
- Endre, E (2012). Vurdering radioaktivitet i tunnelmasser, NGI rapport.
- Endre, E. (2013). Tunnel Gran-Jaren; Identifisering og karakterisering av skiferhorisonter i tunneltrase. Rapport nr. 20120110-R-1, NGI.
- Geokart AS (2001). Sulfidholdige bergarter langs ny E18 parsell, Aust-Agder. Rapport 01.2001.
- Geokart AS (2005), Rikvei 4 Roa-Jaren. Undersøkelser av borekaks. 12.07.2005.
- Fjermestad, H. (2013). Mobilitet av uran og andre metall i bergarter i nye vegtrase på Gran, Hadeland. Masteroppgåve. Universitetet for miljø- og biovitenskap, Ås.
- Hagelia, P. (2005). Rv4 Gran. Undersøkning av alunskifer, mørk kalkstein og mørk skifer langs ny Rv 4. Uformelt foreløpig notat. Statens vegvesen – Vegdirektoratet – Teknologiavdelingen – Geo og tunnelteknikk.
- Helmers, T.A. (2013). The mobility of uranium from U-containing bedrock materials as a function of pH: Implications for tunnel construction. Master thesis. Norwegian University of Life Sciences, Ås.
- Hindar, A. (2013). E18 Grimstad-Kristiansand gjennom sulfidholdige bergarter – syreproduksjon og effekter på avrenningsvann. Vann 01– 2013.
- Hindar, A & Nordstrom, (2015). Effects and quantification of acid runoff from sulfide-bearing rock deposited during construction of Highway E18, Norway. *Applied Geochemistry*, 62, 150–163.
- IFE (2002). Prosjekt OPS E18 Nørholm – Timenes. Sulfidførende gneis og forsuring – bruk av isotoper for sporing av kilder. IFE/KR/F – 2002/078,

- Imanishi, Y., Bando, A., Komatani, S., Wada, S.-I., & Tsuji, K. (2009). Experimental Parameters for XRF Analysis of Soils. *Advances in X-ray Analysis Vol. 53*, pp. 248–255.
- Iversen, E. & Klüver, B.H. (2001). Rv 4 Roa – Jaren. Plan for geologiske undersøkelser. Oppdrag E-234 Rapport nr. 1. Vegteknisk avdeling.
- Kalnicky, D. J., & Singhvi, R. (2001). Field portable XRF analysis of environmental samples. *Journal of Hazardous Materials 83*, pp. 93–122.
- Multiconsult (2013). Rv 4 Gran grense–Jaren, Granstunnelen. Ingeniørgeologisk rapport. Oppdrag/Rapport nr 121027SI-RIG-RAP-00003.
- NGI (2015). Identifisering og karakterisering av syredannende bergarter. Veileder for Miljødirektoratet. M310–215.
- NGI (2015b). Deponering av syredannende bergarter. Grunnlag for veileder. M-385|2015
- NGU (2002). Sulfidførende gneis E18; geokjemi og petrografi. NGU Rapport 2002–052.
- NGU (2005). E18 Grimstad – Kristiansand. Geologisk kartlegging 2005. NGU Rapport 2005–052.
- NIVA (1992). Ekstreme aluminiumskonsentrasjoner og lav pH I Langedalstjønnna, Lillesand kommune. Årsak, virkninger og mulige tiltak. Rapport O-91202/E-91418.
- NIVA (1995). Undersøkelser av avrenning fra sulfidholdige bergarter rundt Travparken–Sørlandshallen i Kristiansand kommune. Rapport LNR 3314.
- NIVA (2002). Effekt av eksponert og ueksponert sulfidberggrunn på vannkvalitet langs planlagt E18 trase mellom Lillesand og Kristiansand. Rapport LNR 4493–2002
- NIVA (2006). Utsprengning I sulfidholdig berggrunn på Storemyr I Lillesand – effekter på vannmiljø og forslag til tiltak– NIVA-rapport LNR 5316–2006
- Shaffer, C. (2012). *Sample Preparation and Calibrations: Getting the best results using XRF (Thermo Fisher Scientific)*. Henta 04 15, 2015, frå [http://www.xraynorway.no/empty\\_30.html](http://www.xraynorway.no/empty_30.html)
- Statens vegvesen (2003a). Motorveg E18 Grimstad–Kristiansand. Sulfidførende gneisar: Sur avrenning, konsekvensar og avbøtande tiltak. Oppdrag I-279A rapport nr. 1.
- Statens vegvesen (2003b), Motorveg E18 Grimstad–Kristiansand. Parsell Grimstad grense–Gaupemyr/Tingsaker. Geologiske undersøkelser. Oppdrag I-279A rapport nr. 2.
- Statens vegvesen (2003c). Motorveg E18 Grimstad–Kristiansand. Parsell Gaupemyr–Kjerlingland. Geologiske undersøkelser. Oppdrag I-279A rapport nr. 4.
- Statens vegvesen (2003d). Motorveg E18 Grimstad–Kristiansand. Parsell Kjerlingland–Vest Agder grense. Geologiske undersøkingar. Oppdrag I-279A rapport nr. 4.

- Statens vegvesen (2005). Motorveg E18 Grimstad–Kristiansand. Tunnelpåhogg og forvitring i sulfat- & sulfidførende gneis. Supplerende geologiske undersøkelser 2005. Oppdrag I-279A rapport nr. 5.
- Statens vegvesen (2015). Bergarters potensielle effekter på vannmiljøet ved anleggsvirksomhet. Statens vegvesen rapport nr. 389.
- Thermo Scientific. (2010). *Thermo Scientific Niton XL3t GOLDD+ Series Mining Analyzers, Elemental Limits of Detection in SiO<sub>2</sub> and SRM Matrices using Mining Analysis*. Henta 04 14, 2015, frå <http://nexxis.com.au/wp-content/uploads/2015/10/Niton-XL2-GOLDD-Mining-LODs-AA44822-2010Jul13.pdf>.
- Thermo Scientific. (2011). *Thermo Scientific Niton XRF Analyzers*. Henta frå NITON: [http://www.niton.com/docs/literature/nitonperiodictable\\_fxl\\_2011jan24.pdf?sfvrsn=2](http://www.niton.com/docs/literature/nitonperiodictable_fxl_2011jan24.pdf?sfvrsn=2)
- Thermo Scientific. (2013, 07). *Effects of paper and plastic bags on the performance of Thermo Scientific portable XRF analyzers*. Henta 04 15, 2015, frå <http://www.niton.com/en/portable-xrf-technology/literature>



Statens vegvesen  
Vegdirektoratet  
Publikasjonsekspedisjonen  
Postboks 8142 Dep 0033 OSLO  
Tlf: (+47 915) 02030  
publvd@vegvesen.no

ISSN: 1893-1162

vegvesen.no

**Trygt fram saman**