

Sur avrenning frå rusta svovelførande gneis

FoUI-prosjektet MilGRO 2022-2024

STATENS VEGVESENS RAPPORTER

Nr. 922



Tittel

Sur avrenning frå rusta svovelførande gneis

Undertittel

FoUI-prosjektet MilGRO 2022-2024

Forfatter

Per Hagelia

Avdeling

Fagressurser Utbygging

Seksjon

Geofag Utbygging

Prosjektnummer

VVB12055-013

Rapportnummer

922

Prosjektleder

Finn Sverre Daniel Karlsen

Godkjent av

Lene Sørli Heier

Emneord

Sur avrenning, jarositt, sulfid, vatn, røntgendiffraksjon, mikroanalyse, stabilisotopar, klassifisering

Sammendrag

Rapporten gir eit samandrag av 20 års erfaring med ekstrem sur avrenning frå rusta svovelførande gneis i Lillesand. Undersøkingane bygger på mineralidentifikasjon ved røntgendiffraksjon og kjemisk mikroanalyse; pH-målingar, vasskjemi og stabilisotopar for sporing av forureiningskjelder. Jarosittførande gammel djupforvitring er hovudårsaka til rask syredanning medan pyrrhotitt har ei svært underordna rolle. Resultata har viktige konsekvensar med tanke på klassifiseringssystem for syredannande bergmasse.

Title

Acid rock drainage from rusty sulfur-bearing gneiss

Subtitle

R & D project MilGRO 2022-2024

Author

Per Hagelia

Department

Planning and Engineering Services

Section

Geology and Geotechnics

Project number

VVB12055-013

Report number

922

Project manager

Finn Sverre Daniel Karlsen

Approved by

Lene Sørli Heier

Key words

Acid rock drainage, jarosite, sulfides, water, X-ray diffraction, microanalysis, stable isotopes, classification

Summary

This report summarises 20 years of experience with an extreme case of acid rock drainage caused by rusty sulfur-bearing gneiss in Lillesand. The investigations were based on mineral identification by X-ray diffraction and chemical micro analysis; pH-measurements, water chemistry and a tracer study using stable isotope systematics. Jarosite-bearing old deep weathering is the main cause for rapid acidification, whilst pyrrhotite plays a subordinate role. The results have an important bearing on classification systems for acidification potentials in rock masses.



Forord

«Miljøgeologisk riktig planlegging og bygging» er eit FoUI-prosjekt i Statens vegvesen ved Utbyggingsdivisjonen. Prosjektet starta opp i januar 2022 og er planlagt sluttført i 2024, men det vil bli søkt om midlar for 2025 også. Prosjektet bygger på miljøpolicyen i Utbyggingsdivisjon til Statens vegvesen og FN sine berekraftsmål. Det overordna målet for prosjektet er å komme fram til metodar, rutinar og regelverk for god utnytting av massane som ressurs og med minst muleg forureining og avfall.

Moderne vegprosjekt inneber omfattande handtering og transport av berg- og lausmasse. Karakterisering og klassifisering av slike geologiske masser må i større grad enn tilfellet er i dag bygge på geologisk kunnskap og metode. Generell geologi og miljøgeologi er derfor nødvendige fag for å oppfylle berekraftsmåla. Ei sentral miljøgeologisk oppgåve i utbyggingsprosjekta i Statens vegvesen er å skilje mellom forureina berg- og lausmassar og ikkje-forureina «reine massar».

Forureina massar, t.d. syredannande eller strålefarlege bergartar, påverkar det ytre miljøet i varierende grad. Det er nødvendig å utføre miljørisikovurdering i kvart enkelt prosjekt; både før-, under- og etter bygging av ny veg. Dette krev tverrfagleg samarbeid med miljøfagleg og biologisk kompetent personell.

Ikkje-forureina massar har eit potensiale for bruk og gjenbruk i det enkelte vegprosjektet eller på annan måte. I nokre tilfelle vil ny veg leggast i område med potensielle industrimineral og andre økonomisk viktige bergartar. Statens vegvesen bør i aukande grad legge vekt på slike forhold i planlegging for å unngå nedbygging av framtidige ressursar som t.d. mineralførekomstar jfr. Det grønne skiftet. På same måten er det behov for eit sterkare fokus på verneverdig geologi og naturtypar (Artsdatabanken, undervisning, forskning, industrihistorie mm.).

Sprenging eller annan påverknad på berg og lausmassar vil i alle tilfelle tilføre partiklar eller støv til det ytre miljø, og prosjekta våre har ofte tydeleg fokus på dette. På den andre sida finst det eksempel på at tunnelpåhogg etablerast med unødvendig høg bergoverdekning og lange forskjeringar. I tillegg er det ofte for lite vektlegging på kontursprenging i bergskjeringar og tunnelar, noko som medfører at vi får unødvendige store masseuttak og meir enn nødvendig transportbehov. Gode konturar er gunstige med tanke på drift- og vedlikehald. Stabilitetsvurderingar og ingeniørgeologi er derfor viktige verktøy også i miljøgeologisk samanheng. Resultata frå FoUI-prosjektet vil bli utgitt som eigne fagrapportar.

Denne rapporten omhandlar rusta svovelførande gneis i Lillesand som representerer ei stor utfordring for byggeaktivitet fleire stader på Sørlandet. Denne forvitra gneisen gir ofte svært låg pH i vatn og vassdrag, med ekstrem utlekking av aluminium og fleire giftige tungmetall. Fiskedød og anna påverknad på vasslevande organismar er resultatet fleire stader. Rapporten bygger på data og erfaringar i Statens vegvesen over omkring tjue år og legg vekt på vasskjemisk analyse, pH-utvikling, mineralidentifikasjon og isotopar for sporing av hovudkjeldene til problemet.

Innhold

1	INNLEIING	4
1.1	Generelt om syredanning og metallmobilisering	4
1.2	Ekstrem forsuring og metallmobilisering i Lillesandsregionen	5
1.3	Målsetting for denne rapporten.....	5
1.4	Kort historikk	6
1.4.1	Statens vegvesens undersøkingar for ny E18 Grimstad - Kristiansand	6
1.4.2	Utbygging og fasit.....	10
1.4.3	FoU-prosjektet NORWAT 2012-2015	11
1.4.4	Undersøkingar etter 2015. UiO, NGI & kommunar	12
2	Prøver og metodar	13
2.1	Prøvelokalitetar	13
2.2	Metodar i felt og laboratorium	13
2.2.1	Feltmetodikk.....	13
2.2.2	Kjemisk analyse av vatn og partiklar og pH-testing.....	14
2.2.3	Petrografisk analyse	15
2.2.4	Kjemisk analyse av bergartar - XRF.....	15
2.2.5	Kjemisk analyse av bergartar i felt – Handheldt XRF.....	15
2.2.6	Mineralidentifikasjon ved røntgendiffraksjon (XRD).....	15
2.2.7	Mineralkjemisk analyse ved Scanning elektronmikroskopi (SEM).....	16
2.2.8	Mineralkjemisk analyse ved elektronmikrosonde (EPMA)	16
2.2.9	Svovel og blyisotopar.....	16
3	Resultat og diskusjon.....	18
3.1	Innleiing	18
3.2	Kirkemyr og Langedalstjenna	18
3.2.1	Oversikt.....	18
3.2.2	Vatn og pH	19
3.2.3	pH-test på forvittringsmateriale og utseparerte sulfidmineral	20
3.3	Deponi M13 for «rein stein» ved Gitmark	21
3.3.1	Oversikt.....	21
3.3.2	Vatn og pH	22
3.3.3	pH-test på forvittringsmateriale	25
3.4	Deponi M15/16 for syredannande gneis med avrenning til Kaldvellfjorden	26
3.5	Avrenning til Skomedalsbekken og Glamslandsbekken	27
3.6	Deponi M17 for syredannande gneis	28
3.6.1	Oversikt.....	28

3.6.2	Vatn og pH.....	29
3.7	Deponi M20 for syredannande gneis ved Urdevann.....	31
3.7.1	Oversikt.....	31
3.7.2	Vatn og pH.....	33
3.8	Uran, pH og TOC.....	36
3.9	Mineralogisk analyse med XRD og SEM.....	37
3.9.1	Kirkemyr.....	37
3.9.2	M13.....	40
3.9.3	M17.....	41
3.9.4	M20.....	42
3.10	Analyse av jarositt ved EPMA.....	49
3.10.1	Innleiing om jarositt.....	49
3.10.2	Hydronium-førande jarositt undermetta på jern.....	50
3.11	Sporing av forureiningskjelder med stabilisotopar.....	51
3.11.1	Kirkemyr - Langedalstjenna.....	51
3.11.2	Deponi M13 ved Gitmark.....	52
3.11.3	Samla Pb isotopdata.....	54
4	Oppsummering og konsekvensar for klassifisering av syredannande gneis.....	55
4.1	Oppsummering om syredanning.....	55
4.2	Miljødirektoratets vegleiar M310.....	56
4.3	Hydrogenperoksdmetoden og ny sulfidvegleiar for Agder.....	60
4.4	Konsekvensar for ny vegleiar for klassifisering av forureinande berg.....	64
5	Konklusjon.....	65
6	Referansar.....	66
7	Vedlegg.....	71

Vedlegg 1 Analysar av vatn og partiklar

Vedlegg 2 Mineralidentifikasjon utført med røntgendiffraksjon (XRD)

Vedlegg 3 Mineralkjemisk analyse resultat med Scanning elektronmikroskopi (SEM)

Vedlegg 4 Mineralkjemisk analyse av jarositt med elektronmikrosonde (EPMA)

Vedlegg 5 Analyserapport ICP-MS, svovel og blyisotopar. Institutt for energiteknikk

Vedlegg 6 E-post korrespondanse med Sue Welch og Tony Appelo

Vedlegg 7 Hagelia P (2015a): Impact of Iron Sulfides and Secondary Sulfate Minerals on the Potential for Acid Rock Drainage (ARD). 12th Urban Environment Symposium Urban Future for a Sustainable World. June 2015 Oslo. Abstract og foredrag

1 INNLEIING

1.1 Generelt om syredanning og metallmobilisering

Ein del bergartar er naturleg forureina. Sprenging i samband med vegbygging og anna verksemd kan gi utlekking av giftige tungmetall inklusive uran. Dette er ofte, men ikkje alltid, knytta til syredannande bergartar. pH i bekker og vatn kan bli svært låg etter sprenging i sulfidførande berg på grunn av svovelsyre som dannast ved oksidasjon og forvitring i kontakt med vatn. Jernsulfida pyritt (svovelkis) og pyrrhotitt (magnetkis) er truleg dei mest typiske syredannande minerala i norsk berggrunn. Men også sphaleritt (sinkblende), arsenopyritt (arsenkis), chalcopyritt (koparkis) og fleire andre sulfidmineral dannar syre. Sur avrenning (Acid Rock Drainage – ARD) er historisk sett mest kjent frå sulfidgruver og alunskifer. Sulfidoksidasjon krev tilgang til vatn og luft. Sulfidoksiderande bakteriar er vanlegvis involverte og gir raskare oksidasjon enn ved abiotisk reaksjonar (Konhauser 2007).

Sulfidmineralane inneheld også varierende mengder toksiske element, som arsen, nikkel, kadmium, sink, kopar, bly og antimon, som kan oppnå høge konsentrasjonar i bekker og vatn (Nordstrom & Alpars 1999). I område med kalkstein og marmor eller sulfidførande bergartar med kalsitt (for eksempel i nokre svartskifrar og alunskifervariantar) vil karbonatmineralane motverke forsuringa (Jeng 1990, 1991, 1992). Når karbonatbufferen er brukt opp vil pH verdien minke (Wærstad mfl. 2022). Det er verd å merke seg at sulfidoksidasjonen og utlekking av tungmetall frå berg ofte foregår sjølv om pH verdien i vatn er nøytral (Nordstrom 2010, Móricz mfl. 2012). Tungmetallkonsentrasjonane kan dermed bli høge og overskride grenseverdiane ved nøytral avrenning (Neutral Rock Drainage – NDR) (Fjermestad mfl. 2016, 2018). I berggrunn utan kalsiumkarbonat vil basekationane Ca og Mg danna ved syreoppløysing av mineral og mineralske partiklar i prinsipp motverke forsuring, men effekten er liten samanlikna med karbonata som løyser seg svært mykje raskare.

Forvitring av sulfidmineralane fører til at det blir danna sulfat- og hydroxysulfatmineral. Forvitringsreaksjonane fører til at tungmetallane frå dei primære sulfidmineralane delvis blir fanga opp i forvitringsproduktane. Forvitringsmineralane er meir eller mindre løyselege i vatn og mange er syregivarar (jarositt, copiapitt, schwerdtmanitt, melanteritt, pickeringitt). Ved tørke vil tungmetallane delvis vere bunde til forvitringsmineralane, men blir frigjort igjen ved nedbør (Desborough mfl. 2006, 2010; Sánchez-España 2008; Sánchez-España mfl. 2012).

Effekten av utfelling og oppløysing på metallkonsentrasjonar i bekker og vatn er avhengig av identiteten til sulfid- og forvitringsmineralane. Det er løysingsevna til det enkelte mineralet på staden som avgjer. Det er derfor nyttig og ofte nødvendig å identifisere dei ulike mineralane ved hjelp av røntgendiffraksjon (XRD) eller scanning elektronmikroskopi (SEM).

Der pH-verdien kjem under 5 – 5,5 vil vanlege aluminiumrike silikatmineral, som feltspatar og glimmer, begynne å løyse seg opp og føre til høge aluminiumskonsentrasjonar i vatn. Jo lågare pH jo meir aluminium blir frigitt. Dette er skadeleg for fisk fordi aluminiumet fellast ut på gjellene og fører til fiskedød. Også botndyr og andre organismar som fisk og fugl lever av, blir påverka negativt og kan føre til ubalanse og stor skade på økosystemet i resipientane. Botndyr er forskjellige smådyr som lever heile eller delar av livet på botnen av elver og innsjøar. Botndyra er først og fremst insekt, men omfattar også mark, igler, sniglar, musling, små krepsdyr og vassmidd. Botndyr er ei svært mangearta gruppe organismar med ulike krav til miljøet. Nokre artar er svært følsame medan andre er tolerante overfor forskjellige typar forureining. Klassifikasjon av økologisk tilstand er diskutert av bl.a. Schartau og Bækken (2008).

1.2 Ekstrem forsuring og metallmobilisering i Lillesandsregionen

Lillesandsregionen er kjent for syredannende bergarter. Sprenging i rusta svovelførande gneis førte mot slutten av 1980-talet til ekstrem forsuring av Langedalstjenna nær Lillesand by. Tjernet var drikkevasskjelde for omkring hundre husstandar og eit godt fiskevatn. Sprengingsarbeidet førte til utlekking av svovelsyre frå svovelførande mineral i gneisen som reduserte pH frå omkring 5,5 til omkring 4. Dette gav sterkt auka konsentrasjon av aluminium og fisken døde. Ved så låge pH-verdiar blir aluminiumsførande silikatmineral, som feltspatar og glimmermineral, sterkt påverka og delvis oppløyst. I tillegg blei tungmetall (Cu, Zn, Pb, Cd, Ni og Fe) frå svovelførande mineral frigjort (Hindar & Lydersen 1994; NIVA 1992, Hagelia & Iversen 2003). Også seinare sprengingsarbeid i regionen har ført til skade på akvatiske organismar i bekkar og vatn. Mest kjent er sur avrenning omkring Sørlandets travpark (NIVA 1995), etablering av etablering av industriområdet ved Storemyr som førte til akutt fiskedød i Moelva (NIVA 2006) og problema i samband med bygging av nye E18.

Forundersøkingane for nye E18 Grimstad-Kristiansand utført av Statens vegvesen la vekt på geologisk detaljkartlegging for å skille ut områda med syregjevande gneis. Dei geologiske karta er publisert i ein serie rapportar frå SVV (Statens vegvesen 2003a-c, 2005) og samla i ein rapport frå NGU (2005). Undersøkingane til Statens vegvesen viste at rusta forvitringsskorper med mineralet *jarositt* gav den mest akutte forsuringa, medan jernsulfid ofte hadde ei svært underordna rolle (Hagelia & Iversen 2003, IFE 2002). Kartlegginga la vekt på å skilje ut område med høgt potensial for jarosittførande forvitring.

I samband med utbygginga av nye E18 sto det strid om klassifiseringsmetodikken. Utbyggingsselskapet hevda at det er jernsulfid i uforvittra gneis, stort sett magnetkis, som er årsaka til syredanninga. Under utbygging av E18 blei det derfor bare lagt vekt på sulfidinnhald, indirekte estimert ved termisk utslag i hydrogenperoksid på borestøvsprøver. Trass i at Statens vegvesen hadde påvist at forvitringsskorper med jarositt gav svært låg pH, ofte etter få timar i vatn, hevda utbyggar at dette var heilt uvesentleg og at jarositt ikkje fører til sur avrenning. Ein hevda at det var alt for lite jarositt til stades og at vanleg kalium-jarositt er rekna for å vere lite løyseleg og neppe gir syre.

1.3 Målsetting for denne rapporten

Diskusjonen om klassifisering av rusta sulfidførande gneis førte til eit behov for å skaffe fram eit betre vitenskapleg grunnlag. Statens vegvesen har i tidsrommet 2000-2015 utført undersøkingar og analysar som er omtala i oppdragsrapportar, møter og konferansebidrag, men det meste av datagrunnlaget er ikkje publisert. Materialet omfattar geologi, mineralogi, vasskjemi, geokjemi og isotopanalysar for å spore dei minerala som fører til forsuring og metallutlekking.

Målet med denne rapporten er:

- Gi ein kort omtale av undersøkingane til Statens vegvesen og «fasit» frå utbygginga av nye E18.
- Gi ei samla framstilling av geologiske, mineralogiske, geokjemiske/isotopgeokjemiske og vasskemiske analysar knytta til rusta svovelførande gneis utført i regi av Statens vegvesen.
- Diskutere resultatane med vekt på relativ innverknad frå jarosittførande forvitring og sulfid på sur avrenning og metallmobilisering.
- Diskutere klassifisering av syredannande gneisar.

1.4 Kort historikk

1.4.1 Statens vegvesens undersøkingar for ny E18 Grimstad - Kristiansand

Statens vegvesen utførte geologiske forundersøkingar i tida 2000-2005. Vi etablerte eit tverrfagleg samarbeid med NIVA, Norges geologiske undersøkelse (NGU), Geokart AS og Institutt for energiteknikk (IFE). Statens vegvesen la spesiell vekt på undersøkingar i området Kirkemyr-Langedalstjenna for å lære mest muleg om årsakene til den lokale sure avrenninga. Det fanst på den tida inga retningslinje for korleis ein skulle gå fram.

NIVA samla inn vassprøver frå viktige bekkar og vatn på to tidspunkt: eitt sett av prøver i september etter tørke og eitt sett i oktober 2002 etter kraftig regn. Prøvelokalitetane var vald ut i lys av vår geologisk kartlegging som då i all hovudsak var sluttført. Langedalstjenna og bekken frå Kirkemyr ned til Langedalstjenna inngjekk i programmet. Dei kjemiske analysane er rapportert av NIVA (2002).

Geokart AS (2001, 2002) ved Ingolf Rui bidrog i kartleggingsarbeidet og framstilte dei geologiske karta til våre rapportar. NGU deltok i felt i 2005 i samband med supplerande undersøkingar og overførte våre kart til ArcGis i ein eigen rapport (NGU 2005). NGU (2002) undersøkte tynnslip av 20 typiske prøver frå den planlagte vegkorridoren og utførte kjemisk analyse på fem bergartar frå Kirkemyr. NGU rapporterte at sulfid og forvitring er knytta til kvarts-feltspat-biotitt gneis og at forvitring på sprekker ofte er knytta til muskovittførande lag. *Analysane viste at sulfidinnhaldet i dei fleste prøvene var lågt, og at «bergartene generelt neppe vil kunne gi vesentlige bidrag til forsuring»*, dersom prøvene var representative for den sulfidførande gneis. NGU hadde tidlegare vore engasjert av Statens vegvesen i samband med kommunedelplanen med kartlegging av fleire alternative korridorar for ny E18. I Rapporten (NGU 1996) blei det observert at *rusta forvittringsmateriale på nokre lokalitetar blei oppløyst ved regn, men etter periodar med tørke blei rust igjen bli utfelt*.

IFE (2002) undersøkte same fem prøver som NGU analyserte kjemisk, nå med Scanning elektronmikroskop (SEM) og røntgendiffraksjon (XRD) for mineralidentifikasjon. Jarositt blei identifisert i forvittra deler. Pyrrhotitt opptre som det typiske primærmineralet i gneisen, for det meste i ganske små mengder. Pyrrhotitt varierte frå å vere frisk og upåverka til oksidert og forvittra delvis med sekundært danna jarositt. Elles eit lite innslag av chalcopyritt (koparkis). Pyritt er danna sekundært på sprekker.

IFE analyserte også svovel- og blyisotopar både i utseparerte sulfid og forvittringsmateriale. Ved å samanlikne resultatane med isotopverdiane i forureina vatn frå Langedalstjenna og bekken frå Kirkemyr var det muleg å *spore kjeldene til syredanninga*: Resultata viste at *frisk magnetkis og delvis oksidert magnetkis ikkje har bidratt til forureininga av Langedalstjenna*. Forvitringsskorper med jarositt og ein sterkt forvittra hadde same isotopsignatur som sulfat og oppløyst Pb i vatna. Det var derfor *godt samsvar mellom resultatane frå pH-målingane til Statens vegvesen og isotopundersøkinga*. IFE poengterte at glimmerførande gneis (ofte med med jarositt) såg ut til å vere blant dei mest syredannande bergartane (sjå elles kapittel 3.7 og kapittel 4).

Statens vegvesen og Ingolf Rui konstaterte at forvitringa med gulbrunt preg lukta svovel, men var stort sett meste bare synleg i sprengte skjeringar. Naturlege overflater som er påverka av istida og forvitring gav ikkje svovellukt ved hamring (Geokart AS 2001, 2002; Hagelia og Iversen 2003). Dette representerte ei utfordring med tanke på geologisk feltkartlegging av syregjevande gneis. Men vi lærte oss korleis vi skulle tolke overflatefenomena som indikerer dette.



Figur 1: Kirkemyr oppstrøms Langedalstjenna i 2002, viste tydeleg gulbrun forvitring med jarositt som luktar svovel. Øvre del har bare brun rust på grunn av utvasking i kontakt med overflatevatn. Foto: Per Hagelia.

Figur 1 viser eit eksempel med tydeleg gulbrunt forvitningsmateriale på sprekkar i elles relativt lite forvittra gneis. Den øvre delen viste utfelling av brunare rust. Hamring på den naturlege overflata på toppen gav ikkje lukt av svovel, men luktar jern. Dette har samanheng med utvasking i kontakt med overflatevatn over tusenvis av år etter istida. Overflatevatnet har/har hatt $\text{pH} > 5,5-6$, medan jarositt er stabilt ved pH omkring 2,5-3,5. I kontakt med overflatevatn vil nokre variantar av jarositt gå i oppløysing og det fellast ut som jern-oksyhdroksid eller jernhydroksid. Observasjonane på Kirkemyr viser at forvitring med jarositt, ofte bevart nokre desimeter under naturlege overflater, er gammal og eldre enn istida. Forvitringa blei av Hagelia & Iversen (2003) foreslått relatert til djupforvitring i mesozoisk tid, som er velkjent frå kystnære strok på Sørlandet. Dette er nyleg bekrefta ved kalium-argon dateringar (Torgersen mfl. 2023).



Figur 2: Sprenging for etablering av industriområde på Storemyr, rett nord for Lillesand gav ekstrem grad av fragmentering med masse reaktivt jarosittførande partiklar. Avrenning til Moelva førte til akutt fiskedød. Foto: NIVA 2006.

Sprenging i jarosittførende berg har vist seg å gje *uvanleg høg grad av fragmentering*, som dermed frilegger uvanleg store mengder reaktivt støv og partiklar. Statens vegvesens dåverande laboratorium i Arendal testa sprengstein frå Kirkemyr på slutten av 1980-talet med tanke på steinmaterialkvalitet. Det viste seg at steinen for det meste var så svak at ein ikkje fekk ut dei vanlege testfraksjonane for fallprøva (hhv. 8-11,2 mm og 11.2-16 mm). Kjefteknusaren gav fraksjonar mindre enn 8 mm og uventa mykje partiklar (Knut Hagelia pers. komm.).

Erfaringa frå sprengingsarbeid på Storemyr i 2006 er eit nyare eksempel på ekstrem fragmentering og som førte til akutt fiskedød i Moelv (Figur 2). Rusta svovelførande gneis i området var på førehand identifisert og kartlagt som syregivande (Statens vegvesen 2003b, NGU 2005). Sprenginga blei utført i relativt tørt vēr med akkumulasjon av store mengder finkorna partiklar og støv av gulbrunt forvitningsmateriale. Etter kraftig regn blei støv vaska ut og endte opp i Moelva. Dette førte til akutt forureining og momentan fiskedød. Moelva fekk sterkt redusert pH ned til 3,55 og pH = 3,3 blei målt i vassdammar inne på området (NIVA 2006).

Statens vegvesen (2005) og NGU (2005) rapporterte fleire tilfelle med svært svakt berg gav eit «sandig brudd» med utfelling av rustbrunt til gule utfellinga mellom mineralkorna. Kornbindinga er i slike tilfelle svært dårleg og det var muleg å male ned stein med handmakt etter 1-2 slag med hammaren (Figur 3). Den som arbeider med rusta sulfid og sulfatførande gneis er avhengig av hammar og lupe.



Figur 3: Eksempel på kraftig fragmentering av forvittra gneis. Stein som i utgangspunktet virka sterke blei etter eit par slag med hammaren svekka og kunne då malast opp til pulver med handmakt. Foto: Per Hagelia.



Figur 4. Indikasjonar på jarosittførande forvitring ute i terrenget: Venstre bilde viser avsnørte overflateformer med utfelling av rust på mineralkorngrenser (sandig preg) ved vestre påhogget til Songefjelltunnelen. Høgre bilde viser liknande former i skråninga ved Gaupemyrskryset før bygging av E18. Lokalteten er sprengt bort. Foto: Per Hagelia.

Statens vegvesen etablerte nokre kriterium som gir indikasjonar på forvitring med jarositt på naturlege overflater:

- Rustprega svake bergartar med «sandig» preg (Figur 3).
- Ujamne avrunda overflater som skil seg ut frå normalt isskura berg med jamnare overflater og avrunda og til dels avsnørte bergbitar med preg av såkalla reststein («core stones») som er typisk for djupforvittra berg (Figur 4)
- Blodraud-mørkraudbrun og finkorna jordart (Figur 5). Dette er forvittringsjord som også er observert på andre bergartar nedstrøms forvittra jarosittførande gneis



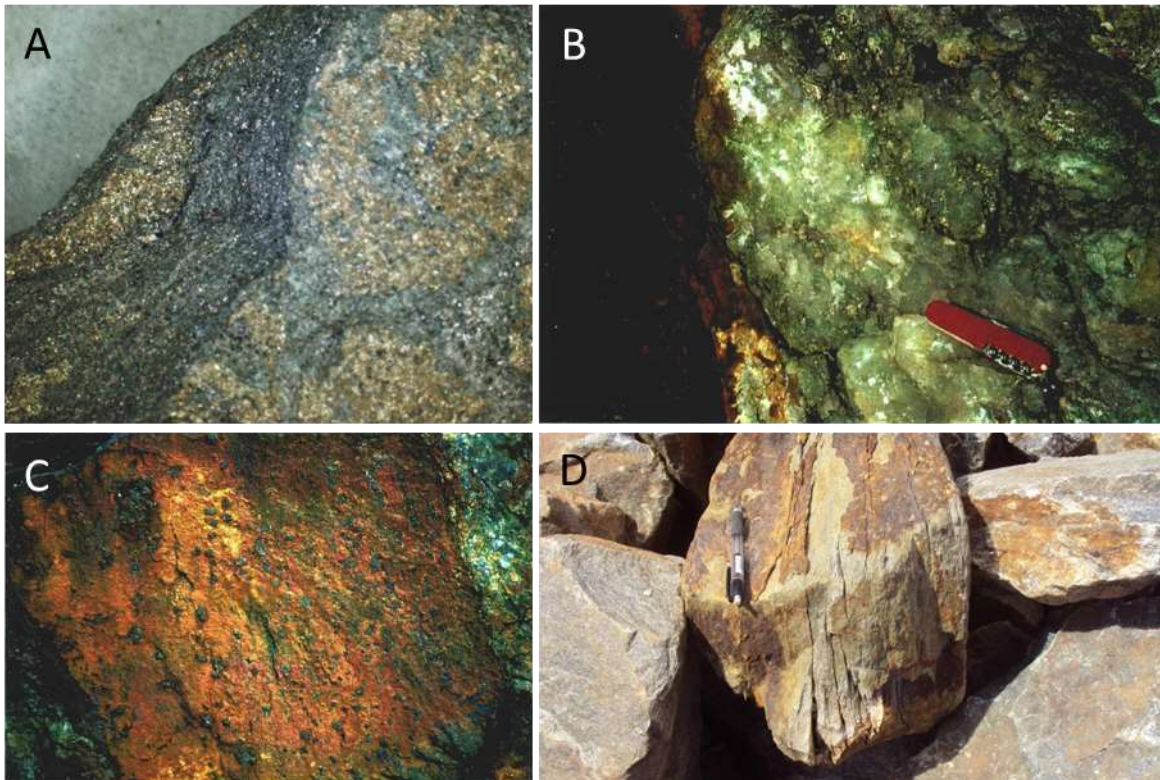
Figur 5. Raud-blodraud forvittringsjord i området med forvittra jarosittførande gneis, litt nord for slakteribedrift der E18 nå ligger. Foto: Per Hagelia.

NGU (2005) poengterer at raud- til blodraud forvittringsjord også er observert liggande over andre bergartar og ikkje er eit eintydig kriterium. Statens vegvesen har også observert denne jordarta på «feil gneis», men då alltid i samband med bergartar som er assosierte til rusta svovelførande gneis. Slike eksempel finst i skråningar nedanfor og ganske nær og til dels i bekkefar nedstrøms rusta svovelførande gneis. Denne jordarten er svært spesiell. Vi har aldri observert denne jordarta i områda med granittisk gneis, amfibolitt og andre bergartar.

Svovelførande mineral opptre på følgjande måte, og illustrert i Figur 6 (Geokart AS 2002, IFE 2002, NGU 2002, Hagelia & Iversen 2003):

- Magnetkis (pyrrhotitt, $Fe_{1-x}S$), lokalt med svært små mengder kopparkis (chalkopyritt, $CuFeS_2$) og svovelkis (pyritt, FeS_2) som følger foliasjonen (gneisstrukturen). Gneisen er grå i uforvittra tilstand.
- Forvittringsprodukt med jarositt $((H_3O,K)Fe_3(SO_4)_2(OH)_6$ og jern-oksyhydroksid ($FeOOH$) er utvikla langs geologisk sett yngre sprekkesett i gneisen. Forvittringsprodukta dannar oftast skorper på sprekkane, men har ofte påverka gneisen saman med sulfatmineralet jarositt
- Pyritt opptre i blant på sprekker saman med forvittringsprodukt.

Merk at pyrrhotitt svært skjeldan utgjer så stor mengde som vist i Figur 6A. Synlege pyritt på sprekkar er lite utbreidd og ofte tydeleg oksidert til $FeOOH$ med ein liten rest av sulfidet inni. Forvittringsskorper med jarositt er svært vanleg.



Figur 6: Svovelførande mineral i Lillesand. A: Pyrrhotitt følgjer foliasjonen i gneisen. B: Pyritt som små gule korn knytta til sprekesett gjennom kvarts. C: Oksidert pyritt (mørke «plettar») på sprekkflate saman med gulbrun jarosittførande rust. D: Typisk gul og brun forvitringsskorpe på gneis med indre gul forvitring (midten) omgitt av mindre forvittra grå gneis. Foto: Per Hagelia.

På bakgrunn av pH målingar og tracer studiet til IFE (2002) var det klart at forvitringsskorper med jarositt er ein svært viktig syredannar. Vi konstaterte også at svakt forvitringmateriale med jarositt gav raskare og lågare pH (2,2-2,5) enn fastare jarosittførande forvitring (pH 3,3-3,5) (Hagelia & Iversen 2003). Dei lågaste pH verdiane vi fekk i testane samsvarte med teoretisk pH = 2,34 i kjeldeområdet som estimert av NIVA (1992). Statens vegvesen tilrådde derfor at det måtte leggast stor vekt på å måle pH-reaksjon i prøver med og utan forvitring.

1.4.2 Utbygging og fasit

Agder OPS ved entreprenør CJV valde å klassifisere på annan måte enn det som låg til grunn frå SVV si side. Ein vurderte at innhaldet av uforvittra magnetkis representerte det faktiske syrepotensialet. Forvitringmateriale med jarositt gav etter utbyggars syn ikkje bidrag til syredanning i nokon praktisk viktig grad, fordi ein hevda dette mineralet ikkje er eit særleg syredannande mineral og at ein bare fann sporadiske mengder av dette. I staden introduserte ein testing på borestøv med 7 % hydrogenperoksid. Hydrogenperoksid er eit svært sterkt oksidasjonsmiddel som gir målbart termisk utslag ved oksidasjon av magnetkis og svovelkis. Ein brukte temperaturutslaget etter ein halv time i hydrogenperoksid for å bestemme mengde magnetkis (og eventuell svovelkis) og totalt svovelinnhald.

Klassifisering av rusta svovelførande gneis blei tatt opp i fagmøte med Agder OPS/CJV i både 2007 og 2008. Det blei klart at utbyggjar ikkje hadde lese alle geologiske rapportane frå SVV som låg til grunn for utlysinga («tender documents»). Ein grunn til dette var truleg at dei ikkje var skrivne på engelsk, endå det var krav til kjennskap til norsk. Den viktige rapporten frå IFE (2002), som dokumenterte at «Frisk, uomdannet sulfidgneis med jevnt fordelte sulfidkorn, bidrar i meget liten grad», blei først

oversett til engelsk i 2008, lenge etter at anlegget hadde starta. I møte i 2007 argumenterte utbygger med at innhaldet av jarositt i bergmassen også var forsvinnande lite og ikkje hadde innverknad på pH-utviklinga. SVV argumenterte på si side med testresultata som viste at rustforvitring med jarositt var så sterkt syredannande at også relativt mindre volum ville gi syre, samt isotopundersøkinga til IFE, som støtta denne konklusjonen. Vi var derfor svært bekymra for feilklassifisering. Ein blei i eit møte samde om å utføre pH-målingar langs heile traseen som tillegg til hydrogenperoksid testen. Dette blei likevel aldri gjennomført. I praksis er det aller meste av rapporterte data for total svovel og magnetkisinnhald frå anlegget basert på hydrogenperoksid testing utan direkte analyse av verken svovel eller pH.

Då anlegget sto ferdig viste det seg at alle deponia for syredannande gneis førte til sur avrenning og til dels sterk utlekking av tungmetall og aluminium. Verst gjekk det utover bekkane ut frå deponi M17 og deponi M15/16 der pH varierte mellom 4 og 5 med utfelling av aluminium og sterk mobilering av tungmetall begge stader. Stordalsbekken nedstrøms deponiet M15/16 har kort avstand til Kaldvellfjorden og her blei svaberga på ein populær badeplass dekt av eit kvitt belegg av aluminium (sjå bl.a. Hagelia & Fjermestad 2016). Deponi M20 ved Urdevann har hatt tilsvarande forhold oppstrøms nøytraliseringsbassenget, men pH ut i Urdevann var i 2008-2009 mellom 6 og 7,5. Hindar og Nordstrom (2015) gir ei oppsummering av avrenninga frå dei tre deponia for syredannande berg og samanliknar før-tilstand med resultat fram til 2009. Det viste seg også at deponi M13 ved Gitmark, som var reservert for «rein stein» og «lavsulfidstein» likevel gav sur avrenning med utfelling av aluminium og mobilering av tungmetall (Asplan Viak 2014, Hagelia & Fjermestad 2016).

Årsakene til problema var ein kombinasjon av svært dårleg tildekking av deponia og bruk av skjelsand som er lite aktiv. Statens vegvesen hadde etter råd frå NIVA tilrådd bruk av lutanlegg og dette blei formidla til utbyggaren: Aluminium som er sterkt mobilisert ved svært låge pH-verdiar feller ut på skjelsand og anna kalsiumkarbonat og blokkerer dermed for mykje av bufferkapasiteten. Statens vegvesen fekk tvangsmulkt i 2013 knytta til M15/16 og Stordalsbekken (100 000 kroner per veke). Fylkesmannen hadde sett ei grense på totalt 600 µg Al per liter, som ikkje blei oppfylt innan frist. Det er Statens vegvesen som er ansvarleg for miljøtilstanden også i samband med OPS-prosjekt og totalentreprisar.

Klungvik (2013) undersøkte avrenninga frå M15/16 i 2012 og viste at bl.a. svovel og tungmetall inklusive uran var kraftig mobilisert i Stordalsbekken. Over det sparsamt tildekte deponiet blei det etablert ei større tomt for næringsbygg med asfaltdekke. Agder OPS etablerte også lutanlegg nedstrøms M15/16. Den kraftige forsuring nedstrøms deponi M17 blei handtert med nytt reinseanlegg og bruk av mykje meir aktiv kalk enn skjelsand. Data tilgjengeleg på portalen «Vannmiljø» (Miljødirektoratet) tyder på at tilstanden ved M15/16 og M17 har betra seg ein del etter dei nye tiltaka.

Sur avrenning er eit generelt problem fleire plassar på Sørlandet. I tillegg til E18 Grimstad-Kristiansand har det vore anna stor byggeaktivitet i Lillesand, for eksempel på Gaupemyr, på Engelshei og Tingsaker. Det har også komme til nye funn av rusta svovelførande gneis i kommunane Tvedestrand, Risør og Birkenes.

1.4.3 FoU-prosjektet NORWAT 2012-2015

NORWAT (Nordic Road Water) var eit FoU-prosjekt i Statens vegvesen frå 2012 til 2015. Prosjektet hadde som mål å bringe fram ny kunnskap og nye metodar for planlegging, bygging og drift av

vegnettet for å unngå uakseptabel skade på vassmiljøet. Avrenningsproblematikken i Lillesand var ein del av prosjektet, der det blei lagt vekt på analyse og karakterisering av bergartar og forvittringsprodukt.

Deponia M13, M15/16 og M20 var såpass dårleg tildekte at det var muleg å undersøke og ta prøver av eit representativt utval av dei deponerte bergartane (!). Undersøkingane blei utført i 2014 etter at reinseanlegga for deponi M15/16 og M17 var oppgradert. *Feltanalysar med handheldt XRF viste at gul til brun forvitring inneheld omkring 5 – 15 vekt-% svovel, medan uforvittra grå gneis med pyrrhotitt har mykje lågare og i blant ubetydeleg svovelinnhald.* Deponi M13 for såkalla «rein stein og lavsulfidstein», som likevel førte til sur avrenning, inneheld tydelege mengder svakt jarosittførande forvittringsmateriale med 10-14 vekt-% svovel. Statens vegvesen konkluderte i prosjektet NORWAT med at årsaka til feilklassifisering er at ein ikkje har lagt vekt på betydninga av rusta forvittringsskorper med jarositt (Hagelia og Fjermestad 2016).

Ein del av resultatane frå NORWAT-prosjektet er presentert saman med Statens vegvesens tidlegare arbeider i konferansar (Hagelia 2015a,b, 2018, 2019) (Vedlegg 7), men analysedata og andre deler av grunnlagsmaterialet er ikkje hittil publisert.

1.4.4 Undersøkingar etter 2015. UiO, NGI & kommunar

Pearce (2018) gjennomførte ei masteroppgåva ved Universitetet i Oslo med utgangspunkt i prøver av rusta svovelførande gneis frå Lillesand. Undersøking omfatta detaljert petrografi, SEM, XRD, testing av bergartsprøver i ulike stadium av forvitring i kolonneforsøk og kjemisk analyse av vatn. Sekundære sulfatmineral i forvittrings viste seg å ha ei avgjerande rolle i dei syredannande prosessane, trass i at dei bare utgjer ei lita mengde av totalbergarten. Fine partiklar av forvittringsmateriale viste høg reaktivitet, medan fine partiklar av uforvittra berg med sulfid reagerte vesentleg saktare. Sulfidførande materiale med god krystallin struktur viste anomalt låg oksidasjonsrate, og blei tolka som teksturelt kontrollert. Kolonnetestane viste likevel at sulfidinnhaldet også representerer eit syrepotensial. Pearce (2018) tilrår bl.a. at ein i framtidig klassifisering legg auka vekt på forvitring og partikkeldanning og betre mineralogisk og teksturell dokumentasjon.

I eit oppdrag for Birkenes kommune utførte NGI (2018) testar med hydrogenperoksid. Arbeidet blei gjort på bakgrunn av arbeidet til Pearce (2018). Resultata viste at det er fleire årsaker til temperaturutslaget enn rein sulfidoksidasjon, men at dette ikkje er klarlagt. NGI (2018) understrekar at det er svært viktig å legge vekt på representativ prøvetaking og at dette bør utførast av geolog.

Statens vegvesen testa same tidsrom prøver med kjent totalt svovel innhald i hydrogenperoksid metoden, og fann ingen korrelasjon mellom temperaturutslag i H₂O₂ og % S (sjå Kapittel 4.3). Konklusjonane til Pearce (2018) og NGI (2018) støttar i stor grad Statens vegvesen sine konklusjonar, og har også kasta vidare lys over problematikken.

2 Prøver og metodar

2.1 Prøvelokalitetar

Denne rapporten bygger på tidlegare rapportar og dokumenterer prøver samla inn på ulike tidspunkt. Ein stor del av grunnlagsmaterialet for denne rapporten blei samla inn frå deponiområda M13, M15/16, M17 og M20 og analysert i samband med NORWAT-prosjektet i 2014. I tillegg er det utført analysar av prøver frå forprosjektet for nye E18, med vekt området Kirkemyr - Langedalstjenna. Også analyseresultat frå NIVA (2002) og IFE (2002) går inn i denne rapporten. Hovudlokalitetane er vist i Figur 7.



Figur 7: Undersøkte lokalitetar i Lillesandsdistriktet.

2.2 Metodar i felt og laboratorium

Statens vegvesen har i motsetnad til andre involverte lagt stor vekt på geologisk metodikk. I mange tilfelle ser ein at undersøkingar og klassifisering av potensielt syredannande bergartar manglar relevant mineralogisk og geologisk dokumentasjon. Dette står i sterk kontrast til metodikk som blir brukt i utlandet, eksempelvis USA, Australia og Spania. Dette kapittelet gir ein kortfatta gjennomgang av felt- og laboriemetodane utan detaljert vekt på teknisk dokumentasjon av analyseinstrumenta.

2.2.1 Feltnetodikk

Feltarbeidet tok utgangspunkt i detaljert geologisk kartlegging (Statens vegvesen 2003a,b,c; 2005) som var slutført i 2005 og publisert av NGU (2005). Feltarbeidet i 2014 tok utgangspunkt i erfaringane med

sur avrenning og metallmobilisering frå E18 prosjektet for å sikre seg vasskjemisk og geologisk dokumentasjon frå deponia.

Feltarbeidet omfatta:

- Kjemisk feltanalyse av bergartar med handheltdt XRF med vekt på stein frå deponia (v/ Halldis Fjermestad, SVV).
- Måling av pH og Eh (Oksidasjons- reduksjonspotensial - ORP).
- Prøvetaking av vatn og utfellingar i bekkar.
- Prøvetaking av bergartar og forvittringsmateriale, hovudsakleg frå deponia.

2.2.2 Kjemisk analyse av vatn og partiklar og pH-testing

Statens vegvesen samla inn totalt 14 prøver av vatn frå M13, M17 og M20, samt prøver frå bekk ved Glamsland og Skomedalsbekken, som drenerer frå E18. Alle analysane av vatn er basert på filtrerte prøver. Det er i tillegg utført analyse av nokre frå-filtrerte partiklar. Ramboll Analytics utførte kjemisk analyse av vatn og partiklar i 2014. Laboratorierapportane er gitt i Vedlegg 1. Tidlegare analysar frå 2002 blei utført av NIVA og resultatane er rapportert av NIVA (2002). Begge laboratoria er akkrediterte.

Statens vegvesen utførte pH-testing ved enkle benkeforsøk på forvittringsprodukt og restmateriale frå utseparerte sulfidmineral (sjå Kapittel 3). Mineralseparasjonen var på førehand utført av IFE for SEM- og isotopanalyse. Prepareringa for pH-testing tar sikte på å etterlikne reelle forhold i samband med sprenging, der svake finkorna forvittringsmineral dannar fint støv medan sterkare mineral som kvarts, feltspat, amfibol og glimmer kjem ut i litt større korn. Reaktiviteten til eit kvart mineral er, i tillegg til individuell løysingsevne, i sterk grad påverka av kornstorleik. Finkorna støv danna frå syredannande forvittringsmineral har høg spesifikk overflate og påverkar pH i større grad enn litt grovare korn av bergartsdannande mineral som kvarts, feltspatar, amfibol og glimmermineral. Dersom ein preparerer testprøver ved å finknuse alle mineral vil den spesifikke overflata til dei bergartsdannande minerala påverke pH: finknust kvarts gir pH = 7; muskovitt pH = 7-8; feltspatar pH = 8-9; biotitt pH = 9 og amfibol pH = 10 (Stephens & Carron 1948). Ved finknusing av alle mineral vil eventuelle syrebidrag frå svake forvittringsmineral i nokon grad bli kamouflert. Denne buffereffekten er ikkje viktig i ein reell situasjon. Syredanning relatert til eventuelle sulfidmineral i relativt uforvittra gneis er avhengig av fragmenteringsegenskapane. For uforvittra sterke bergartar vil sulfidmineralane ikkje bli fullt eksponert ved sprenging.

Små prøver (10-20 opptil a 100 gram) blei derfor *malt ned forsiktig* slik at ein får med både svake finkorna deler og sterkare litt grove fraksjonar, i blant opp til ca. ein millimeter. Fragmenteringsegenskapane til den enkelte prøva bestemmer. Ein tilset vatn omkring 5 x volumet til prøva frå drikkevasskran med kjent pH (6,5 til 7). pH målast med strips nøyaktig til $\pm 0,2$ pH-einingar eller pH-meter (nøyaktig innan $\pm 0,02$ einingar) på ulike tidspunkt til pH-verdien flatar ut. Akutt syregivande materiale fører ofte til at pH minkar frå omtrent nøytral til < 4 etter mindre enn ein time, medan andre sterkt syregivande treng lenger tid. Metoden har derfor inga fast tidsavgrensing, men tek omsyn til kva testprøva faktisk er god for. Mange av forsøka er avslutta etter omkring 24 timar, andre har gått over fleire veker.

Dette er ingen akkreditert metode, men gir gode indikasjonar på pH-reaksjonar i samband med bergsprenging.

2.2.3 Petrografisk analyse

Geokart AS samla inn 20 prøver (nr 1 til nr 20) av typiske bergartar frå den planlagde vegtraséen. Prøvene blei sendt til NGU for preparering av tynnslip og petrografisk analyse i polarisert lys (NGU 2002).

Statens vegvesen samla inn fem store prøver som representerer hovudvariasjonen på Kirkemyr, samt prøver av sulfid og forvitring bergartar med gul-brun forvitring. Prøvene blei levert til IFE for tillaging av tynnslip (prøvene 2469, 2470, 2471, 2472, 2473, 2475 og 2476) og andre analysar.

Alle tynnslipa var polerte utan dekkglas og eigna for mikrokjemisk analyse. Statens vegvesen ved Per Hagelia mikroskoperte alle tynnslipa på nytt for planlegging av vidare analyse ved SEM og EPMA.

2.2.4 Kjemisk analyse av bergartar - XRF

NGU mottok prøvenummer 2469, 2470, 2471, 2472 og 2475 for totalkjemi og analyserte for 10 hovudelement og 31 sporelement ved XRF-analyse i eige laboratorium. Bergprøver (1-2 kg) blir først grovknust i kjefteknusar, kvartert med prøvesplittar til representativ prøve og finknust i slyngemølle. Ei mindre mengde finknust materialet blir så preparert for analyse. Resultata er dokumentert i NGU (2002).

2.2.5 Kjemisk analyse av bergartar i felt – Handheldt XRF

Halldis Fjermestad utførte semikvantitativ kjemisk analyse med XRF-pistol (HH-XRF) på uforvittra bergartar og forvittringsprodukt på deponia M13, M15/16, M17 og M20. HH-XRF analyserer overflater og viste seg å vere godt eigna for å få fram totalkjemiske forskjellar mellom ytre forvitring og indre uforvittra bergartar (Hagelia & Fjermestad 2016).

2.2.6 Mineralidentifikasjon ved røntgendiffraksjon (XRD)

XRD-analysane blei utførte ved det tidlegare røntgenlaboratoriet ved Naturhistorisk museum (NHM) på Tøyen, Oslo og seinare ved NHMs laboratorium på Økern, Oslo (same instrument). Metoden ved NHM er kvalitativ og identifisere hovudminerala, men ikkje det prosentvise innhaldet. Ein vel ut aktuelle mineral frå handstykker i binokularlupe og plasserer små prøver (ofte 1-2 gram) ved hjelp av spatel i små agatmortarar. Prøva malast så ned med agatpistill under etanol til den blir svært finkorna og deretter plassert på holdar for analyse i XRD-instrumentet. Agat er eit hardt materiale av reint SiO₂ og ein unngår derfor kontaminasjon av prøva.

I praksis er det vanskeleg å unngå blandingar av fleire mineral i prøvene. Ulike mineral gir meir eller mindre karakteristiske intensitetar (toppar) og identifiserast ved å samanlikne med databasar ved bruk av dertil eigna programvare. Det er ofte lett å identifisere minerala i prøver med få mineral, medan prøver med mange mineral ofte gir overlappande intensitetar som kan gjere tolking vanskeleg.

Mineral som utgjer mindre enn ca. 1 % av prøva blir ikkje identifisert. Amorfe fasar gir alltid høg bakgrunn og kan vanlegvis ikkje identifiserast ved XRD.

2.2.7 Mineralkjemisk analyse ved Scanning elektronmikroskopi (SEM)

Analyse av mineralkjemi ved SEM er ein semikvantitativ analysemetode som baserer seg på elektronstrålar som sendast ned på mineral i prøva. Det er muleg å bevege prøva og undersøke prøvene med stor forstørring og deretter velje ut punkt eller små område for mikrokjemisk analyse. Dei forskjellige minerala har ulik kjemisk samansetning og ved bombardement av elektronstrålen blir tilbakekasta strålar fanga opp av detektorar som registrerer dei ulike elementa i analyseområdet. Ein kan analysere kjemisk samansetning til enkeltmineral for identifikasjon eller få opp bilde som viser fordeling av hovudelement i større flater (elementmapping). Foto frå SEM gir god visualisering av mikrostruktur mm.

Uttak av småprøver for analyse blir gjort under binokular. Mikrokjemisk analyse gir ofte godt grunnlag for å identifisere mineral og gir viktig informasjon om røntgenamorfe fasar. Det er ein fordel å analysere småprøver både med SEM og XRD.

Det er muleg å analysere mineral både på (svært-) små prøver og polerte tynnslip. Analysar av små prøver monterast på ein karbontape og ein dekker prøva med eit tynt lag med karbon ved pådamping for å oppnå best analysekvalitet. Men karbonet vil i praksis fordele seg litt ujamt over prøva og vil gjere det vanskeleg å kvantifisere karbon i for eksempel karbonatførande mineral. I nokre tilfelle kan det derfor vere mest nyttig å analysere utan pådamping eller ved pådamping av gull. Småprøver har alltid varierende topografi som påverkar analysekvaliteten i ulik grad,

Analyse av tynnslip utførast vanlegvis med pådampa karbon. Analyse kvaliteten er då noko betre enn analyse av småprøver, fordi ein unngår topografiske effektar som elles gjer analysen unøyaktig. Jo betre tynnslipa er polerte jo betre blir analysane.

2.2.8 Mineralkjemisk analyse ved elektronmikrosonde (EPMA)

Analyse ved elektronmikrosonde er ein kvantitativ analysemetode som liknar på SEM, men metoden gir kvantitative analyseresultat. Analysen utførast på godt polerte tynnslip pådampa med eit svært tynt lag av karbon. På same måte som ved SEM bombarderast eit tynnslipet med elektronstrålar og dei ulike grunnstoffa blir analysert av avanserte detektorar. Det er normalt bare muleg å analysere for hovudelementa, men moderne mikrosondar kan også analysere for ein del sporstoff ved spesielle kalibreringar. Fordi analysane er kvantitative er det for eksempel muleg å skille sikkert mellom pyritt og pyrrhotitt.

2.2.9 Svovel og blyisotopar

Isotopar av svovel (S) og bly (Pb) er såkalla stabile isotopar fordi dei ikkje er radioaktive. Stabilisotopar er mykje brukt i miljøstudiar. S- og Pb-isotopar er godt eigna til tracer-studiar, dvs. for å spore kjelder til forureining av vatn. Svovel har to viktige isotopar ^{32}S og ^{34}S , og forholdet mellom dei uttrykt som $\delta^{34}\text{S}$ definert i forhold til ein standard og uttrykkast i promille (‰):

$$\delta^{34}\text{S} = \left(\frac{\left(\frac{^{34}\text{S}}{^{32}\text{S}} \right)_{\text{sample}}}{\left(\frac{^{34}\text{S}}{^{32}\text{S}} \right)_{\text{standard}}} - 1 \right) \times 1000$$

Forholdet mellom dei to isotopane i prøva blir analysert i massespektrometer.

Pb-isotopar ($^{206}/^{204}\text{Pb}$; $^{207}/^{204}\text{Pb}$ og $^{208}/^{204}\text{Pb}$) blir analysert ved ein tilpassa ICP-MS metode der dei enkelte isotopane blir bestemt enkeltvis. I samband med tracerstudiar bruker ein ofte forholdet $^{207}/^{206}$.

Sulfidmineral, sulfatmineral og svovel-forureina vatn inneheld vanlegvis Pb og det er derfor muleg å spore dei meir spesifikke kjeldene til S og Pb. Ved å samanlikne isotopsignaturane i vatn med aktuelle mineral som inneheld S og Pb er det muleg å spore kor forureiningar meir spesifikt kjem frå. Dette er nyttig fordi kjemisk analyse aleine ikkje kan identifisere den dominerande bidragsytaren til forureininga. Isotopstudiar kan dermed avdekke forhold som har betydning for klassifisering av forureina bergmasse og målretta tiltak.

S isotopane blir ofte svakt fraksjonert mellom fast fase og vatn, på den måten at den faste fasen binder litt meir ^{34}S i forhold til ^{32}S enn vatn, avhengig av kva mineral det gjeld. I tracer studiar i samband med sur avrenning er fraksjonering av S isotopar svært liten (Gallo & Roldan 2008). Pb isotopane blir ikkje fraksjonerte mellom mineralkjelder og vatn.

3 Resultat og diskusjon

3.1 Innleiing

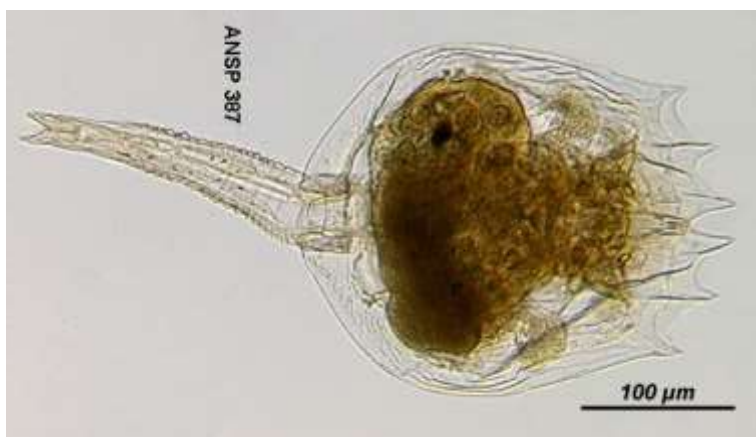
Resultata er organisert på følgjande måte:

- Undersøkingar og analysar knytta til vassmiljø for kvar undersøkt lokalitet er presentert i Kapittel 3.2 til og med Kapittel 3.7. Kwart delkapittel gir ei kort oppsummering av tilstandsutvikling i lys av nyare analysedata frå Miljødirektoratets (MD) database «Vannmiljø», med ei vurdering av korleis tiltak har verka. Resultata er ikkje samanlikna med MD sine tilstandsklassar.
- Kapittel 3.8 presenterer utvalde kjemiske data frå deponia samla med vekt på bl.a. uran.
- Undersøkingar av bergartar og mineralogi ved hjelp av XRD, XRF og SEM er samla i Kapittel 3.9.
- Analyse av jarositt ved EPMA er presentert i Kapittel 3.10.
- Kapittel 3.11 handlar om isotopundersøkingane frå IFE (2002) og analysar utført i NORWAT - prosjektet i 2014.

3.2 Kirkemyr og Langedalstjenna

3.2.1 Oversikt

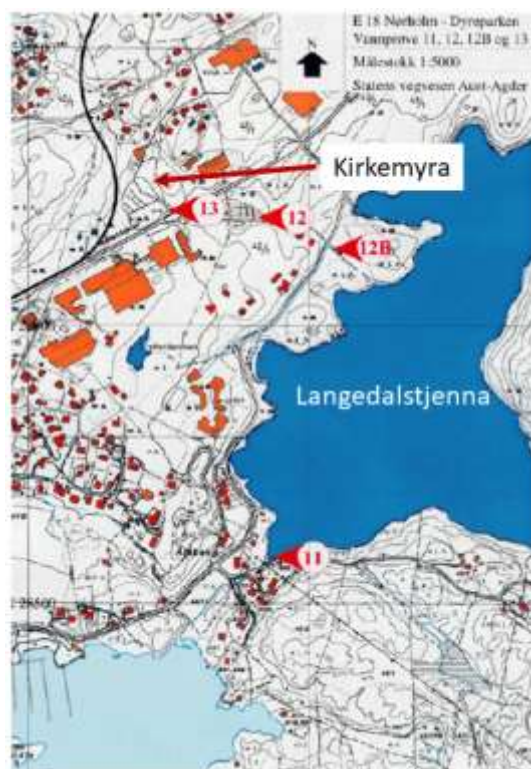
Den akutte forsureninga av Langedalstjenna med fiskedød og øydelagt drikkevatt førte også til endringar både med tanke på botndyr og pelagiske artar (JP Nilssen pers. komm. 2013). Blant anna dukka hjuldyret *Brachionus sericus* opp i større mengder (Figur 8). Dette zooplanktonet er kjent frå sure vulkansjøar bl.a. i Japan (JP Nilssen pers. komm. 2013, Nilssen 2013).



Figur 8: *Brachionus sericus* (Foto: C Jersabek, funne på internett).

Dette delkapittelet oppsummerer analysane til NIVA (2002). NORWAT-prosjektet utførte ikkje eigne analysar av vatn frå Kirkemyr og Langedalstjenna i 2014 og det ligg ikkje før analysar av redokspotensiale. Det blei ikkje utført analysar med HH-XRF på bergmassen på Kirkemyr.

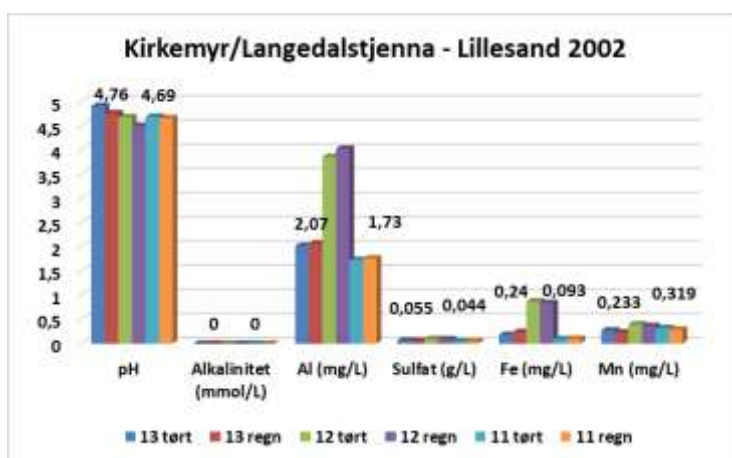
Prøvene blei samla inn på lokalitetane 1, 12 og 13 (Figur 9) med eit sett prøver etter tørke i september 2001 og eit frå ny prøvetaking etter kraftig regn i oktober 2001.



Figur 9: Lokaltetskart for prøvetaking av vatn (nr 11, 12 og 13) utført av NIVA (2002). Bergprøvene blei samla inn på Kirkemyra.

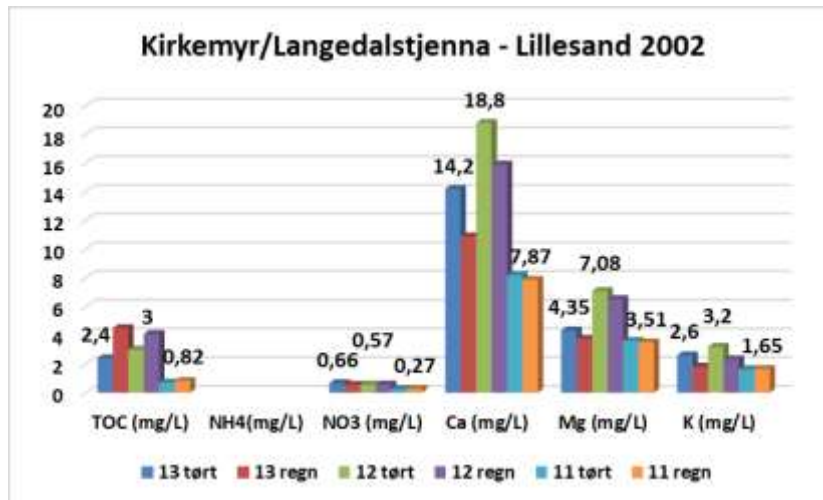
3.2.2 Vatn og pH

Figur 10 viser at pH fortsatt var låg også i Langedalstjenna, men var i 2001 omkring 0,5 einingar høgare enn etter sprengingsarbeidet på Kirkemyr 14-15 år tidlegare. pH minka litt etter regn i forhold til pH målt etter tørke. Alkaliniteten var nær 0 mmol/L, dvs. utan karbonatbuffer. Aluminiumkonsentrasjonen (Al) var ekstremt høg med ca. 2 mg/L på Kirkemyr (13) og auka til ca. 4 mg/L i bekken (12) ned mot tjernet. Konsentrasjonen i Langedalstjenna var ca. 1,5 mg/l på grunn av uttynning. Al auka litt alle plassar etter regn. Sulfatkonsentrasjonen låg på mellom 44 og 55 mg/L. Oppløyst Fe auka kraftig nedstrøms, og Mn like så.



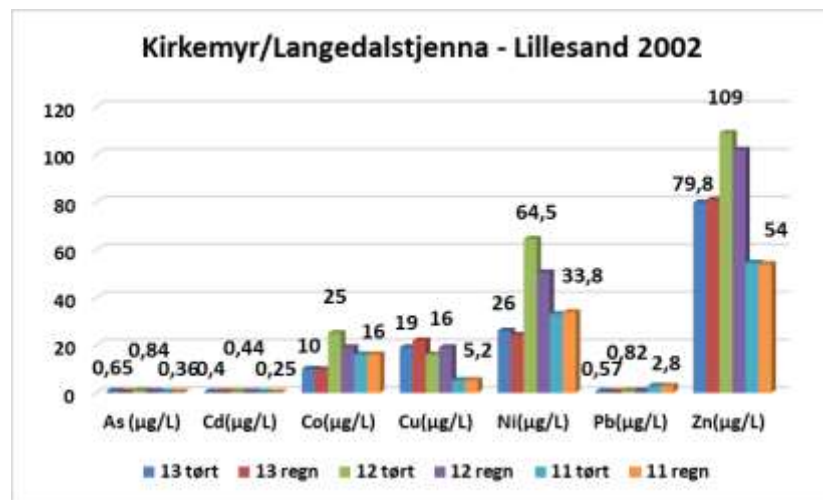
Figur 10: Nedstrøms variasjon frå Kirkemyr (lok 13) via lok 12 til utrensla frå Langedalstjenna (11) under tørke (september) og etter kraftig regn (oktober) i 2001.

Figur 11 viser auka innhald av organisk karbon (TOC) etter regn. Ca og Mg (K) er mykje høgare enn i vanleg ferskvatn. Desse basekationa er løyst ut frå silikatmineral på grunn av syra og har ein viss buffereffekt.



Figur 11: TOC, ammonium, nitrat, Ca, Mg og K.

Figur 12 viser konsentrasjonane av tungmetall. Sink, nikkel, koppar og kobolt dominerer ($Zn > Ni > Cu \approx Co$), medan bly, kadmium og arsen er låge. Tungmetallbelastninga i Langedalstjenna var fortsatt stor i 2001.



Figur 12: Tungmetall. NIVA (2002) analyserte ikkje for uran.

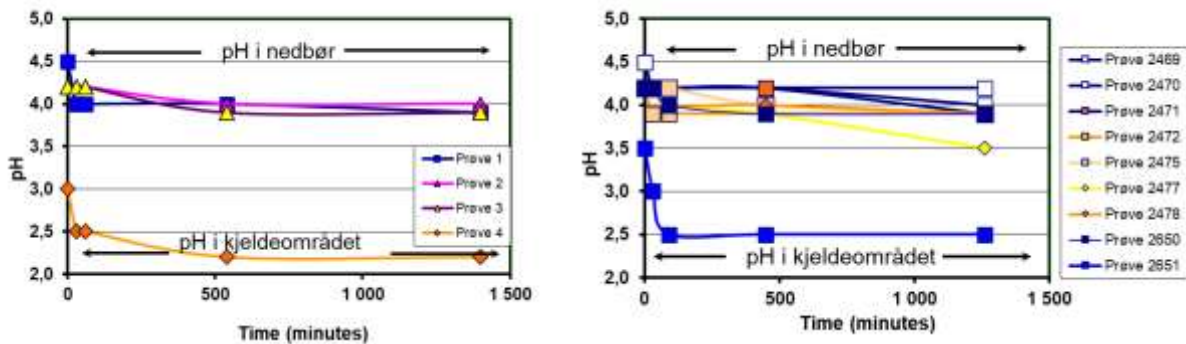
Tilstanden i Langedalstjenna har i følgje tal frå 2022 blitt mykje betre med pH 6,5, sulfat ca. 35 mg/L og minkande innhald av aluminium med labilt-Al på 23 µg/L, dvs. under grensa for skade på fisk og andre akvatiske organismar (50 µg/L).

3.2.3 pH-test på forvittringsmateriale og utseparerte sulfidmineral

I samband med forundersøkingane for nye E18, undersøkte Statens vegvesen pH reaksjon til forvittra bergprøver og sulfidmineral over ca. eit døgn (Hagelia & Iversen 2003). Figur 13 viser resultatane.

Utvalde feltprøver: Prøve 1 av handplukka oksidert svovelkis (svarte «pletter» med litt intakt pyritt inni, vist i Figur 6C) gav pH = 3,9. Prøvene 2 og 3 er av rustforvittra bergartar med jarositt som gav pH =

3,9-4. Prøvene var dominert av feltspatar, kvarts, glimmermineral og kanskje svært underordna mengder oksidert sulfid (pyrrhotitt eller pyritt). pH i Prøve 4 av typisk jarosittførande gul-brun forvittringsmateriale falt dramatisk og var under 3 etter ein halv time og stabilisert seg på pH = 2,3 etter ca. 600 minutt. Dette samsvarar med den teoretisk pH-verdien for kjeldeområdet på Kirkemyr (NIVA 1992). Prøva blei også analysert ved røntgendiffraksjon som viste innhald av jarositt, men var utan sulfid (Kapittel 3.9 og Vedlegg 2).



Figur 13: Venstre: pH-utvikling i utvalde feltprøver. Høgre: pH-utvikling i utseparert pyrrhotitt og pyritt.

Utseparert pyrrhotitt, pyritt og småprøver.

Ubehandla restmateriale av utseparert pyrrhotitt og handplukka frisk og forvittra pyritt, samt gulbrunt forvittringsmateriale blei også testa. Prøvene er også analysert ved XRD, SEM og for S og Pb isotopar (IFE 2002). Statens vegvesen har også analysert fleire av desse prøvene ved XRD (Vedlegg 2). Prøve 2469 av uforvittra pyrrhotitt gav pH = 4,0 og svakt forvittra pyrrhotitt (2470) gav pH = 4.3. Forvittra pyritt (2650) reagerte med pH = 3,9 medan uforvittra pyritt gav svært låg pH = 2,5 etter kort tid. Gul forvitring med jarositt gav pH = 3,5 ved slutten av forsøket, men hadde ikkje flata ut og stabilisert seg. Forvittringsmateriale Prøve 2478, som også inneheld jarositt stabiliserte seg på pH = 3,9.

Uforvittra pyritt tilsvarande prøve 2650 er bare unnataksvis observert og er ikkje representativ for dette gneisområdet, medan gulbrun forvitring med jarositt er synleg overalt. Forsøka viste at forvitring med jarositt gir pH mellom 2,3 og 3,9 etter bare eitt døgn.

3.3 Deponi M13 for «rein stein» ved Gitmark

3.3.1 Oversikt

Figur 14 viser området omkring deponi M13 som gav sur avrenning trass i at massane var klassifisert som «rein» stein og «lavsulfidstein» ved hydrogenperoksidmetoden. Deponiet ligg på begge sider og under E18 og strekker seg ned på sletta på sørsida. Det blei samla inn fem prøver av vatn for kjemisk analyse på lokalitetane 1-5 og målt Eh-pH i felt, samt samla eigne prøver for andre analysar (Kapittel 3.9, 3.10 og 3.12). Analysar med HH-XRF på stein i deponiet gav 8-15 vekt-% S i gule forvitringsskorpor, 4-8 % S i mørkare rustbelegg, 2,8-3,3 % S i internt forvittra gneis med gult preg og 0,45-1,2 % S i uforvittra grå gneis under forvitringa (Hagelia & Fjermestad 2016).

Figur 15 viser foto frå M13 med Al-rike utfellingar. Analysar av Al-utfellingar, samt sulfid i uforvittra gneis og forvitringsskoper er rapportert i Kap. 3.9.2.



Figur 14: Deponi M13 var reservert for «rein stein eller lavsulfidstein» basert på hydrogenperoksidmetoden, men fekk raskt sur avrenning. Git-1 er vatn som renner rett ut av deponiet. Git-2 er ganske nøytralt ionefattig vatn frå veg frå eit røyr og som blandar seg med Git-1 til vatn Git-3 med aluminiumsutfellingar. Git-4 blei samla frå ein liten dam i vegetert område og Git-5 er frå ein liten bekk. Alt vatn samlar seg nedstrøms i Bådestøbekken og renner ut i indre Kaldvellfjorden ved Kilen.

3.3.2 Vatn og pH

Prøve Git-1 (lokalitet 1) er vatn som rann rett ut frå deponiet, og som blanda seg med nøytralt ionefattig overvatn (Git-2) nedstrøms i Git-3. Git-3 hadde utfellingar av aluminiumsrikt skum (Figur 15) Prøve Git-4 frå ein liten dam hadde svært låg pH som viser kontakt med rusta svovelførande gneis. Området nedpå sletta var tilgrodd av gras og lågareståande vegetasjon, men det var fortsatt muleg å sjå enkelte rusta svovelførande gneis hist og her. Det går også ein liten bekk langs austre kanten av deponiet (Git-5). Bekkane samlar seg i Bådestøbekken som renn ut i Kilen innerst i Kallvell. I 2014 hadde Bådestøbekken pH omkring 4,5 og fortsatt svært høgt aluminium (Asplan Viak 2014) omkring 3x grenseverdien for utrensning til Kaldvell frå Stordalsbekken sett av fylkesmannen i 2012).



Figur 15: Oppe: Rør med overvatn (Git-1) møter vatn frå deponiet og feller ut aluminium frå vatn (Git-3). Bekken i bakgrunnen tilsvarar Git-5. Nede: Git-1 (flaske) direkte frå deponiet med rusta svovelførande gneis og prøvestad for Git-4 med vegetasjon over syredannande gneis. Foto frå mai 2014: Per Hagelia.

Feltmålingar av Eh og pH.

Resultata frå feltmålingane er oppgitt i Tabell 1 og forklarar konteksten. Feltmålingar av Eh (redokspotensial) viste oksiderande forhold og pH < 5 i bekkane ut frå deponiet også ute på sletta. pH-verdien ut i Bådestøbekken var 5,27.

Tabell 1: Feltmålingar av pH og Eh (ORP) utført 8 mai -2014. Vatn frå Git-1 til Git-5 er analysert i laboratoriet.

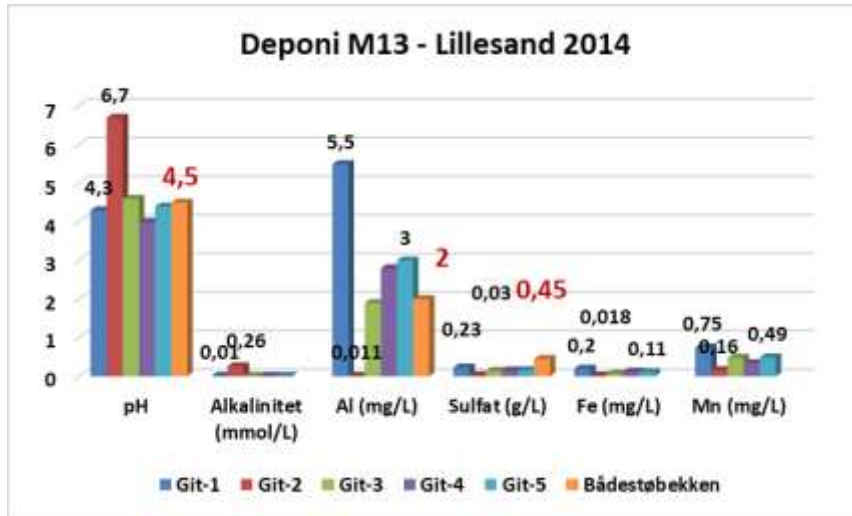
Lokalitet	pH	Eh (mV)	Merknad	Observasjonar
Git-1	4.0-4,48	+ 316	Kulp i bekk frå deponiet med rusta svovelfør- ande gneis	Klart vatn utan Al & utan utfelling på stein
Git-2	6,48 til 6,92	+145 til +247	Rør - overvatn	Klart utan utfelling
Git-3	5,40 5,29	+341 +338	-Rett før Al -skum -Nedstrøms Al skum	Al-skum flyter på bekken Beige utfelling på botnen
Liten bekk frå vest inn mot Git-3	6,35	+ 244	I marin leire	Ikkje tydeleg utfelling på marin leire
Git-4 og fleire andre dammar vegetert med lågareståande planter	4,17 til 4,61	+332 til +367	På sletta sør for hovuddeponiet: Svovelfør- ande gneis dekt av vegetasjon	Klart, utan utfelling på vegetasjon
Git-5	5,25	+365	Separat bekk langs austre kanten av M13 med tonalitt	Klart?
I kanten av Git-5	4,53	+401	Sigevatn frå sletta	Utfelling av Al?
Samlebekk frå Git-3 og Git-5: Øvre Bådestøbekken	5,26	+365	Nær rør under Gamle vestlandske hovudveg	Klart?
Bådestøbekken	5,27	+ 360	Mellom Vestlandske hovudveg og grusveg	Klart?

Oppsummering av vasskjemiske analysedata

Figurane 16 til 18 viser omtrentleg nedstrøms endringar frå venstre mot høgre. Analyserapportane er samla i Vedlegg 1.

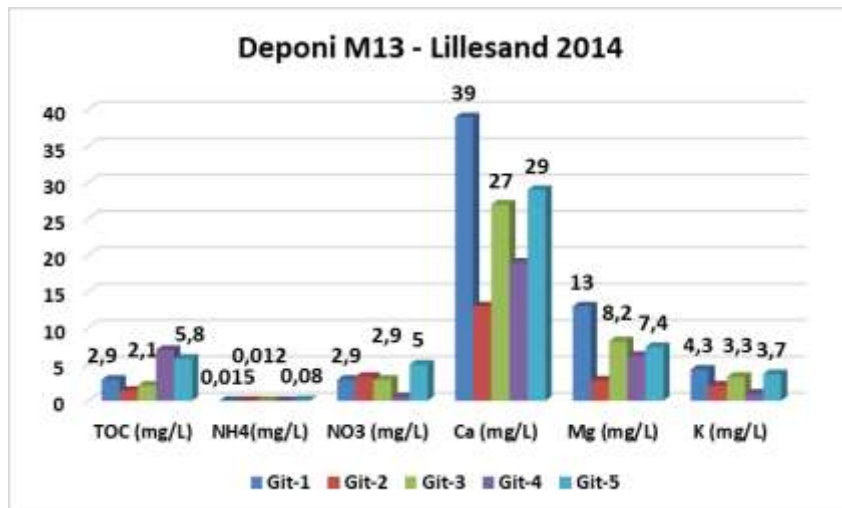
Figur 16-18 viser at prøve Git-2 av overflatevatn frå rør under skjelsand har pH = 6,7 og elles låge konsentrasjonar av både aluminium, sulfat og tungmetall samanlikna med dei andre prøvene. Vassføringa frå M13-2 var lita samanlikna med vassføringa i M13-1 frå deponiet. pH direkte frå deponiet (Git-1) var 4,3 og 4,6. Alkaliniteten var nær 0 mmol/L med unnatak av 0,26 mmol/L i overvatnet Git-2. Aluminiumkonsentrasjonen (Al) var ekstrem i Git-1 (5,5 mg/L), men hadde minka til under halvparten i Git-3 der Al blei felt ut. Sulfatkonsentrasjonen i Git-1 var 230 mg/L, noko lågare i Git-3 (140 mg/L), men igjen litt høgare i M13-4 og M13-5. Sulfat var høgst i Bådestøbekken (450 mg/L).

Forklaringa kan vere diffus avrenning. Oppløyst Fe og Mn er veldig høge, særleg i Git-1 trass i oksidert vatn. Kombinert med pH = 4,3 tyder dette på oppløyst FeIII. Både Fe og Mn hadde minka kraftig nedstrøms etter innblanding av overvatn og Al-utfelling (M13-2).



Figur 16: Vassprøver samla nedstrøms deponi M13. Git-1: vatn rett frå deponiet med svært låg pH og ekstremt høgt Al. Git-2 er tilførsle av overvatn frå rør som blandar seg i Git-3. Tilgjengelege analysar frå Bådestøbekken) viste låg pH, svært høgt Al og høgt sulfat i 2013-2014.

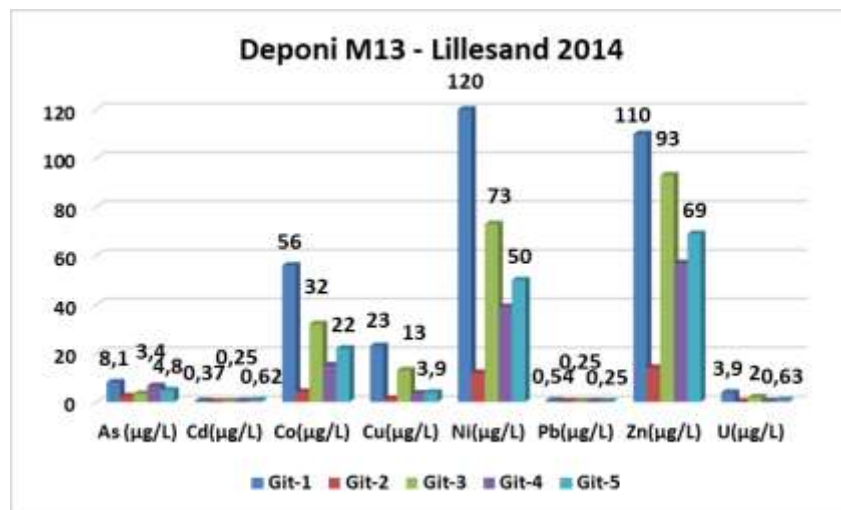
Miljødirektoratets database «Vannmiljø» viser ingen data etter 2017, men på dette tidspunkt var sulfatkonsentrasjonen låg (12,4 mg/L) og pH var 5,9 med svært lågt aluminium. Det er muleg at den verste syredanninga er over, men det er behov for innsikt i fleire data.



Figur 17: TOC, nitrogen, Ca, Mg og K.

Figur 17 viser høgt innhald av organisk karbon (TOC), særleg i Git-4 og Git-5 i kontakt med vegetasjon. Nitratkonsentrasjonane er mykje høgare enn ammonium, i samsvar med målte Eh-verdiar. Ca og Mg (K) er høgare enn i vanleg ferskvatn. Basekationa Ca og Mg er løyst ut frå silikatmineral på grunn av syra og har ein viss buffereffekt. Ca og Mg hadde minka kraftig etter innblanding av overvatn og utfelling av Al-skum (M13-3). Vi har ikkje funne data frå Bådestøbekken.

Figur 18 viser konsentrasjonane av tungmetall. Sink, nikkel, koppar og kobolt dominerer ($Zn \approx Ni > Co \approx Cu$). Arsen er litt høgt i Git-1 rett frå deponiet, medan bly og kadmium er låge. Git-1 inneheld litt meir uran(3,9 $\mu\text{g/L}$) enn dei andre prøvene, men dette er låge konsentrasjonar. Thorium blei ikkje detektert.

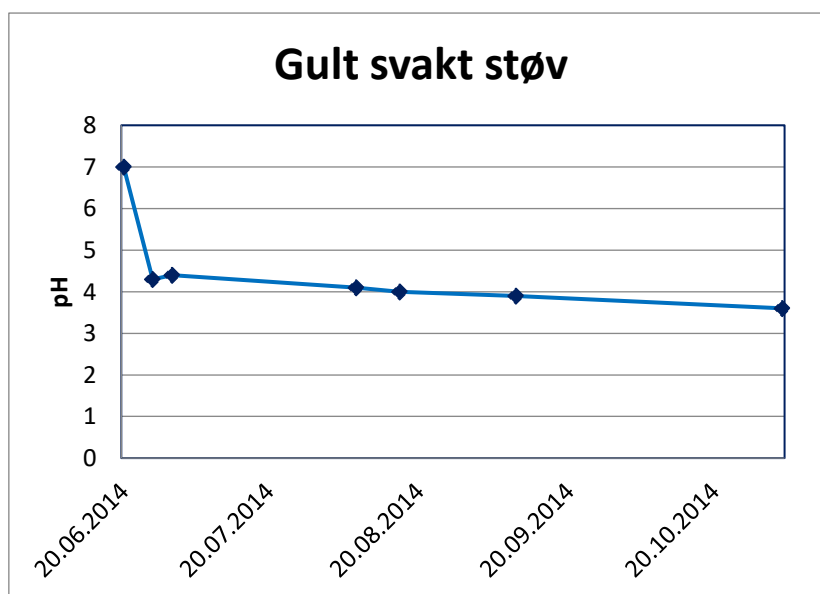


Figur 18: Tungmetall, inklusive uran.

3.3.3 pH-test på forvittringsmateriale

Det blei valt ut gult svakt støv frå ei prøve «Git C–1 yellow» for langtidstesting av pH over 4,5 månader (Figur 19). XRD-analyse av prøva (Vedlegg 2) viste eit større innhald av jarositt, kvarts, plagioklasfeltspat (oligoklas), muskovitt og montmorillonitt som er eit svellande leirmineral danna ved forvitring. Jarositt var det einaste svovelførande mineralet i prøva.

pH falt frå nøytral til 4,3 etter seks dagar. Deretter falt pH-verdien sakte. Ved endt forsøk var pH nede på 3,6 og ville sannsynlegvis ha falt litt meir dersom ein hadde brukt endå lenger tid. Testen viste at jarositt er ein viktig årsak til syredanninga i deponi M13.



Figur 19: Langtids pH-test av prøve «Git C–1 yellow».

3.4 Deponi M15/16 for syredannende gneis med avrenning til Kaldvellfjorden

Dette deponiet hadde store problem med avrenning av svovelsyre, aluminium og tungmetall ut til Kaldvellfjorden fram til 2014-2015. Hovedårsaka var utilstrekkelig tildekning og kalking med skjelsand, som er svært lite eigna og i praksis ubrukeleg når pH verdien i kjeldeområdet ligg under 4. Hindar & Nordstrom (2015) gir ei oppsummering av vasskjemiske data frå 2006 til utgangen av 2010.

Innan 2014 var deponiet dekt med asfalt og det var etablert eit basseng med kalkstein mellom deponiet og eit nytt nøytraliseringsanlegg (lutanlegg). På dette tidspunktet var det fortsatt utfelling av aluminiumrikt skum også nedstrøms nøytraliseringsanlegget. Det var også utfelt harde skorper av dette stoffet på ein badeplass i Kaldvellfjorden rett nedanfor (Figur 20).

Sjølv om mesteparten av dette store deponiet var dekt med asfalt var det fortsatt muleg å studere syredannende rusta svovelførande gneis i austre skråning mot Helldal/Stordalsbekken. Analysar med HH-XRF på stein i deponiet gav omkring 6-7,5 vekt-% S i gule/gulbrune forvitringsskorper, 2,5-7,4 % S i mørk til raud rust og 1,3-3,3 % S i relativt uforvittra grå gneis under forvitringa. Aluminiumsskorpene på badeplassen inneheld 12-18 vekt % Al, 2,5-4 % S og hadde også høge konsentrasjonar av tungmetall inklusive 60- 160 ppm uran. Agder OPS fjerna skorpene med trykkspyling i august 2014 (Hagelia & Fjermestad 2016).



Figur 20: A og B, utfelling av aluminiumrike harde skorper på badeplass i Kaldvellfjorden. C, utfelling av aluminiumrikt skum i Stordalsbekken nedstrøms deponi M15/16. D, rusta svovelførande gneis frå deponiet med typisk gul til gulbrun forvitring. Foto: Per Hagelia.

Databasen Vannmiljø viser analysedata fram til desember 2016, minst to år etter etableringa av det nye reinseanlegget. pH i Stordalsbekken eit lite stykke nedstrøms nøytraliseringsanlegget var 4,5. pH var litt over 6 lenger nede før bekken når ut i Kaldvellfjorden. Al var på same stad over 758 µg/L i desember 2016. Data frå 2022 viser at pH har ligge omkring 6 og totalt Al har auka til omkring 1000 µg/L. Men førekomst av labilt Al og tungmetall har vore lågt (Agder OPS 2022). Rapporten frå Agder OPS viser at det har vore svært store variasjonar etter 2015-2022 i både pH (5 – 9) og sulfat (< 20 til 700 mg/L). Den sterke variasjonen skuldast truleg problem med dosering av lut.

3.5 Avrenning til Skomedalsbekken og Glamslandsbekken

Det blei samla to stikkprøver: frå Skomedalsbekken og Glamslangsbekken som renner ned ved sandtaket på Glamsland. Prøva frå Skomedalsbekken (SKO-1) drenerer frå E18 rett ved vestre tunnelopning ved Songefjelltunnelen. Prøva frå Glamslandsbekken (GLA-1) blei samla frå rennande vatn litt nedanfor området med kvit utfelling av fast aluminiumrik skorpe på bergveggen. Denne bekken hadde i 2014 utfellingar av Al-rikt materiale på det aller meste av stein i bekken nedstrøms og med Al-skum på vatn som rann over breidda og inn i sandtaket (Figur 21).



Figur 21: Øvst: Kart over prøvelokalitetar frå Skomedalsbekken (SKO) og ved grustaket på Glamsland (GLA) rett nord for Glamslandsvatnet, med foto frå sandtaket på Glamsland. Det var utfelling av aluminiumsrik skorpe under ein bekk med stor vassføring og utfelling av Al-rikt skum på sanden. Nedst: Gulbrun og brun utfelling på berg og sand frå avrenning frå E18 mellom Songefjelltunnelen og Skifjelltunnelen. Foto frå mai 2014: Per Hagelia.

Tabell 2 viser resultatane. pH i SKO-1, omkring 150 meter nedstrøms E18 hadde låg pH (5,1), medan pH i GLA-1 var 6,4. Oppløyst Al, sulfat, Fe, Mn, Co, Cu, Ni og Zn var lågare enn ved M13. Cd, Ca og Mg var omtrent som ved M13. Det var ikkje As i GLA-1, medan SKO-1 hadde høgare As enn ved M13. Cd, Ca og Mg var tilsvarande M13. TOC på hhv. 2 og 3,6 mg/L, og NO₃ var hhv 2,9 og 5 mg/L. Ammonium var lågt i begge bekkane. Nitrat var under deteksjonsgrensa i SKO-1 og 1,4 mg/L i GLA-1. Analyserapportane er gitt i Vedlegg 1.

Portalen Vannmiljø i Miljødirektoratet har ikkje oppdatert data over pH, Al, sulfat og tungmetall sidan 2001 (!). Dette er uventa, fordi Lillesandsposten og Agderposten rapporterer at Glamslandsbekken er fullstendig øydelagt og all sjøauren er borte.

Tabell 2: Vatn frå Skomedalsbekken og Glamsland. Alkalinitet i mmol/L; Al t.o.m. Mg i mg/L og tungmetalla i µg/L.

	pH	Alk.	Al	SO ₄ ²⁻	Fe	Mn	Ca	Mg	As	Cd	Co	Cu	Ni	Zn	U
GLA-1	6,4	0,01	0,48	42	0,055	0,24	13	2,5	0,0	0,43	3,3	2,5	6,9	66	1,8
SKO-1	5,1	0,00	0,38	40	0,054	0,14	11	1,8	5,5	0,41	3,1	2,9	8,4	71	1,6

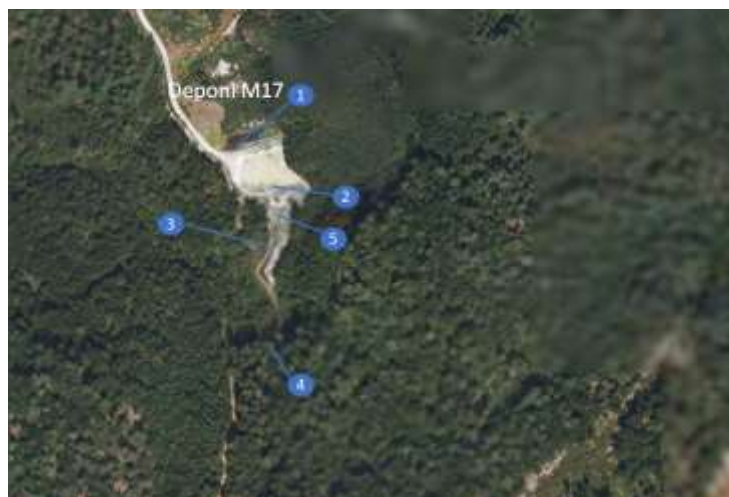
3.6 Deponi M17 for syredannande gneis

3.6.1 Oversikt

Hindar & Nordstrom (2015) rapporterte om kraftig forsurening og metallmobilisering av vassdraget i tida etter 2009. Reinseanlegget er bygd med to reinsebasseng med kalkstein og eit kunstig anlagt meandersystem i kalkstein. Vatnet renner vidare sørover mot Lomtjenna.

I følgje Agder OPS er det brukt Verdal kalk og Toten kalk med hhv. 97,2 % og 85,7 % kalsiumkarbonat for nøytralisering. Det er lagt ut kult omkring øvre del av bassenga, med finare fraksjonar under (Robert Måna pers. komm. 2014).

Figur 22 viser området omkring deponi M17. Statens vegvesen målte Eh og pH i felt og samla inn fem prøver av vatn for kjemisk analyse frå lokalitetane 1 til 5. Det blei også samla inn prøver for XRD og SEM-analysar (Kapittel 3.9.4, Vedlegg 2 og Vedlegg 3). Sjølve deponiet var tildekt med stein og vi såg ikkje tydeleg innslag av rusta svovelførande gneis i overflata. Det blei derfor ikkje utført feltanalyse med HH-XRF.



Figur 22 Deponi M17 i Mannfallsdalen sør for E18 ved Kjerlingland. Vassprøve M17-1 er tatt i øvre basseng som er turkis på grunn av høgt aluminium. M17-2 er frå nedre basseng med kalking. Prøve 3 er frå kunstig etablert meanderande bekk med kalking. M17-4 er samla langs bekken mot Lomtjenn som lenge var sterkt forsura med tungmetall (Hindar & Nordstrom 2015). Prøve M17-5 er tatt nedstrøms nedre basseng og er også meir påverka av ein liten bekk som renn inn frå aust rett nedanfor M17-2.



Figur 23: Reinseanlegget for deponi M17. A: Øvre reinsebasseng og B: nedre reinsebasseng. C: Anlagt meander (nedre reinsebasseng i framgrunnen) bekken går i kalkstein. D: Grumsete vatn med levande rumpetroll ved lokalitet M17-3.

3.6.2 Vatn og pH

Feltmålinger av Eh og pH.

Resultata frå feltmålingane med merknader og observasjonar er oppgitt i Tabell 3. Feltmålinger av Eh (redokspotensial) viste oksiderande forhold. pH i bassenga var 4,53-4,86, medan pH etter kontakt med kalkstein nedstrøms varierte mellom 7,51 og 7,71. Bekken ned mot Lomtjern hadde pH = 7,64.

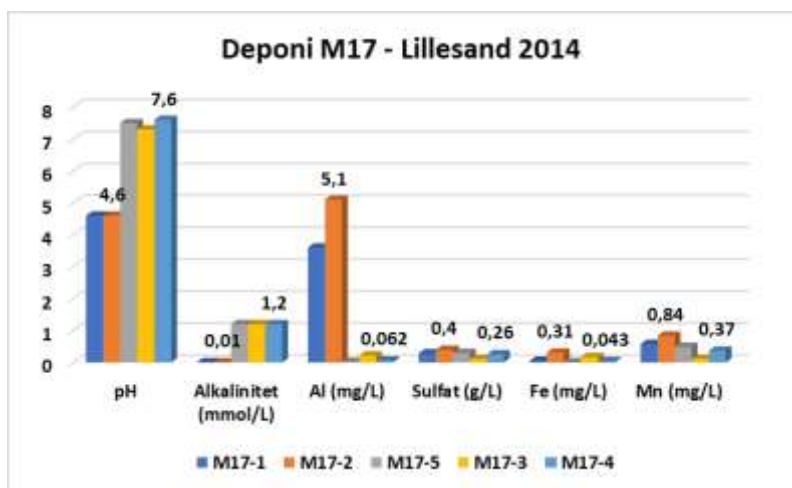
Tabell 3: Feltmålinger av pH og Eh (ORP) utført 7. mai -2014. Vatn frå M17-1 til M17-5 er analysert i laboratoriet.

Lokalitet	pH	Eh (mV)	Merknad	Observasjonar
M17-1	4,86	+299	Øvre reinsebasseng	Turkist & svært klart vatn utan Al utfelling med kvit kalk i botnen
M17-2	4,53	+350	Nedre reinsebasseng	Klart, litt blakka vatn, truleg pga. Al metting. Kvit kalk i botnen
Rett nedanfor nedre basseng	7,58	+ 80		Klart vatn renner ut frå bassenget
Liten bekk frå skogen mellom	7,71	+21	Bekken hadde låg vassføring	Det fellast ut rust frå bekken
M17-5	7,66	+190	Meander nedstrøms nedre basseng, og bekk frå skogen	Beige utfelling på botnen

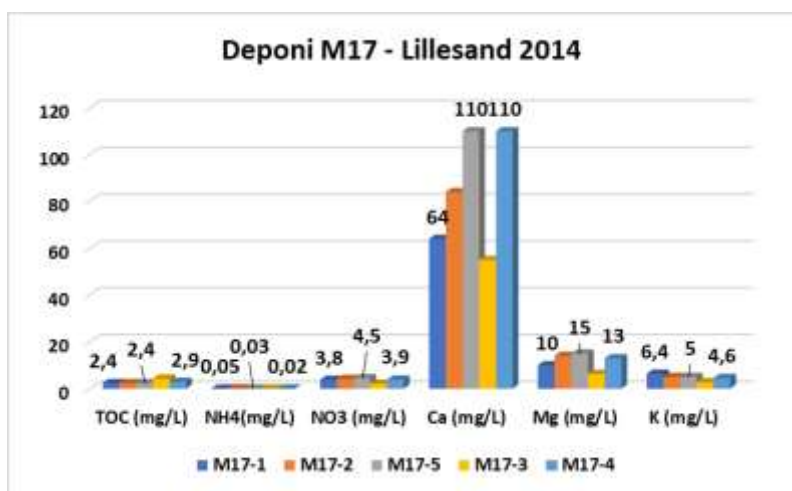
Lokalitet	pH	Eh (mV)	Merknad	Observasjonar
M17-3	7,51	+120	Meander nedstrøms M17-5	Grumsa kvitt-beige vatn. Kvit kalk i botnen. Svært aktive rumpetroll
M17-4 Bekken nedstrøms, renner ut mot Lomtjern	7,64	+ 274		Kvite-beige utfellingar på stein mm

Oppsummering av vasskjemiske analysedata

Figur 24 viser pH = 4,6 i begge bassenga og med pH = 7,5-7,6 vidare nedstrøms. Alkaliniteten i bassenga var nær null mmol/L, som reflekterer stort forbruk av kalkbuffer. Alkaliniteten auka til 1,2 mmol/L i prøvene M17-5, M17-3 og M17-4. Aluminiumkonsentrasjonen (Al) var ekstremt høg med 3,6 mg/L i øvre basseng og 5 mg/L i nedre basseng, men minka kraftig i prøvene nedanfor til 62 µg/L i M17-4. Sulfatkonsentrasjonen var opp til 400 mg/L i nedre basseng og minka litt nedstrøms til 260 mg/L M17-4 i retning Lomtjern. Oppløyst Fe og Mn auka til hhv. 0,31 og 0,84 mg/L i nedre basseng, men hadde minka litt vidare nedstrøms. Mn konsentrasjonen i vatnet sørover var på 0,37 mg/L.

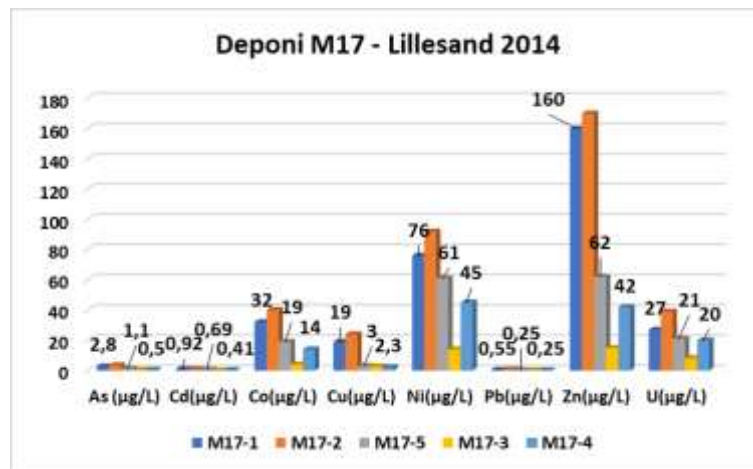


Figur 24: Vassprøver samla nedstrøms deponi M17.



Figur 25: TOC, ammonium, nitrat, Ca, Mg og K.

Figur 25 viser forholdsvis jamt innhald av organisk karbon (TOC) gjennom heile anlegget. Nitratkonsentrasjonane er mykje høgare enn ammonium, i samsvar med dei målte Eh-verdiane. Ca og Mg (K) er mykje høgare enn i vanleg ferskvatn. Basekationa Ca og Mg er løyst ut frå silikatmineral på grunn av syra og har ein viss buffereffekt.



Figur 26: Tungmetall, inklusive uran.

Figur 26 viser høge konsentrasjonane av fleire tungmetall, særleg i dei to bassenga. Sink, nikkell, koppar og kobolt dominerer (Zn > Ni > Co > Cu). Konsentrasjonane av arsen, bly og kadmium er låge. Uran er mykje høgare i vatna frå M17 samanlikna med deponi M13. Partiklar frå prøve M17-5 blei også analysert og hadde 260 ppm U. Dette tyder på at den deponerte massen i M17 har eit innslag av radioaktive mineral, mest sannsynleg knytta til lokale pegmatitt. Thorium blei ikkje detektert.

Databasen Vannmiljø viser at utrensla frå reinseanlegget, omtrent ved vår lokalitet M17-4, delvis har endra seg sidan 2014: pH-verdien sank kraftig i september 2014 med sterke fluktusjonar og var i 2017 nede på 4,3! Samstundes auka Al svært kraftig; Labilt Al låg då på 13 mg/L. Sulfat har auka ganske jamt frå 260 mg/L til omkring 560 mg/L i 2017. Tungmetalla Ni og Zn auka frå hhv 45 og 42 µg/L til 600 og 700 µg/L. Det er ikkje lagt ut data i Vannmiljø sidan 2017, men ein ny rapport viser at pH ved utrensla frå anlegget har falt til omkring 4,5 og sulfat har auka til over 500 mg/L. Labil Al og tungmetall er relativt låge.

Konklusjonen er derfor at reinseanlegg utforma som ved M17 neppe fungerer fullgodt i det lange løp for deponi med kraftig syregjevande forvittra stein. Årsaka er truleg delvis at bufferkapasiteten er blitt sterkt redusert med tida. Aluminium og andre metall som fellast eller sorberer til kalsiumkarbonat kan ha dekt overflatene til kalken og gjort han mindre aktiv. Vi kjenner ikkje til tilstanden i 2023, men det er rapporter at annan byggeaktivitet kan ha ført til auka belastning på reinseanlegget i tillegg til verknaden etter utbygging av E18.

3.7 Deponi M20 for syredannande gneis ved Urdevann

3.7.1 Oversikt

Deponi M20 blei etablert i ei tidlegare djup myr i Gale-Raundalen nær Urdevann. I botnen blei myrmasar blanda med Ca(OH)₂ før deponering og skjelsand blei lagt ut i suksessive lag ettersom deponeringa skrei fram (Hindar & Nordstrom 2015). Det er etablert eit reinsebasseng med puk og finfraksjonar av kalsittrik kalkstein/marmor (Figur 27). Det rann ut store mengder aluminium frå deponiet i bekken ned til reinsebassenget (Figur 28).

Analysar med HH-XRF på stein i deponiet gav omkring 5-10 vekt-% S i gule/gulbrune forvitringsskorper, 0,17-6,8 % S i mørk rust og 0,15-2,2 % S i relativt uforvittra grå gneis under forvitringa. Aluminiumsskorpene hadde 21-22 % Al, og inneheldt også mykje svovel (10-14 %) og jern (2-21 %). Det var elles tydeleg at tungmetalla Ni, Zn og As var anrika i desse utfellingane (Hagelia & Fjermestad 2016). Uran låg på omkring 15-35 ppm.

Statens vegvesen samla inn prøver av vatn frå fire lokalitetar (M20-1, - 2, -3 og -4) og prøver av rusta gneis for analysar ved XRD og SEM. Vi samla også inn store prøver av rusta svovelførande gneis frå lokalitet vist i Figur 29D for masteroppgåve ved NMBU (Hjulstad 2016). Statens vegvesen analyserte desse prøvene på førehand ved XRD og SEM (Kapittel 3.9.5, Vedlegg 2 og Vedlegg 3; Hagelia 2015c).



Figur 27: Deponi M20 i Gale-Raundalen med prøvetakingspunkt for vatn og M20-1 til M20-4. Det var kraftig utfelling av Al-rikt materiale mellom deponiet og reinsbassenget (3).



Figur 28: Venstre; Kvite utfellingar av Al-rikt skum og relativt faste skorper på stein i bekken ved lok. M20-1. Høgre; reinsbasseng med pukk og finare fraksjonar av marmor.



Figur 29: A og B: I søndre del av deponi M20 var rusta svovelførande gneis fullstendig blottlagt. C: utfelling av aluminiumsrik fast skorpe på berg under bekken (lok. 2 og prøve M20-2). D: Rusta svovelførande gneis frå skjering med seine utfellingar av kvite mineral (sjå Kapittel 3.9.4).

3.7.2 Vatn og pH

Feltmålingar av Eh og pH.

Feltmålingane viste oksiderande forhold i alle vatna (Tabell 4). pH var omkring 5,5 i vatn frå deponiet, og pH auka til litt over 7,5 etter kontakt med kalk i reinsebassenget.

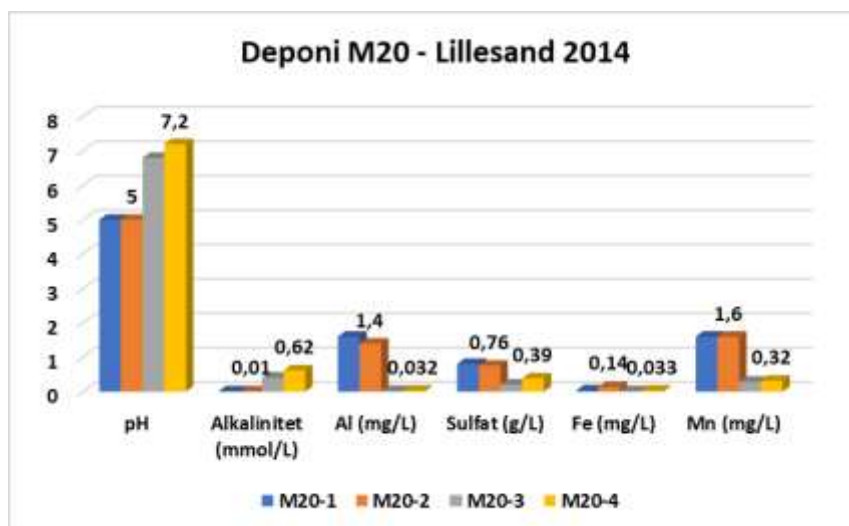
Tabell 4: Feltmålingar av pH og Eh (ORP) utført 7. mai -2014. Vassprøver frå lokalitetane M20-1 til M20-4 er analysert i laboratoriet.

Lokalitet	pH	Eh (mV)	Merknad	Observasjonar
M20-1	5,55	+212	Bekk mellom deponiet mot reinsebassenget	Klart vatn med skum av Al og utfelling av Al på stein
M20-2	5,46	+259	Bekk over fjellsprang rett ovanfor reinsebassenget	Klart vatn som renner over fast Al-rik utfelling på berget
M20-3	6,70-6,77	+212	I reinsebassenget med kalsitt-rik kalk, nær utrensla mot Urdevann	Grumsa kvitt-beige vatn. Kvit kalk i botnen.
Bekk	7,60	+180	Mellom reinsebasseng og Urdevann	
M20-4	7,71	+147	I Urdevann ved utrensla frå reinseanlegget	I kant av torv

Oppsummering av vasskjemiske analysedata

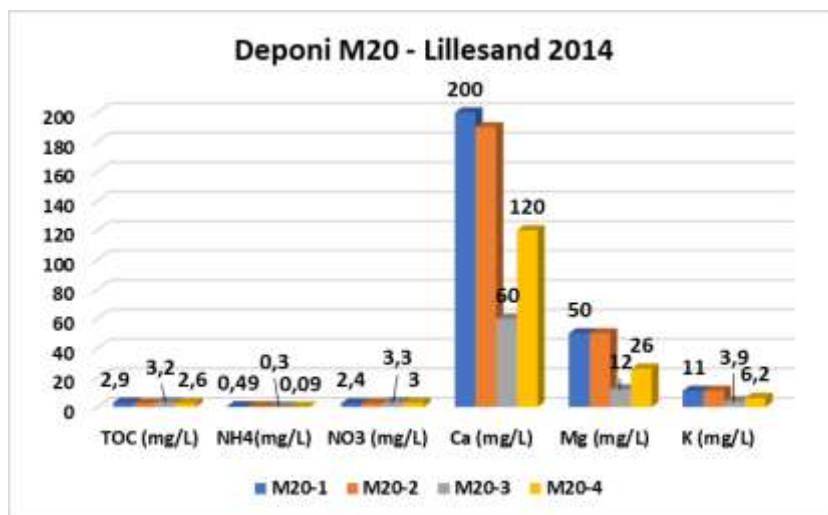
M20-1 er samla i bekk med aluminiumutfellingar (skum og avsetning i botnen) nokså nærme søndre ende av deponiet. M20-2 er frå rennande der det renner over bergknaus med skorper av Al-utfelling M20-3 er frå reinsebasseng med kalk og M20-4 er frå utrensla i Urdevann. Analyserapportane er gitt i Vedlegg 1.

Analysane frå Ramboll viser generelt litt lågare pH enn målt i felt (Figur 30), med pH = 5.0 i bekken (M20-1 & -2) og pH = 6,8 i bassenget og pH = 7,2 i Urdevann. Alkaliniteten i bekkane nedanfor deponiet var under deteksjonsgrensa, her sett til halvparten (0,01 mmol/L) som reflekterer stort forbruk av kalkbuffer internt i deponiet. Alkaliniteten auka tydeleg i kontakt med kalk i nøytraliseringsbassenget (0,41mmol/L) og i Urdevann (0,62 mmol/L), som tilsvarar 25-38 mg/L bikarbonat. Karbonatbufferen i Urdevann er dermed også låg. Al-konsentrasjonen var 1,6 mg/L i M20-1 og minka litt til 1,4 mg/l etter utfelling av Al -rik skorpe ved M20-2. Dette Al-rike vatnet renner ut i bassenget der Al blir fanga opp. Al-konsentrasjonen i Urdevann er 32 µg/L. Sulfatkonsentrasjonane i M20-1 og M20-2 var 0,81 og 0,76 mg/L, men minka litt i M20-3 (0,21 mg/L) og M20-4 i Urdevann (0,39 mg/L). Oppløyst Mn var høgt i til i bekken før bassenget (1,6 mg/L) men var lågare i bassenget og i Urdevann (ca 0,3 mg/L). Oppløyst Fe var generelt lågt.



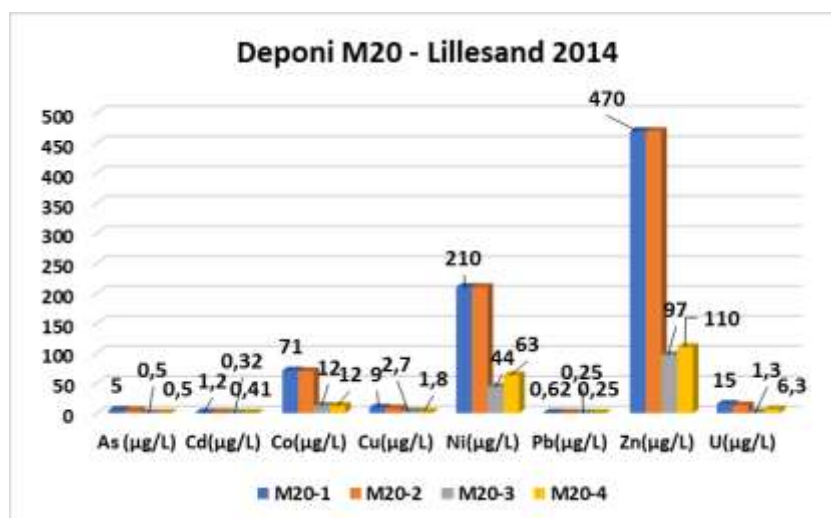
Figur 30: Vassprøver samla nedstrøms deponi M20.

Figur 31 viser forholdsvis jamt innhald av organisk karbon (TOC) gjennom heile anlegget. Nitratkonsentrasjonane er noko høgare enn ammonium, i samsvar med dei målte Eh-verdiane. Ca og Mg (K) er høgare enn i vanleg ferskvatn. Både Ca og Mg auka frå bassenget til hhv 26 og 6,2 mg/L i Urdevann. Basekationa Ca og Mg er løyst ut frå silikatmineral på grunn av syra og gitt ein viss buffereffekt.



Figur 31: TOC, nitrogen, Ca, Mg og K.

Figur 32 viser høge konsentrasjonane av tungmetall i M20-1 og M20-2 utan nokon effekt nedstrøms etter utfelling av Al-rikt material. M20-3 og M20-4 hadde lågare konsentrasjonar av tungmetall, men viser omtrent same forhold mellom metallar som i oppstrøms prøver. Sink, nikkel, koppar og kobolt dominerer (Zn > Ni > Co). Konsentrasjonane av arsen, koppar, bly og kadmium var låge. Uran, minka frå 15 µg/L i M20-1 til 13 µg/L i M20-2 etter ein viss kontakt med Al-rike utfellingar, men var lågt i M20-3 og M20-4. Thorium blei ikkje detektert.



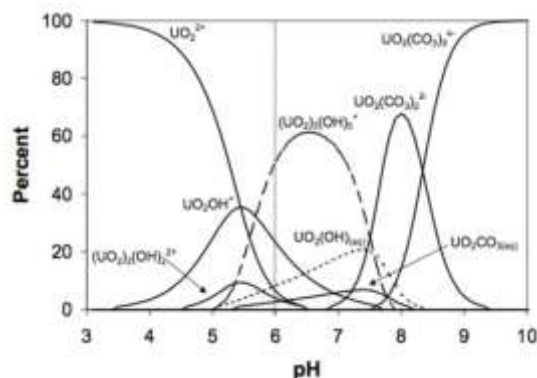
Figur 32: Tungmetall med uran.

Databasen Vannmiljø viser data frå bekken mellom reinsebassenget og Urdevann fram til utgangen av 2016, og viser ein gode del variasjon. pH fluktuerte omkring nøytral frå 2010 til 2016. Det finst ikkje data for alkalinitet i dette tidsrommet. Labilt Al ut i Urdevann har stort sett variert mellom 10 og 50 µg/L. Sulfat har vore nokså likt som våre 2014 data i denne perioden. Mangan har stabilisert seg på lågare verdiar (> 0,1 mg/L) og tungmetalla Zn og Ni har stort sett ligge på omtrent same nivå som våre data frå 2014. Det generelle inntrykket er at reinseanlegget for deponi M20 lenge har virka etter hensikta. Mot slutten av 2022 har pH falt frå nøytral til litt under 6 og sulfat har auka frå ca. 200 til 600 mg/L (Agder OPS 2022). Dette tyder på at reinsebassenget ikkje fungerer like godt som tidlegare.

3.8 Uran, pH og TOC

Gneisane i Lillesandsområdet er ikkje spesielt rike på uran og andre radioaktive element. Rusta svovelførende gneis analysert av NGU (2002) hadde mindre enn deteksjonsgrensa på 10 ppm U. Feltanalysar med HH-XRF har vist under 5-10 ppm og var aldri detekterbart (Statens vegvesen intern dokumentasjon). Eit unntak er den grovkorna lyse bergarten pegmatitt som er danna frå granittiske smeltemassar oftast under innverknad av høg temperatur og fluid rike på vatn. Magmatiske system som granitt krystallisere først ut mineral som kvarts, feltspat med eit innslag av amfibol og glimmermineral. Ein del element i smeltemassen blir ikkje metta i smelta og blir verande igjen i siste rest av flytande masse. Pegmatitt representerer slike restsmelter. Uran er eit av elementa som blir anrika i pegmatitt avhengig av utgangssamansetninga til magmaen. Uranførande oksidmineral som uraninitt og thorinitt, og oftare allanitt (U, Th -silikat) finst i ein del pegmatittar på Sørlandet. Noko uran frå desse minerala løyser seg i vatn medan thoriummineralane er mykje meir stabile og vil i slike tilfelle ikkje løysast i vatn.

Av dei undersøkte lokalitetane var det særleg M17 som skilde seg ut med variabel uranmobilisering i avrenningsvatnet. Vatnet frå M20 hadde også litt høgt uran samanlikna med M13 og prøvene GLA-1 og SKO-1. Det er grunn til å tru at innslaget av pegmatitt i deponi M17 kan vere større enn i dei andre deponia. På den andre sida er oppløsinga av uran også sterkt avhengig av pH. Uranyl (UO_2^{2+}) er sterkt løyseleg ved $\text{pH} < 4,5$, typisk for tilstanden inni deponia, og lite/ikkje løyseleg ved $\text{pH} = 6-7$. Men ved $\text{pH} > 7$, i kontakt med karbonat, tilsvarande situasjonen med kalking, blir det danna kompleksjon av uranoksid og karbonat (Figur 33).

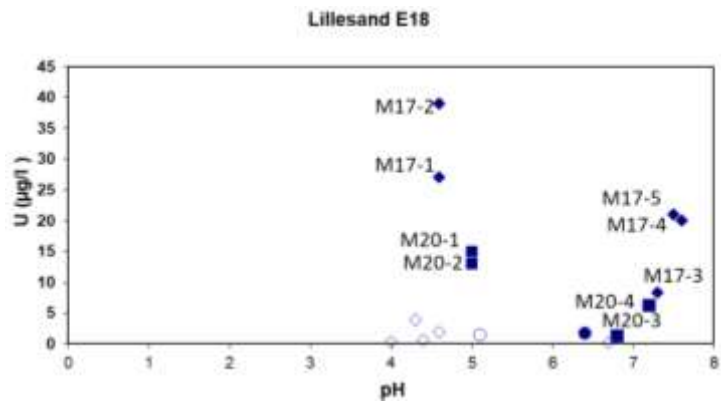


Figur 33: Spesiering av uran er avhengig av pH (Giammar 2001).

Figur 34 viser urankonsentrasjonane i alle prøvene samla, plotta mot pH. Prøvene med mest uran frå M17 og M20 følger eit klart mønster som er ganske likt Figur 33, der $\text{pH} < 5$ indikerer oppløyst uranyl og $\text{pH} > 7$ indikerer oppløyste kompleksjon av uran og karbonat.

Effekten av kalking fører derfor til mobilisering av uran i form av oppløyste kompleksjon av uranoksid og karbonat.

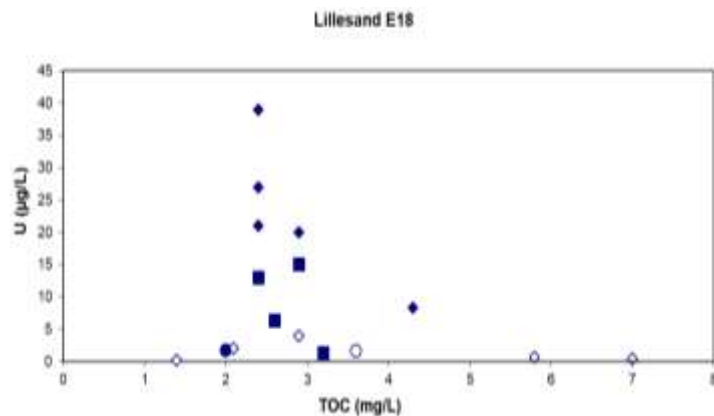
Det blei registrert tilsvarande effektar i eit storskala utlekkingsforsøk på Gran. Svartskifer (alunskifer og galgebergskifer) blei tilsett kalk og dette førte til rask mobilisering av uran samanlikna med dei same svartskiferane utan kalk (Fjermestad mfl. 2016).



Figur 34: Uran vs. pH i alle prøvene. Opne romber er M13, GLA-1 (mørk sirkel) og SKO-1 (open sirkel).

Utlekkingsforsøk med alunskifer og andre svartskifrar i samband med utbygging av Rv 4 på Gran viste ein tydeleg korrelasjon mellom oppløyst uran og organisk karbon (TOC) (Fjermestad mfl. 2017). Dette er ikkje tilfelle i Lillesand (Figur 35).

Årsaka er at uran i alunskifer er nært knytta til gammalt karbon i sjølve skiferen. Dette er nært knytta til hydrogeologiske prosessar ved svært sakte sedimentasjon i sjø under ekstremt oksygenfattige (euxinisk-) forhold i kambrium (Bjørlykke 1974). TOC er derimot ikkje ein bestanddel i rusta svovelførande gneis. Det organiske karbonet i vatna nedanfor deponia for rusta svovelførande gneis er danna frå organisk materiale i jord (humus).



Figur 35: Uran vs. TOC i alle vassprøvene. Innhaldet av uran er ikkje relatert til innhaldet av organisk karbon. Same symbol som i Figur 34.

3.9 Mineralogisk analyse med XRD og SEM

3.9.1 Kirkemyr

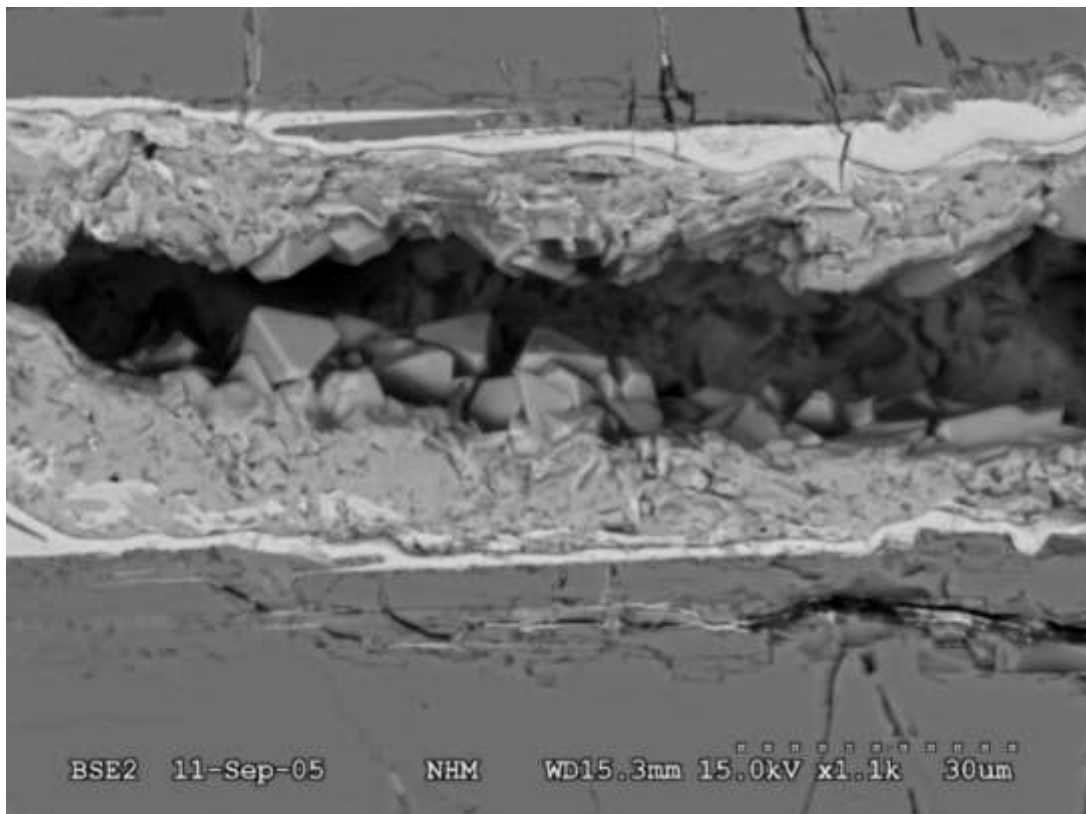
XRD, Prøve lill2005.

Prøve «lill2005» av forvittringsmateriale frå Kirkemyr blei samla inn i 2005 og undersøkt ved XRD. Lokaliteten er vist i Figur 1. I tillegg til jarositt og pyritt inneheld prøva kvarts, plagioklas, fleire leirmineral (sepiolitt = merskur, hydrobiotitt og kaolinitt) og zinnwalditt som inneheld lithium (Vedlegg 2).

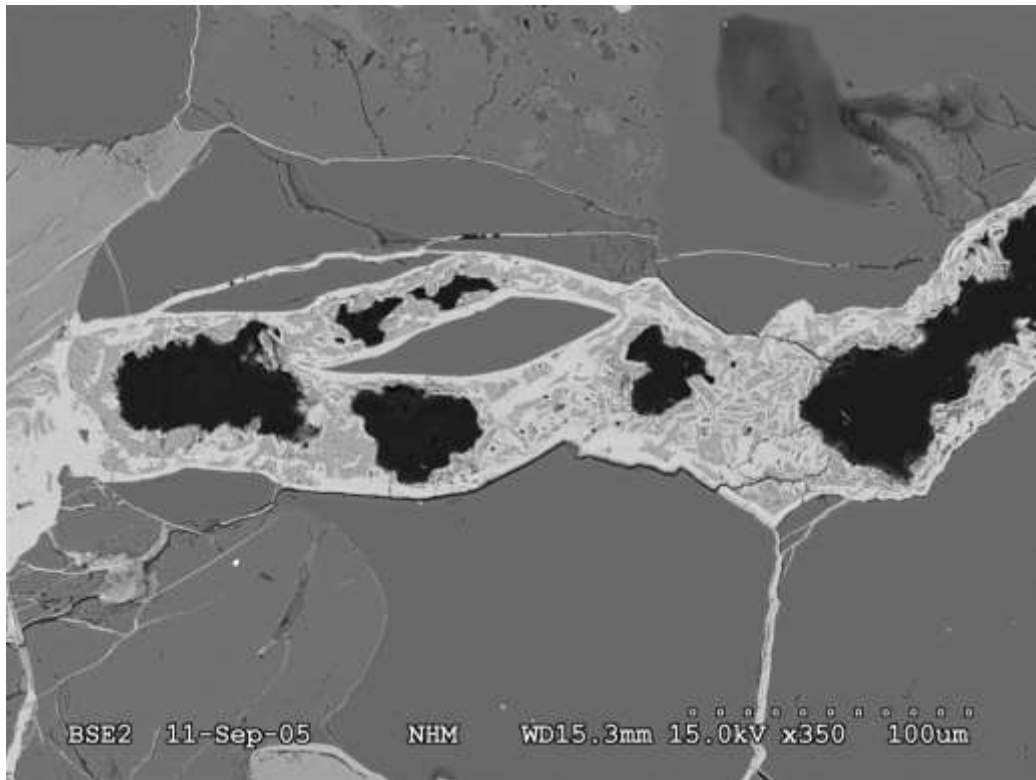
SEM, Tynnslip nr 10.

I følge NGU (2002) har denne prøva < 1 % pyrrhotitt som stort sett er nedbroten til Fe-oksyhidroksid. I tillegg til hovudminerala kvarts, biotitt og plagioklas med omvandlingsproduktet serisitt (muskovitt) er det spor av chalcopyritt og mineral utan svovel.

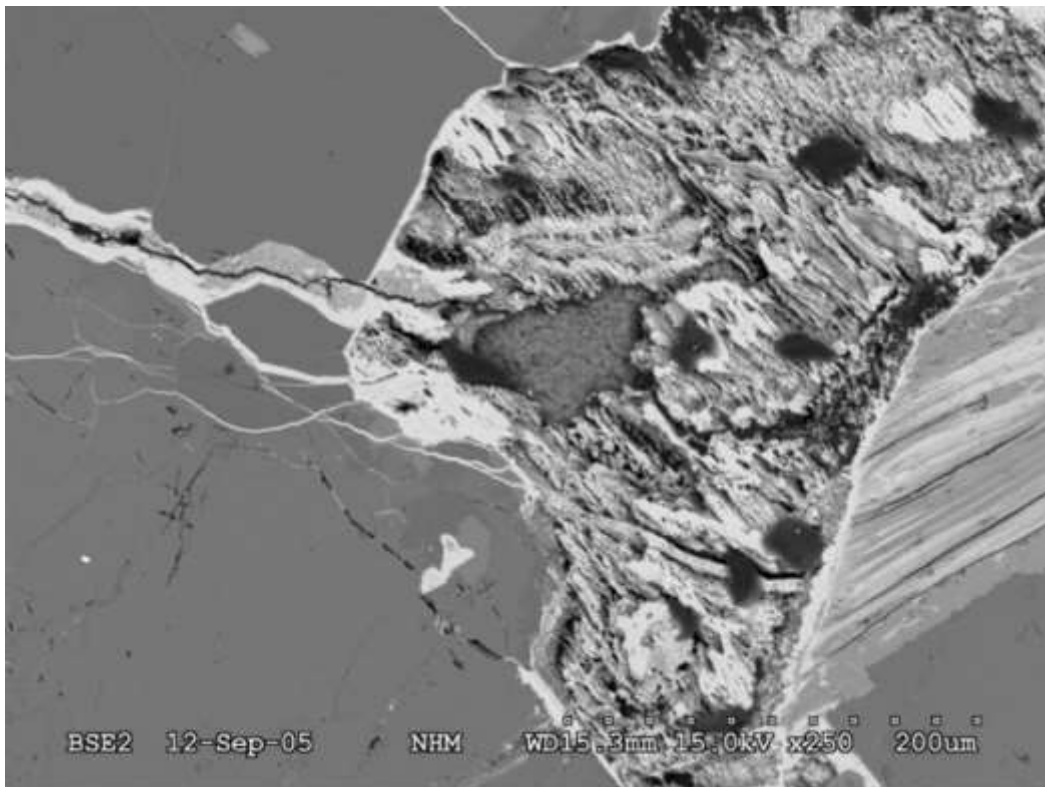
Undersøking i SEM viser at det er utfelt ein god del jarositt i knytta til FeO(OH) på mikrosprekkar langs svært mange svake mineralkorngrenser (Figurane 36 til 38). Figur 38 viser eksempel på fullstendig nedbroten pyrrhotitt. Tynnslip 10 har for lite pyrrhotitt til å kunne forklare syredanninga frå Kirkemyr. Jarositt er derimot utbreidd i tynnslipet og er årsaka. Dei kjemiske mikroanalysane ved EDS viser at forholdet K/S i jarositt er mindre enn 0,5 og tyder på substitusjon av hydronium (Vedlegg 3). Dette er bekrefta ved mikrosondeanalyse (Kapittel 3.10).



Figur 36: Tynnslip nr. 10. Krystallar og massar av jarositt utfelt på delvis open sprekk. Lyse område i ytterkantane er FeO(OH). Foto: Hans-Jørgen Berg, Naturhistorisk museum.



Figur 37: Nettverk av jarositt utfelt på delvis open sprekk saman med $\text{FeO}(\text{OH})$. Foto: Hans-Jørgen Berg, Naturhistorisk museum.



Figur 38: Tynne årer med jarositt (grå) og $\text{FeO}(\text{OH})$ (lys) ved fullstendig oksidert og oppløyst pyrrhotitt. Foto: Hans-Jørgen Berg, Naturhistorisk museum.

3.9.2 M13

XRD-resultat frå forvitringsskorper.

Det blei utført tre analysar ved XRD på typisk forvittra materiale i stein i deponi M13. Resultata er summert i Tabell 5 og diffraktogramma er vist i Vedlegg 2.

*Tabell 5: Mineral i forvitringsskorper frå deponi M13. Mineral merka med *) er sulfatmineral med syre- og tungmetallpotensial. Prøver merka **) er analysert kjemisk av IFE (Vedlegg 5).*

Prøve	Mineral
Git-225-9-(21)**)	Kvarts, muskovitt, plagioklas, fluor flogopitt, montmorillonitt, *) jarositt
2014-225-010 yellow	Kvarts, plagioklas, *) jarositt, *) hydroniumførande jarositt, dickitt, *) butleritt
2014-225-010 rust **)	Kinoshitalitt, plagioklas, goethitt, *) schwertmannitt, rutil

Dei to første prøvene i tabellen hadde eit gult preg, medan den siste var brun rust. Det var ikkje pyritt i prøvene. Alle sulfatmineralane har syre- og metallpotensial.



Figur 39: Prøve 2014-225-010 yellow (venstre) og prøve 2014-225-010 rust (høgre) med prøvepunkt. Foto: Per Hagelia.

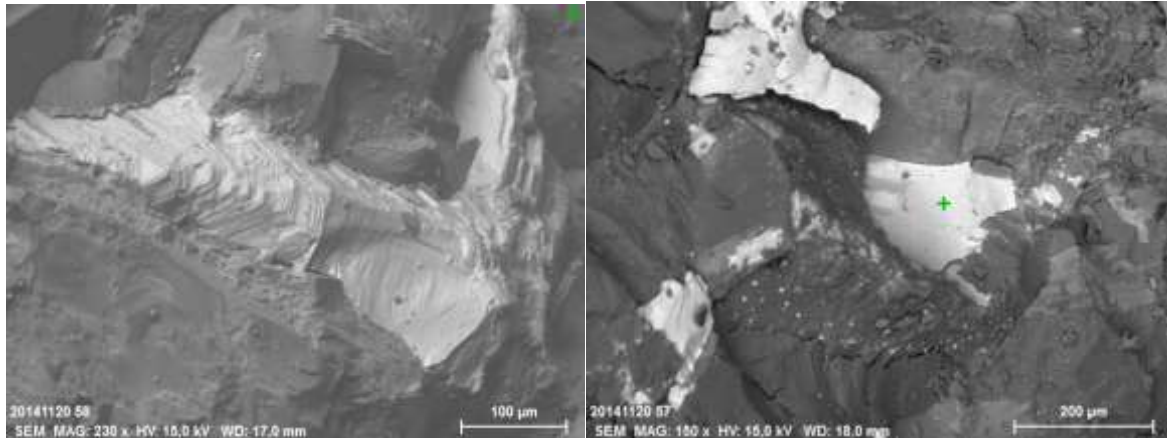
Jarosittførande gult svakt støv frå prøve i deponi M13 vist at dette mineralet dannar syre (Fig 19, Kapittel og 3.3.3).

Butleritt ($\text{Fe}(\text{SO}_4)(\text{OH})(\text{H}_2\text{O})_2$) er toverdige Fe-sulfat som avgir syre ved reaksjon til treverdige jern.

Schwertmannitt ($\text{Fe}_8\text{O}_8(\text{OH})_{8-2x}(\text{SO}_4)_x \cdot n\text{H}_2\text{O}$), der $1 < x < 1.75$, er eit dårleg krystallint Fe(III) oxhydroxy-sulfate mineral, som ofte dannar okerfarga utfellingar i sure og sulfatrike vatn. Mineralet er ofte assosiert med jarositt og sorberer tungmetall (Sanchez Espana 2008). Schwertmannitt er eit ustabil mineral som ofte konverterer til jarositt. Denne reaksjonen bufferar pH til omkring 2,2-2,5 (Sanchez Espana mfl. 2012).

SEM; Sulfidmineral i uforvittra grå gneis, prøve 225-10-6.

Prøva blei undersøkt i SEM for å undersøke eventuell førekomst av pyrrhotitt i frisk grå gneis frå deponi M13.



Figur 40: Prøve 225-10-6 pyrrhotitt i to område av uforvittra grå gneis i deponi M13. Pyrrhotitt var einaste svovelførande mineral og var utan teikn på oksidasjon med veldefinerte grenser mot andre mineral. Foto: Harald Folvik, Naturhistorisk Museum.

Figur 40 viser pyrrhotitt i prøva. Formene i venstre figur indikerer sekskanta krystallar med konkoidalt brudd som er typisk for pyrrhotitt (høgre bilde). SEM analyse viste Fe/S forhold som samsvarar med pyrrhotitt (Vedlegg 3). Denne prøva var eigna for analyse av S og Pb isotopar i pyrrhotitt basert på bulk-prøve, utan behov for mineralseparasjon (Kapittel 3.11.2 og Vedlegg 5).

SEM, Al-skum som flaut på bekk rett nedstrøms vassprøve Git-3.

Analysane viste varierende konsentrasjonar av O, C, Fe, Al, Si og S i dette amorge skummet. Så vidt vi veit er dette dei første analysane som utført. Det er relativt lite Al i skummet. Konsentrasjonane er vist i Tabell 6 og analysane er samla i Vedlegg 3.

Tabell 6: SEM analysar av aluminiumførande skum (atom %).

Prøve	O	C	K	Mg	Fe	Al	Si	S
Git 5	64,57	24,22	0,00	0,00	3,44	6,16	1,39	0,22
Git 6	61,09	0,00	1,94	3,50	4,93	9,05	18,13	0,00

3.9.3 M17

XRD-resultat frå kvitt materiale nedstrøms reinsebassenga ved prøvestad M17-3 og M17-5.

Det blei utført XRD analyse av kvitt materiale i prøver frå botnen av lokalitet M17-3 og M17-5. Dette var som venta kalsitt, i dette tilfelle Mg-førande kalsitt som samsvarar med kalken som er brukt (Vedlegg 2).

SEM-resultat frå kalsitt ved prøvestad M17-3 og M17-5.

Det var av interesse å undersøke kalsitten i SEM for å avklare om det var sorbert Al som eventuelt skulle hindre full effekt av denne pH-bufferen. Det var samla inn ei prøve frå toppen av kalsitt (M17-3 topp) ved M17-3 og ei prøve djupare nede i kalken. Analyseresultata (Tabell 7, Vedlegg 3) viser at det var utfelt eller sorbert svært mykje aluminium og også litt jern, silisium og svovel på toppen, medan kalken djupare nede hadde svært lite Al: Kjemien viser at dette stort sett er kalsiumkarbonat, men muleg med sorbert Fe.

Resultatet tyder på at karbonatet fortsatt var ein aktiv buffer i 2014. Men prøva frå toppen liknar på Al-skummet ved M13 og det er muleg at dette etter kvart bygger seg opp og bidrar til å isolere den aktive kalken.

Tabell 7: SEM analysar av kalsitt (atom %).

Prøve	O	Al	C	Ca	Mg	Fe	Si	S
M17-3 topp	63,39	22,36	8,36	0,00	0,00	0,80	1,74	2,75
M17-3-2	59,62	0,24	18,64	20,70	0,31	4,93	0,48	0,00

Analyse ved ICP-MS

Fleire små prøver av forvitningsmateriale blei skrappa av og analysert med ICP-MS ved IFE. Analyseresultata frå M13 (Git 225-9 og Git 225-10) omfattar svært mange element. Dokumentasjonen er lagt i Vedlegg 5 som utfyllande orientering.

3.9.4 M20

XRD av aluminiumsskorpe på stein ved lokalitet M20-2

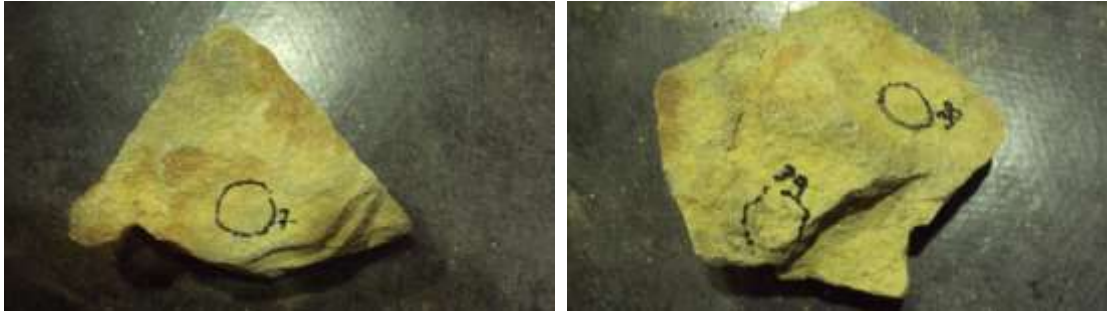
Vi undersøkte ei prøve av Al-rik skorper vist i Figur 41. Prøvestaden er vist i Figur 29C. Det viste seg at materialet var *amorft*, utan teikn på krystalline fasar (Vedlegg 2). Same prøva blei analysert ved SEM-EDS (Figur 43). Dei to områda vist i Figur 41 blei også analysert ved ICP-MS ved IFE (hhv prøve 25-6 (1) og 225 6 (2) i Vedlegg 5).



Figur 41: Prøve «M20-Al-skorpe» blei undersøkt ved XRD, SEM og ICP-MS. Foto: Per Hagelia.

XRD på forvitningsmateriale.

Analysar med HH-XRF hadde tidlegare vist stort omfang av forvitring og lågt innhald av svovel i uforvittra grå gneis (Hagelia og Fjermestad 2016). I lys av pH-målingane fokuserte vi derfor mest på forvitningsmaterialet. Typiske prøver er vist i Figur 42.



Figur 42: Sterkt forvitra prøve «M20- 225-7 weathered» og «M20 225-38 & 39 solid» (For kjemiske analysar; sjå Vedlegg 5). Foto: Per Hagelia.

Tre prøver av gulaktig forvittringsmateriale blei skrapa av frå overflatene og analysert ved XRD. Ei prøve inneheld tilsynelatande bare K- jarositt medan dei to andre hadde hydronium-førande jarositt. Også schwertmannitt blei identifisert i ei av desse (Vedlegg 2). Mineralogien er oppsummert i Tabell 8.

Tabell 8: Mineral i forvittringsskorper frå deponi M20. Mineral merka med *) er sulfatmineral med syre- og tungmetallpotensial. Prøver merka **) er analysert kjemisk av IFE (Vedlegg 5).

Prøve	Mineral
M20for1	Kvarts, muskovitt, montmorillonitt, *) jarositt
M20-225-7 **)	*) schwertmannitt, kvarts, montmorillonitt
M20-225-7b **)	*) hydroniumførande jarositt, montmorillonitt, mikroklin, plagioklas, kvarts

I ei skjering etablert for anlegget var det utfelt eit kvitt materiale (Sjå Figur 29D). Dette var tydeleg utfelt etter etablering av skjeringa. Prøve M20 kvit viste at dette var sulfatmineral Tabell 9 (Vedlegg 2)

Tabell 9: Sulfatmineral i sein kvit utfelling.

Prøve	Mineral
M20 kvit	Pickeringitt, halotrichitt, epsomitt

Pickeringitt ($MgAl_2(SO_4)_4 \cdot 22H_2O$) og halotrichitt ($FeAl_2(SO_4)_4 \cdot 22H_2O$) dannast bare frå svovelsyre, medan epsomitt ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) dannast som følge av utluting pga. svovelsyre. Desse minerala er danna frå svovelsyre danna frå den rusta svovelførande gneisen i skjeringa, først og fremst ved oppløysing av jarositt. Prøver av gneisen frå same stad i skjeringa blei undersøkt ved NMBU og gav svært låg pH (Hjulstad 2015).

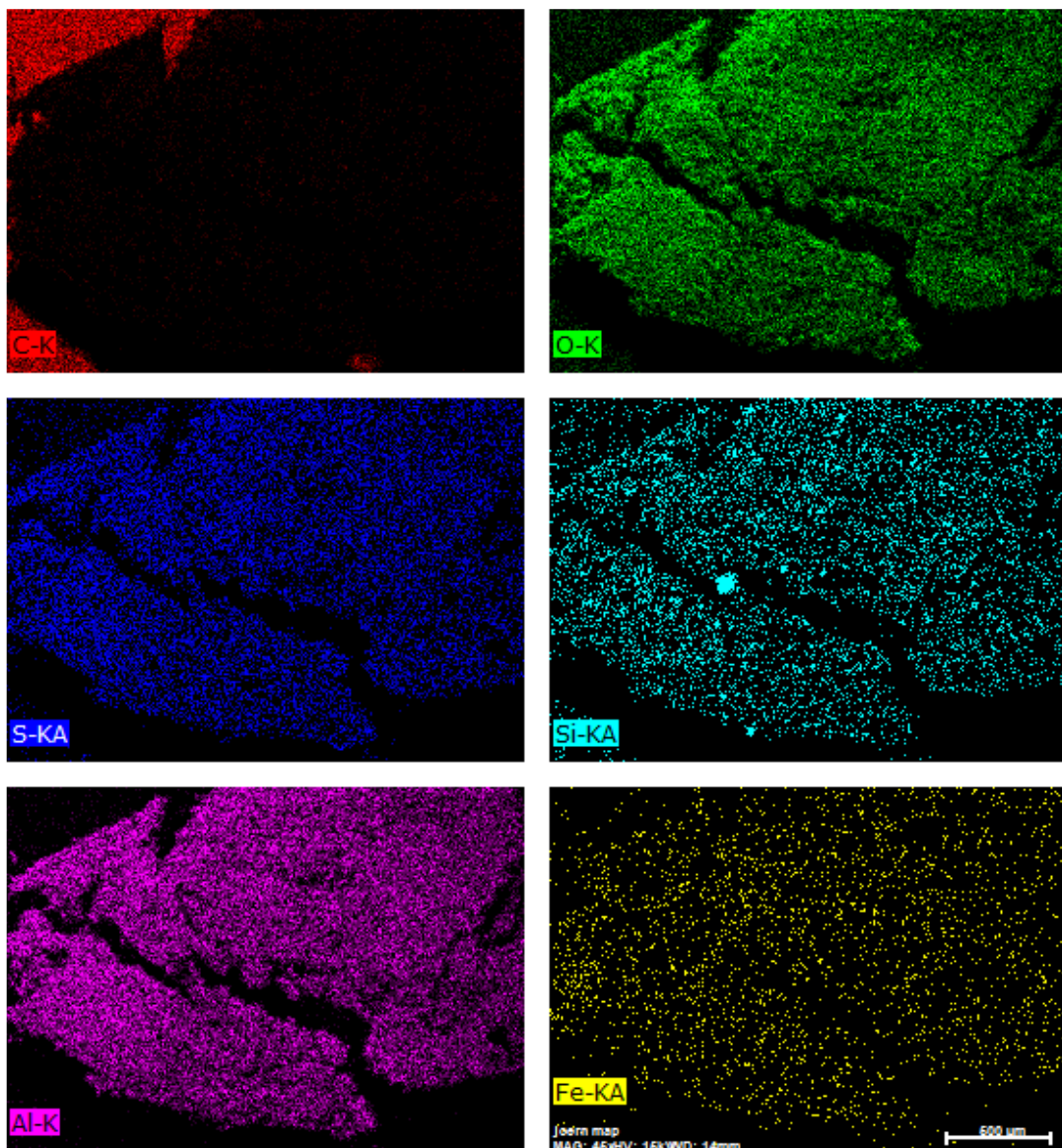
Analysar utført for masteroppgåve ved NMBU.

I samband med masteroppgåve ved NMNU (Hjulstad 2015) samla Statens vegvesen inn ei stor prøve av rusta svovelførande gneis for fiskeforsøk. Statens vegvesen utførte XRD og SEM analysar og laga ein mineralogisk rapport som grunnlag for forsøket (Hagelia 2015c). XRD-analysen av prøva (M20-E18) viste i dette tilfellet ikkje førekomst av verken jarositt eller sulfid i (Vedlegg 2). Men SEM analysar av same prøva viste som venta jarositt og var også praktisk talt fri for sulfidmineral (Vedlegg 3). Analysen viste i tillegg førekomst av eit fosfatmineral med skjeldne jordartar (REE) som høyrer til mineralslekta rhabdophan (Hagelia 2015c: sjå under).

Prøva blei knust for fiskeforsøket ved NMBU og blei uvanleg sterkt fragmentert. Dette materialet blei eksponert i vatn og gav pH = 2,8 etter fire veker (pH = 3,6 etter ei veke) med totalt Al = 16,7 mg/L. Sulfatkonsentrasjonen var 200 mg/L og sterk mobilisering av tungmetall. Fleire fisk døydde i forsøket. *Det var tydeleg at rusta svovelførande gneis med lite eller utan jernsulfid kan føre til stor skade på vasslevande organismar.*

SEM-resultat frå aluminiumsskorpe ved lokalitet M20-2.

SEM-analyse ved SEM-EDS av amorft Al-rikt materiale inneheld også Si, Fe og S omtrent som skummet frå M13. Dei to områda vist i Figur 41 blei også analysert ved ICP-MS ved IFE (hhv prøve 225-6 (1) og 225 6 (2) i Vedlegg 5).



C-K, O-K, S-KA, Si-KA, Al-K, Fe-KA Date:14.05.2014 10:09:05
Image size:269 x 189
Mag:45x
HV:15,0kV

Figur 43: Elementmapping ved EDS av prøve «M20-Al-skorpe». Skala = 600 µm.

Tabell 10: SEM analyse av aluminiumførende fast skorpe «M40-Al-skorpe» (atom %).

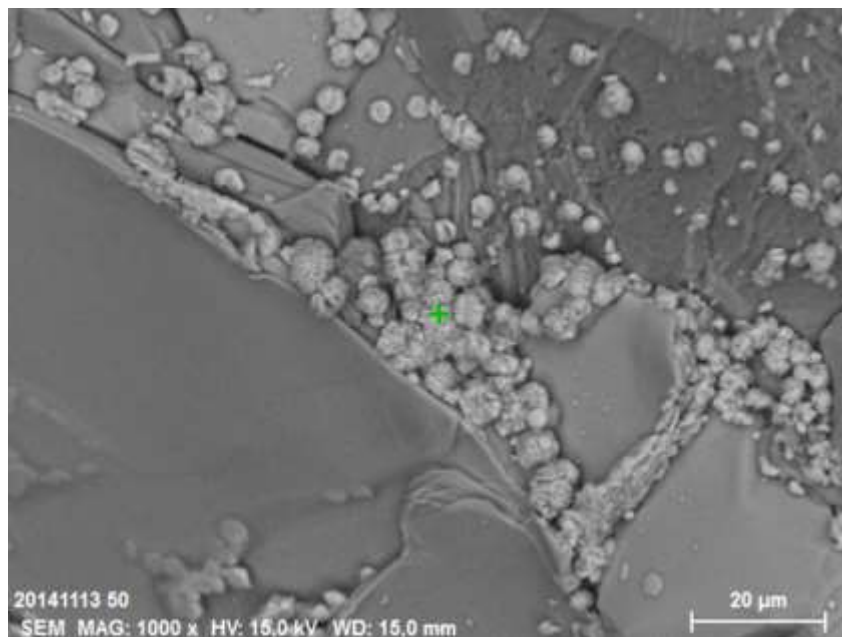
Prøve	O	C	K	Ca	Mg	Fe	Al	Si	S
M40-4-1	65,19	10,80	0,00	0,00	0,00	0,92	16,99	1,13	4,98
M40-4-2	62,72	10,81	0,00	5,87	0,00	1,32	9,60	9,48	0,00

Semi-kvantitative punktanalyser av «M20-Al skorpe» viste ganske varierende konsentrasjonar av Al, Si, S og Fe innan det same mikroområdet (Tabell 10, Vedlegg 3). Dette er typisk for amorfe blandfaser.

SEM-resultat frå fast gult-gulbrunt forvittringsmateriale med jarositt og rhabdophan-variant med REE.

Forvittringsmateriale frå skjeringa vist i Figur 29D blei samla inn for mineralidentifikasjon. Prøva er av relativt fast forvittringsmateriale (M20-fast = M20-solid i Vedlegg 5). Jarositt var det einaste viktige svovelmineralet i forvitringa (Figur 44, 45 & 46)..

Det blei gjort ein stor innsats i søk etter pyritt, men vi bare fann to korn knytta til den seine kvite utfellinga (sjå nedanfor).

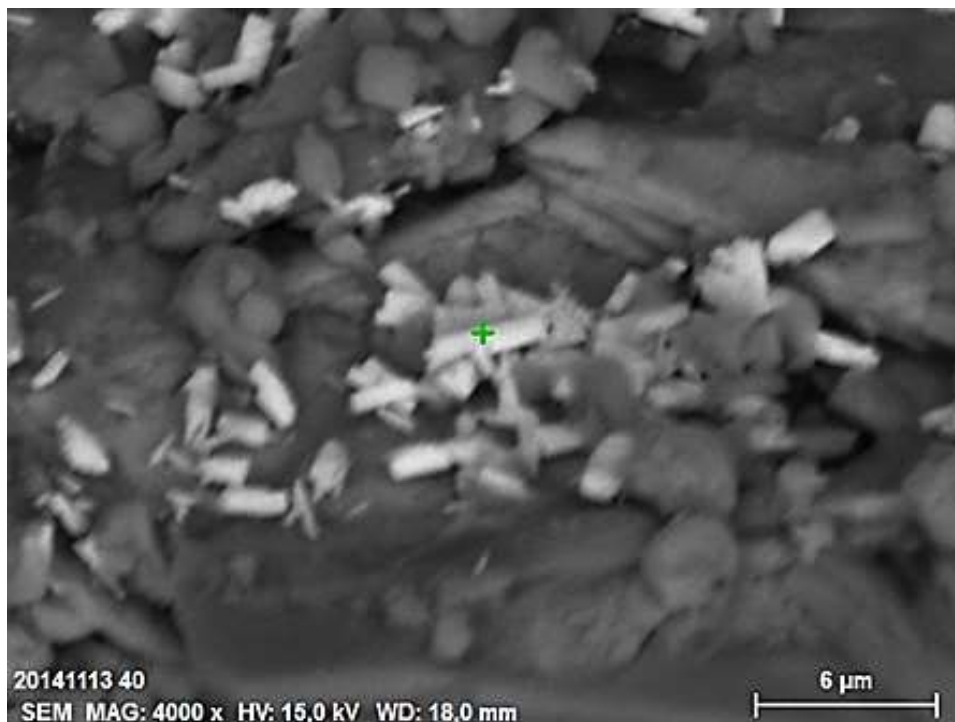


Figur 44: Jarositt (kalium-rik) i «M20-fast» 225-008 var for det meste knytta til mikrosprekker langs korngrenser mellom kvarts og feltspat (Vedlegg 3). Foto: Harald Folvik. Naturhistorisk Museum.

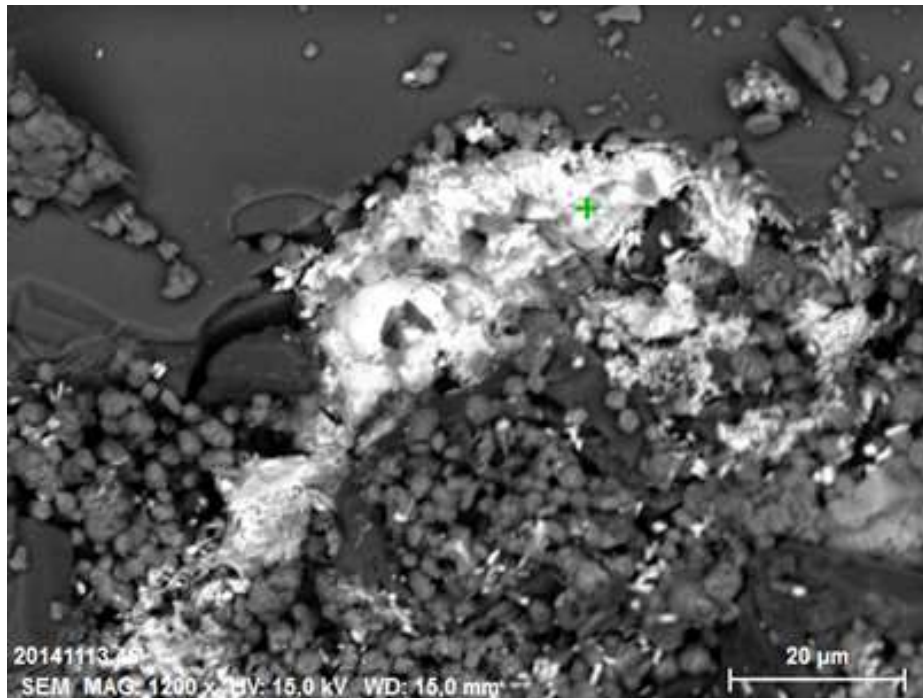
SEM analysen viste også tydeleg innslag av eit fosfat med skjeldne jordartar (REE). Dette er etter alt å dømme ein variant av mineralgruppa rhabdophan. Figur 45 viser kortprismatiske krystallar som er typisk for rhabdophan, men fosfatet dannar også meir massive utfellingar. Dei mest kjente rhabdophan-minerala inneheld lette jordartar som Ce og La. Så vidt vi veit er det ikkje beskreve rhabdophan med så mange REE-element, og det er muleg snakk om eit nytt mineral. Mineralet er danna i tett kontakt med jarositt og ser til ein viss grad ut til å vokse etter jarositt (Figur 46).

EDS-analysane er i Vedlegg 3 og tidlegare rapportert av Hagelia (2015c).

Roncal-Herrero mfl. (2011) har vist at rhabdophan er stabilt ved svært låge pH-verdiar omkring 2, dvs. i same området som jarositt.



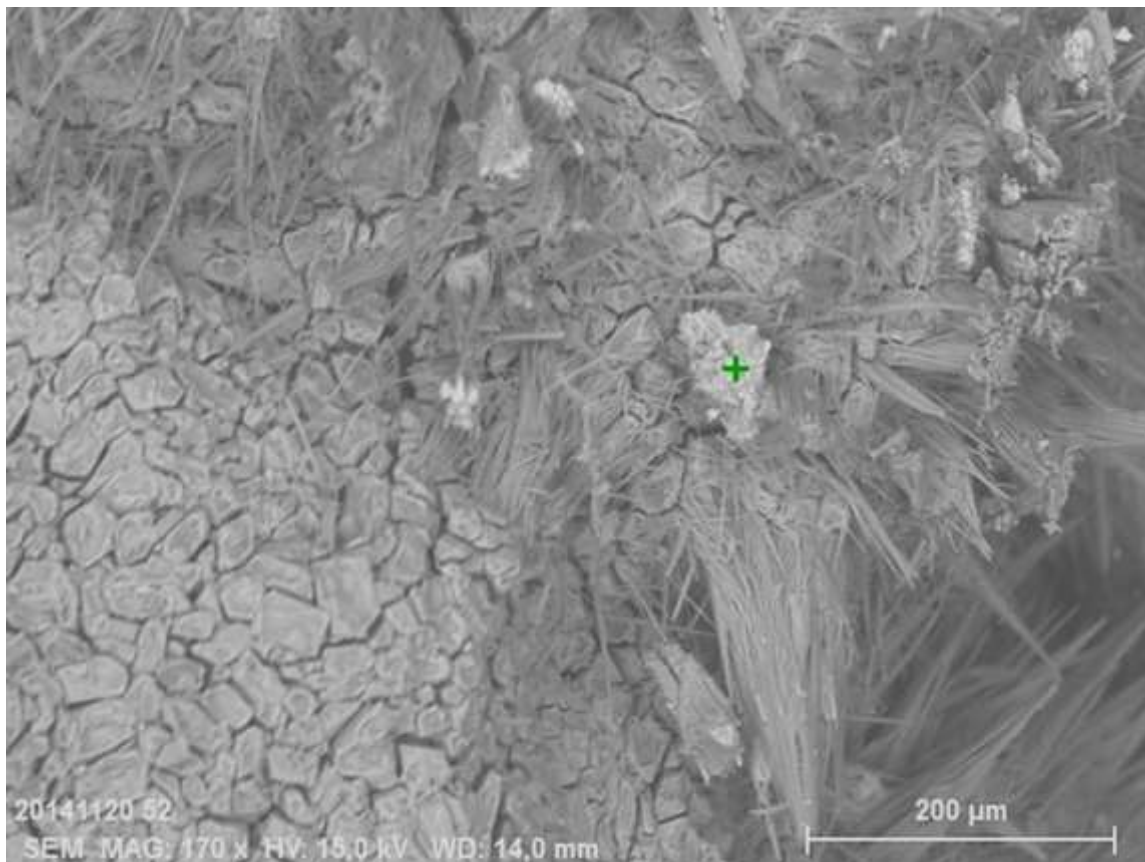
Figur 45: Prøve «M20-fast»- 225-008 inneheld ein rhabdophan-variant med dei fleste skjeldne jordartane (REE) samt thorium (lyst). Mineralet er danna i tett kontakt med jarositt (grå kubiske korn). Foto: Harald Folvik. Naturhistorisk Museum.



Figur 46: Prøve «M20-fast» 225-008 viser ein større og meir ujamn masse av rhabdophan-varianten (lyst). Mineralet ser ut til delvis å ha vokse på jarositt (grå kubiske korn). Også denne inneheld dei fleste skjeldne jordartane (REE) samt thorium. Foto: Harald Folvik. Naturhistorisk Museum.

SEM-analysar av sein kvit utfelling i skjering ved deponi M20.

Minerala epsomitt, pickeringitt og halotrichitt blei identifisert saman men eit flakig Al-sulfat (Figur 47 og Vedlegg 3).



Figur 47: SEM-bilde av prøve frå sein kvit utfelling i skjering. Halotrichitt og pickeringitt dannar fibrige mineral saman med kornete epsomitt. Foto: Harald Folvik. Naturhistorisk Museum.

Analyse ved ICP-MS.

Fleire små prøve av forvittringsmateriale blei skrapa av og analysert med ICP-MS ved IFE og Ramboll Analytics. Dei to laboratoria fekk ikkje eksakt same prøve. Resultata frå Al-skorpa er oppsummert i Tabell 11. Analyseresultata frå IFE (M20-Al crust 225-6, M20-weathered 225-7 og M20-solid 225-9) omfattar svært mange element. Dokumentasjonen er lagt i Vedlegg 5 som utfyllande orientering.

Tabell 11: ICP-MS analysar av aluminiumførande fast skorpe «M40-Al-skorpe» gitt i ppm.

*) IFE (Vedlegg 5); **) (Vedlegg 1). Sjå vedlegga for fleire element.

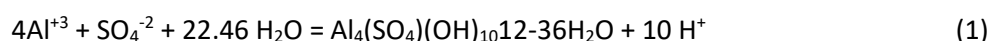
Prøve	Al	S	Si	Ca	Fe	Zn	U	Th
*) 225-6-1	222680	45602	55,1	397	37652	35,8	173	<DL
*) 225-6-2	255041	52899	<DL	384	46949	33,3	170	<DL
**) M20-precip	46000	54000	30000	110	24000	19	170	<DL

Det var tydeleg forskjellar mellom dei to, medan uran var identisk. Thorium var alltid under deteksjonsgrensa.

Kommentar om Al-rike utfellingar.

Hindar og Nordstrom (2015) hevdar at Al-utfellingane i Lillesandsdistriktet sannsynlegvis er mineralet hydrobasaluminitt ($\text{Al}_4(\text{SO}_4)(\text{OH})_{10} \cdot 12\text{-}36\text{H}_2\text{O}$). Det viser seg at dei Al-rike utfellingane har eit variabelt innhald av Si, Fe og ofte litt Ca. Det ser dermed ut til at desse amorfe fasane er eit blandprodukt, kanskje på nano-skala, av amorf hydrobasaluminitt, allophan $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot (\text{SiO}_2)_{1.3\text{-}2} \cdot (2.5\text{-}3)\text{H}_2\text{O}$ og uidentifiserte fasar med blant anna jern.

Våre vasskjemiske data viser at Al-rike skum og skorper fellast ut når pH er høgare enn 4,5-5. Dette er i samsvar med mange referansar. Hydrobasaluminitt dannar ved utfelling sterk syre (Sanchez-Espana 2008) og vil i kontakt med syre igjen gå i oppløysing



Det er sannsynleg at også Al-skorper med meir Si og Fe også dannar syre ved utfelling. Så lenge pH i vatna ikkje på nytt fell under ca. 4,5 vil Al og tungmetall i Al-rike skorper ikkje bli remobilisert. Dette gir ei forklaring på at Al-skorperne dannar eit svært hardt belegg i sjøvatn (Kaldvellfjorden).

3.10 Analyse av jarositt ved EPMA

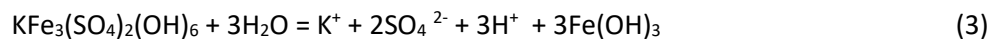
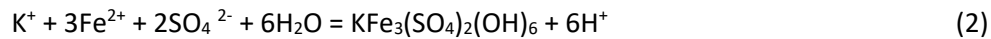
3.10.1 Innleiing om jarositt

Motivasjonen for å utføre mikrosondeanalyse (EPMA) var å avklare kva for variant av jarositt vi har i Lillesand for å undersøke om dette er ein syregivande type. Rein og velkrystallin kalium jarositt er ikkje svært løyseleg og gir abrasjons-pH 5-6 (Stephens RN & Carron MK 1948). EPMA er ein presis metode som gjer det muleg å dokumentere mineral kjemien meir nøyaktig enn ved SEM.

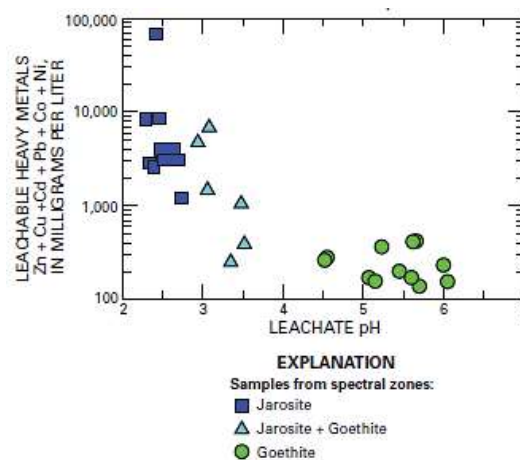
Jarositt blei identifisert i alle gule og gulbrune forvittringsskorper vi analyserte. I nokre tilfelle identifiserte vi også hydronium-førande jarositt, schwertmanitt og i blant pyritt i forvittringsmateriale. Jarositt er rekna som ein svært viktig syredannar i samband med sur sulfatjord, bl.a. i Australia, der jarositt gir pH = 3-3,5. Dersom det i tillegg er schwertmanitt eller pyritt til stades kan pH bli mindre enn 3 (Sue Welch, pers. komm. 2010, Vedlegg 6). Lapakko & Berndt (2003) har vist at jarositt med hydronium kan drive pH ned til omkring 3,3. Med utgangspunkt i resultatane frå pH-testane og mineralogien var de vanskeleg å førestille seg at jarositt i Lillesand ikkje er ein sterkt medverkande årsak til syredanning med svært låg pH.

Det finst mange variantar av jarositt med ulike syrepotensial. Hydronium substituerer for K i jarositt, og *rein hydronium jarositt er fire gongar meir løyseleg enn rein K-jarositt*. I tillegg kan organisk karbon verke inn og føre til at mineralet lettare går i løysing (Gasharova mfl. 2005). Jarositt har ofte ingen perfekt krystallstruktur, og slike *ikkje-støkiometriske jarosittar er lett løyselege og dannar syre* (Desborough 2006, 2010). Syre knytta til jarositt dannast på to måtar

- Ved utfelling av jarositt (reaksjon 1, Zhao mfl. 2017)
- Ved oppløysing (reaksjon 2, Welch mfl. 2008):



Oppløysing og utfelling av jarositt vil i samband med regn og tørke i begge tilfelle gje syre. Interessant i vår samanheng er at slik utfelling og oppløysing av brunt materiale er rapportert av NGU (1996) under feltundersøkingar for nye E18. Oppløysing av rein H-jarositt gir 4 mol H⁺ per mol jarositt.



Figur 48: Jarositt inneheld tungmetall som lekker ut ved oppløysing. Potensialet er større enn i goethitt (FeO(OH) (Swayze mfl.) .

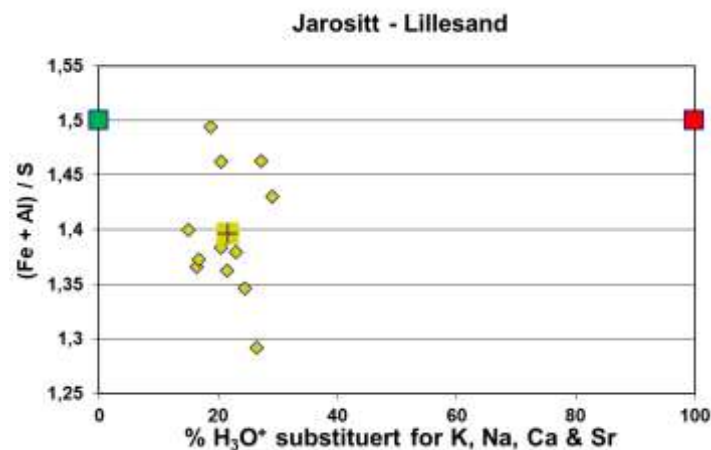
Jarositt kan fange opp store mengder tungmetall som Cd, Ni, Zn, As, Cu som blir frigitt til miljøet ved oppløsning av jarositt (Figur 48). Jarositt er stabilt ved pH mellom pH ca. 2-3(4) under sterkt oksiderende forhold ($E_h > 450$ mV).

3.10.2 Hydronium-førande jarositt undermetta på jern

Det blei utført EMPA analysar av 12 jarosittar i eit tynnslip frå området ved Stigselva (prøve nr 2 med svovelgult preg) og eitt frå Kirkemyr (prøve nr 6 frå grå tett biotittgneis med tykk pyritt på ei sprekkeflate). Prøvene er tidlegare undersøkt petrografisk av NGU (2002), men som ikkje rapporterte funn av jarositt. Analysane viser derimot ganske mykje jarositt som opptre saman med $FeO(OH)$ langs svake mineralkorngrensar. Den petrografiske analysen viste bare spor av pyrrhotitt i desse prøvene (NGU 2002).

Hydroniuminnhaldet er rekna ut på grunnlag av teoretisk innhald av K i rein K-jarositt ut frå innhaldet av svovel i den enkelte analysen, slik at summen av kation som går inn saman med K og hydronium blir 100 %. Na, Ca og Sr går også inn i same strukturelle posisjon som H og K, og er i kvar enkelt analyse rekna inn sjølv om innhaldet av desse elementa totalt er låge. Al substituerer for Fe og er derfor også rekna med. Støkiometrisk K-jarositt har $Fe+Al/S$ (atomrater) = 1,5 medan meir jernfattige variantar har $Fe+Al/S < 1,5$. Analysedata er presentert i Vedlegg 4 og plotta i Figur 49.

Resultata viser at jarositt i Lillesand har mellom 15 og 30 % hydronium i forhold til rein K-jarositt og $Fe+Al/S$ varierer frå nær 1,5 til 1,29. Gjennomsnittet er 21,63 % hydronium og $Fe+Al/S = 1,4$.



Figur 49: Resultat frå analyse av 12 jarosittar (gulgrøne symbol) med gjennomsnittet (kryss) på 21,62 % hydronium i K posisjon og 6,67 % undermetta på Fe + Al i forhold til S (atom %). Støkiometrisk K-jarositt og H-jarositt vist med grønt symbol og raudt symbol.

EPMA-analysane viste at jarosittar i Lillesands forvitringsskorper er variabelt og til dels sterkt undermetta på jern. Dette er ikkje-støkiometriske jarosittar med dårleg krystallstruktur. Saman med det relativt høge innhaldet av hydronium er denne varianten å rekne som ein sterk syregivarar, i samsvar med resultatata frå pH-testane.

Også i desse tynnslipa (nr 2 og 6) var jarositt knytta til eit fint nettverk saman med $FeO(OH)$ langs svake mineralkorngrensar, danne ved djupforvitring i mesozoikum (Vedlegg 4). Det er her snakk om rusta svovelførande gneis med «sandig brudd». Sprenging i denne type bergmasse fører til ekstremt stor grad av fragmentering, som frilegger store mengder fine partiklar med reaktivt og sterkt syredannande jarositt.

3.11 Spring av forureiningskjelder med stabilisotopar

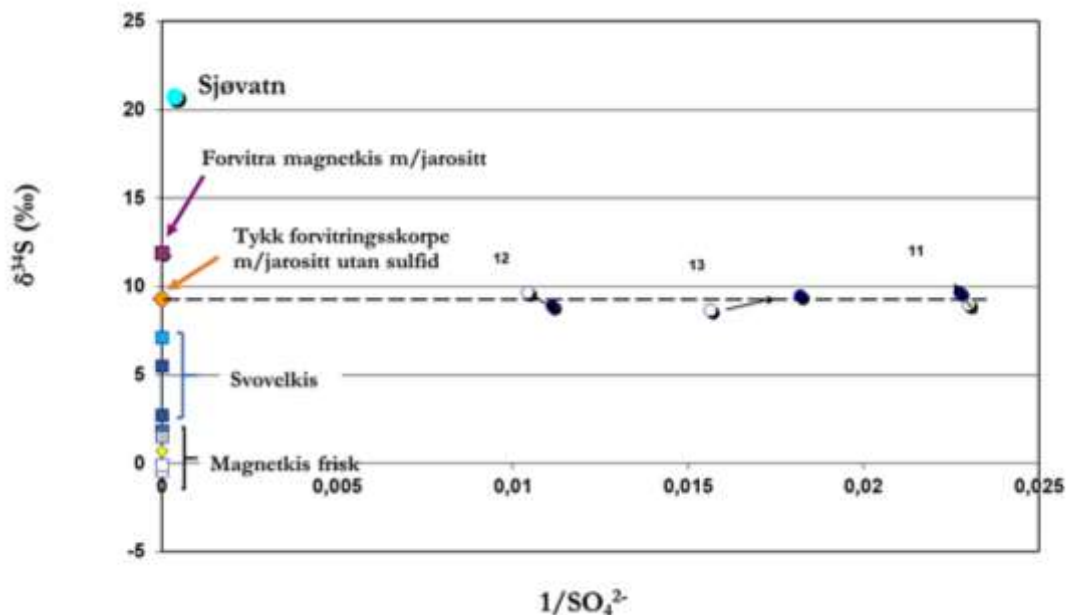
Stabile isotopar av svovel og bly er ofte brukt internasjonalt for å spore kjelder til forureining. Figurane 50, 51 og 52 viser diagram for S-isotopar og Pb-isotopar plotta mot resiproke konsentrasjonar av hhv. sulfat og Pb i vatn. Når to vatn (to endeledd) blandar seg, der det ein er meir forureina enn det andre, vil blandinga ligge mellom dei to endeledda på ei rett linje (Faure 1989). Den rette linja vil i sin tur peike mot isotopsignaturen til mineralet, bergarten eller forvittringsskorpa som gir det dominerande bidraget til forureininga. I nokre tilfelle vil fortynning av forureina vatn frå ei bestemt kjelde ikkje føre til endringar i isotopsamansettinga til vatna.

3.11.1 Kirkemyr - Langedalstjenna

S-isotopsignaturen til vatn i nedslagsfeltet Kirkemyr – Langedalstjenna var praktisk talt konstant og lite påverka av nedbør i 2001 (Figur 50). Lokalitet 13 er oppstrøms på Kirkemyr og med auka sulfatkonsentrasjon i lokalitet 12 ned mot Langedalstjenna (11). Lokalitet 12 går gjennom meir masse av rusta svovelførande gneis enn lokalitet 13. $\delta^{34}\text{S}$ i vatna er identisk med tykk forvittringsskorpe med jarositt utan sulfid og er svært ulik frisk pyrrhotitt og mesteparten av dei analysert pyrittane.

Dette viser at hovudkjelda til forureininga er frå forvittringsskorper med jarositt. Det er også sannsynleg at også forvittra magnetkis med jarositt kan vere ein bidragsytar. Pyritt, som er knytta til sprekkesystem på same måte som forvittringsskorpene, viser stor variasjon i $\delta^{34}\text{S}$. Bidraget frå pyritt på sprekker er truleg lite fordi dei for det meste er oksidert og elles ikkje er observert ofte.

Årsaka til endringa i sulfatinnhald er rein fortynning av regnvatn, som har så lite svovel at det ikkje kan verke inn på $\delta^{34}\text{S}$. Figur 50 bygger på isotopdata frå IFE (2002) og sulfat frå NIVA (2002).



Figur 50: S-isotopar plotta mot invers sulfatkonsentrasjon. Pilene viser endringa i vatn i tørr periode i september 2001 og etter regn i oktober 2001.

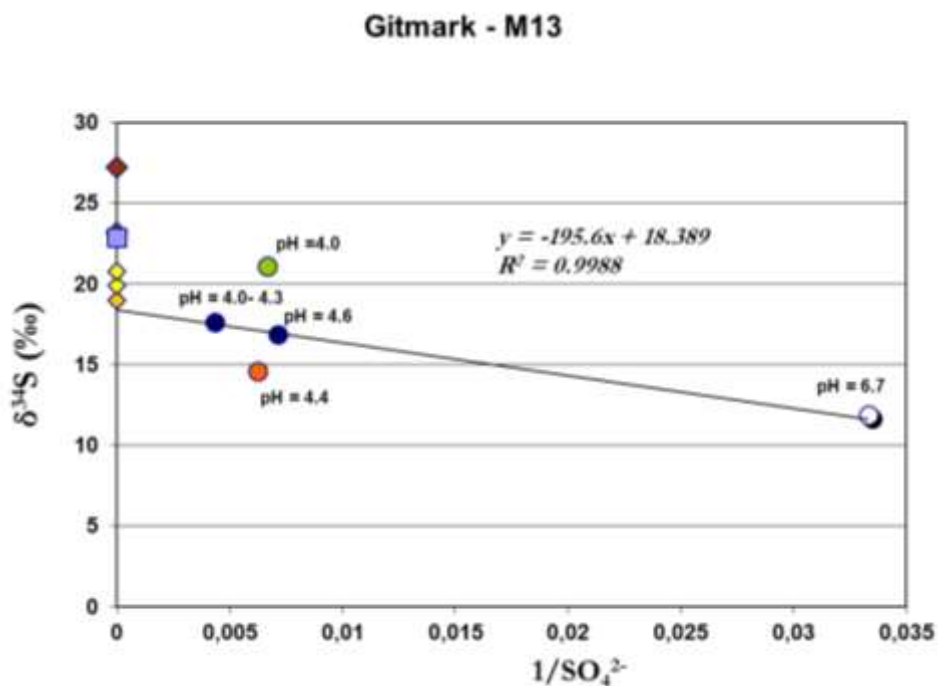
3.11.2 Deponi M13 ved Gitmark

Ved M13 observerte vi at vatn direkte frå deponiet (Git-1) blei tilført ferskvatn/overvatn frå eit rør (Git-2) og som blanda seg til vatn prøve Git-3. Vatn langs ein tilgrodd bekk i kanten av deponiet (Git-5) og vatn frå ein dam i tilgrodd mark over deponert stein (Git-4) er tilsynelatande uavhengige vatn sjølv om begge var påverka av den deponerte massen.

Det blei utført både S-isotop og Pb-isotopanalyse hos IFE, som også analyserte Pb ved svært presis ICP-MS metode (Vedlegg 5). Sulfatkonsentrasjonane er frå Ramboll Analytics (Vedlegg 1).

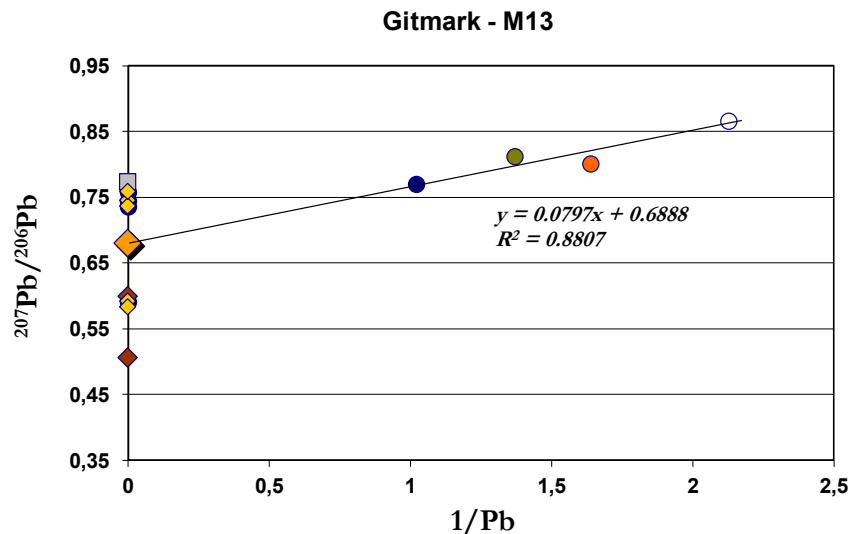
Figur 51 viser at Git-1, Git-2 og Git-3 ligg på ei vel definert rett linje som skjer Y-aksen ved $\delta^{34}\text{S}$ som ligg rett under signaturane til dei jarosittførande forvitringsskorpene (gule og oransje symbol). Mørk rust (brun) og pyrrhotitt (prøve 225-10-6) har vesentleg tyngre $\delta^{34}\text{S}$. Dette viser at jarosittførande skorper på sprekkessystema, for det meste utan assosiert pyritt, er årsaka til sur avrenning og metallmobilisering frå M13.

Svovelisotopar er ofte litt tyngre i jarositt samanlikna med sulfat i vatn. Gallo & Roldan (2008) har vist at slik fraksjonering av S-isotopar mellom jarositt og oppløyst sulfat i vatn er på mellom 0 ‰ og maksimum + 1 ‰, meda schwertmannitt i praksis har same $\delta^{34}\text{S}$ som oppløyst sulfat. Skjeringa med y-aksen ligg eksakt der vi skulle vente.



Figur 51: S-isotop signatur plotta mot resiprok av sulfatkonsentrasjon for prøvene Git-1 (pH = 4 -4,3), Git-3 (pH = 4,6) som vi observerte er ei blanding av Git-1 og Git-2 (pH = 6,7) samanlikna med S-isotopsignaturane til pyrrhotitt (grå firkant, jarositt (gule og oransje) og jernrike rustskorper (brune). Vatn Git-4 frå dam (grøn) og Git-5 frå tilgrodd bekk (raudt) ligg utanfor mix-linja.

Git-4 har relativt tyngre S (høgare $\delta^{34}\text{S}$) enn Git-1 og Git-3, medan Git-5 er relativt lettare (lågare $\delta^{34}\text{S}$). Det er sannsynleg at organiske reaksjonar frå desse tilgrodde lokalitetane kan ha påverka S-isotopane i desse vatna.



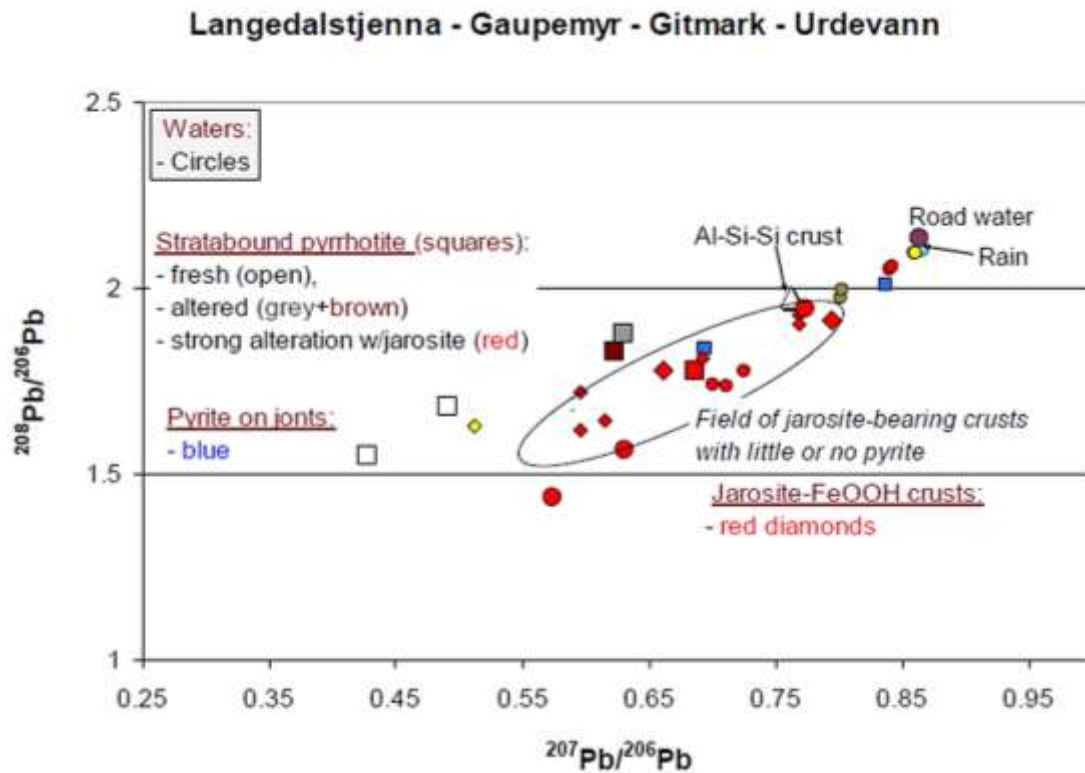
Figur 52. Pb-isotop signatur plotta mot resiprok av Pb-konsentrasjon ($\mu\text{g/L}$) i prøvene Git-1 (blå), Git-2 (open sirkel), Git-4 (grøn) og Git-5 (oransje) samanlikna med Pb-isotopsignaturane til pyrrhotitt (grå firkant); jarositt (gule og oransje) og jernrike rustskorper (brune). Det store oransje symbolet er gjennomsnittsverdien av 7 jarosittrike skorper.

Figur 52 viser eit tilsvarende diagram basert på blyisotopar og $1/\text{Pb}$. Blandingsprøva Git-3 er ikkje analysert for Pb-isotopar. Analysane er utført hos IFE (Vedlegg 5). Mix-linja skjærer Y-aksen ($^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$) ved gjennomsnittleg Pb-signatur for jarosittrike forvitringsskorper. Variasjonen i Pb isotopar i jarositt er mykje større enn for S-isotopar, men også i dette diagrammet er pyrrhotitt og delvis mørk rust mest avvikande.

Det er interessant å legge merke til at også Git-4 og Git-5 ligg langs denne mix-linja. Bly-isotopane vil ikkje vere påverka av organiske prosessar på same måte som svovel.

3.11.3 Samla Pb isotopdata

Figur 53 viser eit samleplott for alle analyserte prøver basert på $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ og $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$. Vi ser her at dei forureina vatna plottar saman med jarosittførande skorper medan pyrrhotitt fell utanfor. Diagrammet kan tyde på at pyritt som i blant er assosiert med jarositt-skorper også bidrar.



Figur 53: Pb-isotopar i sulfid, skorper med jarositt og vatn. Forureina vatn (raudt) overlappar med forvitnings-materiale og er svært ulikt frisk pyrrhotitt (Hagelia 2015a).

4 Oppsummering og konsekvensar for klassifisering av syredannande gneis

4.1 Oppsummering om syredanning

Statens vegvesen sine undersøkingar i Lillesandsdistriktet sidan år 2000 har vist at det naturlege forvittringsomfanget i rusta svovelførande gneis er avgjerande for både syre- og metallpotensialet. Bergmassen varierer med tanke på både forvittringsomfang og styrke.

Forvitringa er for det aller meste danna for millionar av år sidan. Det er i stor grad forhold i mesozoisk tid då dinosaurane ennå levde på planeten som har lagt grunnlaget for denne sterkt syredannande bergarten. Det er observert at forvitringa er mest utbreidd langs og omkring sprekkesetta i gneisen.

I denne rapporten er det dokumentert at ein variant av jarositt med dårleg krystallstruktur og med variabelt innhald av hydronium er hovudårsaka til sur avrenning og metallutlekking. Jarositt er alltid til stades i gule til gulbrune forvittringsskorper, men også internt på mikrosprekker i «svovelgul» gneis ang andre tilsynelatande uforvittra grå gneis. I tillegg til jarositt er det også eit variabelt innslag av pyritt og schwertmannitt i forvittringsmaterialet. Denne assosiasjonen er velkjent frå sure sulfatjordartar i Australia som gir svært låg pH på under 3, men neppe lågare pH enn ca. 3,5 i forvitring med jarositt aleine (Welch mfl. 2008 og Vedlegg 6). Våre pH-testar viser eksakt det same, ofte etter kort tid. I andre tilfelle tar det lenger tid avhengig av styrken/fragmenteringsegenskapane til materialet (Hagelia & Iversen 2003).

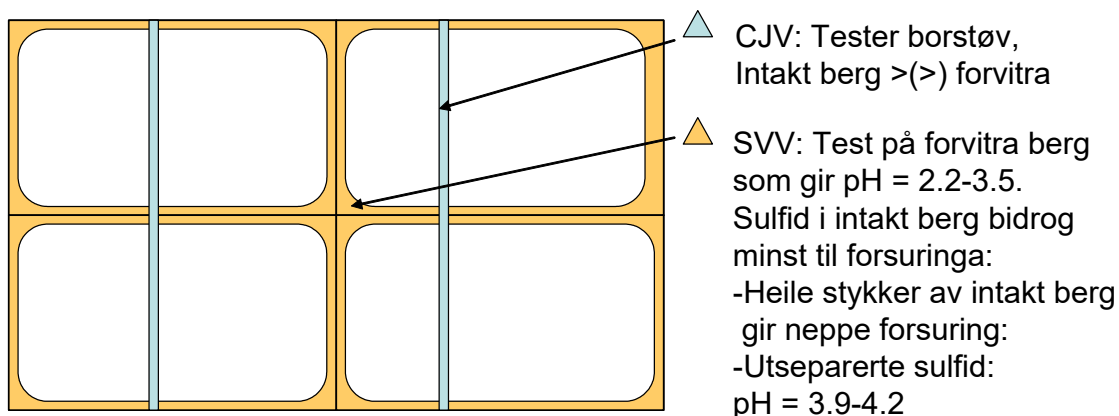
Jarosittførande forvittringsskorper har eit mykje høgare innhald av svovel enn grå uforvittra gneis (Hagelia & Fjermestad 2016). Gneisen inneheld pyrrhotitt, som varierer frå sporadisk innhald til kanskje eit par prosent. Det er vist at utseparert pyrrhotitt ikkje gir svært låg pH (Hagelia og Iversen 2003). Grå gneis er meir eller mindre uforvittra og fragmenterer i mykje mindre grad enn forvittringsskorper (Pearce 2018). Ved sprenging blir derfor forvittringsmaterialet pulverisert til eit svært reaktivt syredannande materiale, ikkje ulikt sur sulfatjord, medan friskare gneis med mykje lågare innhald av svovel (stort sett pyrrhotitt) ikkje blir fragmentert i på langt nær så stor grad. Pyrrhotitt blir derfor i meir avgrensa grad eksponert for reaksjon med vatn.

Med utgangspunkt i samla data frå forundersøkingane såg Statens vegvesen at hovudårsaka til forsuring og avrenning er knytta til rustforvittra delar av berget med jarositt og jernoksyhydroksid, og at ein måtte rekne med at kis knytta til sprekkematerialet også kunne vere viktig. Ein la vekt på at svakt materiale ville vere meir forureinande enn intakte uforvittra bergartar. Undersøkingar av IFE (2002) viste at frisk og uforvittra sulfidgneis bidrog svært liten grad.

Utbygger, som var overbevist om at intakt pyrrhotitt var årsaka til forvitring og forsuring, og også representerte potentialet på lang sikt, testa derfor borestøv med hydrogenperoksid. Utbygger presiserte at borestøva i dei fleste tilfelle var dominert av uforvittra materiale og at innslaget av forvittra del var svært lågt. Det blei lagt fram eksempel på mineralogiske analysar som viste at jarositt bare sporadisk var til stades i borestøv (Martin Schreck, i møte 2007).

Figur 54 illustrere forskjellen mellom Statens vegvesen og utbygger ved selskapet CJV. SVV tilrådde å legge vekt på geologisk observasjonar og regelmessig testing av pH som grunnlag for klassifisering og deponering. Utbygger testa pH i enkelte tilfelle, men baserte all klassifisering på temperaturutslag ved H₂O₂-testen og deriverte totalt svovelinnhald frå temperturutslaga.

Oppsprukken bergmasse med variabel forvitring langs sprekker



SVV foreslo etter forundersøkinga:
Rustforvittra gneis med jarositt +/- sprekkesulfid hovudårsaka til forsuring
Måle pH-utvikling i vatn
Prøver: Forsiktig knust utan nedmaling = omtrent forholda etter sprenging.

**Fokus på rusta forvitringsskorpe (svake)
Finstoff frå sprenging er mest reaktivt**

CJV utfører rutinemessig i anlegget:
Påtrykt oksidasjon i lab (hydrogenperoksid) samt pH utvikling.
Motargument:
-sulfid i intakt utsprengt berg: lite reaktivt
-bare utslag på sulfid, ikkje andre mineral
-feilklassifisering påvist (ikkje reaktivt berg deponert; svovelluktande masse knust)
Fokus på "alt" sulfid: det meste i intakt berg

Figur 54: SVVs og CJV sine ulike tilnærmingar til klassifisering av rusta syredannande gneis. Jarosittførande forvitringsskorper i "Rusta sulfid og sulfatførande gneis" har variabelt omfang, og kan trenge fleire dm inn i berget. I andre bergartar er forvitringssomfanget lite. Oransje, forvitringmateriale omkring intakt berg (kvitt). Blå = borestreng. Trekantar = prøver frå dei to prøvetakingsmetodane.

4.2 Miljødirektoratets vegleiar M310

Analysestrategi med tanke på meir presis klassifisering av rusta svovelførande gneis må legge stor vekt på:

- den store kontrasten med tanke på syrepotensial mellom forvittra og uforvittra deler
- fragmenteringsegenskaper
- det er generelt behov for å identifisere minerala i både forvittra og uforvittra deler fordi det er løysingsegenskapane til minerala som bestemmer, ikkje namnet på bergarten og heller ikkje bare totalt svovel

Vegleiar M310 er basert på totalkjemisk analyse av svovel og uorganisk karbon (TIC). Syrepotensialet (AP) reknast ut frå % S og nøytraliseringspotensialet (NP) å grunnlag av TIC etter eigne formlar. Denne metodikken er i stor grad bygd opp omkring erfaringar med alunskifer og andre svarte skifrar. Metoden tar ikkje omsyn til at ulike svovelførande mineral har ulike til svært ulike syrepotensial.

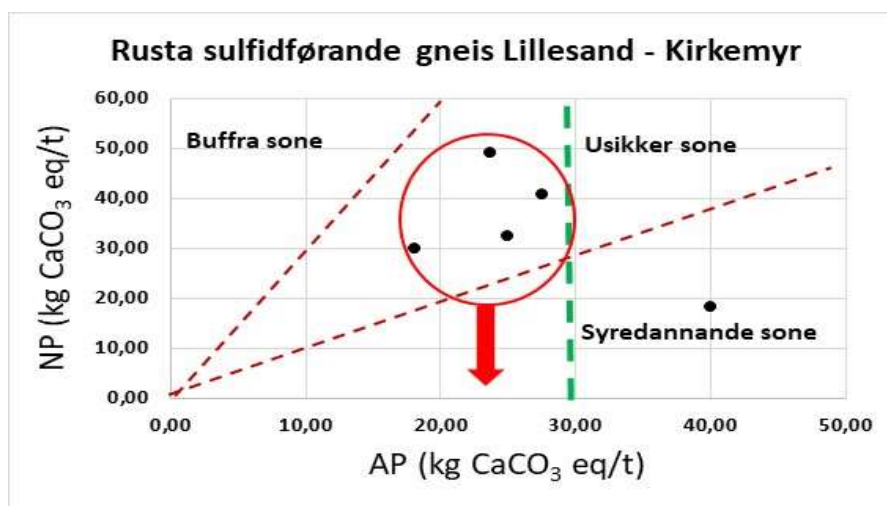
For å illustrere problemet med M310 har vi plotta opp kjemiske analysar frå fem representative prøver samla inn på Kirkemyr. Dersom M310 fungerer burde særleg prøver frå Kirkemyr klassifisere som svært syredannande. Prøvene var karakterisert med ein stor del relativt intakt grå gneis og med mm tykke

skorper av jarosittførende forvittringsmateriale. NGU (2002) knuste ned sams prøver og analyserte disse ved kvantitativ XRF i laboratorium.

Figur 55 viser resultatene. NP er her rekna ut frå % kalsium. På grunn av forskjellige atomvekter vil uorganisk karbon estimert frå Ca-innhaldet vere bare 30 % i forhold til direkte målt TIC (vi multipliserer konstanten for TIC gitt i M310 med 0,3). Nøytraliseringspotensial rekna ut på denne måten kan bare gjelde for bergartar der ein på førehand ved analyse har dokumentert innhald av kalsitt (for eksempel i nokre alunskifer og svartskifervariantar).

Rusta svovelførende gneis på Sørlandet og Kirkemyr spesielt, inneheld ikkje kalsitt og har derfor svært liten bufferkapasitet bortsett frå ein mindre effekt ved syreutlating av basekationa Ca og Mg. Reelt ligg prøvene i Figur 55 mykje lågare enn NP (sjå pil i Figur 55). Men AP rekna frå totalt svovel er < 30 for 4 av 5 prøver og vil derfor ikkje reknast som syredannande etter M310. Ei prøve har AP = 40 som uansett ikkje er svært høgt.

Sams masse vil i følge M310 ikkje avdekke det faktiske syrepotensialet på Kirkemyr, som vi veit har vore ekstremt høgt.



Figur 55: Nøytraliseringspotensial (NP) og syrepotensial (AP) for fem typiske prøver av rusta svovelførende gneis frå Kirkemyr. Sjølv om nøytraliseringspotensialet bør reknast som svært lågt og nær null klassifiserer sams masse som ikkje spesielt syredannande og vil bli etter alt å dømme bli frikjent av M310.

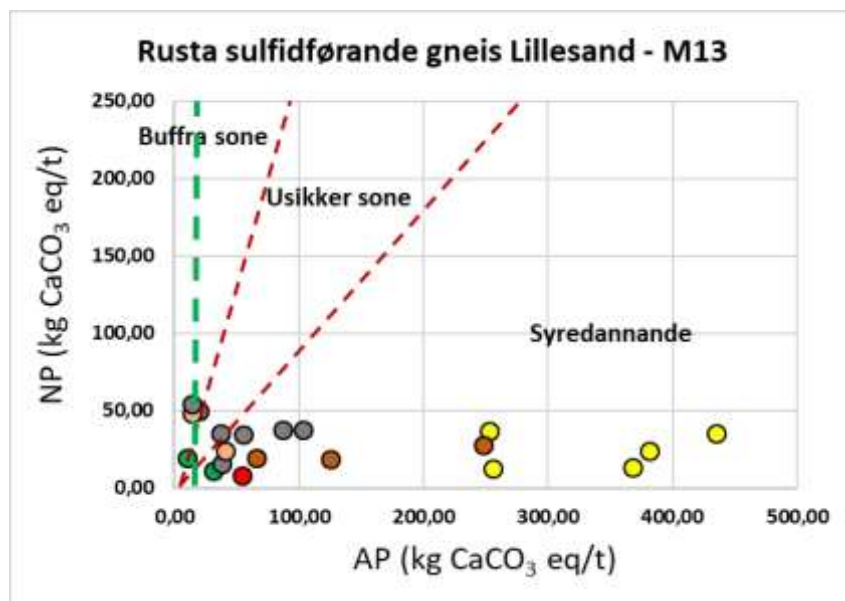
Resultatet er derimot ikkje uventa. Dokumentasjonen til Statens vegvesen og Pearce (2018) viser klart at relativt små mengder med jarosittførende og syregivande forvitring har stor innverknad på den totale syredanninga

Bulkprøver fangar ikkje opp syrepotensialet der det er stor kontrast mellom høgt syrepotensialet i svak forvitring og lågt potensiale i dei større voluma med uforvittra bergart

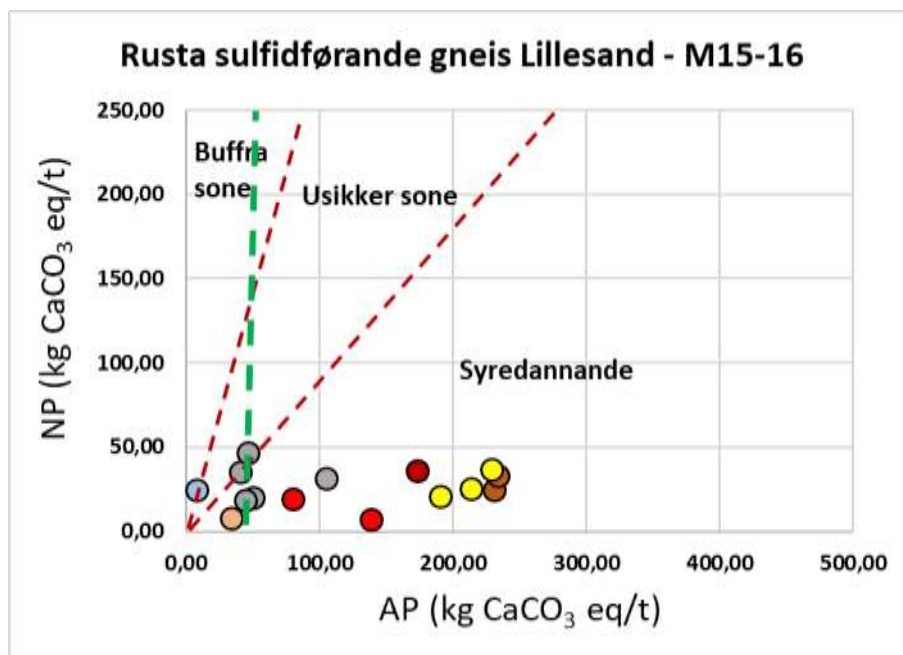
Analyse av total svovel i bulkprøver av denne slag fører til at den syregivande komponenten blir sterkt underrepresentert

Vi har ikkje analysert total svovel i forvitringa på Kirkemyr, men med utgangspunkt i observasjonar av dominerande jarositt og resultat frå HH-XRF (H og F) er det grunn til å rekne med at totalt S på Kirkemyr ligg omkring $10 \pm 5 \%$, dvs. at reelt AP kan vere omkring 300.

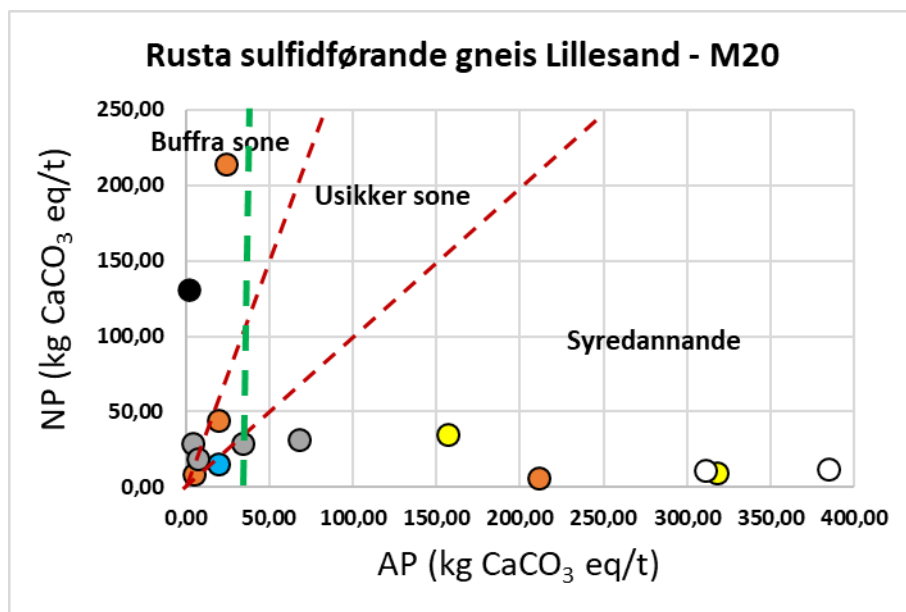
Separat analyse av svovel i kombinasjon med abrasjons-pH ville derimot lett avdekke syrepotensialet. Figurane 56 til 58 viser HH-XRF resultat frå deponia M13, M15/16 og M20, med utgangspunkt i data frå Hagelia & Fjermestad (2016).



Figur 56: HH-XRF resultat frå deponi M13.



Figur 57: HH-XRF resultat frå deponi M15/16.



Figur 58: HH-XRF resultat frå deponi M13.

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

Figur 59: Teiknforklaring til figurane 56, 57 og 58.

Dette er HH-XRF data frå skorper og lite til ikkje forvittra berg. NP er her overdrive, og rekna ut frå totalt Ca. Reelt ligg alle punkt nær NP = 0. Vi ser at XRF analyse av skorper med jarositt gir eit reelt inntrykk av høgt syrepotensial og at det også delvis er eit høgt svovelinnhald i brune og raude rustskorper. Tilsynelatande uforvittra gneis (grå) har ofte låge verdiar men nokre har AP mellom 30 og 110. Dei to prøvene med AP = ca. 80 og 110 i Figur 56 hadde eit visst gult forvittra preg (Hagelia og Fjermestad 2016).

pH-testar vi har utført i området har vist at gule-gulbrune forvittringsskorper typisk gir pH = 2,3 og 3,8. Gneis med eit forvittra preg gir pH omkring 3,8 til 4. Men vi manglar ennå eit samla sett for pH -reaksjon med alle typar forvitring.

Vidare utvikling av Miljødirektoratets metode bør legge vekt på :

- Separat karakterisering av forvitringsskorper/andre forvitningsfenomen og uforvittra delar (komponentar)
- Fragmenteringsegenskapane til kvar komponent
- Estimere omtrentleg innhald av kvar komponent.
- Analysere hovudkomponentane kvar for seg med HH-XRF
- Utføre pH-testing av alle komponentar, med vekt på forvitningsmateriale som finst lokalt
- Teste prøver av dei ulike komponentane med 2 molar saltsyre for å avklare om det finst kalsitt eller dolomitt.
- Utføre eit minimum av mineralogisk analyse, spesielt i område med ukjent mineralogi.

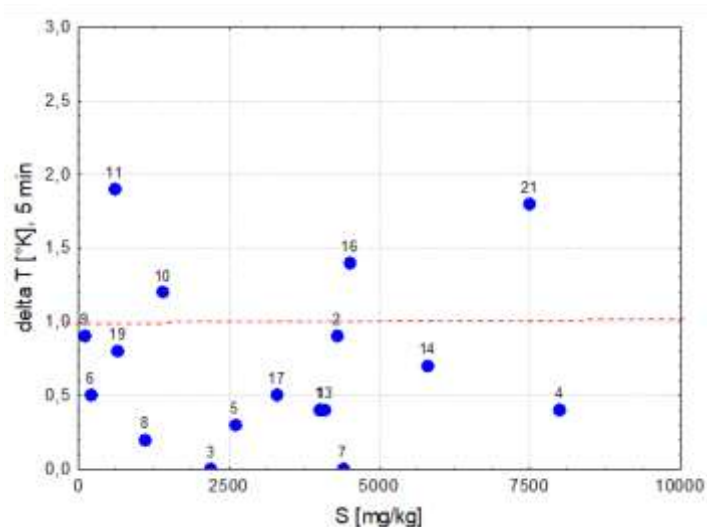
Fragmenteringsegenskapar og førekomst av svakt materiale er enkelt ved bruk av geologhammar, men ein bør også kunne ta i bruk mekaniske testar så som Los Angeles og Micro-Deval, som alltid utførast i samband med vegprosjektering.

I berggrunn som på Sørlandet, der syra hovudsakleg dannast frå svakt forvitningsmateriale knytta til sprekkesystema, vil det vere naturleg å estimere sprekkefrekvensar (RQD, mm.), dvs. ved vanlege ingeniørgeologisk metodikk. I område med alunskifer og svartskifer vil dette også vere relevant. men forvitringa i svarte leirskifrar er ofte først og fremst utvikla nær overflata.

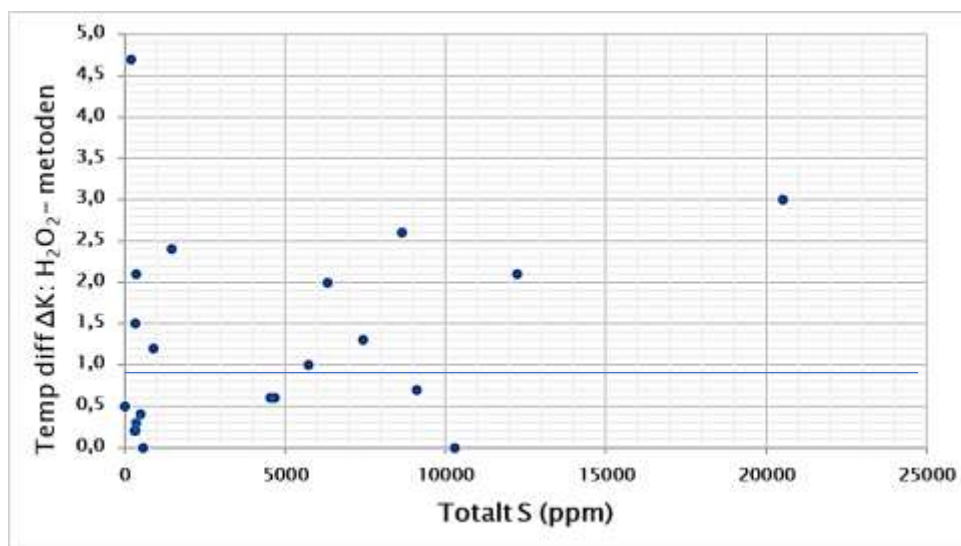
Prøvetaking må utførast av geolog på bakgrunn av systematiske feltregistreringar. Representativ prøvetaking i rusta svovelførande gneis vil vere noko forskjellig frå prøvetaking i berg der syrepotensialet er meir homogent fordelt. Det er den lokale variasjonen som avgjer kor mange prøver ein bør samle.

4.3 Hydrogenperoksidmetoden og ny sulfidvegleiar for Agder

Hydrogenperoksidmetoden blei utvikla av rådgjevar for OPS-prosjektet. Ved metodeutviklinga analyserte ein totalt svovelinnhald på ein del typiske prøver som deretter blei testa i H₂O₂. Figur 60 viser at det ikkje eksisterer nokon samanheng mellom temperaturutslag (delta T) og svovelinnhald i data lagt fram av OPS-selskapet (Weiss 2007). Dette er ikkje eit uventa resultat sett i lys av Statens vegvesen sine analysar. Men det er uvisst korleis klassifisering av massane på E18 med hydrogenperoksid-metoden i det heile har vore muleg med eit slikt utgangspunkt. Det er i alle fall uråd å trekke klare grenseverdier ut frå Figur 60.



Figur 60: Utbygger undersøkte sammenhengen mellom temperaturutslag i hydrogenperoksidtesten og totalt svovelinnhold.



Figur 61: Test utført av Statens vegvesen av Ole Nesse (upublisert, 2019) viste svært mange falske positive indikasjoner på syrepotensial.

Seinare analysar av Statens vegvesen viste akkurat det same problemet med metoden, med svært mange høge temperaturutslag også ved relativt lågt svovelinnhold (Figur 61). 8 av 20 prøver gav delta T > 1,2 grader ved totalt svovel < 1 %. Det høgste termiske utslaget var på 4,7 grader i ei prøve utan svovel.

Årsakene til dette er ikkje klarlagt, men det er venta at svovelfrie mineral som inneheld toverdig jern vil kunne gje eit termisk utslag ved oksidasjon til treverdig jern. Ein bør merke seg at jarositt bare har treverdig jern og derfor ikkje er venta å gje utslag. Dermed vil bergartar med syredannande jarositt utan sulfid ikkje bli detektert ved hydrogenperoksid. Dette er forklaringa på at «rein stein» i deponi M13 likevel førte til sur avrenning (Hagelia & Fjermestad 2016).

Statens vegvesen har etter kvart konkludert med at hydrogenperoksid-metoden er notorisk upåliteleg.

Det er utarbeidd ein lokal sulfidveglear som eit kompromiss mellom den mykje brukte hydrogenperoksidmetoden, Statens vegvesen sin dokumentasjon og arbeidet til Pearce (2018) (Prosjektgruppen for kontroll på svovelholdig avrenning i Agder 2021) (Figur 62). Dette er eit framsteg, men med nokre merknader:

- Høg grad av forvitring blir automatisk klassifisert som syredannande.
- Graden av forvitring bestemast visuelt ut frå fotoeksempel, men manglar klare definisjonar av «Lav, Middels og Høy» forvitningsgrad.
- Metoden nyttar den upålitelege hydrogenperoksidtesten på materiale med låg og middels forvitningsgrad.
- Metoden tilrår måling av pH-reaksjon på feltprøver, men det er ikkje noko eksplisitt krav til dette og ikkje oppgitt grenseverdier.
- Metoden tilrår bruk av ristetestar for å bestemme pH, sulfat mm.



Tabell 3 Oversikt over faktorer og kategorier som brukes for å vurdere syredanningsevnen i klassifiseringsveilederen.

Faktor	Kategorier		
	Lav	Middels	Høy
Forvitningsgrad			
Innhold av svovel	<0,15 %	0,15 – 0,8 %	>0,8 %
Hydrogenperoksidtest	<0,7 C°	>0,7 C° - <1,2 C°	>1,2 C°

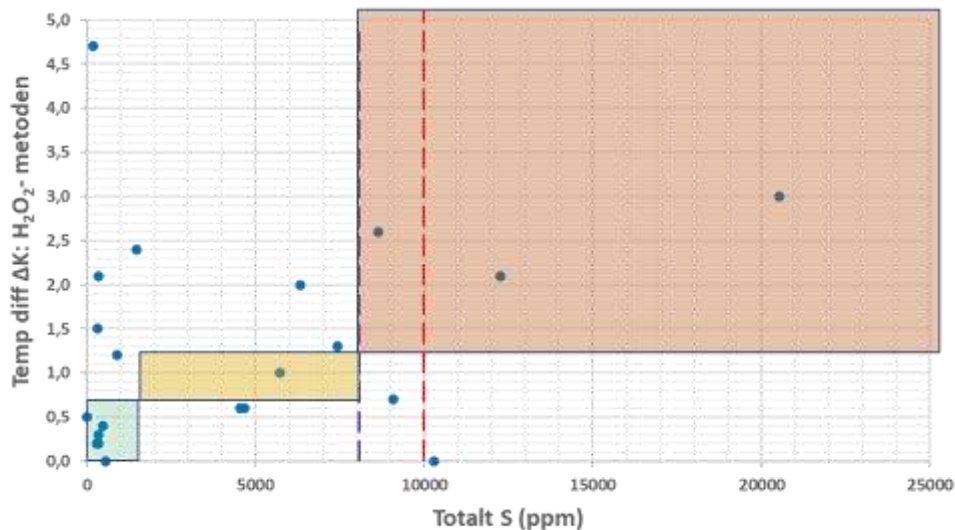
Tabell 1 Antall borestøvsprøver ut ifra anslått masse som skal sprenges.

Anslått m ³ fast masse	Minimum antall borestøvsprøver	Merknad
≤ 100 m ³	1	
100 m ³ – 500 m ³	2	
500 m ³ – 1000 m ³	3	Befaring av geolog kreves
1000 m ³ – 10 000 m ³	1 + 1 prøve per 500 m ³	Befaring av geolog kreves
> 10 000 m ³	11 + 1 prøve per 1000 m ³	Befaring av geolog kreves

Figur 62: Klassifisering av syredannende gneis i Agder basert på borestøv.

Klassifiseringa er basert på borestøv, men steinprøver kan nyttast dersom ein ikkje skal sprengje djupare enn 1 meter. Tabellen over (Figur 62) viser antal prøver avhengig av planlagt volum utsprengt masse.

I følgje tabell 3 i vegleiaren ligg det implisitt til grunn at det eksisterer ein positiv korrelasjon mellom forvitningsomfang, innhald av svovel og temperaturutslag ved hydrogenperoksid-metoden. Men av årsaker nemnt over er dette i prinsipp ikkje muleg å tenke seg. Dette kjem også klart fram i Figur 63 der dei ulike kategoriane er vist saman med faktiske data.



Figur 63: Det er ingen samanheng mellom termisk utslag ved H_2O_2 -metoden og totalt svovelinnhald. Fargene korresponderer med Tabell 3 i sulfidvegleiaren for Agder. Raud stipla linje er grensa på 1 vekt % svovel som nyttast i M310, medan linja ved 0.8 % S gjeld i Agder.

Prøver som viser låg eller middels forvitring skal etter metoden testast med hydrogenperoksid for å avklare om ein likevel har høgt svovelinnhald. I lys av resultatata frå Statens vegvesen (Figurane 61 og 63) går det fram at det kan bli svært høge termiske utslag sjølv når svovelinnhaldet er mellom 0 og 0,8 %. På den andre sida vil forvitring med syredannande jarositt ikkje gi termisk utslag. Derfor er det stor fare for feilklassifisering ved bruk a H_2O_2 metoden for endeleg klassifisering av prøver med låg og middels grad av forvitring.

H_2O_2 -metoden har sikkert vore nyttig for å få fram eit raskt grunnlag for å bestemme om dei ulike massane skal gå til deponi eller kan leggst fritt. På den andre sida viser erfaringa at det har blitt mykje sur avrenning med naturskade også utanfor deponiområda fleire stader langs E18. Dette viser at klassifisering ved hydrogenperoksid ikkje har vore treffsikker.

Ein bør derfor unngå å bruke H_2O_2 -metoden som utslagsgivande. Ein bør ta denne metoden ut av klassifiseringssystemet og legge auka vekt på geologiske kriterium, analyse med HH-XRF, pH testar i alle ledd i kombinasjon med utlekkingstestar.

4.4 Konsekvensar for ny vegleiar for klassifisering av forureinande berg

Ein ny vegleiar for forureinande berg bør kunne brukast universelt og kunne handtere både sur avrenning, metallmobilisering, strålefare og spesifikk problematikk knytta til arbeidsmiljø. NGU og Statens vegvesen har nyleg starta opp eit arbeid i samarbeid med Miljødirektoratet og Direktoratet for strålevern og atomsikkerhet.

Det er konstatert at vi manglar ein «landsoversikt» og at det eksisterer mange gråsoner og område der vi ikkje har erfaring. Vi treng betre verktøy for klassifisering. Dagens M310 bygger mest på erfaringar med svartskifer og er ikkje godt egna i alle samanhengar.

Ein ny meir generell og treffsikker vegleiar må vere fundamentert på kunnskapar om mineralogien og den kjemiske samansetninga til norske bergartar, supplert med data om fragmenteringsegenskapar. Ein bør begynne arbeidet med å skaffe oversikt over korleis potensielt skadelege mineral fordeler seg i dei mest viktige geologiske områda i landet:

- Prekambrium
- Kambrium – ordovicium – silur
- Oslofeltet
- Den kaledonske fjellkjeda
- Område med mesozoisk djupforvitring

Denne grovinndelinga representerer ulike mineralprovinsar og vil derfor vere ei strategisk vinkling for innhenting og systematisering av relevante bakgrunnsdata. Erfaring med avrenning frå gamle gruver er nødvendig å få med.

Ein ny vegleiar bør legge vekt på at brukaren plasserer byggeprosjektet sitt innanfor eit regionalgeologisk rammeverk slik at særtrekka i kvar mineralprovins kjem til nytte i klassifiseringa.

5 Konklusjon

Statens vegvesen sine undersøkingar av rusta svovelførande gneis i Lillesand har vist:

- Hovudårsaka til akutt sur avrenning av svovelsyre og utlekking av tungmetall er forvitringsskorper med jarositt
- Pyrrhotitt i gneis er i dei fleste tilfelle ingen viktig bidragsytar i Lillesand, men vil naturlegvis bidra til syredanning og metallmobilisering i andre bergmassar med høgare gehaltar.
- Det er stor mekanisk forskjell mellom forvitring og meir intakt uforvittra berg med sulfid.
- Forvittra bestanddelar dannar ofte finkorna og svært reaktive partiklar som gir kraftig sur avrenning og metallmobilisering sjølv der forvitringa bare utgjer ein liten del av den totale bergmassen (Pearce 2018).

Klassifisering må bygge på geologiske vurderingar og kunnskap om dei reaktive minerala. Det er nødvendig å karakterisere/analysere forvittra og uforvittra materiale kvar for seg. Eksisterande vegleiarar estimerer syrepotensialet indirekte på bakgrunn av total svovel eller den svært lite treffsikre hydrogenperoksid-testen. Erfaringa til Statens vegvesen er at det uavhengig av slike tilnærmingar også er nødvendig å sette krav til pH-testing på forvittra og uforvittra deler.

6 Referansar

Asplan-Viak (2014): OPS E18 Grimstad – Kristiansand. Årsrapport for ytre miljø 2013.

Bjørlykke K (1974): Depositional history and geochemical composition of Lower Palaeozoic epicontinental sediments from the Oslo region. *Norges geologiske undersøkelse*, 305, 1-81.

Desborough GA, Smith KS, Lowers HA, Swayze GA, Hammarstrom JM, Diehl SF, Driscoll RI, Leinz RW (2006): The use of synthetic jarosite as an analog for natural jarosite. RI Barnhisel (ed.), 7th International Conference on Acid Rock Drainage (ICARD). American Society of Mining and Reclamation, p 448-475.

Desborough GA, Smith KS, Lowers HA, Swayze GA, Hammarstrom JM, Diehl SF, Leinz RW, Driscoll RI (2010): Mineralogical and chemical characterisation of some natural jarosites. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 74, 1041-1056.

Faure, G. Principles of Isotope Geology, Second Edition. New York: John Wiley & Sons, 1989.

Fjermestad H, Hagelia P, Thomassen T (2017): Utlekkingsforsøk med svartskifer frå Rv. 4, Hadeland Statens vegvesens rapportar nr 665.

Fjermestad H, Gundersen, Hagelia P, Moen AB, Torp M (2018): Rv. 14 på Gran, nyttiggjering av svartskifer. Sluttrapport og erfaringar. Statens vegvesens rapportar nr 333.

Gallo AA, Roldan FV (2008): Isotope fractionation of sulfur during precipitation of iron sulfate minerals from acid mine drainage (San Miguel Mine, IPB). Resumen Workshop 2008, Macla 10, 105-106.

Gasharova B, Göttlicher J, Becker Udo (2005): Dissolution at the surface of jarosite: an in situ AFM study. *Chemical Geology*, V215, Issues 1–4, 499-516.

Geokart AS (2001): Sulfidholdige bergarter langs ny E 18 parsell Aust-Agder.

Geokart AS (2002): Sulfidholdig gneis ny E 18 Sørlandet. Notat 29/5-2002.

Giammer D (2001); Geochemistry of uranium at mineral-water interfaces: Rates of sorption-desorption and dissolution-precipitation reactions. California Institute of Technology, Pasadena, California, USA.

Hagelia P, Iversen I (2003): Motorveg E18 Grimstad-Kristiansand. Sulfidførande gneisar, sur avrenning, konsekvensar og avbøtande tiltak. Statens vegvesen Oppdrag I-279A, rapport nr 1.

Hagelia P (2015a): Impact of Iron Sulfides and Secondary Sulfate Minerals on the Potential for Acid Rock Drainage (ARD). 12th Urban Environment Symposium Urban Future for a Sustainable World. June 2015 Oslo. Abstract.

Hagelia P (2015b): Miljøgeologi og vegbygging. Norsk geologisk foreining 1. oktober 2015.

Hagelia P (2015c). Avrenning frå veg: Fiskeforsøk med forureinande berg. Undersøking av alunskifer og rusta gneis med Scanning elektronmikroskopi og røntgendiffraksjon. NORWAT Rapport til NMBU v/Maren Hjulstad. Laboratorium for petrografi og bildeanalyse, Rapportnummer PB15/1.

Hagelia P, Fjermestad H (2016): Bruk av XRF på bergartar for vurdering av miljørisiko. Eksempel frå Rv 4 Gran og E18 Grimstad – Kristiansand. Statens vegvesens rapportar nr 516.

- Hagelia P (2018): Mineralogical properties of pyrrhotite, pyrite and associated weathering products. I: SW Danielsen, P Hagelia, Wigum BJ, De Weerd K, Åsly K, Lindgård J, Pedersen B (red.): Magnetkis i betongtilslag. Ef: ekt på betongs bestandighet. Statens vegvesens rapporter nr 463.
- Hagelia P (2019): Status for Statens vegvesen sitt arbeide med syregivande gneis. Workshop for nye retningslinjer i håndtering av syredannende gneis. Lillesand, 28 mai 2019.
- Hindar A, Lydersen E (1994): Extreme acidification of a lake in southern Norway caused by weathering of sulphide-containing bedrock. *Water, Air, and Soil Pollut.* 77: 17-25.
- Hindar A, Nordstrom DK (2015): Effects and quantification of acid runoff from sulfide-bearing rock deposited during construction of Highway E18, Norway. *Applied Geochemistry*, 62, 150-163.
- J.K. Hong and C.D.K. Herd (2010): Jarosite Occurrences in the MIL 03346 Nakhilite: Implications for Water on Mars. *GeoCanada 2010 – Working with the Earth.*
- IFE (2002): Prosjekt OPS E18 Nørholm – Timenes. Sulfidførende gneiss og forsuring – bruk av isotoper for sporing av kilder. Institutt for energiteknikk, rapport IFE/KR/F-2002/078.
- IFE (2015): Data report, Sulfur, lead and elemental analysis (IFE REF: 2014-225, Rev 1). Institute for Energy Technology. Report IFE/KR/F-2015/029.
- Jeng, A.S. (1990): Morphology of pyrite in alum shale, Oslo, Norway. *Acta Agric. Scand.* 40, 11-21.
- Jeng, A.S. (1991): Weathering of some Norwegian Alum Shales I. Laboratory simulations to study the release of metal cations (Ca, Mg, K). *Acta Agric. Scand.* 41, 13-35.
- Jeng, A.S. (1992): Weathering of some Norwegian Alum Shales II. Laboratory simulations to study the influence of ageing, acidification and liming on heavy metal release. *Acta Agric. Scand.* 42, 76-87.
- Klungvik E (2013): Kartlegging og studier av metaller samt løst naturlig organisk materiale i Moelva-vassdraget, Birkenes/Lillesand, og Stordalsbekken, Lillesand. Påvirkninger fra lokale kilder med sulfidholdig bergmateriale. Masteroppgåve NTNU.
- Konhauser (2007): *Introduction to Geomicrobiology.* Blackwell Publishing, 425 s.
- Lapakko, K. and Berndt, M. (2003): Comparison of acid production from pyrite and jarosite. 6th ICARD Cairns, QLD, 7p.
- Miljødirektoratet (2015): Identifisering og karakterisering av syredannende bergarter. Veileder for Miljødirektoratet. NGI Rapport DOK.NR. 20120842-01-R. REV.NR. 0/2015-02-09.
- Miljødirektoratet (2020): Kalking i laksevassdrag skadet av sur nedbør. Tiltaksovervåking i 2019. Rapport M-1791 | 2020.
- Móricz F, Máday F, Walder IF (2012): Pyrite oxidation under circumneutral pH conditions. *Geosciences and Engineering*, Vol. 1, No. 2, 111–116.
- NGI (2018): Karakterisering av sur gneis. Vurdering av karakteriseringsmetode for angivelse av utlekkingspotensiale i sur gneis. NGI Rapport DOK. NR. 20180177-01-R. REV NR.. 0/2018-12-13.
- NGU (1996): Bergrunnskartlegging langs aktuelle E-18 traséer mellom Nørholm (Aust-Agder) og Dyreparken (Vest-Agder). NGU Rapport 96.116.
- NGU (2002): Sulfidførende gneis E18; geokjemi og petrografi. NGU Rapport 2002-052.

- NGU (2005): E18 Grimstad - Kristiansand. Geologisk kartlegging 2005. NGU Rapport 2005-052.
- Nilssen JP (2013): E18 fra Grimstad til Kristiansand. Prestisjeprojekt med alvorlige miljøproblemer. Arendal Tidende 4. september 2013.
- NIVA (1992): Ekstreme aluminiumskonsentrasjoner og lav pH i Langedalstjønna, 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 (2003). E 18 gjennom sulfidberggrunn i Agder; anbefalinger om avbøtende tiltak for å hindre sur avrenning og annen belastning av resipienter. Rapport LNR 4642-2003.
- NIVA (2006): Utsprengning i sulfidholdig berggrunn på Storemyr i Lillesand - effekter på vannmiljø og forslag til tiltak. Rapport LNR 5316-2006.
- Nordstrom DK, Alpers CN (1999): Geochemistry of acid mine waters. In: The Environmental Geochemistry of Mineral Deposits: Plumlee, G.S. and Logsdon, M.J. (eds.), Society of Economic Geologists, Littleton, CO, 133-160.
- Nordstrom, D. Kirk (2010): Various origins of circumneutral mine drainage problems with classification. U.S. Geological Survey, 2010, GSA Denver Annual Meeting (31 October–3 November 2010)
- NORWAT (2012-2015): Publikasjoner produsert i FoU-programmet NORWAT.
<https://www.vegvesen.no/fag/fokusomrader/forskning-innovasjon-og-utvikling/avsluttede-programmer-og-prosjekter/norwat/publikasjoner>
- Pearce A (2018): A Mineralogical and Geochemical Description of Potentially Acid-producing Gneisses from the Lillesand Area. Implications for Leaching Behaviour. Master thesis, Universitetet i Oslo.
- Prosjektgruppen for kontroll på svovelholdig avrenning i Agder (2021): Retningslinjer for tiltak i områder med syredannende gneis. Versjon 2.4.
- Roncal-Herrero T, Rodriguez-Blanco JD, Oelkers EH, Benning LG (2011): The direct precipitation of rhabdophane (REEOO₄.nH₂O nano-rods from acidic aqueous solutions at 5-100 oC. Journal of Nanoparticle Research, 13, 4949-4062.
- Sánchez-España J (2008): Acid mine drainage in the Iberian Pyrite Belt: an overview with special emphasis on generation mechanisms, aqueous composition and associated mineral phases. *Macla* 10, 34-43.
- Sánchez-España J, Yusta I, López GA (2012): Schwertmannite to jarosite conversion in the water column of an acid mine pit lake. *Mineralogical Magazine*, 76 (7), 2659-2682.
- Sánchez-España J, Yusta , Burgos WD (2016): Geochemistry of dissolved aluminum at low pH: Hydrobasaluminite formation and interaction with trace metals, silica and microbial cells under anoxic conditions. *Chemical Geology*, 441, 124-137.
- Schartau AKL, Bækken T (2008): Økologiske vannkvalitetsmål i ferskvann - Forslag til nytt klassifiseringssystem for bunndyr. VANN-3-2008

- Statens vegvesen (2003a), Motorveg E18 Grimstad-Kristiansand. Parsell Grimstad grense-Gaupemyr/Tingsaker. Geologiske undersøkelser. Oppdrag I-279A rapport nr. 2.
- Statens vegvesen (2003b). Motorveg E18 Grimstad-Kristiansand. Parsell Gaupemyr-Kjerlingland. Geologiske undersøkelser. Oppdrag I-279A rapport nr. 3.
- Statens vegvesen (2003c). 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 (2012-2015): Nordic Road Water (NORWAT).
<https://www.vegvesen.no/fag/fokusomrader/forskning-innovasjon-og-utvikling/avsluttede-programmer-og-prosjekter/norwat>
- Stephens RN, Carron MK (1948): Simplified field test for distinguishing minerals by abrasion. *American Mineralogist* 33, 31-49.
- Swayze GA, Desborough GA, Smith KS, Lowers HA, Hammarstrom JM, Diehl SF, Leinz RW, Driscoll RL (2008): Chapter B: Understanding jarosite – From mine waste to Mars. In: *Understanding Contaminants Associated with Mineral Deposits*. PL Verplanck (ed). Circular 1328 U.S. Department of the Interior, U.S. Geological Survey.
- Torgersen, E., Hagelia, P., Svendby, K., Andersson, M., Granseth, A., van der Lelij, R., Schönenberger, J., Nordgulen, Ø., Bingen, B. and Dybdahl, E. N (2023): Old sulphates, modern problems – Jarosite formation during Early Cretaceous fault-controlled fluid circulation is the primary cause of acid-producing gneisses in SE Norway. *Norsk Geologisk Forening, Vinterkonferansen 2023*, 4-6 januar Trondheim. Abstract.
- Weiss H (2007): Calibration of heat generation measurements during accelerated sulphide oxidation in rock samples from known area of road construction; E 18 Grimstad - Kristiansand, Norway. Confidential report.
- Welch SA, Kirste D, Christy AG, Beavis FR, Beavis SG (2008): Jarosite dissolution II—Reaction kinetics, stoichiometry and acid flux. *Chemical Geology* 254, 73-86.
- Wærstad FM, Fjermestad H, Totland Ch, Børresen M, Slinde GAa, Hansen CB, Tønnesen E, Hagelia P, Erstad L, Baardvik G (2022): Utfordringer med svarte leirskifre; mellomlagring og blandmasser. *Fjellsprengningsteknikk, Bergmekanikk/Geoteknikk 2022*. 28.1-28.19.
- Zhao K, Guohua GU, Xiaohui W, Wu Y, Guanzhou QIU (2017): Study on the jarosite mediated by bioleaching of pyrrhotite using *Acidithiobacillus ferrooxidans*. *Biosci. J., Uberlândia*, 33, nr3, 721-729.

7 Vedlegg

Vedlegg 1 – Analyserapportar – vatn og partiklar

Analysar frå Ramboll Analytics:

Ramboll Analytics
Certificate
 Project: 1510001389/21

Date: 30.5.2014
 1/4



Statens vegvesen Vegdirektoratet
 Søndre Meland
 Postboks 8142 Dep
 0033 OSLO

Sample information:	Statens vegvesen Vegdirektoratet, Kjemiske analyser av kontaminert vegvann, sedimenter og p	
	Date of sampling:	8.5.2014
	Date of arrival:	14.5.2014
Sampling by:	Research started:	14.5.2014

Water analysis

	Git-1	Git-2	Git-3	GR-4	GR-5	Unit	Method
Sampling point							
Sample ID	14SL 03246	14SL 03247	14SL 03248	14SL 03249	14SL 03250		
ANALYSIS							
Pretreatment, filtration	ok	ok	ok	ok	ok		
Turbidity	3,1	2,4	7,9	18	30	NTU	RA2004*
pH	4,3	6,7	4,6	4,0	4,4		RA2000*
Alkalinity	<0,020	0,26	<0,020	<0,020	<0,020	mmol/l	RA2001*
Total Organic Carbon (TOC)	2,9	1,4	2,1	7,0	5,8	mg/l	RA2007*
Chloride (Cl)	80	12	50	28	24	mg/l	RA2018*
Fluoride (F)	0,42	0,17	0,28	0,31	0,23	µg/l	RA2018*
Sulphate (SO ₄)	230	30	140	150	160	mg/l	RA2018*
Nitrate (NO ₃)	2,9	3,3	2,9	<1,0	<1,0	mg/l	RA2018*
Ammonium (NH ₄)	0,015	0,013	0,012	<0,0060	0,076	mg/l	RA2046*
Metals 1 diss	ok	ok	ok	ok	ok		
Aluminium (Al)						µg/l	RA3000*
Aluminium (Al), diss	5500	11	1900	2800	3000	µg/l	RA3000*
Arsenic (As)						µg/l	RA3000*
Arsenic (As), diss	8,1	2,4	3,4	6,6	4,8	µg/l	RA3000*
Barium (Ba)						µg/l	RA3000*
Barium (Ba), diss	24	24	28	31	28	µg/l	RA3000*
Boron (B)						µg/l	RA3000*
Boron (B), diss	<20	<20	<20	<20	<20	µg/l	RA3000*
Mercury (Hg)						µg/l	RA3000*
Mercury (Hg), diss	<0,020	<0,020	<0,020	<0,020	<0,020	µg/l	RA3000*
Phosphorus (P)						µg/l	RA3000
Phosphorus (P), diss	<100	<100	<100	<100	<100	µg/l	RA3000
Cadmium (Cd)						µg/l	RA3000*
Cadmium (Cd), diss	0,37	0,075	0,25	0,34	0,62	µg/l	RA3000*
Potassium (K)						µg/l	RA3000*
Potassium (K), diss	4300	2100	3300	1000	3700	µg/l	RA3000*
Calcium (Ca)						µg/l	RA3000*
Calcium (Ca), diss	39000	13000	27000	19000	29000	µg/l	RA3000*
Cobalt (Co)						µg/l	RA3000*
Cobalt (Co), diss	56	4,2	32	15	22	µg/l	RA3000*
Chromium (Cr)						µg/l	RA3000*
Chromium (Cr), diss	4,8	4,0	4,1	4,4	3,6	µg/l	RA3000*
Copper (Cu)						µg/l	RA3000*

The results apply solely to the samples analysed. The certificate may only be copied as whole.

Ramboll Analytics
 Niemankatu 73, FI-15140 Lahti
 Kilberinkuja 2, FI-01600 Vantaa

Tel +358 20 735 611
 Business ID 0101197-5

www.ramboll-analytics.fi
 Domicile Espoo



Certificate

2/4

Project: 1510001389/21

	14SL 03246	14SL 03247	14SL 03248	14SL 03249	14SL 03250	Unit	Method
Copper (Cu), diss	23	1,3	13	3,5	3,9	µg/l	RA3000*
Lead (Pb)						µg/l	RA3000*
Lead (Pb), diss	0,54	<0,50	<0,50	<0,50	<0,50	µg/l	RA3000*
Magnesium (Mg)						µg/l	RA3000*
Magnesium (Mg), diss	13000	2800	8200	6200	7400	µg/l	RA3000*
Manganese (Mn)						µg/l	RA3000*
Manganese (Mn), diss	750	160	480	340	490	µg/l	RA3000*
Molybdenum (Mo)						µg/l	RA3000*
Molybdenum (Mo), diss	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	µg/l	RA3000*
Sodium (Na)						µg/l	RA3000*
Sodium (Na), diss	53000	6800	31000	15000	15000	µg/l	RA3000*
Nickel (Ni)						µg/l	RA3000*
Nickel (Ni), diss	120	12	73	39	50	µg/l	RA3000*
Silicon (Si)						µg/l	RA3000
Silicon (Si), diss	8500	3500	6100	1300	3300	µg/l	RA3000
Iron (Fe)						µg/l	RA3000*
Iron (Fe), diss	200	18	65	120	110	µg/l	RA3000*
Sulfur (S)						µg/l	RA3000
Sulfur (S), diss	61000	9000	37000	30000	40000	µg/l	RA3000
Zinc (Zn)						µg/l	RA3000*
Zinc (Zn), diss	110	14	93	57	69	µg/l	RA3000*
Strontium (Sr)						µg/l	RA3000
Strontium (Sr), diss.	120	65	93	100	140	µg/l	RA3000
Tin (Sn)						µg/l	RA3000*
Tin (Sn), diss	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	µg/l	RA3000*
Thorium (Th)						µg/l	RA3000
Thorium (Th), diss.	<0,20	<0,20	<0,20	<0,20	<0,20	µg/l	RA3000
Uranium (U)						µg/l	RA3000*
Uranium (U), diss	3,9	0,17	2,0	0,34	0,63	µg/l	RA3000*
Vanadium (V)						µg/l	RA3000*
Vanadium (V), diss	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	µg/l	RA3000*

Water analyce

			Unit	Method
Sampling point	GLA-1	SKO-1		
Sample ID	14SL 03251	14SL 03252		
ANALYSIS				
Pretreatment, filtration		ek		
Turbidity	1,6	1,3	NTU	RA2024*
pH	6,4	5,1		RA2000*
Alkalinity	0,099	<0,020	mmol/l	RA2001*
Total Organic Carbon (TOC)	2,0	3,6	mg/l	RA2007*
Chloride (Cl)	28	35	mg/l	RA2018*
Fluoride (F)	0,36	0,27	µg/l	RA2018*
Sulphate (SO ₄)	42	40	mg/l	RA2018*
Nitrate (NO ₃)	1,4	<1,0	mg/l	RA2018*
Ammonium (NH ₄)	<0,0060	0,079	mg/l	RA2046*
Metals 1 diss		ek		
Aluminium (Al)	480		µg/l	RA3000*
Aluminium (Al), diss		380	µg/l	RA3000*
Arsenic (As)	<1,0		µg/l	RA3000*

The results apply solely to the samples analyzed. The certificate may only be copied as whole.

	145L 03251	145L 03252	Unit	Method
Arsenic (As), diss		5,5	µg/l	RA3000*
Barium (Ba)	12		µg/l	RA3000*
Barium (Ba), diss		11	µg/l	RA3000*
Boron (B)	<20		µg/l	RA3000*
Boron (B), diss		<20	µg/l	RA3000*
Mercury (Hg)	<0,020		µg/l	RA3000*
Mercury (Hg), diss		<0,020	µg/l	RA3000*
Phosphorus (P)	<100		µg/l	RA3000
Phosphorus (P), diss		<100	µg/l	RA3000
Cadmium (Cd)	0,43		µg/l	RA3000*
Cadmium (Cd), diss		0,41	µg/l	RA3000*
Potassium (K)	2100		µg/l	RA3000*
Potassium (K), diss		1600	µg/l	RA3000*
Calcium (Ca)	13000		µg/l	RA3000*
Calcium (Ca), diss		11000	µg/l	RA3000*
Cobalt (Co)	3,3		µg/l	RA3000*
Cobalt (Co), diss		3,1	µg/l	RA3000*
Chromium (Cr)	<1,0		µg/l	RA3000*
Chromium (Cr), diss		2,9	µg/l	RA3000*
Copper (Cu)	2,5		µg/l	RA3000*
Copper (Cu), diss		2,9	µg/l	RA3000*
Lead (Pb)	<0,50		µg/l	RA3000*
Lead (Pb), diss		1,1	µg/l	RA3000*
Magnesium (Mg)	2500		µg/l	RA3000*
Magnesium (Mg), diss		1800	µg/l	RA3000*
Manganese (Mn)	240		µg/l	RA3000*
Manganese (Mn), diss		140	µg/l	RA3000*
Molybdenum (Mo)	<1,0		µg/l	RA3000*
Molybdenum (Mo), diss		<1,0	µg/l	RA3000*
Sodium (Na)	17000		µg/l	RA3000*
Sodium (Na), diss		20000	µg/l	RA3000*
Nickel (Ni)	6,9		µg/l	RA3000*
Nickel (Ni), diss		8,4	µg/l	RA3000*
Silicon (Si)	2600		µg/l	RA3000
Silicon (Si), diss		1800	µg/l	RA3000
Iron (Fe)	55		µg/l	RA3000*
Iron (Fe), diss		54	µg/l	RA3000*
Sulfur (S)	13000		µg/l	RA3000
Sulfur (S), diss		11000	µg/l	RA3000
Zinc (Zn)	66		µg/l	RA3000*
Zinc (Zn), diss		72	µg/l	RA3000*
Strontium (Sr)	35		µg/l	RA3000
Strontium (Sr), diss.		35	µg/l	RA3000
Tin (Sn)	<1,0		µg/l	RA3000*
Tin (Sn), diss		<1,0	µg/l	RA3000*
Thorium (Th)	<0,20		µg/l	RA3000
Thorium (Th), diss.		<0,20	µg/l	RA3000
Uranium (U)	1,8		µg/l	RA3000*
Uranium (U), diss		1,6	µg/l	RA3000*
Vanadium (V)	<1,0		µg/l	RA3000*
Vanadium (V), diss		<1,0	µg/l	RA3000*

The results apply solely to the samples analyzed. The certificate may only be copied as whole.

Ramboll Analytics

Date: 30.5.2014

RAMBOLL

Certificate

4/4

Project: 1510001389/21

* Method is accredited by the DINAS. Uncertainty of measurement is reported if requested.

Ramboll Analytics



Sami Tyrväinen
M.Sc., chemist, +358 50 434 4092

The certificate has been accepted electronically.

More info: This certificate replaces the certificate, which has reported earlier (date 27.05.14). Reason: the results of the silicon was added to the samples.

Delivery: per.hagella@vegvesen.no

Certificate

Project: 1510001389/23

Statens vegvesen Vegdirektoratet
Søndre Meland
Postboks 8142 Dep
0033 OSLO

Sample information: Statens vegvesen Vegdirektoratet, Kjemiske analyser av kontaminert vegvann, sedimenter og p

Date of sampling:

Date of arrival: 14.5.2014

Sampling by:

Research started: 14.5.2014

Water analyce

	M20-1	M20-2	M20-3	M20-4	M17-1	Unit	Method
Sampling point	M20-1	M20-2	M20-3	M20-4	M17-1		
Sample ID	145L 03253	145L 03254	145L 03255	145L 03256	145L 03258		
ANALYSIS							
Pretreatment, filtration	ok	ok	ok	ok			
Turbidity	16	2,9	4,2	0,95	0,20	NTU	RA2024*
pH	5,0	5,0	6,8	7,2	4,6		RA2000*
Alkalinity	<0,020	<0,020	0,41	0,62	<0,020	mmol/l	RA2001*
Total Organic Carbon (TOC)	2,9	2,4	3,2	2,6	2,4	mg/l	RA2007*
Chloride (Cl)	11	11	31	21	50	mg/l	RA2018*
Fluoride (F)	1,1	1,0	0,34	0,65	0,54	µg/l	RA2018*
Sulphate (SO ₄)	810	760	210	390	290	mg/l	RA2018*
Nitrate (NO ₃)	2,4	2,4	3,3	3,0	3,8	mg/l	RA2018*
Ammonium (NH ₄)	0,49	0,47	0,30	0,089	0,046	mg/l	RA2046*
Metals 1					ok		
Metals 1 diss	ok	ok	ok	ok			
Aluminium (Al)					3600	µg/l	RA3000*
Aluminium (Al), diss	1600	1400	22	32		µg/l	RA3000*
Arsenic (As)					2,8	µg/l	RA3000*
Arsenic (As), diss	5,0	4,3	<1,0	<1,0		µg/l	RA3000*
Barium (Ba)					16	µg/l	RA3000*
Barium (Ba), diss	22	23	20	20		µg/l	RA3000*
Boron (B)					<20	µg/l	RA3000*
Boron (B), diss	<20	<20	<20	<20		µg/l	RA3000*
Mercury (Hg)					<0,020	µg/l	RA3000*
Mercury (Hg), diss	<0,020	<0,020	<0,020	<0,020		µg/l	RA3000*
Phosphorus (P)					<100	µg/l	RA3000
Phosphorus (P), diss	<100	<100	<100	<100		µg/l	RA3000
Cadmium (Cd)					0,92	µg/l	RA3000*
Cadmium (Cd), diss	1,2	1,1	0,32	0,41		µg/l	RA3000*
Potassium (K)					4200	µg/l	RA3000*
Potassium (K), diss	11000	11000	3900	6200		µg/l	RA3000*
Calcium (Ca)					64000	µg/l	RA3000*
Calcium (Ca), diss	200000	190000	60000	120000		µg/l	RA3000*
Cobalt (Co)					32	µg/l	RA3000*
Cobalt (Co), diss	71	70	12	12		µg/l	RA3000*
Chromium (Cr)					<1,0	µg/l	RA3000*
Chromium (Cr), diss	3,1	2,8	2,5	2,0		µg/l	RA3000*

The results apply solely to the samples analyzed. The certificate may only be copied as whole.

Certificate

2/4

Project: 1510001389/23

	14SL 03253	14SL 03254	14SL 03255	14SL 03256	14SL 03258	Unit	Method
Copper (Cu)					19	µg/l	RA3000*
Copper (Cu), diss	9,0	7,8	2,7	1,8		µg/l	RA3000*
Lead (Pb)					0,55	µg/l	RA3000*
Lead (Pb), diss	0,62	0,58	<0,50	<0,50		µg/l	RA3000*
Magnesium (Mg)					10000	µg/l	RA3000*
Magnesium (Mg), diss	50000	50000	12000	26000		µg/l	RA3000*
Manganese (Mn)					580	µg/l	RA3000*
Manganese (Mn), diss	1600	1600	290	320		µg/l	RA3000*
Molybdenum (Mo)					<1,0	µg/l	RA3000*
Molybdenum (Mo), diss	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0		µg/l	RA3000*
Sodium (Na)					29000	µg/l	RA3000*
Sodium (Na), diss	15000	15000	27000	19000		µg/l	RA3000*
Nickel (Ni)					76	µg/l	RA3000*
Nickel (Ni), diss	210	210	44	63		µg/l	RA3000*
Silicon (Si)					6100	µg/l	RA3000
Silicon (Si), diss	6500	6600	3600	3700		µg/l	RA3000
Iron (Fe)					55	µg/l	RA3000*
Iron (Fe), diss	40	140	15	33		µg/l	RA3000*
Sulfur (S)					71000	µg/l	RA3000
Sulfur (S), diss	260000	260000	64000	130000		µg/l	RA3000
Zinc (Zn)					160	µg/l	RA3000*
Zinc (Zn), diss	470	470	97	110		µg/l	RA3000*
Strontium (Sr)					250	µg/l	RA3000
Strontium (Sr), diss	870	870	260	500		µg/l	RA3000
Tin (Sn)					<1,0	µg/l	RA3000*
Tin (Sn), diss	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0		µg/l	RA3000*
Thorium (Th)					<0,20	µg/l	RA3000
Thorium (Th), diss	<0,20	<0,20	<0,20	<0,20		µg/l	RA3000
Uranium (U)					27	µg/l	RA3000*
Uranium (U), diss	15	13	1,3	6,3		µg/l	RA3000*
Vanadium (V)					<1,0	µg/l	RA3000*
Vanadium (V), diss	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0		µg/l	RA3000*

Water analysis

	M17-2	M17-3	M17-4	M17-5	Unit	Method
Sampling point	M17-2	M17-3	M17-4	M17-5		
Sample ID	14SL 03259	14SL 03260	14SL 03261	14SL 03262		
ANALYSIS						
Pretreatment, filtration				ok		
Turbidity	1,0	1,0	<0,20	10	NTU	RA2024*
pH	4,6	7,3	7,6	7,5		RA2000*
Alkalinity	<0,020	1,2	1,2	1,2	mmol/l	RA2001*
Total Organic Carbon (TOC)	2,4	4,3	2,9	2,4	mg/l	RA2007*
Chloride (Cl)	53	31	48	53	mg/l	RA2018*
Fluoride (F)	0,59	0,22	0,51	0,69	µg/l	RA2018*
Sulphate (SO4)	400	110	260	300	mg/l	RA2018*
Nitrate (NO3)	4,2	2,1	3,9	4,5	mg/l	RA2018*
Ammonium (NH4)	0,13	0,058	0,024	0,026	mg/l	RA2046*
Metals 1	ok	ok	ok			
Metals 1 diss				ok		
Aluminium (Al)	5100	220	62		µg/l	RA3000*

The results apply solely to the samples analyzed. The certificate may only be copied as whole.

Certificate

3/4

Project: 1510001389/23

	14SL 03259	14SL 03260	14SL 03261	14SL 03262	Unit	Method
Aluminium (Al), diss				24	µg/l	RA3000*
Arsenic (As)	3,5	<1,0	<1,0		µg/l	RA3000*
Arsenic (As), diss				1,1	µg/l	RA3000*
Barium (Ba)	18	15	17		µg/l	RA3000*
Barium (Ba), diss				17	µg/l	RA3000*
Boron (B)	<20	<20	<20		µg/l	RA3000*
Boron (B), diss				<20	µg/l	RA3000*
Mercury (Hg)	<0,020	<0,020	<0,020		µg/l	RA3000*
Mercury (Hg), diss				<0,020	µg/l	RA3000*
Phosphorus (P)	<100	<100	<100		µg/l	RA3000
Phosphorus (P), diss				<100	µg/l	RA3000
Cadmium (Cd)	0,95	0,14	0,41		µg/l	RA3000*
Cadmium (Cd), diss				0,69	µg/l	RA3000*
Potassium (K)	5000	2800	4600		µg/l	RA3000*
Potassium (K), diss				5000	µg/l	RA3000*
Calcium (Ca)	84000	55000	110000		µg/l	RA3000*
Calcium (Ca), diss				110000	µg/l	RA3000*
Cobalt (Co)	40	4,0	14		µg/l	RA3000*
Cobalt (Co), diss				19	µg/l	RA3000*
Chromium (Cr)	<1,0	<1,0	<1,0		µg/l	RA3000*
Chromium (Cr), diss				2,3	µg/l	RA3000*
Copper (Cu)	24	2,8	2,3		µg/l	RA3000*
Copper (Cu), diss				3,0	µg/l	RA3000*
Lead (Pb)	0,77	<0,50	<0,50		µg/l	RA3000*
Lead (Pb), diss				<0,50	µg/l	RA3000*
Magnesium (Mg)	14000	6300	13000		µg/l	RA3000*
Magnesium (Mg), diss				15000	µg/l	RA3000*
Manganese (Mn)	840	110	370		µg/l	RA3000*
Manganese (Mn), diss				490	µg/l	RA3000*
Molybdenum (Mo)	<1,0	<1,0	<1,0		µg/l	RA3000*
Molybdenum (Mo), diss				<1,0	µg/l	RA3000*
Sodium (Na)	31000	19000	29000		µg/l	RA3000*
Sodium (Na), diss				31000	µg/l	RA3000*
Nickel (Ni)	92	14	45		µg/l	RA3000*
Nickel (Ni), diss				61	µg/l	RA3000*
Silicon (Si)	7400	2800	3700		µg/l	RA3000
Silicon (Si), diss				4100	µg/l	RA3000
Iron (Fe)	310	170	43		µg/l	RA3000*
Iron (Fe), diss				10	µg/l	RA3000*
Sulfur (S)	93000	34000	80000		µg/l	RA3000
Sulfur (S), diss				92000	µg/l	RA3000
Zinc (Zn)	170	15	42		µg/l	RA3000*
Zinc (Zn), diss				62	µg/l	RA3000*
Strontium (Sr)	320	230	340		µg/l	RA3000
Strontium (Sr), diss				350	µg/l	RA3000
Tin (Sn)	<1,0	<1,0	<1,0		µg/l	RA3000*
Tin (Sn), diss				<1,0	µg/l	RA3000*
Thorium (Th)	<0,20	<0,20	<0,20		µg/l	RA3000
Thorium (Th), diss				<0,20	µg/l	RA3000
Uranium (U)	39	8,3	20		µg/l	RA3000*
Uranium (U), diss				21	µg/l	RA3000*
Vanadium (V)	<1,0	<1,0	<1,0		µg/l	RA3000*
Vanadium (V), diss				<1,0	µg/l	RA3000*

The results apply solely to the samples analyzed. The certificate may only be copied as whole.

Ramboll Analytics

Certificate

Project: 1510001389/23

Date: 30.5.2014

4/4

RAMBOLL

14SL 03259	14SL 03260	14SL 03261	14SL 03262
---------------	---------------	---------------	---------------

Unit

Method

* Method is accredited by the FINAS. Uncertainty of measurement is reported if requested.

Ramboll Analytica



Sami Tyrväinen
M.Sc., chemist, +358 50 434 4092

The certificate has been accepted electronically.

More info: This certificate replaces the certificate, which has reported earlier (date 27.05.14). Reason: the results of the silicon was added to the samples.

Delivery per.hägella@vegvesen.no

Certificate

Project: 1510001389/22

Statens vegvesen Vegdirektoratet
Søndre Meland
Postboks 8142 Dep
0033 OSLO

Sample information:	Statens vegvesen Vegdirektoratet, Kjemiske analyser av kontaminert vegvann, sedimenter og p		
	Date of sampling:	8.5.2014	
	Date of arrival:	14.5.2014	
Sampling by:	Research started:	14.5.2014	

Results

					Unit	Method
Sampling point	Git-1	Git-4	Git-5	M17-5		
Sample ID	1455	1455	1455	1455		
	00924	00925	00926	00928		
ANALYSIS						
Pretreatment, filtration	ok	ok	ok	ok		
Pretreatment, microwave oven (HNO ₃ /HF)	ok	ok	ok	ok		RA3009
Metals 1	ok	ok	ok	ok		
Aluminium (Al)	62000	14000	17000	50000	mg/kg dw	RA3000
Arsenic (As)	13	<10	<10	27	mg/kg dw	RA3000
Barium (Ba)	400	130	150	32	mg/kg dw	RA3000
Mercury (Hg)	<0,50	<0,50	<0,50	<0,50	mg/kg dw	RA3000
Phosphorus (P)	<5000	<5000	<5000	<5000	mg/kg dw	RA3000
Cadmium (Cd)	430	<1,0	<1,0	2,7	mg/kg dw	RA3000
Potassium (K)	20000	5000	12000	2100	mg/kg dw	RA3000
Calcium (Ca)	41000	9000	9200	320000	mg/kg dw	RA3000
Cobalt (Co)	16	<5,0	7,3	61	mg/kg dw	RA3000
Chromium (Cr)	32	16	33	<10	mg/kg dw	RA3000
Copper (Cu)	98	35	44	260	mg/kg dw	RA3000
Lead (Pb)	34	16	32	<10	mg/kg dw	RA3000
Magnesium (Mg)	8900	2600	2200	4000	mg/kg dw	RA3000
Manganese (Mn)	460	120	240	640	mg/kg dw	RA3000
Molybdenum (Mo)	<20	<20	<20	<20	mg/kg dw	RA3000
Sodium (Na)	17000	2700	7000	2600	mg/kg dw	RA3000
Nickel (Ni)	28	30	<20	160	mg/kg dw	RA3000
Silicon (Si)	160000	52000	95000	38000	mg/kg dw	RA3000
Iron (Fe)	87000	45000	89000	8500	mg/kg dw	RA3000
Zinc (Zn)	100	47	62	1500	mg/kg dw	RA3000
Strontium (Sr)	140	47	44	1100	mg/kg dw	RA3000
Tin (Sn)	<10	<10	<10	<10	mg/kg dw	RA3000
Thorium (Th)	41	<10	<10	<10	mg/kg dw	RA3000
Uranium (U)	50	6,1	13	260	mg/kg dw	RA3000
Vanadium (V)	84	16	64	<10	mg/kg dw	RA3000

The results apply solely to the samples analyzed. The certificate may only be copied as whole.

Ramboll Analytics



Sami Tyrväinen
 H.Sc., chemist, +358 50 434 4092

The certificate has been accepted electronically.

More info This certificate replaces the certificate, which has reported earlier (date 28.05.14). Reason: the results of the silicon was added to the samples.

Delivery per.hagella@vegvesen.no

Aluminiumutfelling (fast fase) M20-precip. Vassprøve M20-2 renner over denne.

Statens vegvesen Vegdirektoratet
 Søndre Meland
 Postboks 8142 Dep
 0033 OSLO

Sample information: Statens vegvesen Vegdirektoratet, Kjemiske analyser av kontaminert vegvann, sedimenter og
Reference: Prosjektnummer 603245/ Synnøve Adelheid Myre **Date of sampling:**
Date of arrival: 18.8.2014
Research started: 18.8.2014
Sampling by:

Results

			Unit	Method
Sampling point	6670, filterpartikler	M20-precip		
Sample ID	14-S-0117	1455-01733		
ANALYSIS				
Pretreatment, filtration	ok	ok		
Pretreatment, microwave oven (HNO ₃ /HF)	ok	ok		RA3009
Metals 1	ok	ok		
Aluminium (Al)	9200	46000	mg/kg	RA3000
Arsenic (As)	26	1,1	mg/kg	RA3000*
Barium (Ba)	27	<1,0	mg/kg	RA3000
Boron (B)	11	<20	mg/kg	RA3000
Mercury (Hg)	<0,10	<0,10	mg/kg	RA3000*
Phosphorus (P)	17	<100	mg/kg	RA3000
Cadmium (Cd)	<0,20	<0,20	mg/kg	RA3000*
Potassium (K)	56	<100	mg/kg	RA3000
Calcium (Ca)	1000	110	mg/kg	RA3000
Cobalt (Co)	<1,0	1,0	mg/kg	RA3000*
Chromium (Cr)	2,	14	mg/kg	RA3000*
Copper (Cu)	<3,0	14	mg/kg	RA3000*
Lead (Pb)	39	5,6	mg/kg	RA3000*
Magnesium (Mg)	230	<100	mg/kg	RA3000
Manganese (Mn)	38	8,1	mg/kg	RA3000*
Molybdenum (Mo)	<1,0	4,4	mg/kg	RA3000
Sodium (Na)	940	<100	mg/kg	RA3000
Nickel (Ni)	<1,0	7,8	mg/kg	RA3000*
Silicon (Si)	2300	30000	mg/kg	RA3000
Iron (Fe)	12000	24000	mg/kg	RA3000*
Sulfur (S)	26	54000	mg/kg	RA3000
Zinc (Zn)	17	19	mg/kg	RA3000*
Strontium (Sr)	67	<5,0	mg/kg	RA3000
Thorium (Th)	<1,0	<1,0	mg/kg dw	RA3000
Uranium (U)	11	170	mg/kg	RA3000
Vanadium (V)	3,	5,1	mg/kg	RA3000*

The results apply solely to the samples analyzed. The certificate may only be copied as whole.

Ramboll Analytics

Certificate

Project: 1510001389/28

Date: 28.8.2014

2/2



* Method is accredited by the FINAS. Uncertainty of measurement is reported if requested.

Ramboll Analytics

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Ilpo Lahdelma".

Ilpo Lahdelma
M.Sc., Chemist, +358 40 074 5295

The certificate has been accepted electronically.

Delivery per.hagelia@vegvesen.no

pH-test utført ved Geologisk laboratorium – Veglaboratoriet (2005):

pH-test - Feltprøver				
	Prøve 1	Prøve 2	Prøve 3	Prøve 4
Tid (min)	Oksidert pyritt	Forvitra gneis	Forvitra gneis	Jarosittrik skorpe
10	4,5	4,2	4,2	3
30	4	4,2	4,2	2,5
60	4	4,2	4,2	2,5
540	4	4	3,9	2,2
1400	3,9	4	3,9	2,2

pH-test på mineralseparat (125-250 mikrometer)					
	Prøve 2469	Prøve 2470	Prøve 2471	Prøve 2472	Prøve 2475
Tid (min)	Frisk po	Svakt forvitra po	Forvitra po m/jarositt	Forvitra po m/jarositt?	Forvitra po
10	4,5	4,5	4,2	4,2	4,2
30	4,2	4,2	4,2	3,9	4,2
90	4,2	4,2	4,2	3,9	4,2
450	4,2	4,2	4,2	3,9	4
1260	4	4,2	3,9	3,9	3,9

pH-test på handplukka materiale				
	Prøve 2477	Prøve 2478	Prøve 2650	Prøve 2651
Tid (min)	Forvitra/litt jarositt	Forvitra/jarositt	Frå sprekk	Frå sprekk
			Oksidert py	Frisk py
10	4,2	4,2	4,2	3,5
30	4,2	4,2	4,2	3
90	4	4	4	2,5
450	3,9	4	3,9	2,5
1260	3,5	3,9	3,9	2,5

po = pyrrhotitt (i foliasjon)

py = pyritt (på sprekker)

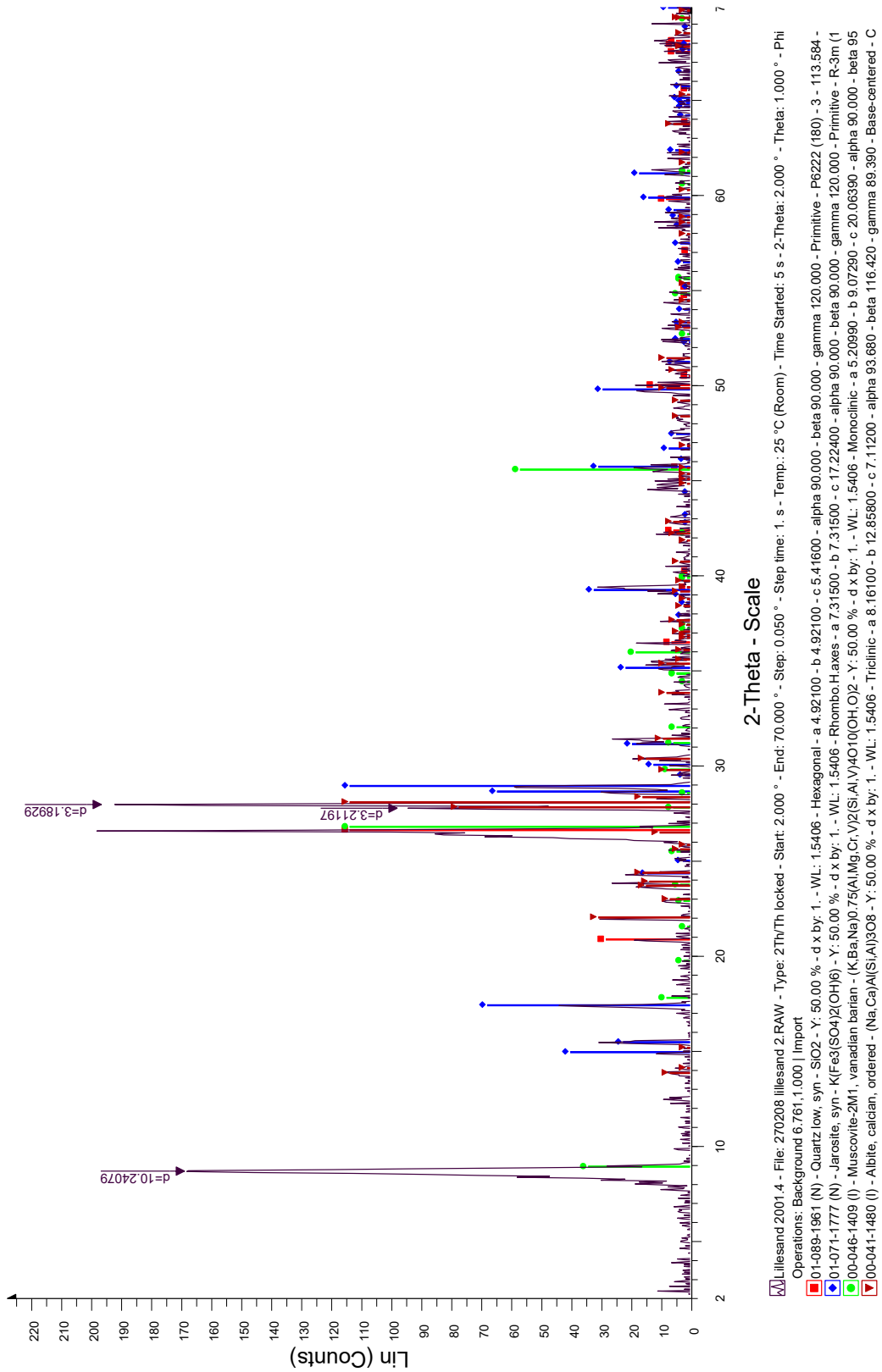
Vedlegg 2 – Mineralidentifikasjon med XRD

Kirkemyr

Handplukka forvitningsprodukt testa for pH reaksjon til 1400 minutt.

Prøve 4: Jarositt, kvarts, muskovitt og plagioklas, samt uidentifisert leirmineral. Gav pH = 2,2.

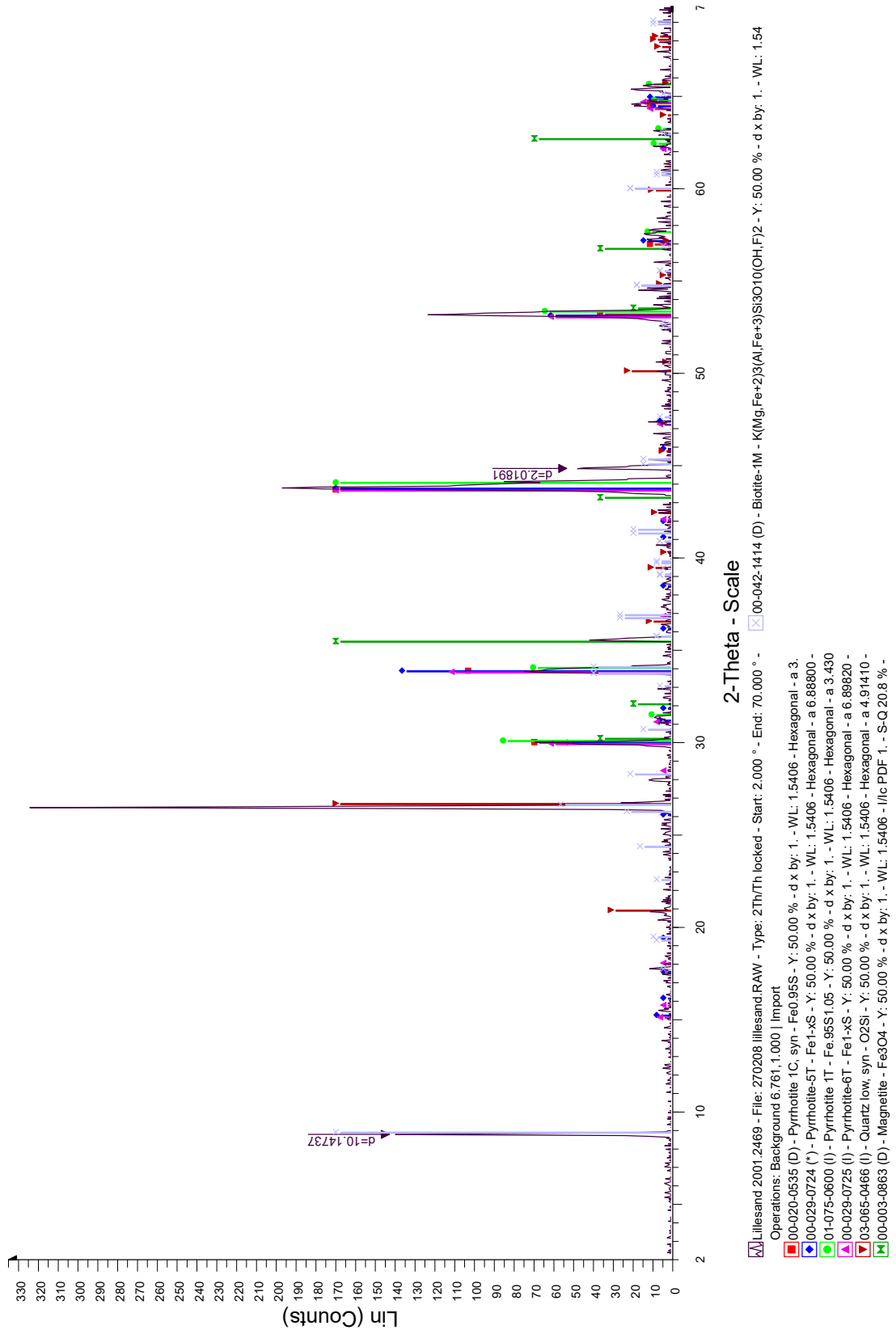
Lillesand 2001.4



Mineralseparat av sulfidmineral og handplukka småprøver testa for pH-reaksjon til 1260 minutt. Prøvenummer frå IFE (2002). Diffraktogramma viser at sulfidseparata inneheld litt fleire mineral.

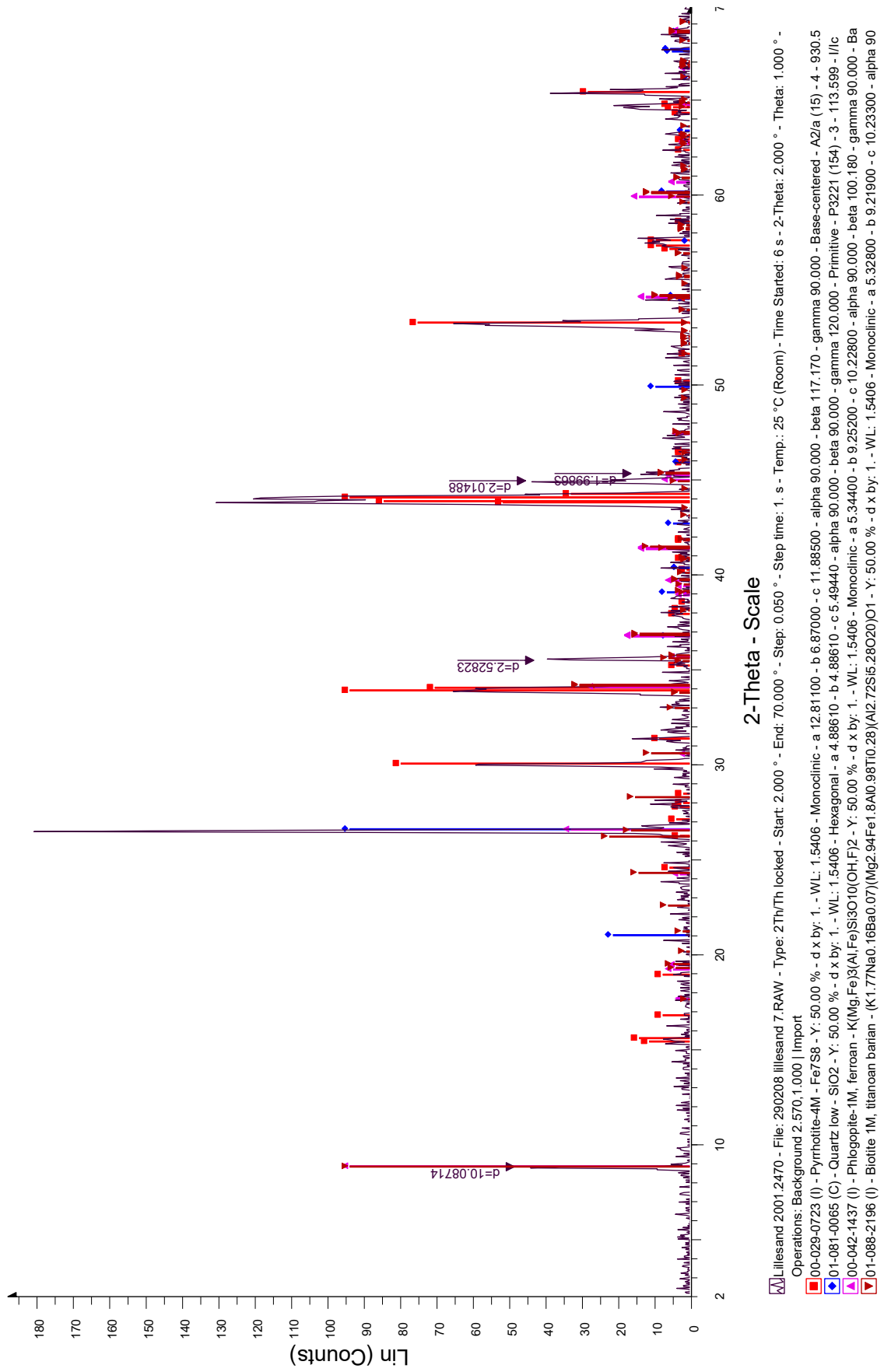
Prøve 2469: Frisk heksagonal pyrrhotitt med innslag av magnetitt, kvarts, biotitt og eit uidentifisert sjiktsilikat. Heksagonal pyrrhotitt er mindre reaktiv enn monoklin pyrrhotitt. Gav pH = 4,0.

Lillesand 2001.2469



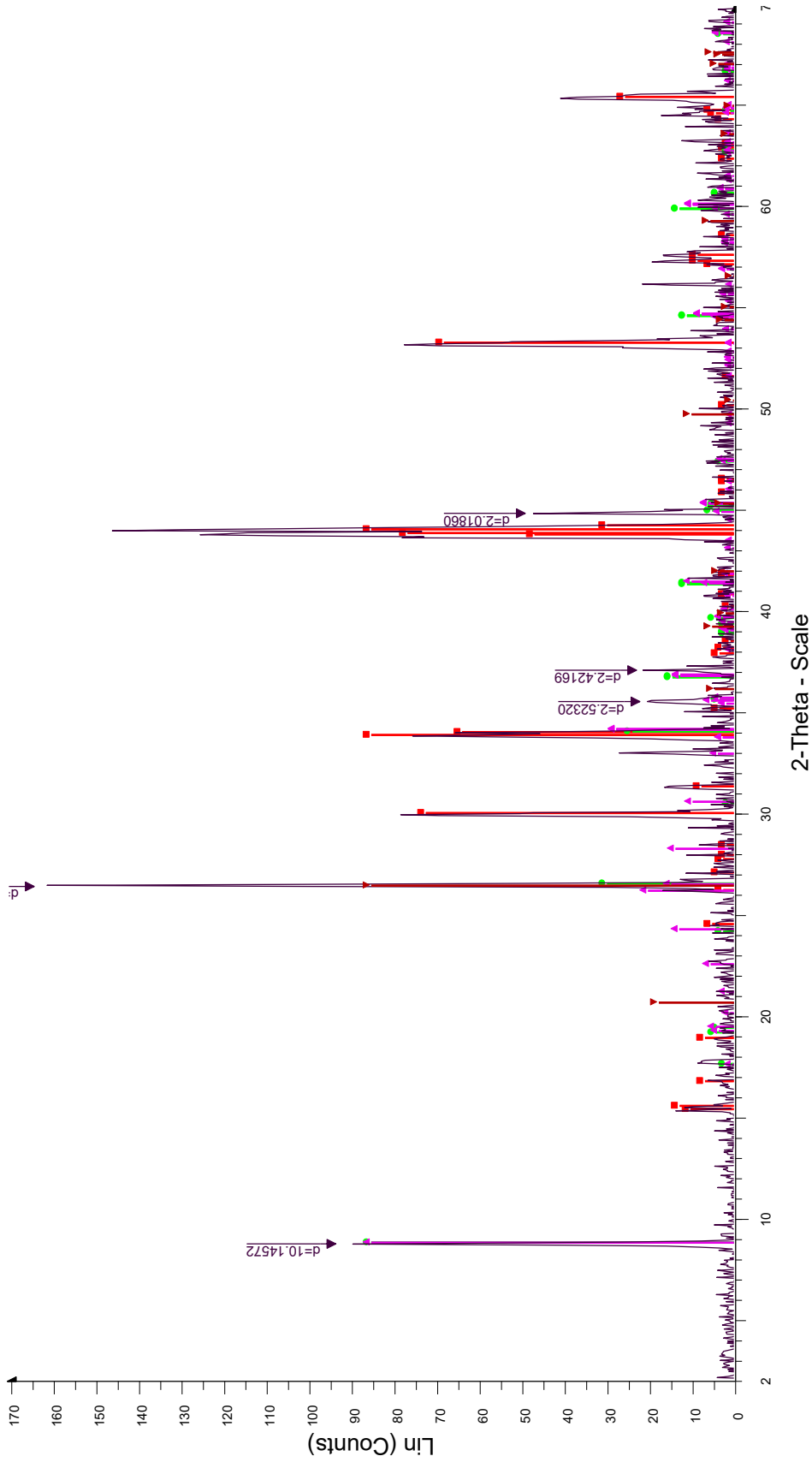
Prøve 2470. Relativt frisk monoklin pyrrhotitt med innslag av magnetitt, biotitt og kvarts. Gav pH = 4,2.

Lillesand 2001.2470



Prøve 2471: Monoklin pyrrhotitt frå sterkt forvittra frå muskovittførande gneis med flogopitt. – meir reaktiv pyrrhotitt med litt kvarts, flogopitt og biotitt i separatet, gav pH = 3,9

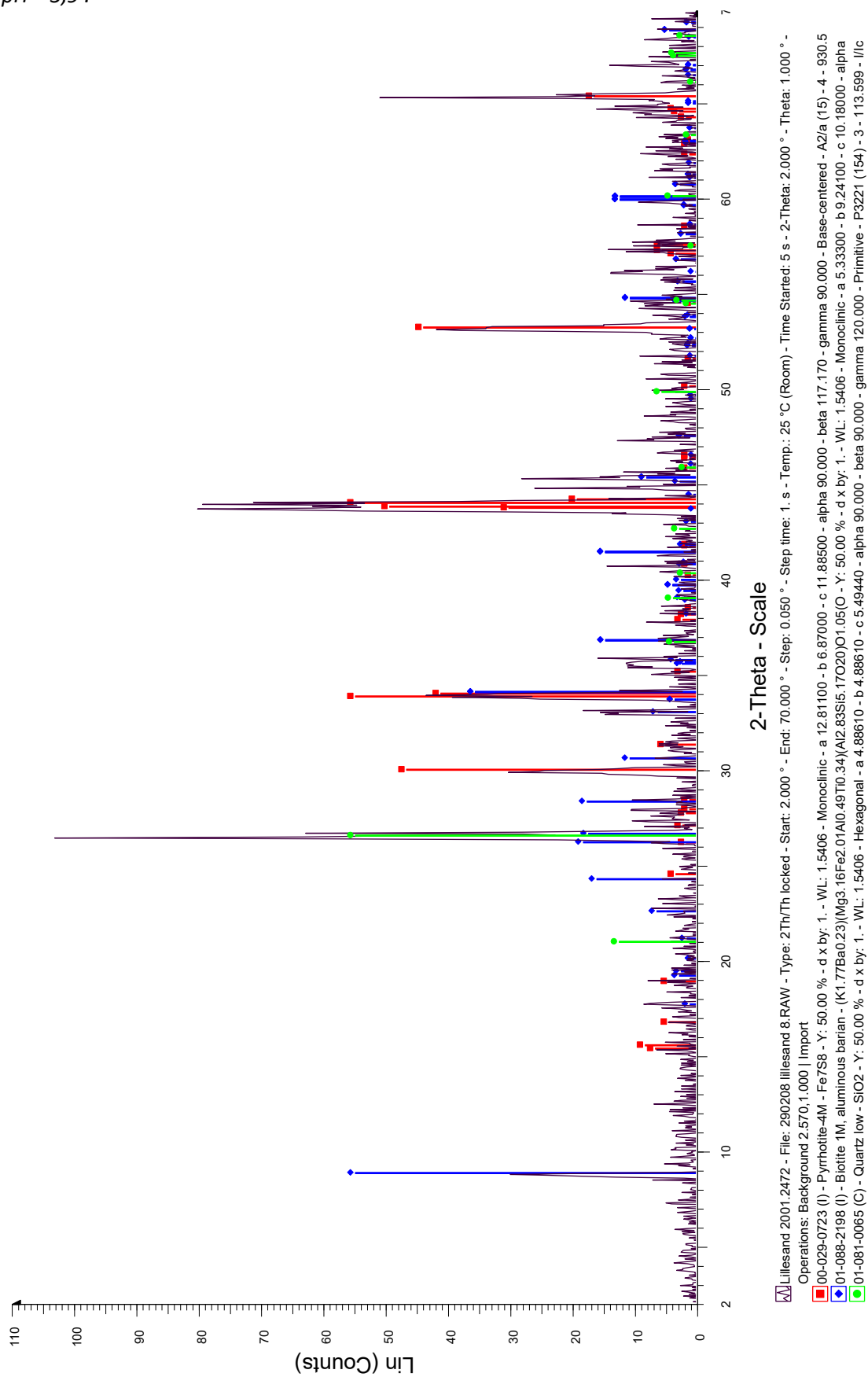
Lillesand 2001.2471



Lillesand 2001.2471 - File: 270208 lillesand 5.RAW - Type: 2Th/Th locked - Start: 2.000 ° - End: 70.000 ° - Step: 0.050 ° - Step time: 1. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 7 s - 2-Theta: 2.000 ° - Theta: 1.000 ° - Operations: Background 2.570,1.000 | Import
 [red square] 00-029-0723 (I) - Pyrrhotite-4M - Fe7S8 - Y: 50.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Monoclinic - a 12.81100 - b 6.67000 - c 11.88500 - alpha 90.000 - beta 117.170 - gamma 90.000 - Base-centered - A2/a (15) - 4 - 930.5
 [green circle] 00-042-1437 (I) - Phlogopite-1M; ferroan - K(Mg,Fe)3(Al,Fe)Si3O10(OH,F)2 - Y: 50.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Monoclinic - a 5.34400 - b 9.25200 - c 10.22800 - alpha 90.000 - beta 100.180 - gamma 90.000 - Ba
 [purple triangle] 01-088-2198 (I) - Biotite 1M; titanian barian - (K1.77Na0.16Ba0.07)Mg2.94Fe1.8A10.98Ti0.28(A12.72Si5.28O20)O1 - Y: 50.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Monoclinic - a 5.32800 - b 9.21900 - c 10.23300 - alpha 90
 [red inverted triangle] 01-083-2187 (D) - Quartz - SiO2 - Y: 50.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Hexagonal - a 4.96500 - b 4.96500 - c 5.42400 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - P3121 (152) - 3 - 115.795 - I/c PDF

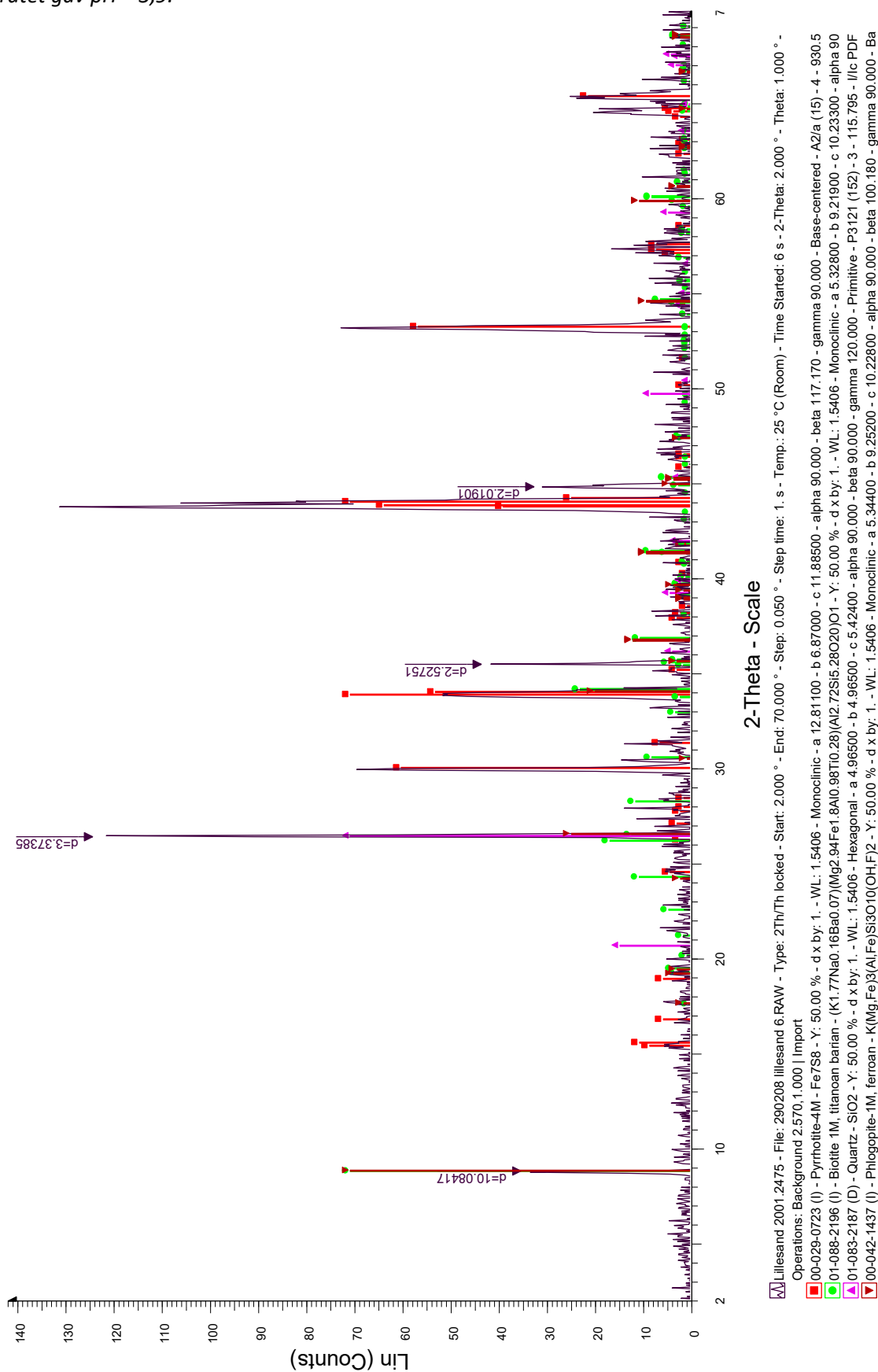
Prøve 2472. Monoklin pyrrhotitt frå sterkt forvittra muskovittrik gneis, med kvarts og biotitt.
 Gav pH = 3,9.

Lillesand 2001.2472



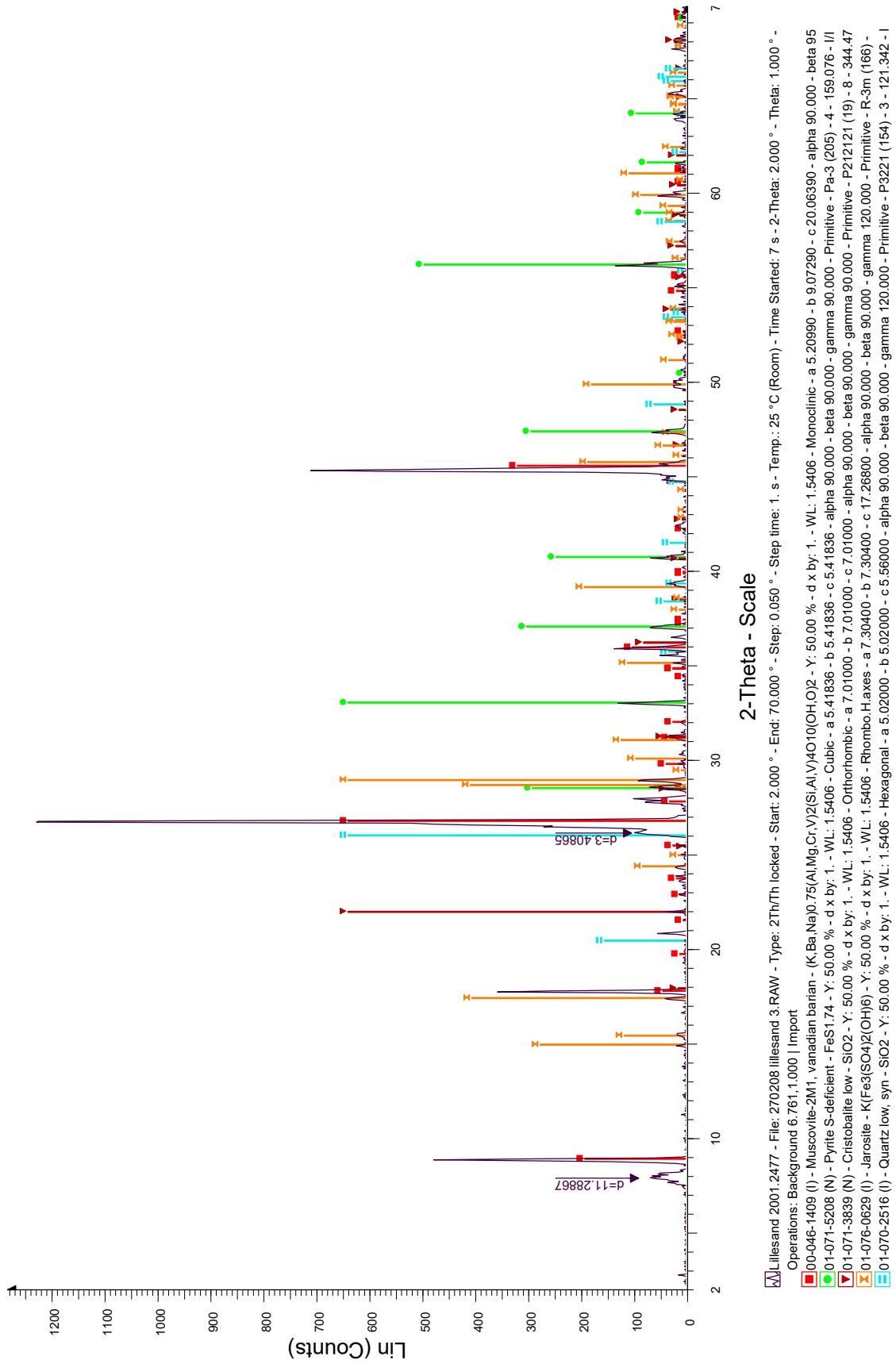
Prøve 2475. Monoklin pyrrhotitt frå forvitra gneis med kvarts, biotitt og flogopitt. Dette mineral-separatet gav pH = 3,9.

Lillesand 2001.2475



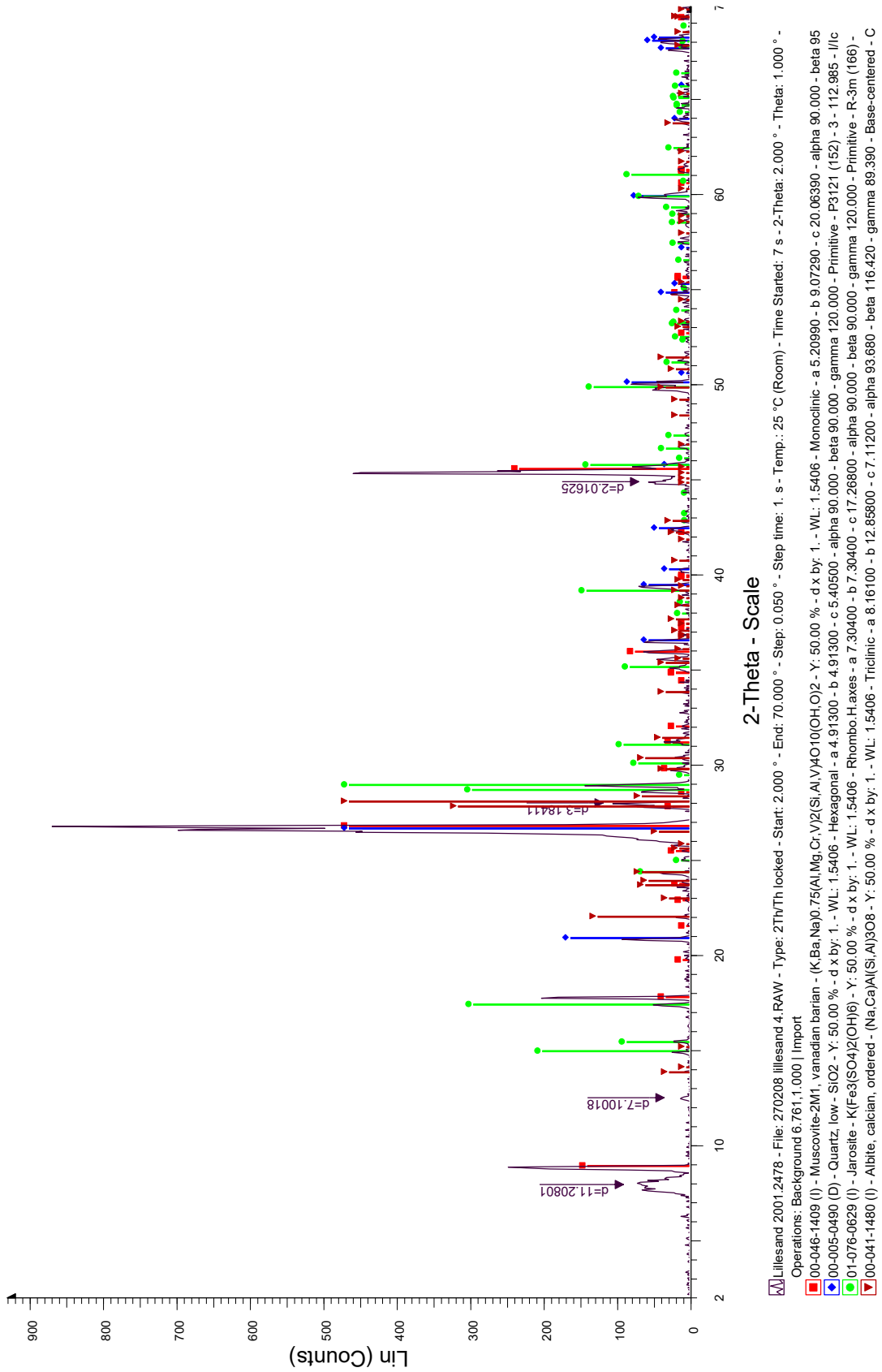
Prøve 2477: Gult forvittringsprodukt skrapa av opprinneleg prøve 2470; jarositt og pyritt saman med kvarts, cristobalitt og muskovitt. Gav pH = 3,5.

Lillesand 2001.2477

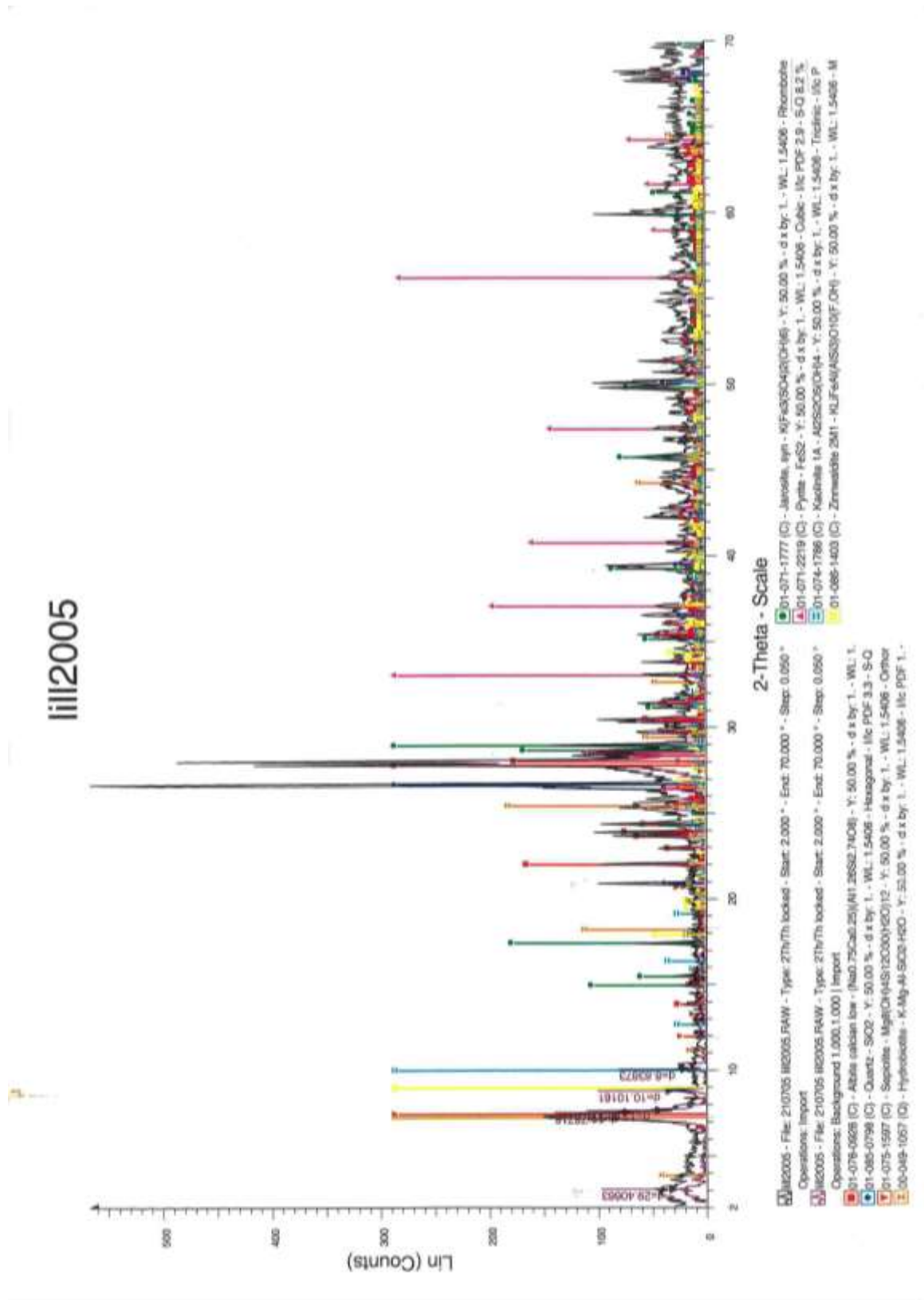


Prøve 2478. Gult overflatebelegg/forvittringsprodukt på prøve 2471 med jarositt og pyritt sammen med kvarts, cristobalitt og muskovitt, gav pH = 3,9.

Lillesand 2001.2478

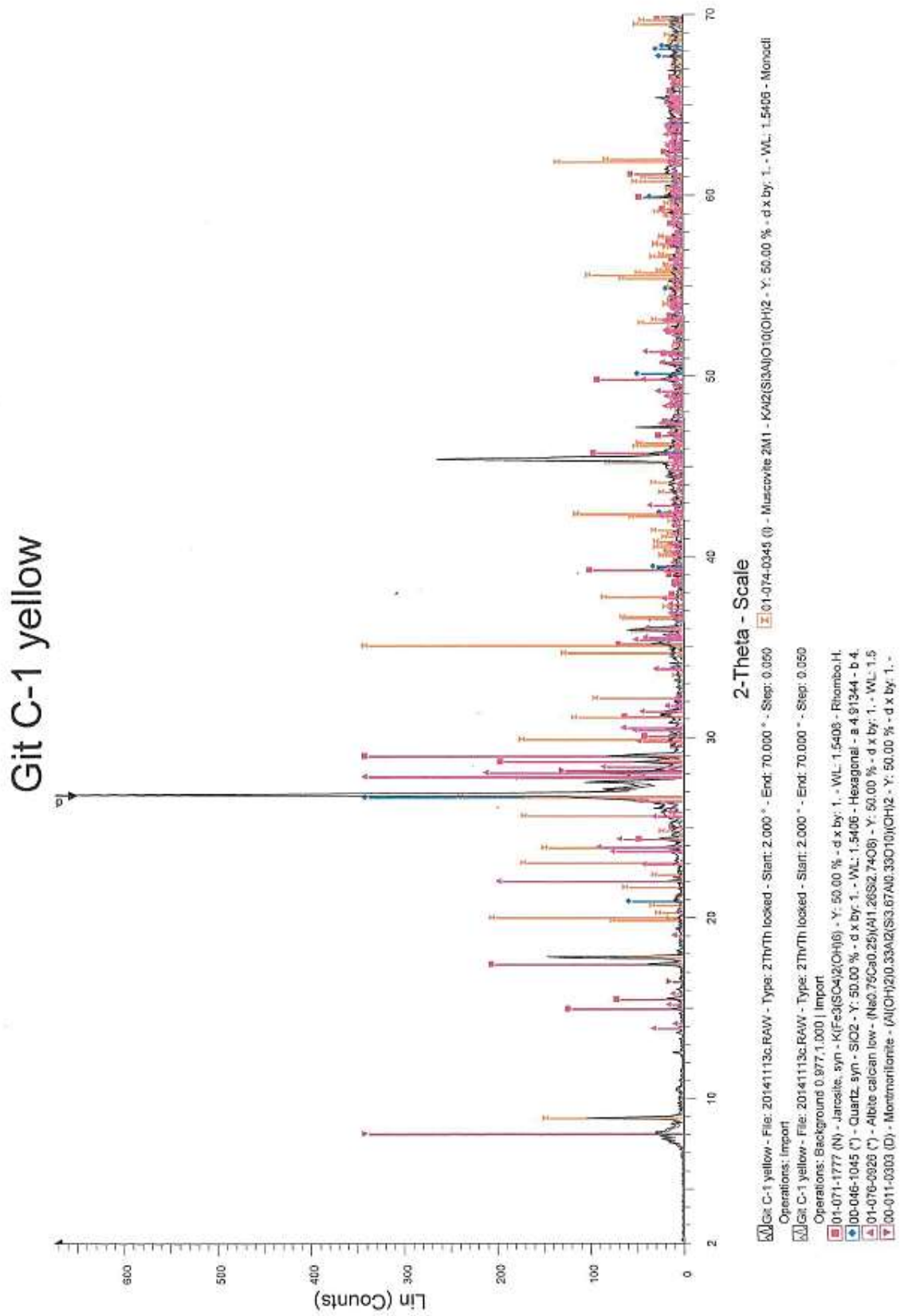


Prøve «lill2005» av forvittringsmateriale, samla på Kirkemyr i 2005. Prøva har jarositt og pyritt og i tillegg leirmineral, kvarts og plagioklas feltspat, samt zinnwalditt som inneheld lithium.

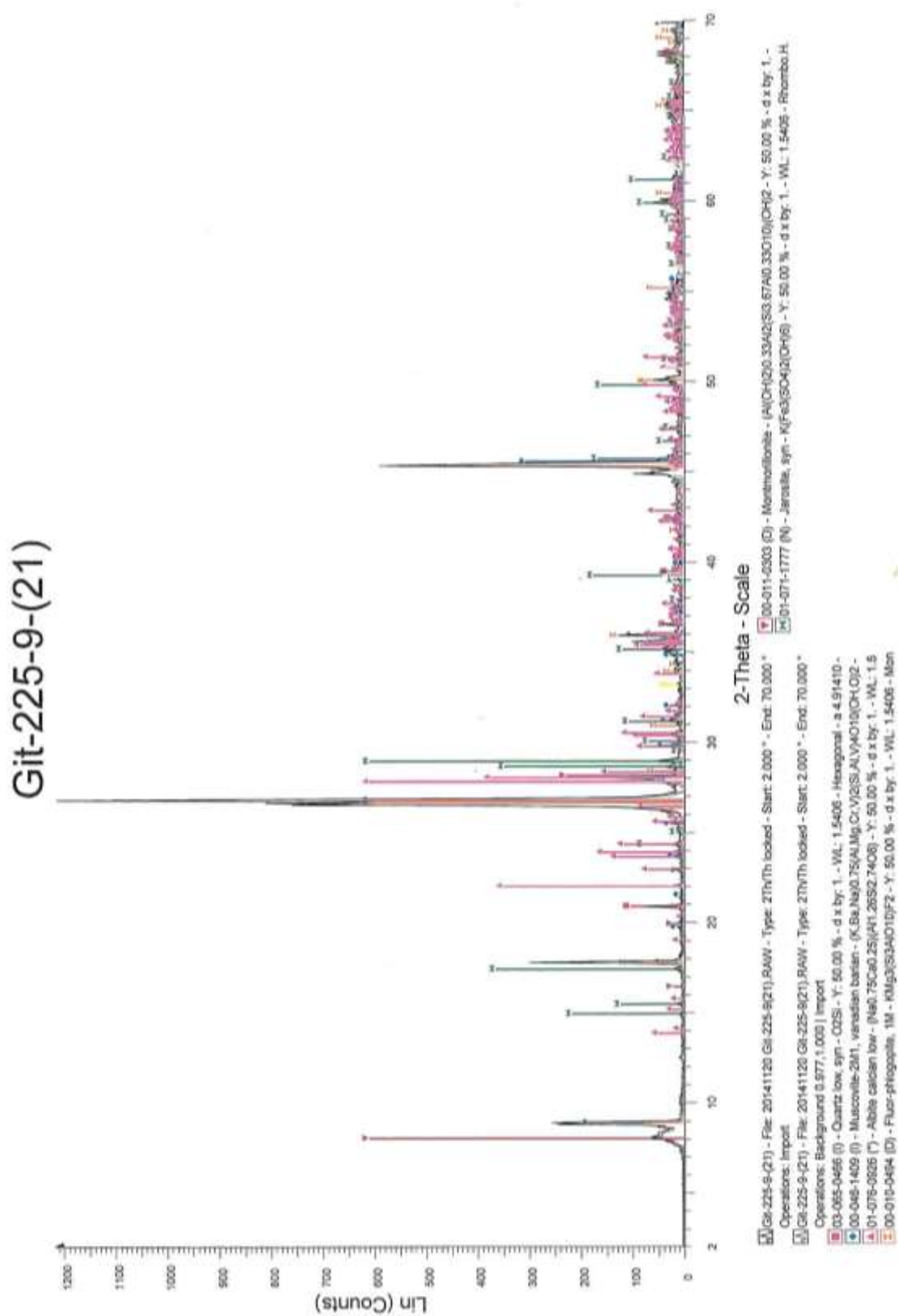


M13 Gitmark

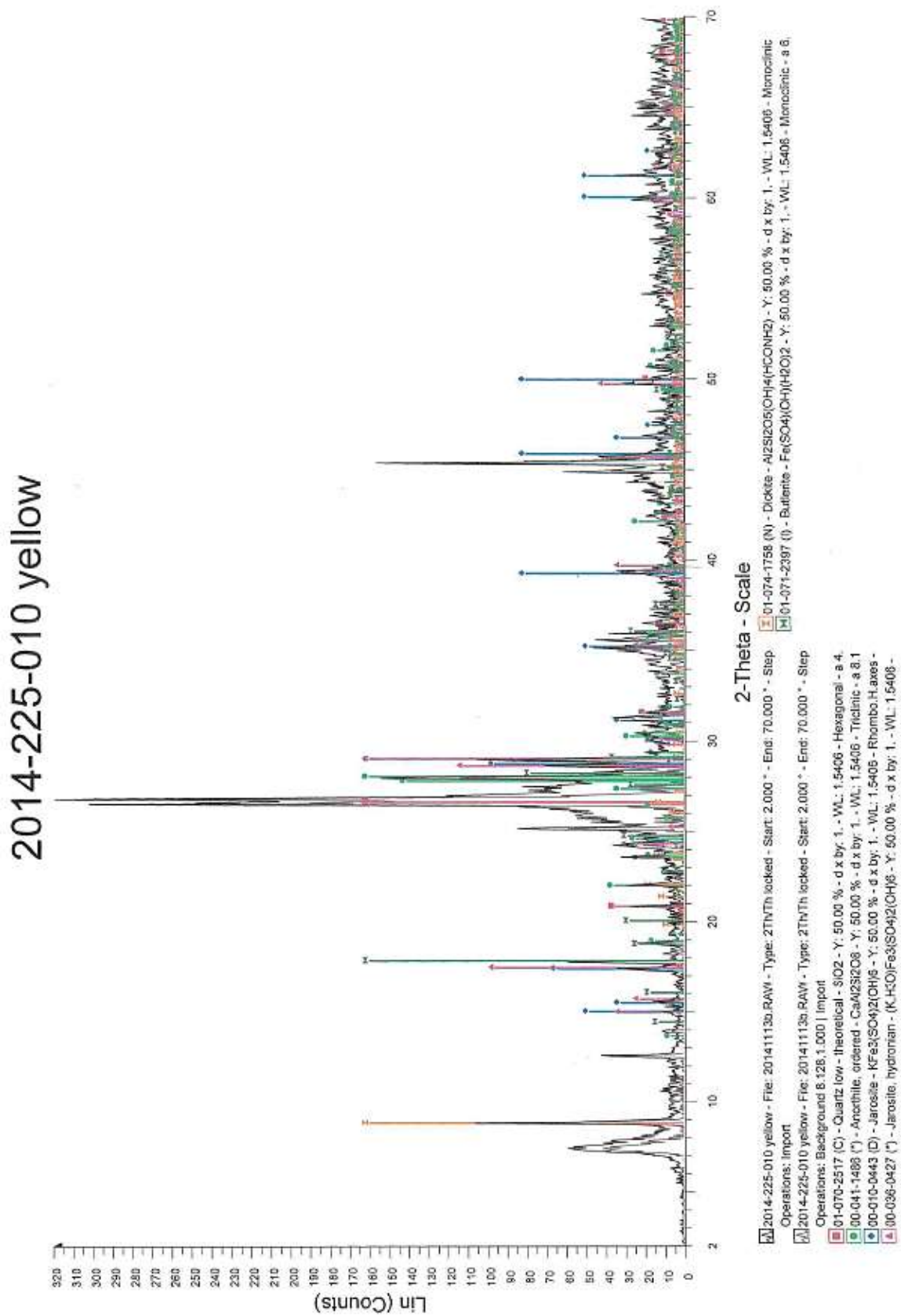
Prøve «Git C-1 yellow» av gult støv. Kalium-jarositt og hydronium/kalium jarositt. Gav pH = 3,6.



Prøve Git-225-9 (21), gult forvitningsmateriale skrapa av overflate. Kjemisk analyse for prøva er gitt i Vedlegg 5.

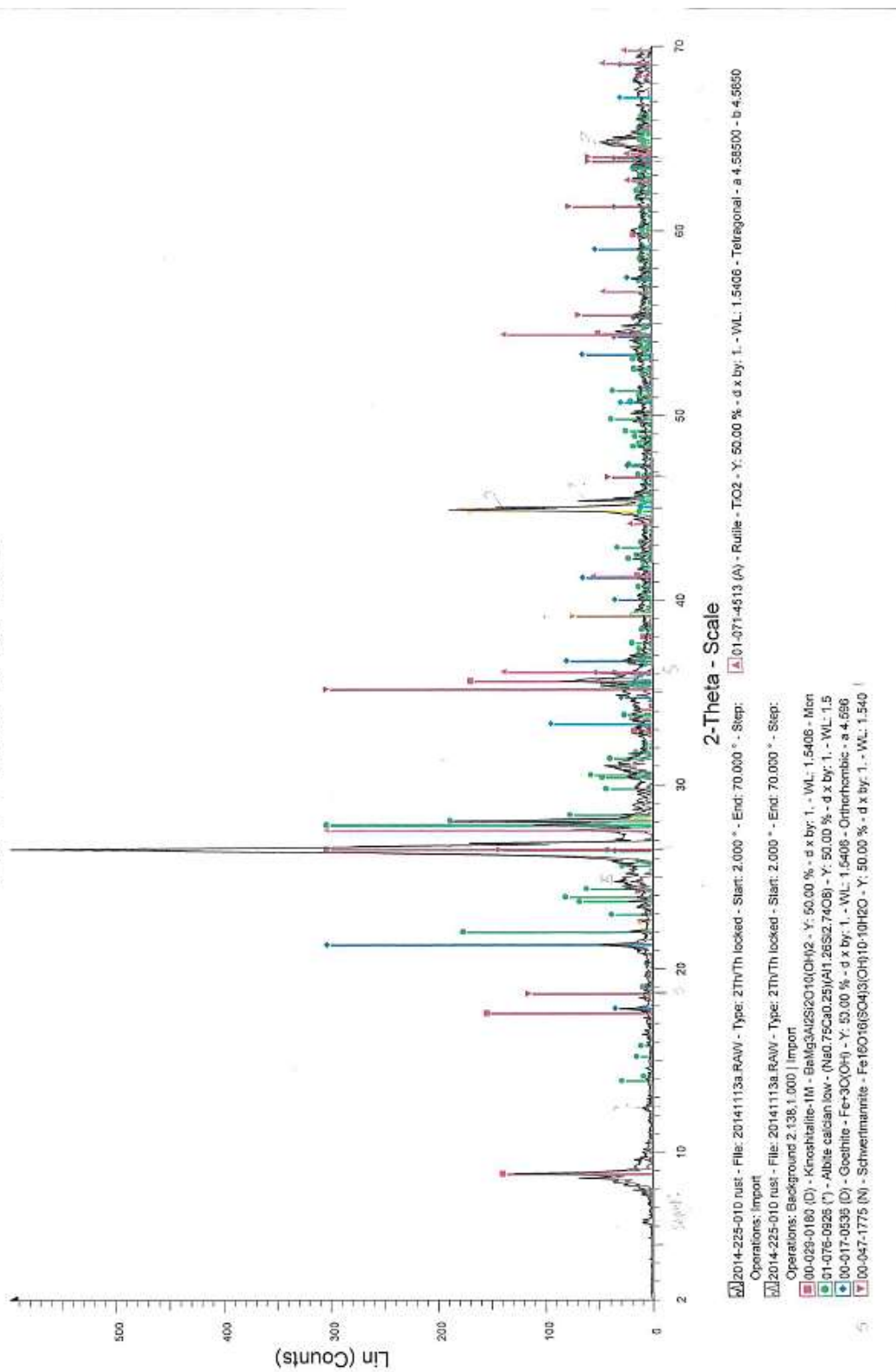


Prøve Git-225-10. Gult forvittringsmaterial skrapa av overflate. Prøva er samla frå område stort sett dominert av mørk rust. Frå same område som prøve Git-225-10-(11) med kjemisk analyse i Vedlegg 5.



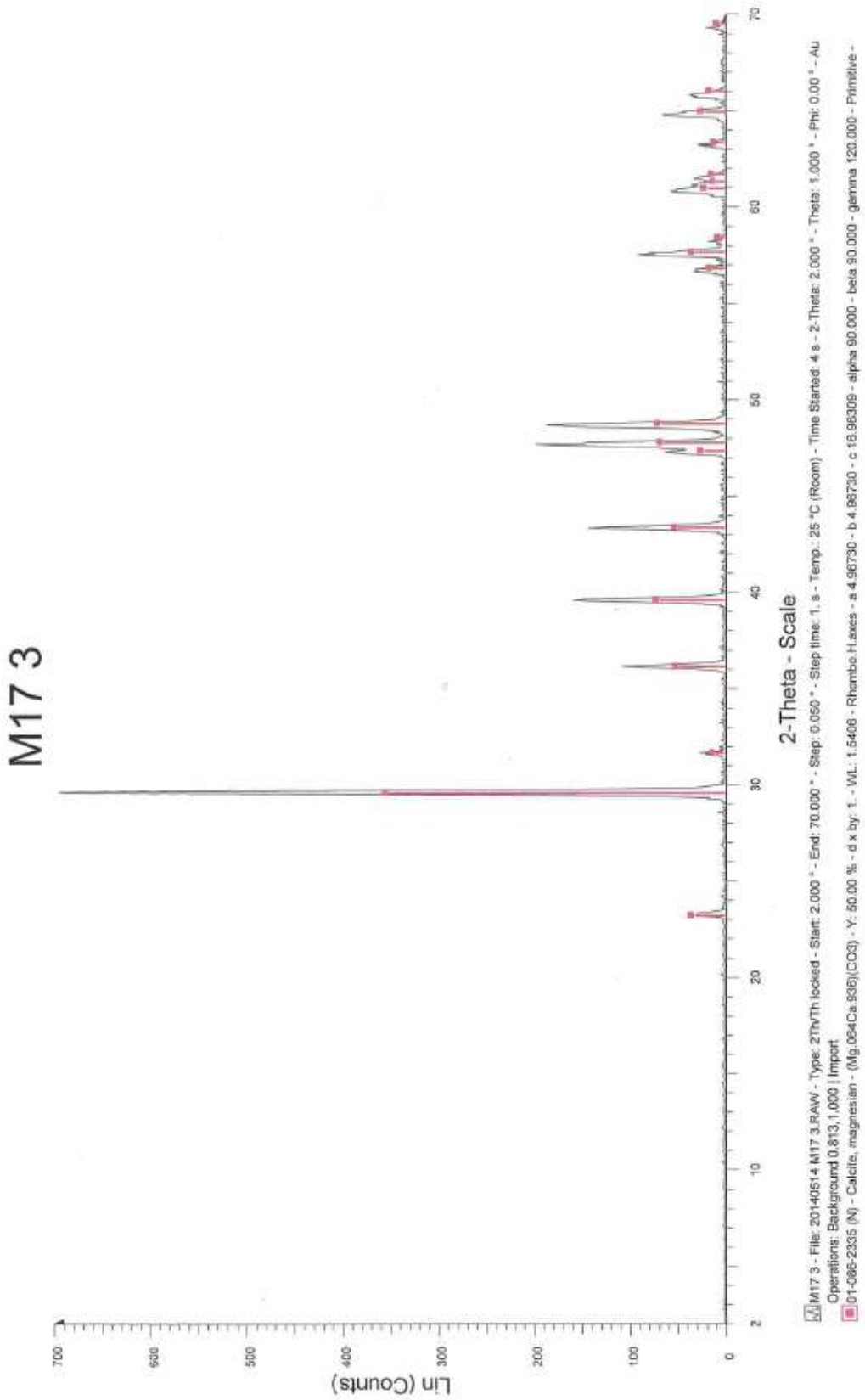
Prøve Git-225-10 av mørk rust skrapa av overflate. Frå same område som prøve Git-225-10-(12) med kjemisk analyse for gitt i Vedlegg 5.

2014-225-010 rust

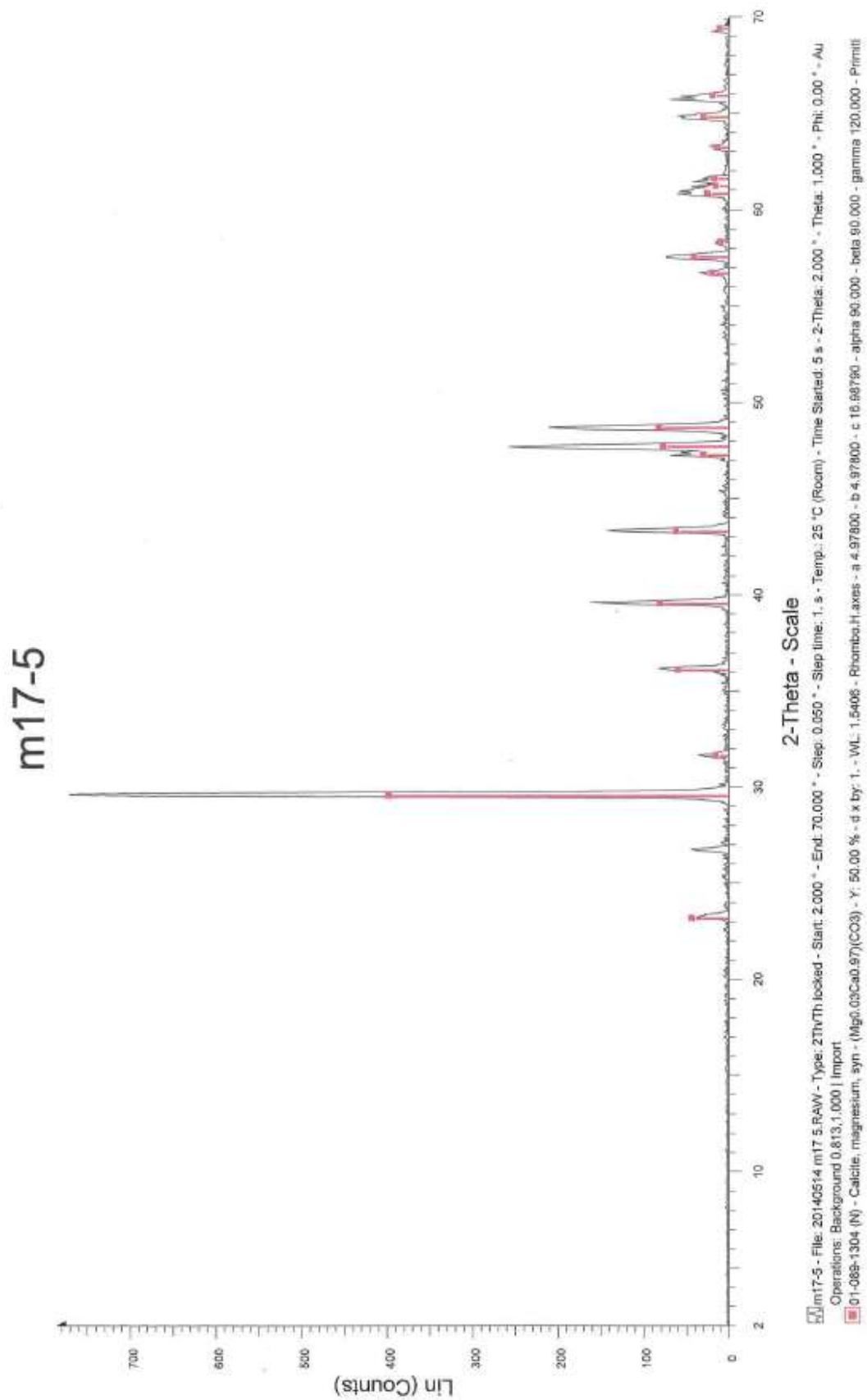


M17

Prøve M17-3; Kalsiumkarbonat (Mg-substituert kalsitt) i botnen av meanderende bekk der vassprøve M17-3 blei samla.

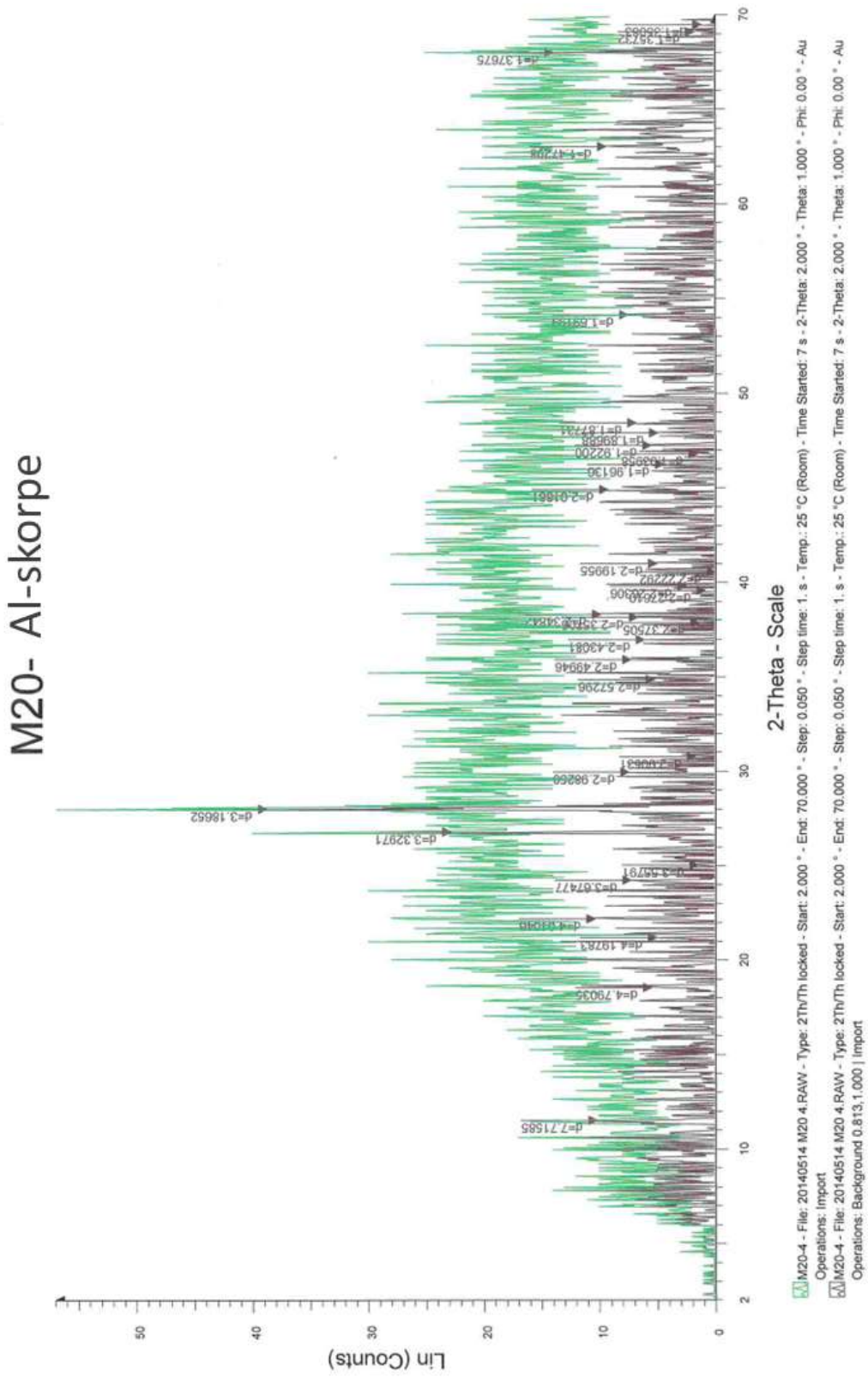


Prøve M17-5; Kalsiumkarbonat (Mg-substituert kalsitt) i botnen av meandrerende bekk der vassprøve M17-5 blei samla.

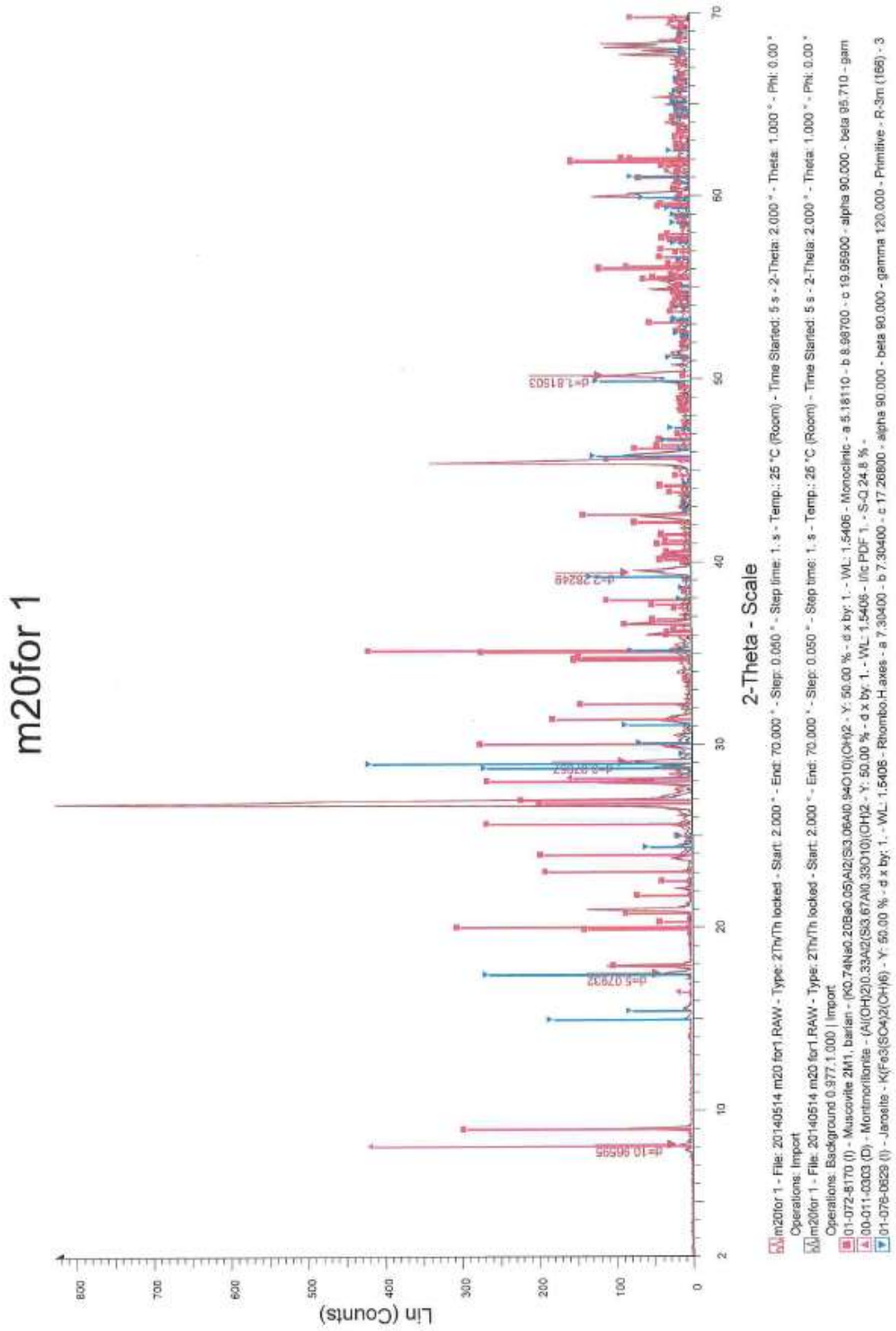


M20

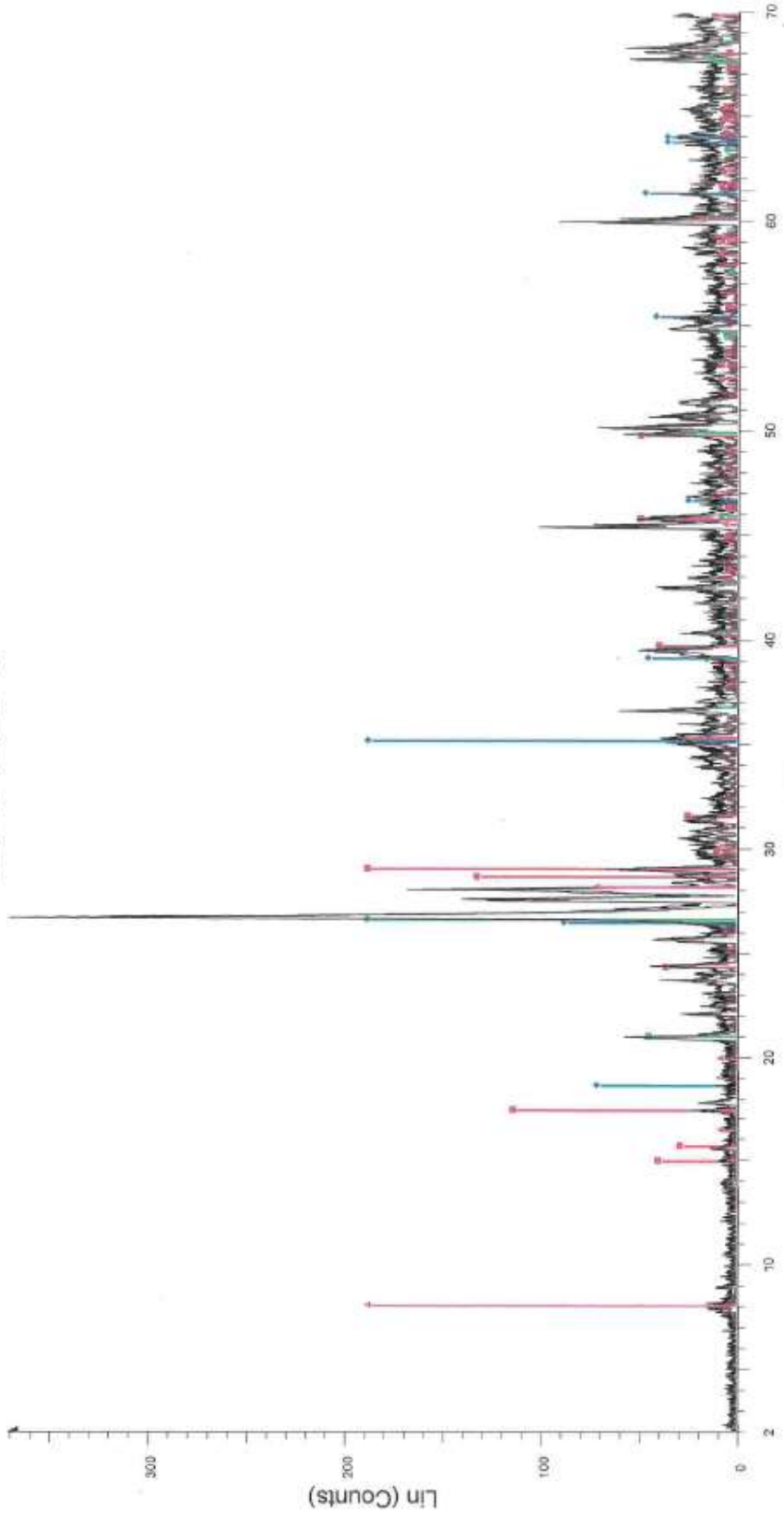
Al skorpe Utfelling av fast amorf aluminiumsrik fase på stein i bekk der vassprøve M20-2 er samla.



M20for 1. Gult forvitningsmateriale.



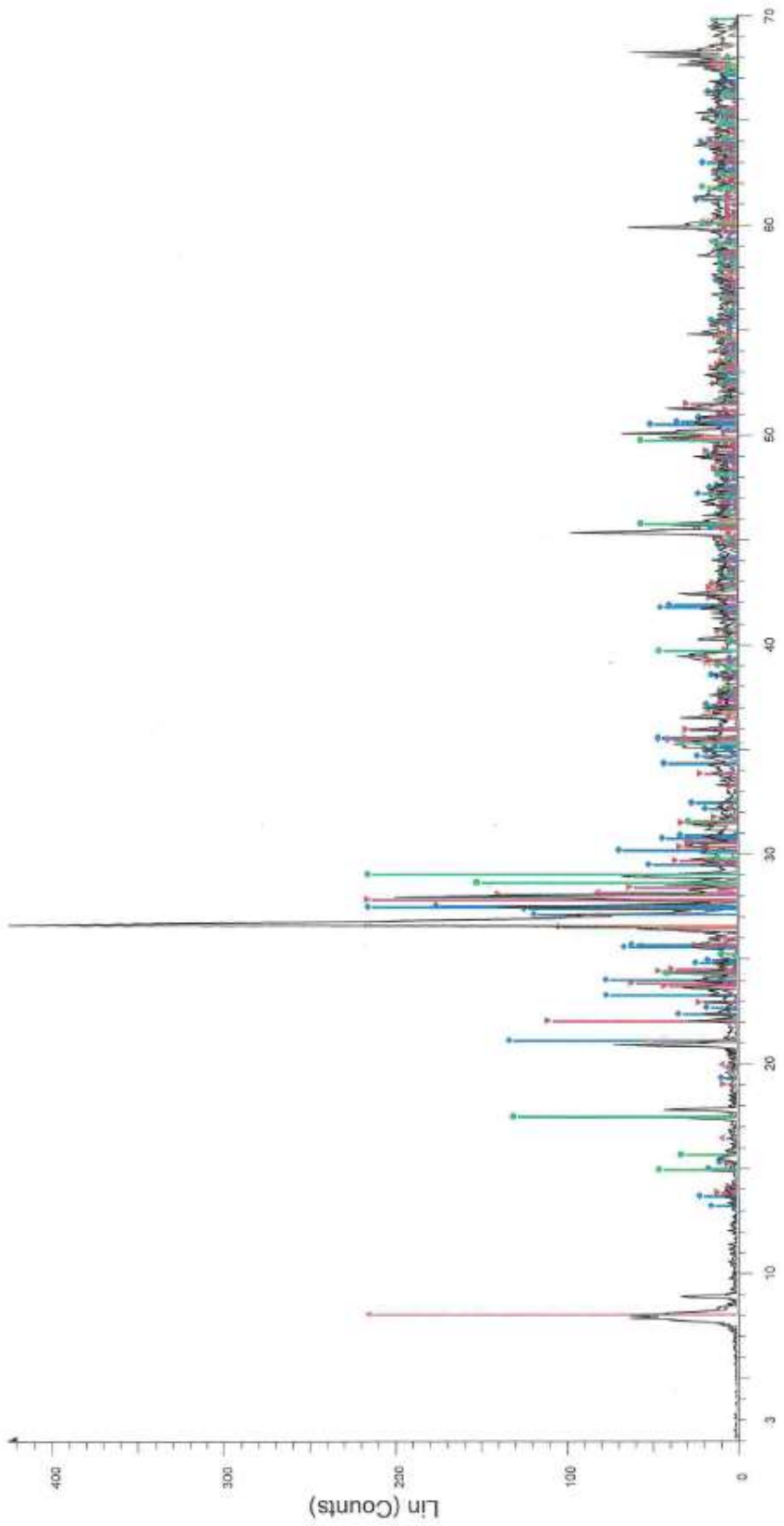
M20-225-7



M20-225-7 - File: 20141105.RAW - Type: 2Th/Fn locked - Start: 2.000 ° - End: 70.000 ° - Step: 0.020 ° - Step time: 1. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Start: 4 s - 2-Theta: 2.000 ° - Theta: 1.000 ° - Phi: 0.00 ° - Aux1:
 Operations: Import
M20-225-7 - File: 20141105.RAW - Type: 2Th/Fn locked - Start: 2.000 ° - End: 70.000 ° - Step: 0.020 ° - Step time: 1. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Start: 4 s - 2-Theta: 2.000 ° - Theta: 1.000 ° - Phi: 0.00 ° - Aux1:
 Operations: Background 5.623, 1.000 | Import
 00-035-0427 (1) - Jerosite, hydroran - (K₂H₃Fe₃(SO₄)₂(OH)₆ - Y: 50.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Rhombo.H.axes - a 7.32380 - b 7.00500 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive
 00-047-1775 (N) - Schwertmannite - Fe₁₆O₁₆(SO₄)₃(OH)₁₀·10H₂O - Y: 50.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Tetragonal - a 10.66000 - b 10.66000 - c 6.04000 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive
 01-081-0065 (C) - Quartz low - SiO₂ - Y: 50.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Hexagonal - a 4.88610 - b 4.88610 - c 5.49440 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - P321 (154) - 3 - 113.599 - Iic P
 00-011-0303 (D) - Montmorillonite - (Al(OH)₂(OH)₂(Si_{3.67}Al_{0.33}O₁₀(OH)₂ - Y: 50.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Iic PDF 1. - S-Q 30.0 %

M20-225-7b. Gult forvitningsmateriale.

M20-225-7b



M20-225-7b - File: 20141106.RAW - Type: 2Th/Th locked - Start: 2.000 ° - End: 70.000 ° - Step: 0.050 ° - 01-081-0066 (C) - Quartz low - SiC2 - Y: 50.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Hexagonal - a 4.88610 - b 4.

Operations: Import

M20-225-7b - File: 20141106.RAW - Type: 2Th/Th locked - Start: 2.000 ° - End: 70.000 ° - Step: 0.050 ° -

Operations: Background 1.445,1.000 | Import

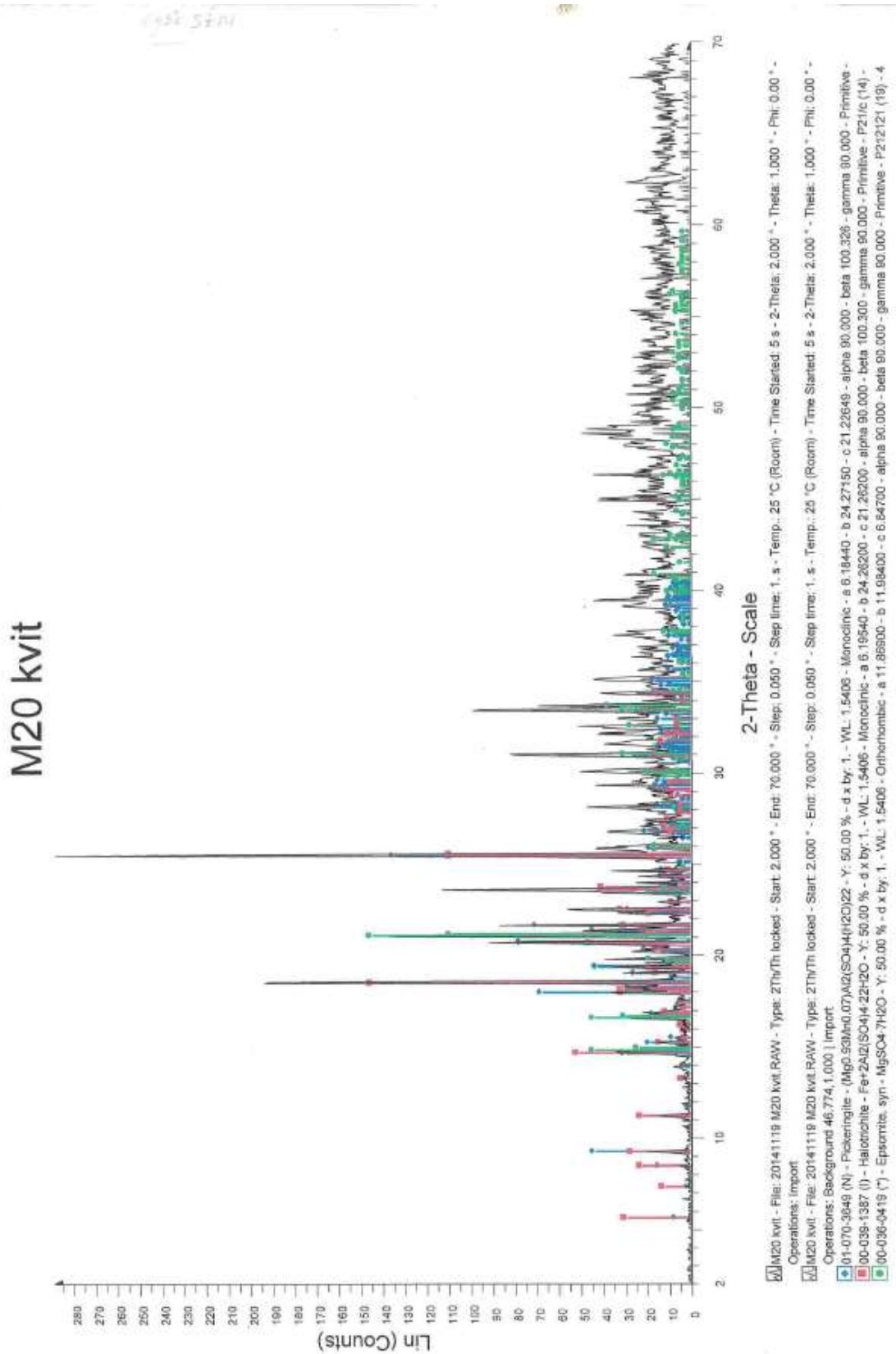
00-0365-0427 (*) - Jerosite, hydronian - (K,H3O)Fe3(SO4)2(OH)5 - Y: 50.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 -

00-0111-0303 (C) - Montmorillonite - (Al(OH)2)O.33Al2(S3.67Al)O.33(OH)2 - Y: 50.00 % - d x by: 1. -

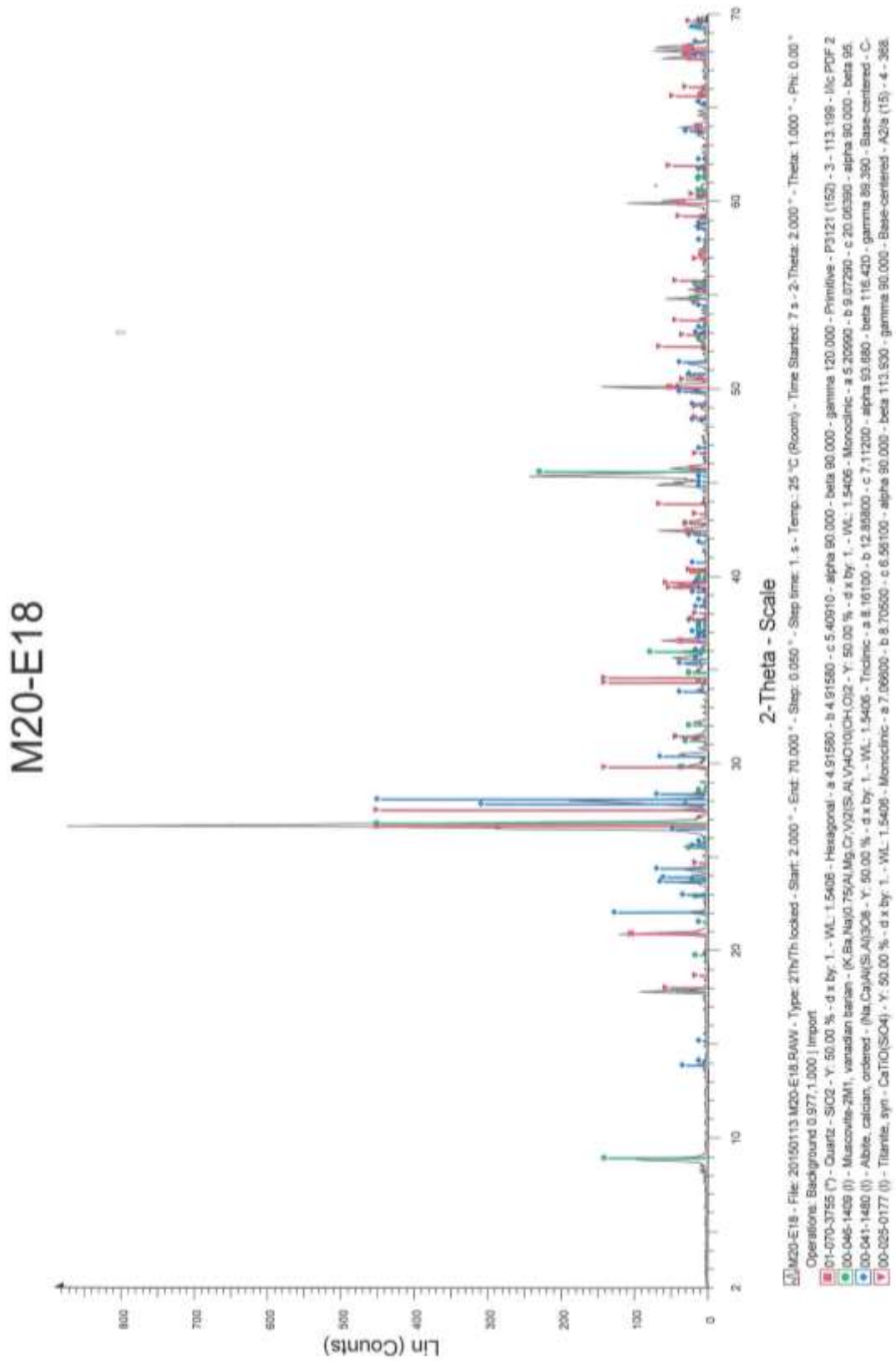
01-0776-0831 (*) - Microcline maximum - K0.94Na0.05Al1.01Si2.99O8 - Y: 50.00 % - d x by: 1. - WL: 1.540 -

01-078-0435 (N) - Anorthite, sodian - Na0.45Ca0.55Al1.5Si2.5O8 - Y: 50.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 -

M20-kvit. Kvitt utfellingsprodukt frå skjeringa inn mot deponi M20. Danna etter etablering av anlegget.



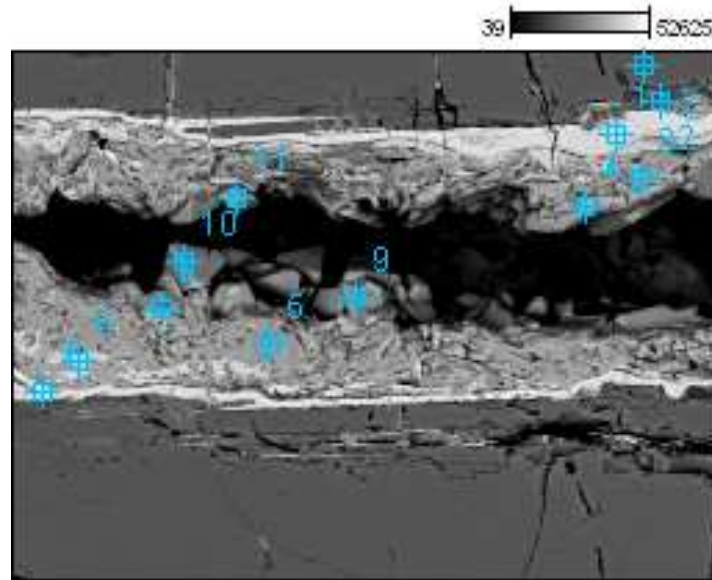
M20-E18. Gult forvittringsmateriale frå skjeringa inn mot deponi M20.



Vedlegg 3 – Mineralogisk analyse med Scanning elektronmikroskopi (SEM)

Kirkemyr – Tynnslip 10 av rusta gneis (prøvenummer same som NGU 2002).

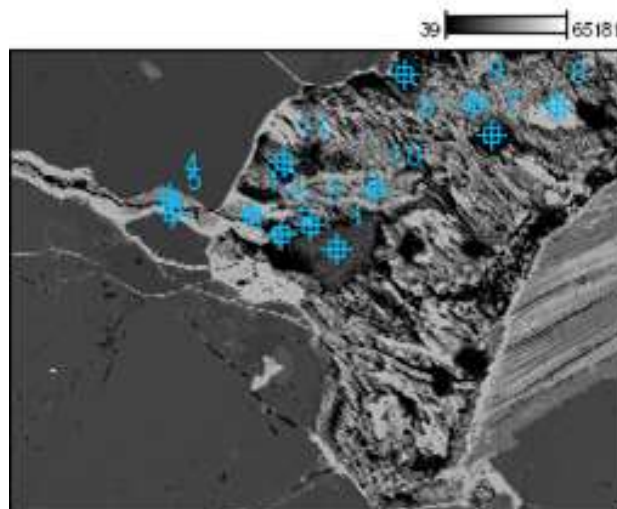
10 b



Atom %

	O-K	Na-K	Mg-K	Al-K	Si-K	P-K	S-K	Cl-K	K-K	Ca-K	Fe-K	Br-L	Sr-L
10 b_pt1	60.70		0.05	1.16	1.84	0.06	0.62			0.17	35.27		0.13
10 b_pt2	61.66		0.04	7.56	22.77				7.22		0.75		
10 b_pt3	64.57		0.00	2.95	0.06	0.00	10.92		4.98		16.51		0.00
10 b_pt4	64.43		0.00	1.94	0.08	0.02	10.61		4.89		18.00		0.02
10 b_pt5	64.52		0.02	2.03	0.06	0.00	10.69		4.75		17.92		0.02
10 b_pt6	61.07		0.02	2.27	2.51	0.11	1.13	0.03	0.24	0.07	32.45		0.11
10 b_pt7	60.66	0.30	0.00	1.50	2.50	0.03	0.66	0.10	0.11		34.01		0.14
10 b_pt8	64.37		0.00	1.13	0.05	0.00	10.70		5.12		18.59		0.05
10 b_pt9	63.11	0.12			0.31		11.52		5.07	0.34	16.67	2.86	0.00
10 b_pt10	64.41		0.03	3.80	0.09	0.04	10.82		5.25		15.52		0.05
10 b_pt11	64.61		0.01	4.23	0.10	0.05	10.93		4.89	0.11	15.02		0.06
10 b_pt12	62.14	3.24		10.19	20.69	0.00			0.10	3.32	0.32		

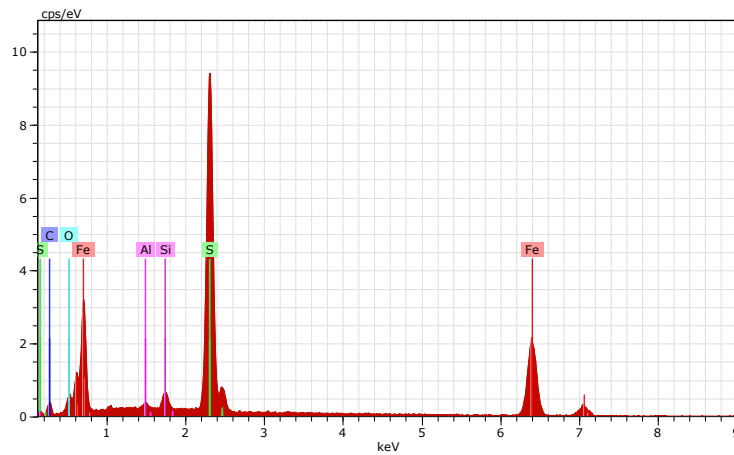
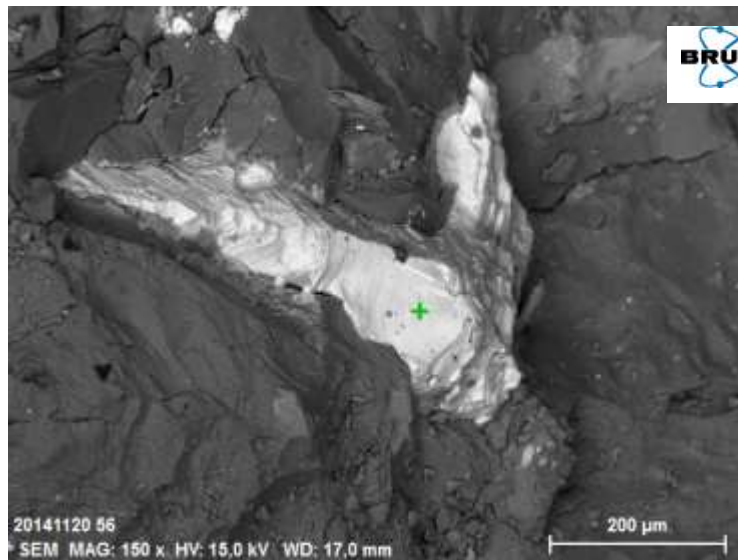
10 d



Atom %

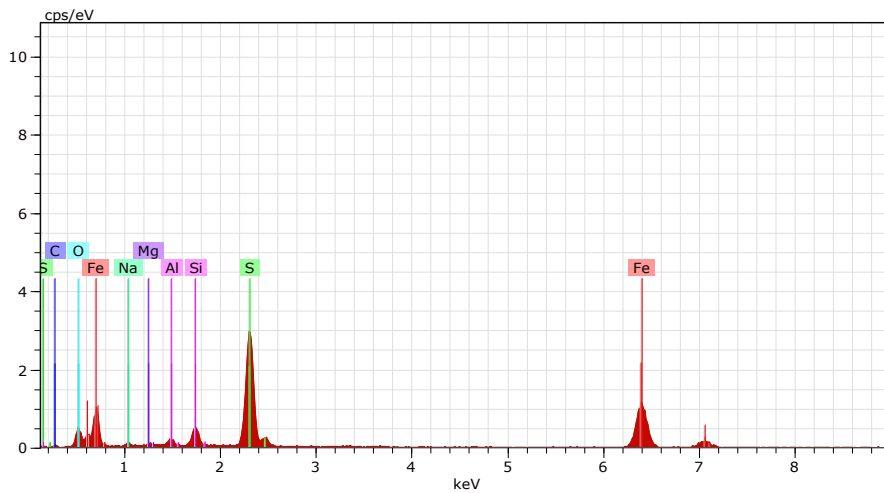
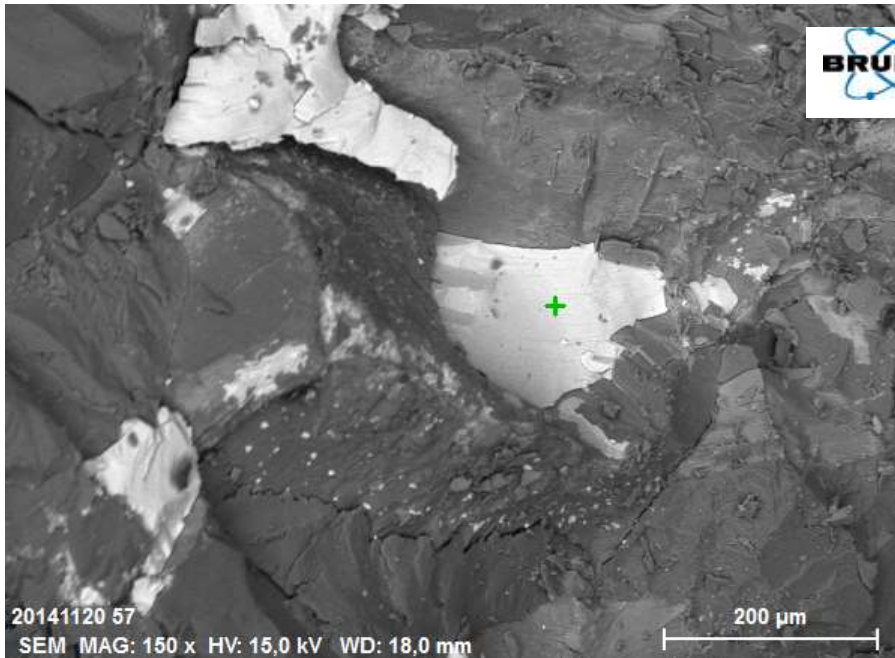
	C-K	O-K	Ne-K	Mg-K	Al-K	Si-K	P-K	S-K	Cl-K	K-K	Ca-K	Ti-K	Fe-K	Ga-K	As-L	Sr-L	Ba-L
10d_pt1	5.31	65.12	4.15	1.33	0.47	22.35		0.23		0.40	2.27		0.20		0.12		
10d_pt2	4.70	64.52	0.29	0.04	0.76	0.65	0.10	3.68		4.13			16.06			0.06	
10d_pt3	3.81	62.15	0.51	0.09	1.32	2.18	0.57	1.92		0.44	0.13		26.79		0.04	0.14	
10d_pt4	3.93	64.52		0.03	1.17	0.20	0.08	9.17		4.57			16.29			0.03	0.03
10d_pt5	3.63	61.52		0.03	1.12	2.61	0.00	0.54	0.00	0.08			30.36		0.01	0.09	
10d_pt6	2.45	61.24	0.08	0.00	0.70	1.45	0.05	0.35		0.05			33.02		0.02	0.10	
10d_pt7	28.63	66.38	0.13	0.07	0.27	0.69		1.14	0.18		0.30	0.30	1.92		0.01		
10d_pt8	24.98	67.13	0.04			0.10		3.23	1.62		0.08		0.77		0.02	0.01	
10d_pt9	0.76	60.55			0.20	0.67		0.44					36.91	0.46			
10d_pt10	1.72	60.69		0.09	0.26	0.78		0.38		0.07			36.04			0.06	
10d_pt11	1.15	60.63	0.11	0.05	0.58	1.45		0.38		0.07	0.03		51.47			0.07	
10d_pt12	4.31	64.63			0.99	0.14	0.07	9.01		4.22	0.01		16.38		0.00	0.04	

Deponi M13: Pyrrhotitt i uforvitra grå gneis nr 225-10-06 (prøvenummera same som i Vedlegg 5)



Spectrum: 20141120 Veglab 10

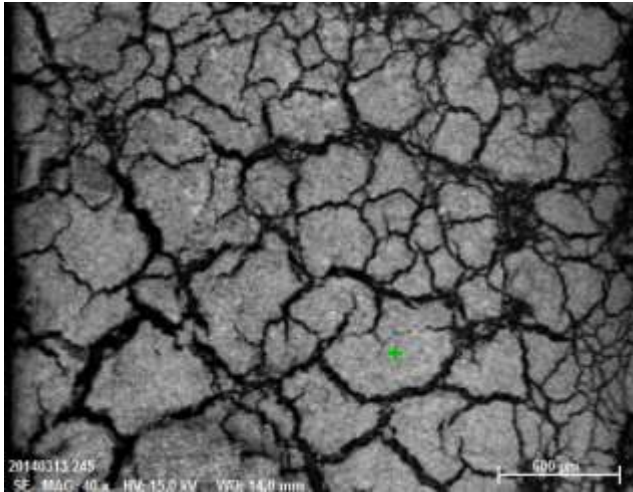
El	AN	Series	unn. [wt.%]	C norm. [wt.%]	C Atom. [at.%]	Compound	Comp. [wt.%]	C norm. [wt.%]	Comp. [wt.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	72,16	48,91	66,70		0,00		0,00	13,45
S	16	K-series	24,21	16,41	11,17	SO3	40,97		60,44	0,89
Fe	26	K-series	41,48	28,11	10,99	FeO	36,17		53,36	1,28
C	6	K-series	8,56	5,80	10,54	CO2	21,26		31,37	1,76
Si	14	K-series	0,88	0,59	0,46	SiO2	1,27		1,88	0,07
Al	13	K-series	0,26	0,18	0,14	Al2O3	0,34		0,49	0,04
Total:			147,54	100,00	100,00					



Spectrum: 20141120 Veglab 11

El	AN	Series	unn. [wt.%]	C norm. [wt.%]	C Atom. [at.%]	C Compound	Comp. [wt.%]	C norm. [wt.%]	Comp. [wt.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	65,15	43,79	65,50		0,00	0,00		12,93
Fe	26	K-series	50,30	33,80	14,49	FeO	43,49	64,70		1,62
S	16	K-series	24,80	16,67	12,44	SO3	41,62	61,92		0,94
C	6	K-series	3,28	2,20	4,39	CO2	8,08	12,02		1,23
Si	14	K-series	3,00	2,01	1,72	SiO2	4,31	6,41		0,18
Al	13	K-series	1,02	0,69	0,61	Al2O3	1,30	1,94		0,10
Na	11	K-series	0,84	0,56	0,59	Na2O	0,76	1,13		0,11
Mg	12	K-series	0,41	0,27	0,27	MgO	0,45	0,67		0,07
Total:			148,79	100,00	100,00					

Application Note
Company / Department



20140313 245 Date:14.05.2014 14:10:34 Image size:300 x 225 Mag:40x HV:15,0kV

20140514 git 5 Date:14.05.2014 14:10:57 HV:15,0kV Puls th.:1,86kcps

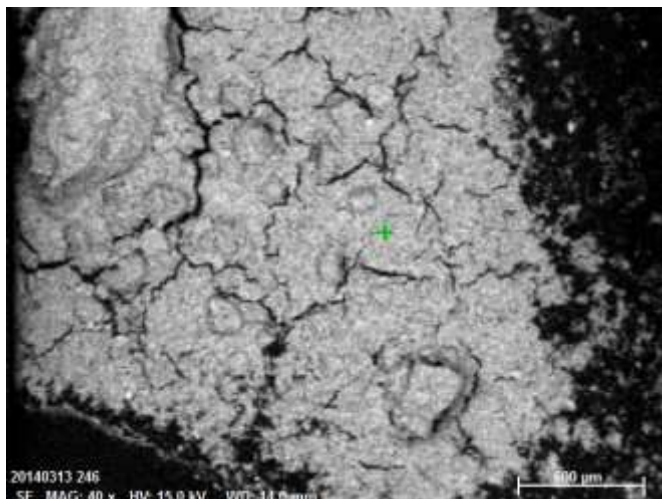
El AN	Series	unn.	C norm.	C Atom.	C Compound	Comp.	C norm.	Comp.	C Error (1 Sigma)
[wt.%]		[wt.%]	[wt.%]	[at.%]		[wt.%]		[wt.%]	
O 8	K-series	79,59	59,77	64,57		0,00		0,00	
9,78									
C 6	K-series	22,41	16,83	24,22	CO2	61,66		82,11	
3,56									
Fe 26	K-series	14,80	11,12	3,44	FeO	14,30		19,05	
0,52									
Al 13	K-series	12,80	9,61	6,16	Al2O3	18,17		24,19	
0,63									
Si 14	K-series	3,01	2,26	1,39	SiO2	4,84		6,44	
0,16									
S 16	K-series	0,55	0,41	0,22	SO3	1,03		1,38	
0,05									
Total:		133,17	100,00	100,00					

Spectrum: 20140514 git 5

El AN	Series	unn.	C norm.	C Atom.	C Error (1 Sigma)
[wt.%]		[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[wt.%]
O 8	K-series	79,59	59,77	64,57	9,78
C 6	K-series	22,41	16,83	24,22	3,56
Fe 26	K-series	14,80	11,12	3,44	0,52
Al 13	K-series	12,80	9,61	6,16	0,63
Si 14	K-series	3,01	2,26	1,39	0,16
S 16	K-series	0,55	0,41	0,22	0,05

Application Note

Company / Department



20140313 246 Date: 14.05.2014 14:13:59 Image size: 300 x 225 Mag: 40x HV: 15,0kV

20140514 git 6 Date: 14.05.2014 14:14:14 HV: 15,0kV Puls th.: 1,67kcps

El AN Series	unn. C norm.	C Atom.	C Compound	Comp. C norm.	Comp. C Error (1 Sigma)
	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[wt.%]	[wt.%]

O 8 K-series	43,34	44,07	61,09	0,00	0,00
Si 14 K-series	22,58	22,96	18,13	SiO2 49,12	48,30
Fe 26 K-series	12,20	12,40	4,93	FeO 15,96	15,69
Al 13 K-series	10,83	11,01	9,05	Al2O3 20,80	20,46
Mg 12 K-series	3,77	3,83	3,50	MgO 6,36	6,25
K 19 K-series	3,37	3,42	1,94	K2O 4,12	4,06
Ti 22 K-series	1,67	1,70	0,79	TiO2 2,83	2,78
Na 11 K-series	0,59	0,60	0,58	Na2O 0,81	0,80

Spectrum: 20140514 git 6

El AN Series	unn. C norm.	C Atom.	C Error (1 Sigma)
	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]
O 8 K-series	43,34	44,07	61,09
Si 14 K-series	22,58	22,96	18,13
Fe 26 K-series	12,20	12,40	4,93
Al 13 K-series	10,83	11,01	9,05
Mg 12 K-series	3,77	3,83	3,50
K 19 K-series	3,37	3,42	1,94

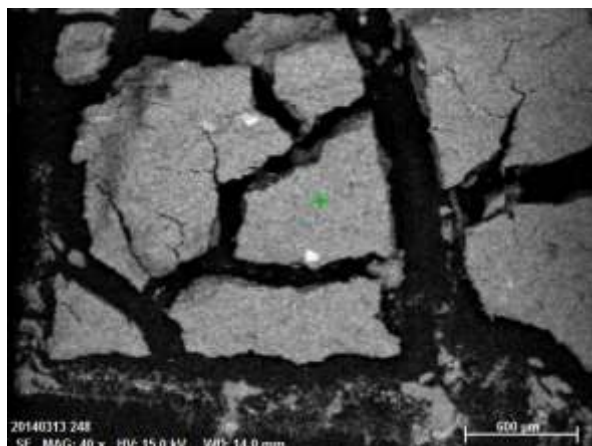
15.05.2014

1. Page

Deponi M17.

SEM analyse av kalsitt ved prøvelokalitet M17-3 – topp.

Application Note
Company / Department



20140313 248 Date: 14.05.2014 15:03:46 Image size: 300 x 225 Mag: 40x HV: 15,0kV

20140514 m17 3 topp 8 Date: 14.05.2014 15:04:35 HV: 15,0kV Puls th.: 1,35kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Compound	Comp. C [wt.%]	norm. Comp. C [wt.%]	Error (1 Sigma)
O	8	K-series	40,01	52,72	63,39		0,00	0,00	
			5,34						
Al	13	K-series	23,80	31,36	22,36	Al2O3	59,25	44,98	
			1,14						
C	6	K-series	3,96	5,22	8,36	CO2	19,13	14,52	
			1,16						
S	16	K-series	3,48	4,58	2,75	SO3	11,44	8,68	
			0,17						
Si	14	K-series	1,92	2,53	1,74	SiO2	5,42	4,11	
			0,12						
Fe	26	K-series	1,75	2,31	0,80	FeO	2,97	2,26	
			0,11						
Ca	20	K-series	0,97	1,28	0,61	CaO	1,79	1,36	
			0,07						

Spectrum: 20140514 m17 3 topp 8

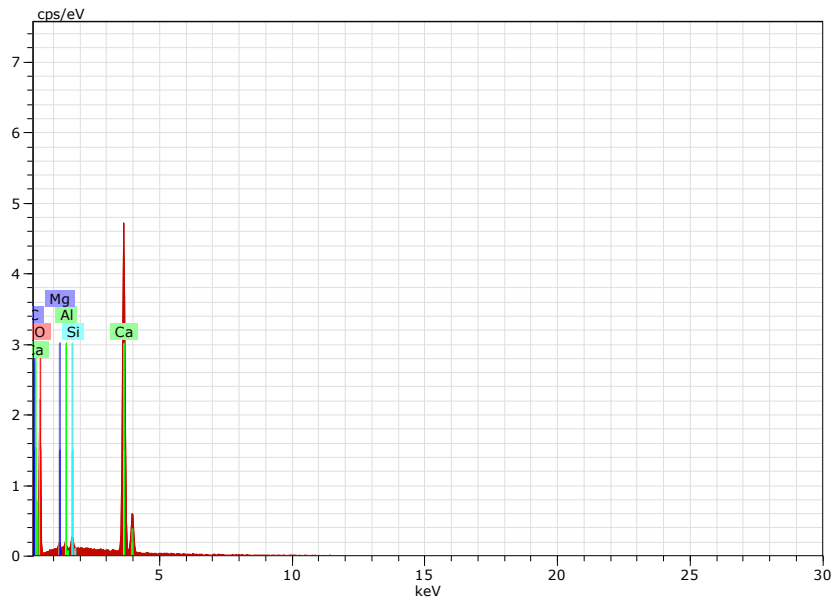
El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	40,01	52,72	63,39	5,34
Al	13	K-series	23,80	31,36	22,36	1,14
C	6	K-series	3,96	5,22	8,36	1,16
S	16	K-series	3,48	4,58	2,75	0,17
Si	14	K-series	1,92	2,53	1,74	0,12
Fe	26	K-series	1,75	2,31	0,80	0,11

15.05.2014

1. Page

Application Note

Company / Department



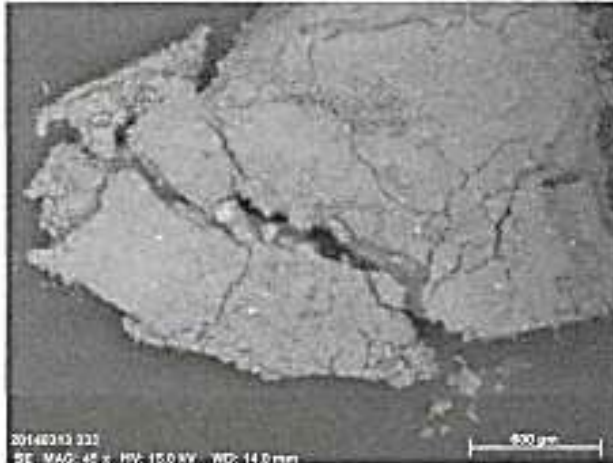
Spectrum: 20140514 M17-3 2

El	AN	Series	unn. [wt.%]	C norm. [wt.%]	C Atom. [at.%]	C Compound	Comp. [wt.%]	C norm. [wt.%]	Comp. [wt.%]	C Error
O	8	K-series	49,61	46,87	59,62		0,00		0,00	
			7,63							
Ca	20	K-series	43,15	40,77	20,70	CaO	57,04		60,37	
			1,35							
C	6	K-series	11,65	11,00	18,64	CO2	40,32		42,67	
			2,22							
Si	14	K-series	0,70	0,66	0,48	SiO2	1,42		1,50	
			0,07							
Mg	12	K-series	0,39	0,37	0,31	MgO	0,62		0,65	
			0,06							
Al	13	K-series	0,34	0,32	0,24	Al2O3	0,60		0,64	
			0,06							
Total:			105,84	100,00	100,00					

Deponi M20.

SEM analyse av M20 Al-skorpe.

Application Note
Company / Department



20140313 233 Date: 14.05.2014 09:40:33 Image size: 300 x 225 Mag: 45x HV: 15.0kV

20140514 M20-4 1 Date: 14.05.2014 09:41:26 HV: 15.0kV Puls th.: 1.36kops

El AN	Series	unn. C	norm. C	Atom. C	Compound	Comp. C	norm. Comp. C	Error (1 Sigma)
		[wt. %]	[wt. %]	[at. %]		[wt. %]	[wt. %]	
O 8	K-series	49,09	55,66	65,19		0,00	0,00	6,18
Al 13	K-series	21,57	24,46	16,99	Al2O3	46,21	40,76	1,04
S 16	K-series	7,51	8,51	4,98	SO3	21,26	18,75	0,31
C 6	K-series	6,11	6,92	10,80	CO2	25,37	22,37	1,49
Fe 26	K-series	2,43	2,75	0,92	FeO	3,54	3,12	0,14
Si 14	K-series	1,49	1,69	1,13	SiO2	3,62	3,20	0,10
Total:		88,19	100,00	100,00				

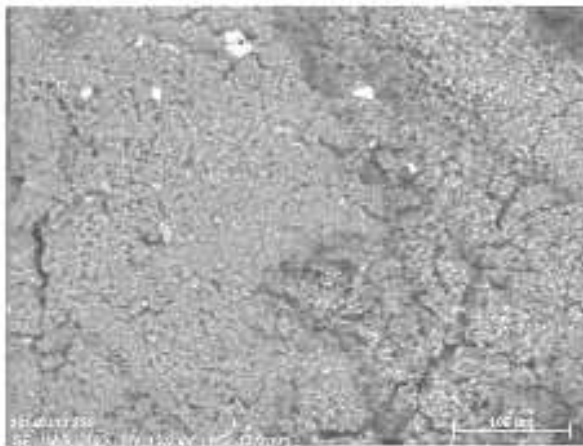
Spectrum: 20140514 M20-4 1

El AN	Series	unn. C	norm. C	Atom. C	Error (1 Sigma)
		[wt. %]	[wt. %]	[at. %]	[wt. %]
O 8	K-series	49,09	55,66	65,19	6,18
Al 13	K-series	21,57	24,46	16,99	1,04
S 16	K-series	7,51	8,51	4,98	0,31
C 6	K-series	6,11	6,92	10,80	1,49
Fe 26	K-series	2,43	2,75	0,92	0,14
Si 14	K-series	1,49	1,69	1,13	0,10

SEM analyse av M20 Al-skorpe.

3

Application Note
Company / Department



20140313 235 Date: 14.05.2014 10:14:27 Image size: 300 x 225 Mag: 250x HV: 15,0kV

20140514 M20-4 2 Date: 14.05.2014 10:14:43 HV: 15,0kV Puls th.: 1,23kcps

El	AM	Series	unn.	C norm.	C Atoms.	C Compound	Comp. C norm.	Comp. C Error (1 Sigma)
[wt. %]			[wt. %]	[wt. %]	[at. %]		[wt. %]	[wt. %]
O	8	K-series	49,69	50,82	62,72		0,00	0,00
Si	14	K-series	13,18	13,48	9,48	SiO2	28,84	28,20
Al	13	K-series	12,82	13,11	9,60	Al2O3	24,78	24,23
Ca	20	K-series	11,65	11,92	5,87	CaO	16,67	16,30
C	6	K-series	6,43	6,58	10,81	CO2	24,10	23,56
Fe	26	K-series	3,71	3,80	1,34	FeO	4,88	4,78
S	16	K-series	0,28	0,29	0,18	SO3	0,73	0,71

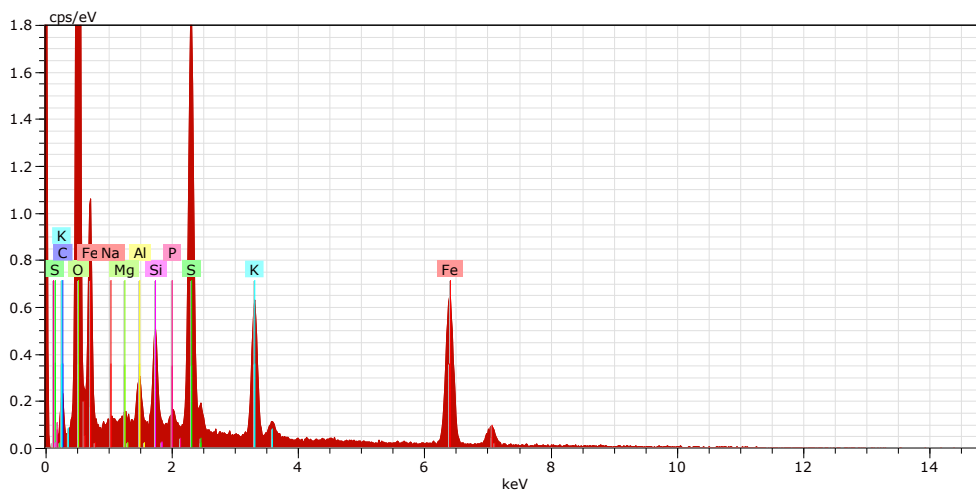
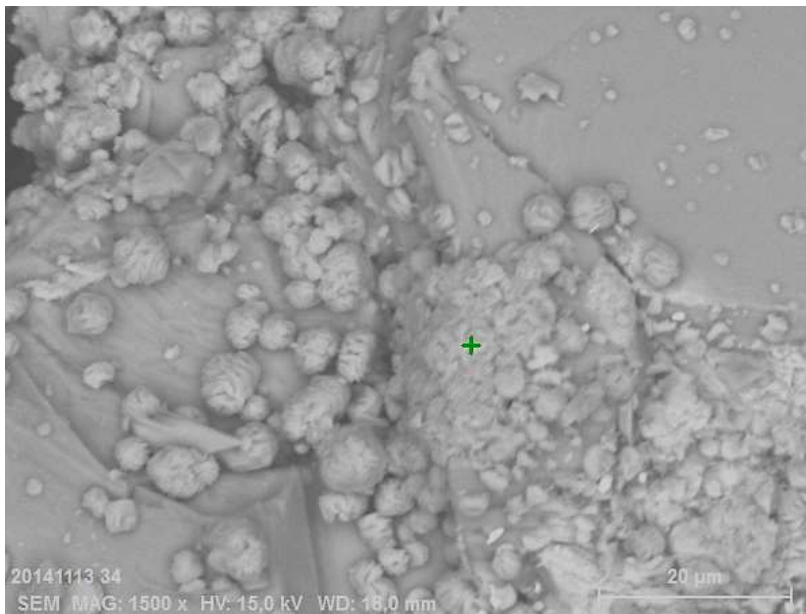
Spectrum: 20140514 M20-4 2

El	AM	Series	unn.	C norm.	C Atoms.	C Error (1 Sigma)
[wt. %]			[wt. %]	[wt. %]	[at. %]	[wt. %]
O	8	K-series	49,69	50,82	62,72	6,20
Si	14	K-series	13,18	13,48	9,48	0,58
Al	13	K-series	12,82	13,11	9,60	0,63
Ca	20	K-series	11,65	11,92	5,87	0,39
C	6	K-series	6,43	6,58	10,81	1,33
Fe	26	K-series	3,71	3,80	1,34	0,18

*SEM analyse av M20-4 2
2014-05-14*

1

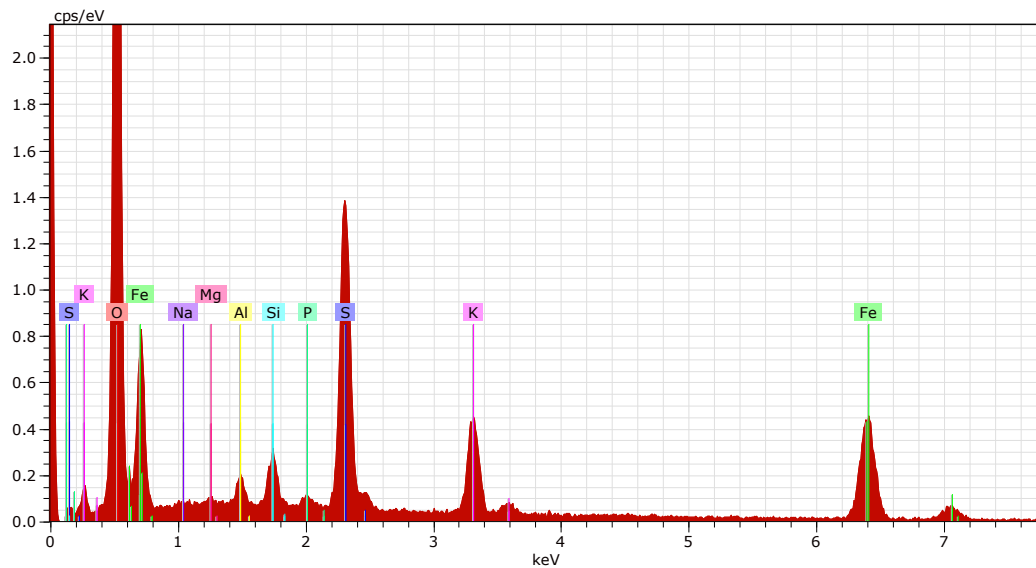
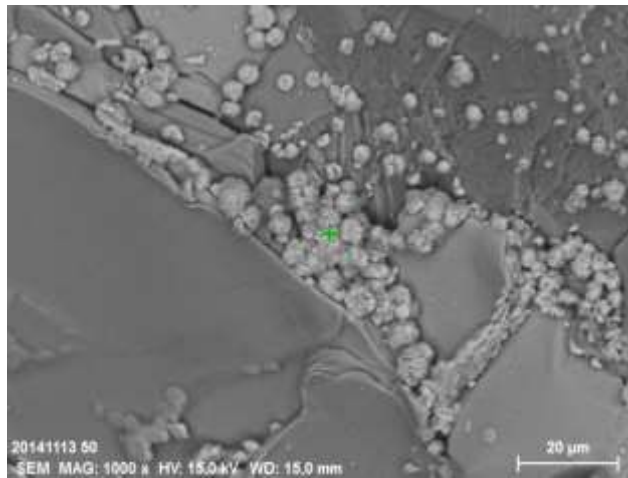
SEM-analyse av jarositt i rustaforvitring i skjering. Prøve M20-fast / 223 008.



Spectrum: 20141113 225 008b 2

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Compound	Comp. C [wt.%]	norm. Comp. C [wt.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	34,39	37,49	60,94		0,00	0,00	4,06
Fe	26	K-series	35,97	39,21	18,26	FeO	50,45	46,27	1,14
S	16	K-series	10,34	11,27	9,14	SO3	28,15	25,82	0,40
K	19	K-series	7,00	7,63	5,07	K2O	9,19	8,43	0,26
C	6	K-series	1,83	2,00	4,33	CO2	7,33	6,72	2,14
Si	14	K-series	1,35	1,48	1,37	SiO2	3,16	2,90	0,09
Al	13	K-series	0,53	0,58	0,56	Al2O3	1,09	1,00	0,06
P	15	K-series	0,16	0,18	0,15	P2O5	0,41	0,38	0,04
Na	11	K-series	0,11	0,12	0,13	Na2O	0,16	0,15	0,04
Mg	12	K-series	0,04	0,04	0,04	MgO	0,07	0,06	0,03
Total:			91,72	100,00	100,00				

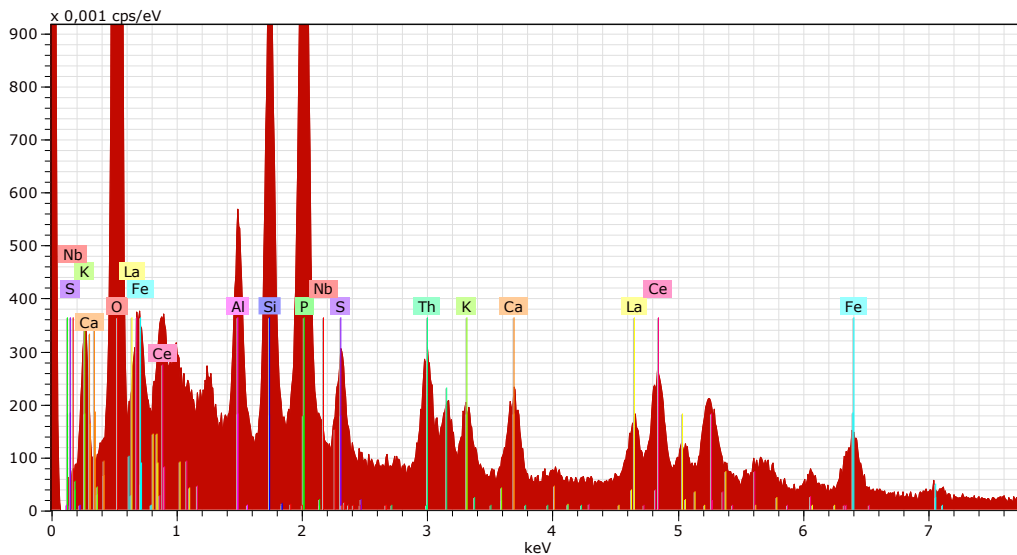
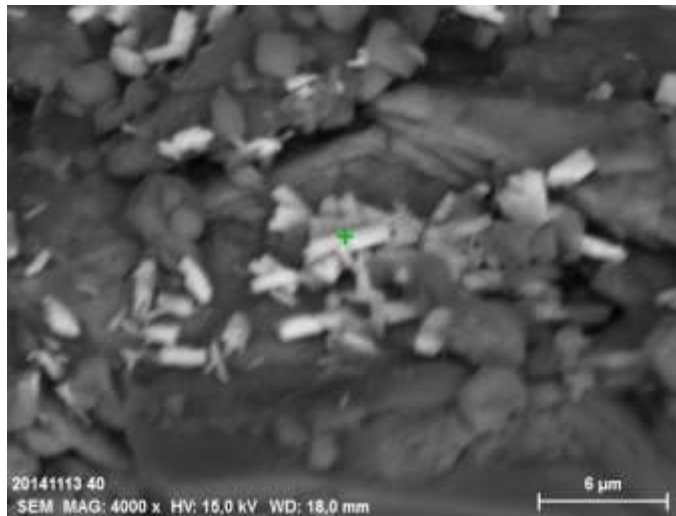
SEM-analyse av jarsitt i rustaforvitring i skjering. Prøve M20-fast/ 223 008.



Spectrum: 20141113 225 008b 9

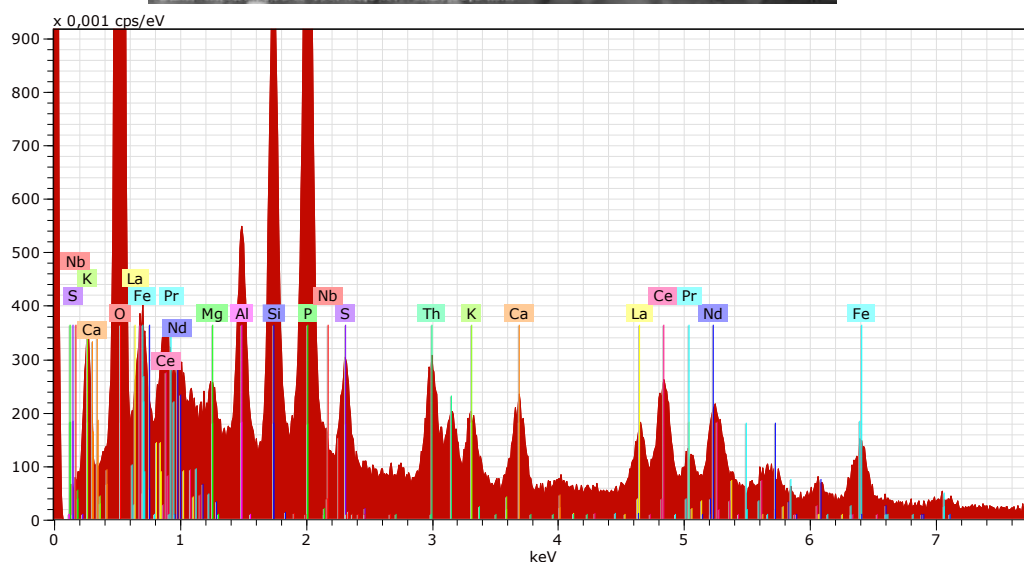
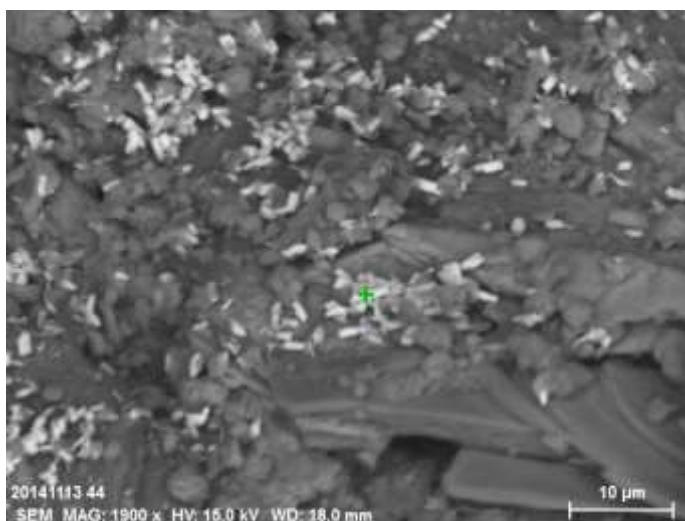
El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Compound	Comp. C [wt.%]	norm. Comp. C [wt.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	30,40	36,45	61,40		0,00	0,00	3,67
Fe	26	K-series	32,70	39,20	18,92	FeO	50,43	42,07	1,06
S	16	K-series	11,62	13,93	11,71	SO3	34,78	29,02	0,45
K	19	K-series	6,44	7,73	5,33	K2O	9,31	7,76	0,24
Si	14	K-series	1,26	1,51	1,45	SiO2	3,22	2,69	0,09
Al	13	K-series	0,57	0,68	0,68	Al2O3	1,29	1,08	0,06
P	15	K-series	0,22	0,26	0,23	P2O5	0,60	0,50	0,04
Na	11	K-series	0,11	0,13	0,15	Na2O	0,18	0,15	0,04
Mg	12	K-series	0,10	0,11	0,13	MgO	0,19	0,16	0,04
Total:			83,42	100,00	100,00				

SEM-analyse av rhabdophan-mineral med thorium og REE i rustaforvitring i skjering. Prøve M20-fast/223 008.



Spectrum: 20141113 225 008b 6

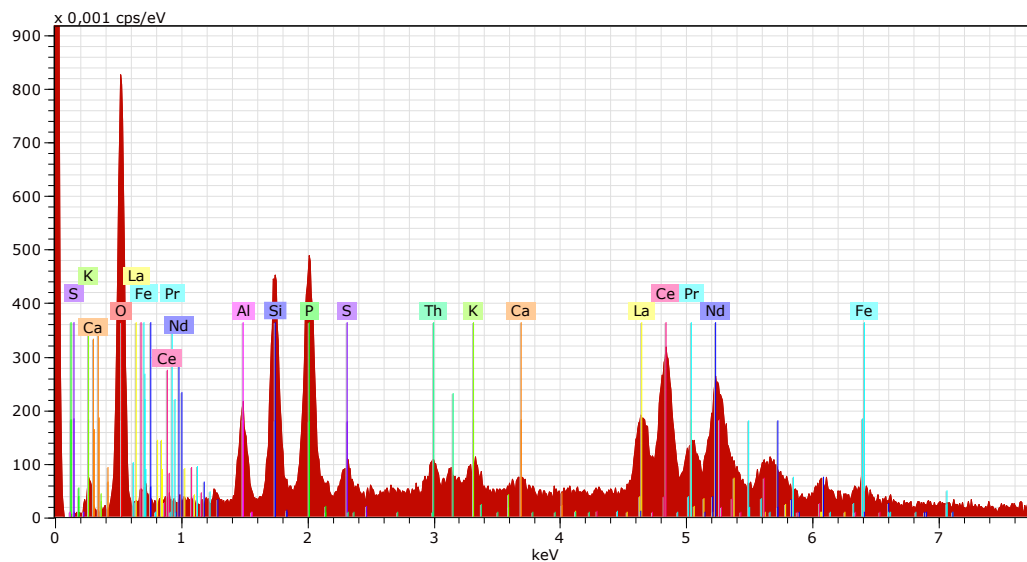
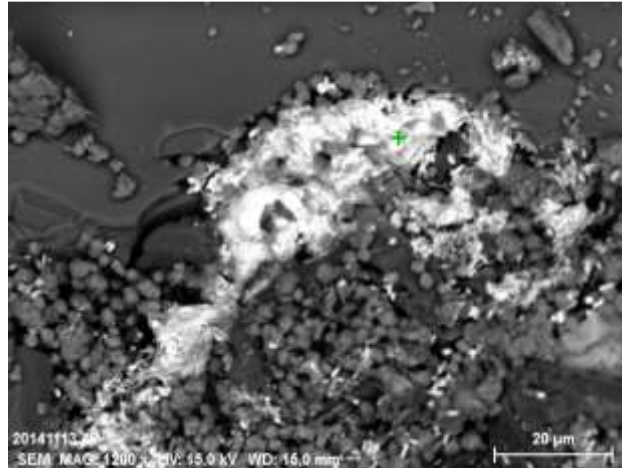
El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Compound	Comp. C [wt.%]	norm. Comp. C [wt.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	27,32	33,81	64,72		0,00	0,00	3,24
P	15	K-series	8,08	10,00	9,89	P2O5	22,92	18,52	0,34
Si	14	K-series	5,19	6,42	7,00	SiO2	13,73	11,10	0,25
Fe	26	K-series	6,18	7,65	4,20	FeO	9,84	7,95	0,26
Ce	58	L-series	15,15	18,75	4,10	Ce2O3	21,96	17,75	0,85
Al	13	K-series	2,61	3,22	3,66	Al2O3	6,09	4,92	0,15
La	57	L-series	7,32	9,05	2,00	La2O3	10,62	8,58	0,36
Ca	20	K-series	1,62	2,00	1,53	CaO	2,80	2,26	0,09
S	16	K-series	0,96	1,18	1,13	SO3	2,96	2,39	0,10
Th	90	M-series	5,47	6,77	0,89	ThO2	7,71	6,23	0,23
K	19	K-series	0,89	1,11	0,87	K2O	1,33	1,08	0,06
Nb	41	L-series	0,02	0,03	0,01	Nb2O3	0,03	0,03	0,04
Total:			80,81	100,00	100,00				



Spectrum: 20141113 225 008b 6

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Compound	Comp. C [wt.%]	norm. Comp. C [wt.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	28,52	33,70	64,30		0,00	0,00	3,38
P	15	K-series	8,20	9,69	9,55	P2O5	22,21	18,79	0,35
Si	14	K-series	5,29	6,25	6,79	SiO2	13,37	11,31	0,25
Fe	26	K-series	5,96	7,05	3,85	FeO	9,07	7,67	0,99
Al	13	K-series	2,66	3,15	3,56	Al2O3	5,94	5,03	0,16
Ce	58	L-series	10,89	12,86	2,80	Ce2O3	15,07	12,75	1,12
Mg	12	K-series	1,05	1,24	1,56	MgO	2,06	1,74	0,10
Nd	60	L-series	6,20	7,32	1,55	Nd2O3	8,54	7,23	1,05
Ca	20	K-series	1,63	1,92	1,46	CaO	2,69	2,28	0,09
La	57	L-series	5,05	5,96	1,31	La2O3	6,99	5,92	1,07
S	16	K-series	0,98	1,16	1,10	SO3	2,89	2,44	0,10
Th	90	M-series	5,53	6,53	0,86	ThO2	7,43	6,29	0,23
K	19	K-series	0,90	1,07	0,83	K2O	1,28	1,09	0,06
Pr	59	L-series	1,77	2,09	0,45	Pr2O3	2,45	2,07	0,91
Nb	41	L-series	0,01	0,01	0,00	Nb2O3	0,01	0,01	0,03
Total:			84,62	100,00	100,00				

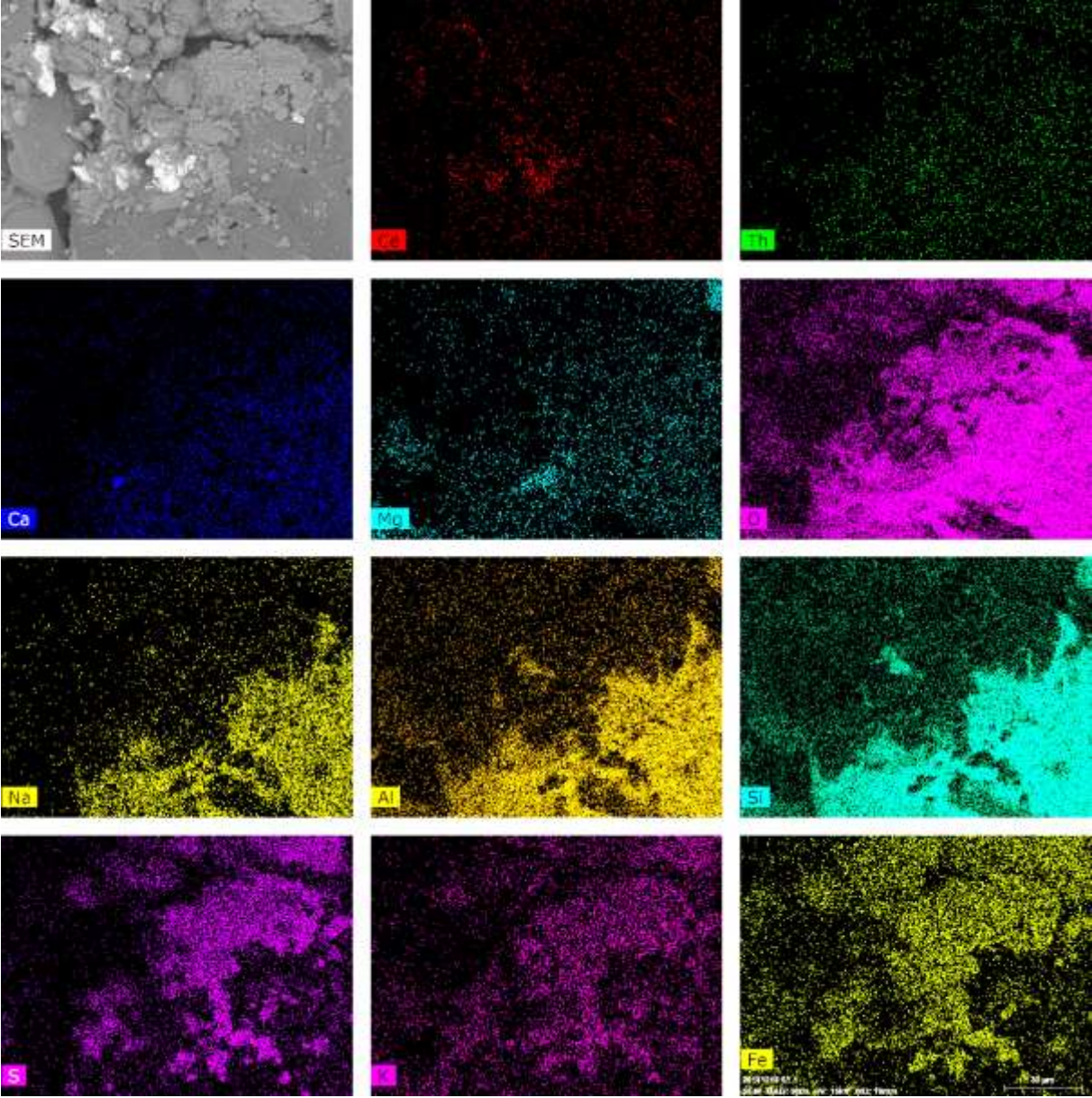
SEM-analyse av rhabdophan-mineral med thorium og REE i rustaforvitring i skjering. Prøve M20-fast/223 008.



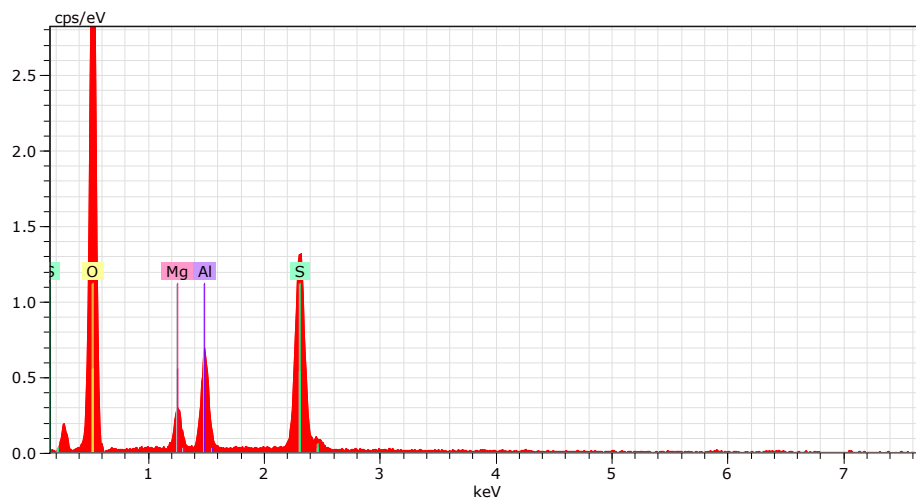
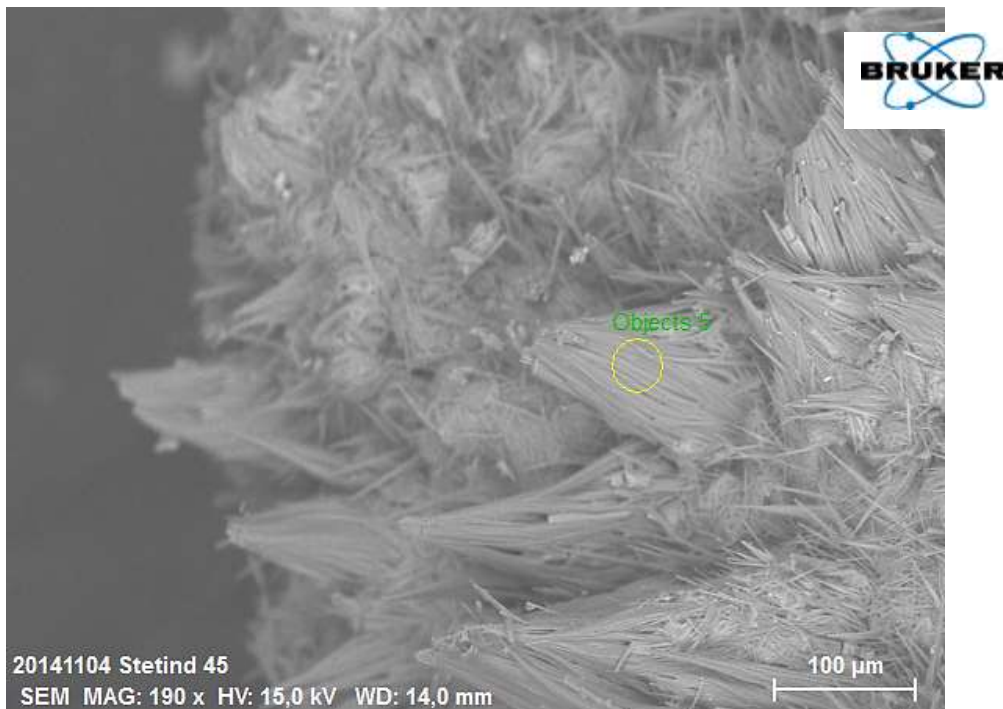
Spectrum: 20141113 225 008b 7

El	AN	Series	unn. [wt.%]	C norm. [wt.%]	Atom. [at.%]	Compound	Comp. [wt.%]	C norm. [wt.%]	Comp. [wt.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	14,63	23,54	63,30		0,00	0,00		2,26
Ce	58	L-series	17,95	28,87	8,87	Ce2O3	33,82	21,02		1,83
P	15	K-series	3,04	4,90	6,80	P2O5	11,22	6,97		0,16
Si	14	K-series	2,44	3,93	6,02	SiO2	8,40	5,22		0,14
Nd	60	L-series	9,75	15,69	4,68	Nd2O3	18,30	11,37		1,67
La	57	L-series	8,43	13,56	4,20	La2O3	15,90	9,89		1,72
Fe	26	K-series	2,02	3,25	2,50	FeO	4,18	2,60		0,79
Al	13	K-series	0,68	1,09	1,73	Al2O3	2,06	1,28		0,07
Pr	59	L-series	2,55	4,10	1,25	Pr2O3	4,80	2,98		1,30
K	19	K-series	0,21	0,34	0,37	K2O	0,41	0,25		0,04
Th	90	M-series	0,37	0,60	0,11	ThO2	0,68	0,42		0,06
Ca	20	K-series	0,06	0,10	0,11	CaO	0,14	0,09		0,03
S	16	K-series	0,02	0,04	0,05	SO3	0,09	0,06		0,03
Total:			62,16	100,00	100,00					

EDS-elementmapping av område med Ce-rhabdophan i prøve M20-225-8.



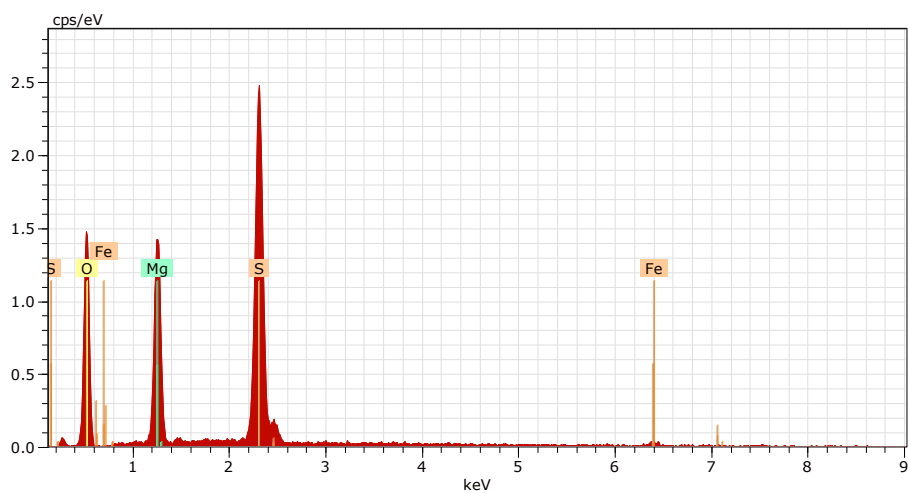
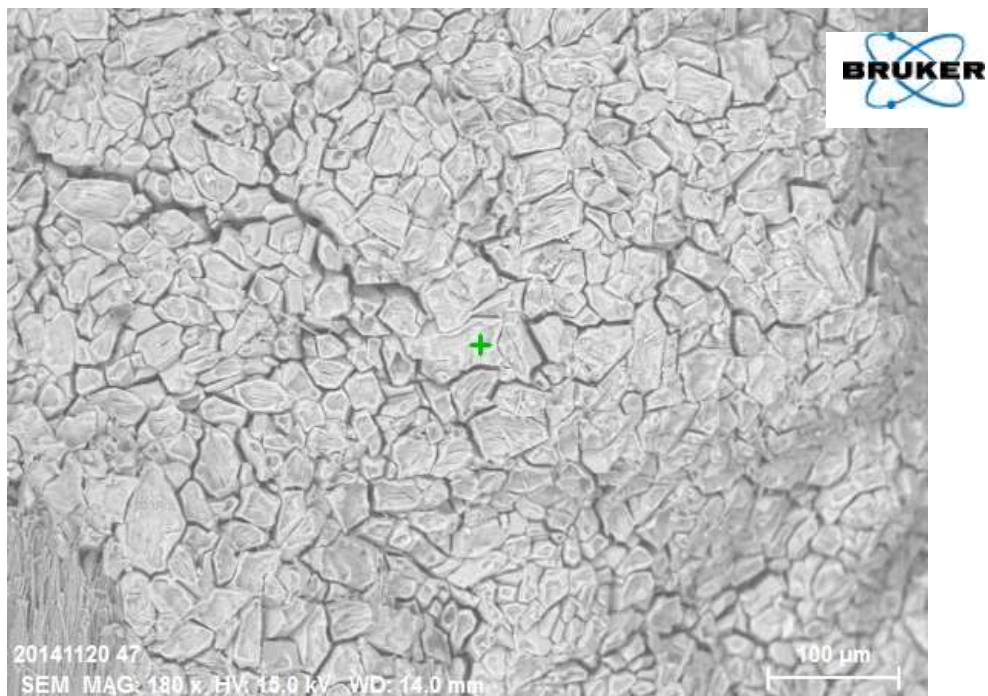
Prøve «M20 – kvit» av sein kvit utfelling med pickeringitt.



Spectrum: Objects 5

El	AN	Series	unn. [wt.%]	C norm. [wt.%]	C Atom. [at.%]	Compound	Comp. C [wt.%]	norm. [wt.%]	Comp. C Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	32,44	55,05	69,21		0,00	0,00	4,07
S	16	K-series	15,86	26,91	16,88	SO3	67,19	39,60	0,61
Al	13	K-series	7,37	12,51	9,33	Al2O3	23,64	13,93	0,40
Mg	12	K-series	3,26	5,53	4,58	MgO	9,17	5,41	0,23
Total:			58,94	100,00	100,00				

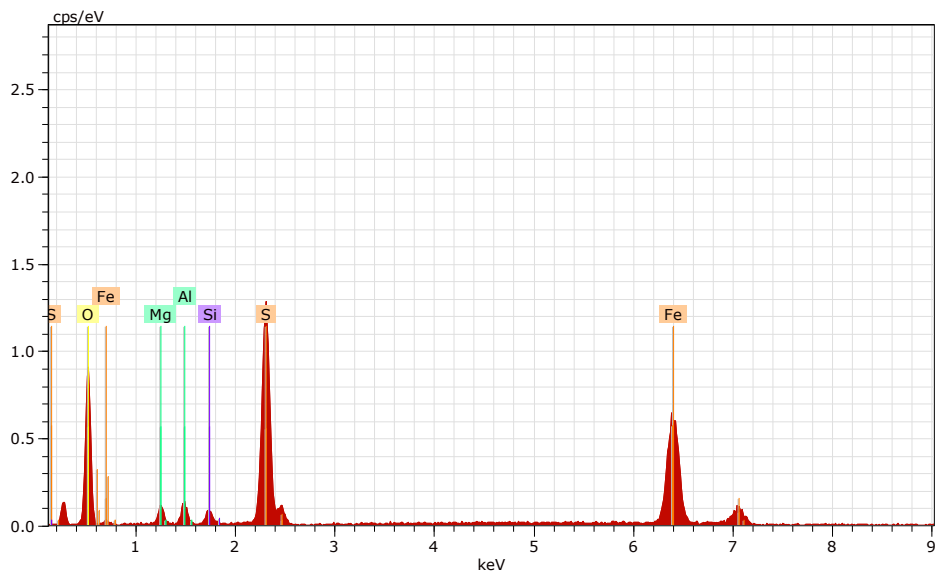
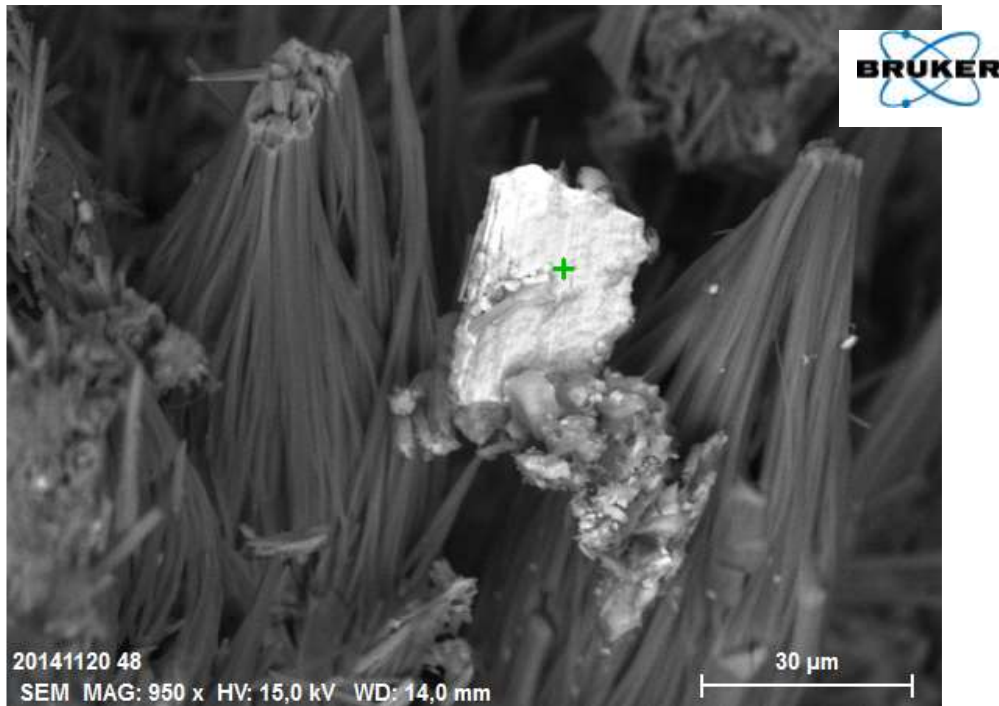
Prøve «M20 – kvit» av sein kvit utfelling med epsomitt.



Spectrum: 20141120 Veglab 2

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Compound	Comp. C [wt.%]	norm. Comp. C [wt.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	45,42	53,31	67,42		0,00	0,00	6,49
S	16	K-series	23,52	27,60	17,42	SO3	68,91	58,73	0,88
Mg	12	K-series	14,95	17,54	14,60	MgO	29,09	24,79	0,85
Fe	26	K-series	1,32	1,55	0,56	FeO	2,00	1,70	0,11
Total:			85,21	100,00	100,00				

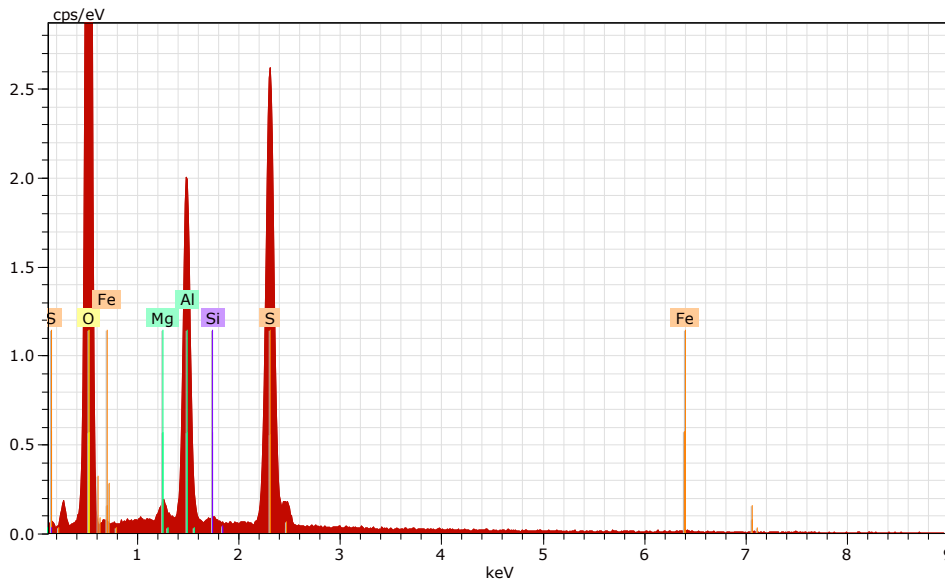
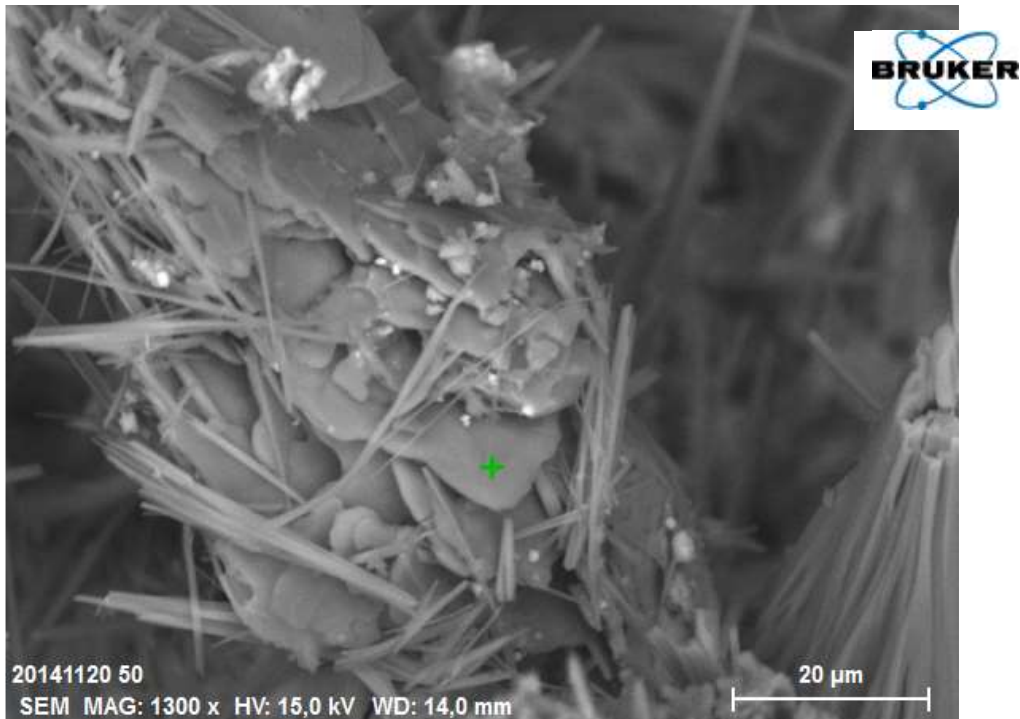
Prøve «M20 – kvitt» av sein kvitt utfelling, med oksidert pyritt på pickeringitt.



Spectrum: 20141120 Veglab 3

El	AN	Series	un. [wt.%]	C norm. [wt.%]	C Atom. [at.%]	Compound	Comp. [wt.%]	C norm. [wt.%]	Comp. [wt.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	76,55	48,17	68,66		0,00	0,00		11,56
S	16	K-series	39,05	24,57	17,48	SO3	61,35	97,50		1,47
Fe	26	K-series	33,84	21,30	8,70	FeO	27,40	43,54		1,08
Al	13	K-series	3,56	2,24	1,90	Al2O3	4,24	6,73		0,25
Mg	12	K-series	3,12	1,97	1,84	MgO	3,26	5,18		0,26
Si	14	K-series	2,79	1,75	1,42	SiO2	3,75	5,97		0,20
Total:			158,92	100,00	100,00					

Prøve «M20 – kvitt» av sein kvitt utfelling, med flakig Al-sulfat med pickeringitt.



Spectrum: 20141120 Veglab 4

El	AN	Series	unn. [wt.%]	C norm. [wt.%]	Atom. [at.%]	C Compound	Comp. [wt.%]	C norm. [wt.%]	Comp. [wt.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	38,44	55,52	70,23		0,00	0,00		4,35
S	16	K-series	19,00	27,44	17,32	SO3	68,52	47,45		0,70
Al	13	K-series	10,34	14,94	11,20	Al2O3	28,22	19,54		0,51
Mg	12	K-series	0,55	0,80	0,67	MgO	1,33	0,92		0,06
Fe	26	K-series	0,69	1,00	0,36	FeO	1,29	0,89		0,07
Si	14	K-series	0,21	0,30	0,22	SiO2	0,64	0,44		0,04
Total:			69,24	100,00	100,00					

Vedlegg 4 – Analyse av jarositt med elektronmikrosonde (EMPA)

Vanleg K-jarositt har formelen $\text{KFe}_3(\text{OH})_6(\text{SO}_4)_2$. Fleire element kan gå inn i posisjonen til K, i dette tilfellet små mengder Na, Sr og Ca, samt hydronium (H_3O^+). Summen av kation i posisjonen til K (=X) balanserast mot innhaldet av S, basert på formelen (dvs. $X/S = 0,5$). Summen av kation (X) blir bestemt på basis av formelen med utgangspunkt i konsentrasjonen av S. Innhaldet av hydronium blir bestemt i % basert på at $X = 100\%$: $\text{H}_3\text{O}^+ = 100 - (\text{K} + \text{Na} + \text{Sr} + \text{Ca})$. Tilsvarende kan fleire element substituere for Fe, i dette tilfelle litt Al. Støkiometrisk jarositt har $(\text{Fe}+\text{Al})/S = 1,5$. I vårt tilfelle er dette forholdet mindre enn 1,5, dvs. jarositt er undermetta på Fe+Al.

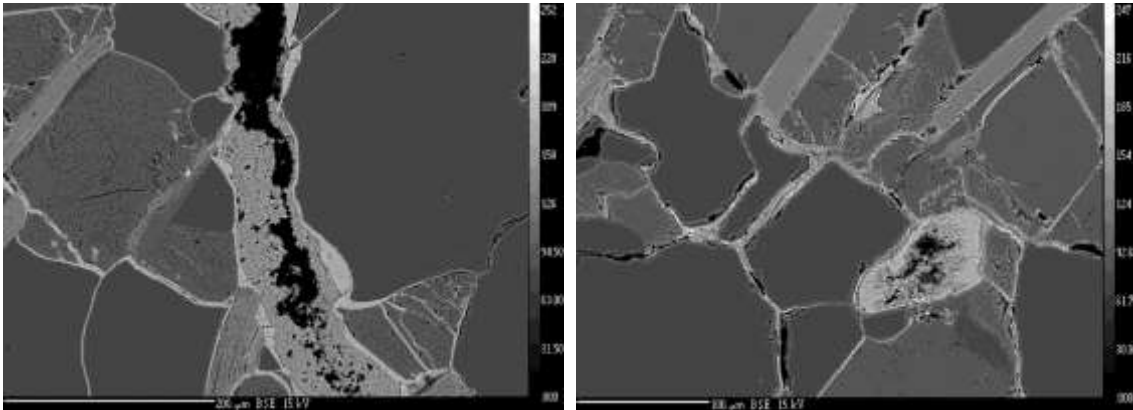
Tabell V4.1- Oversikt over tynnslip og innhald av hydronium og Fe+Al/S (atm %/atm %) rekna ut frå analysedata i Tabell V4.2. Tynnslip nr. same som NGU (2002). $\text{KFe}^{3+}_3(\text{OH})_6(\text{SO}_4)_2$

Tynnslip	Lokalitet - type	Punkt på tynnslip	*) H_3O^+ (% av K posisjon)	Fe+Al / S (atm. %)
2	Stigselva -svovelgul	2 / 1 .	29,02	1,43
2	Stigselva -svovelgul	4 / 1 .	27,15	1,46
2	Stigselva -svovelgul	6 / 1 .	16,33	1,37
2	Stigselva -svovelgul	7 / 1 .	26,41	1,29
2	Stigselva -svovelgul	11 / 1 .	16,77	1,37
2	Stigselva -svovelgul	12 / 1 .	23,00	1,38
2	Stigselva -svovelgul	16 / 1 .	20,52	1,38
2	Stigselva -svovelgul	17 / 1 .	21,52	1,36
2	Stigselva -svovelgul	22 / 1 .	18,69	1,49
6	Kirkemyr - Grå tett biotittgneis m "sulfidflate"	24 / 1 .	20,54	1,46
6	Kirkemyr - Grå tett biotittgneis m "sulfidflate"	25 / 1 .	15,00	1,40
6	Kirkemyr - Grå tett biotittgneis m "sulfidflate"	27 / 1 .	24,50	1,35
Gj.snitt			21,62	1,40

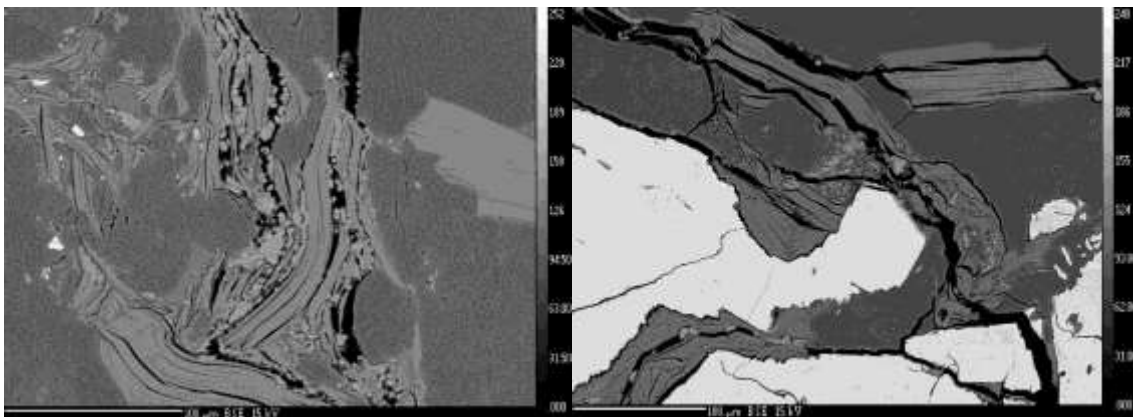
Tabell V4.2- Analysar av jarositt frå Stigselva og Kirkemyr.

Punkt	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	SrO	CaO	SiO ₂	TiO ₂	Total
2 / 1 .	0,26	46,57	0,04	0,30	6,41	32,93	0,00	0,00	0,08	0,00	86,53
4 / 1 .	0,13	46,84	0,00	0,23	6,56	32,25	0,01	0,00	0,02	0,00	86,03
6 / 1 .	0,24	44,58	0,02	0,40	7,49	33,01	0,04	0,01	0,89	0,00	86,69
7 / 1 .	0,21	45,05	0,04	0,51	6,82	35,22	0,02	0,03	0,10	0,00	88,00
11 / 1 .	0,34	44,51	0,00	0,21	7,74	32,90	0,00	0,00	0,83	0,00	86,43
12 / 1 .	0,28	45,03	0,00	0,48	6,64	33,05	0,02	0,14	0,28	0,00	85,91
16 / 1 .	0,27	44,93	0,04	0,44	6,96	32,87	0,03	0,06	0,20	0,03	85,83
17 / 1 .	0,25	42,97	0,00	0,50	6,94	31,92	0,00	0,03	3,27	0,03	85,92
22 / 1 .	0,50	46,00	0,02	0,59	6,54	31,40	0,10	0,04	0,05	0,11	85,35
24 / 1 .	0,45	45,57	0,00	0,34	6,82	31,73	0,04	0,07	0,97	0,08	86,06
25 / 1 .	0,21	43,98	0,00	0,76	6,74	31,73	0,05	0,01	3,52	0,68	87,69
27 / 1 .	0,17	43,89	0,01	0,06	7,19	32,89	0,04	0,00	0,74	0,12	85,07

SEM foto (Back scatter).



V4.3 Tynnslip nr 2 av svovelgul gneisprøve frå området nær Stigselva med tynne og tykke utfellingar av svært finkorna jarosittkrystallar i midten av sprekkar og med jern-oksyhydroksid mot kantane av sprekkane på svake korngrenser. Venstre bilde har målestokk 200 μm . I høgre bilde (målestokk 100 μm) ser vi ein sterkt nedbroten pyrrhotitt i kontakt med jarositt. Pyrrhotitt ser her ut til å vere oksidert av fluid relatert til jarositt. Pyrrhotitt er bare sporadisk observert i denne prøva og kan ikkje vere årsak til den mykje større mengda jarositt.



V4.4 Tynnslip nr 6 av «grå tett biotittgneis m sulfidflate» frå Kirkemyr. Venstre bilde viser større flak av biotitt og kloritt med små korn av jarositt på sprekkar. Høgre bilde viser pyritt («sulfidflate») som er heilt intakt utan teikn på oksidasjon. Pyritt er her omgitt av kloritt med små tynne og tykke utfellingar av jarositt på svake korngrenser. Målestokk 100 μm i begge foto.

IFE/KR/F-2015/029



Data Report: Sulphur, lead
and elemental analysis
(IFE REF: 2014-225)

Rev1

Report number IFE/KR/F-2015/029	Availability CONFIDENTIAL	Revision number Rev 1	Date 2015-02-25
Client/ Client reference Statens Vegvesen / Per Hagella	Availability this page CONFIDENTIAL	Number of issues 4	Number of pages 7
Report title Data Report: Sulphur, lead and elemental analysis (IFE REF: 2014-225)			
Summary Sulphur (S) isotopes were measured in 5 water samples and 9 rock samples. The 9 rock samples were also analysed for total sulphur content. Lead (Pb) isotopes and elemental composition were measured in 4 water samples and 15 rock samples.		Distribution: Electronic: Ingar Johansen Statens Vegvesen Paper: File (1 copy) Library (1 copy)	
	Name	Signature	
Prepared by	Christian A. Schöpke Anders Bjerga Kristin Mueller		
Reviewed by	Ingar Johansen		
Approved by	Nina Simon		
Electronic file code Sulphur and lead isotope analyses, elemental analyses, water, rock			

Contents

1	INTRODUCTION.....	1
2	ANALYTICAL METHODS.....	1
2.1	SULPHUR ANALYSES.....	1
2.1.1	WATER SAMPLES.....	1
2.1.2	ROCK SAMPLES.....	1
2.2	SAMPLE PREPARATION FOR ICP-MS ANALYSES.....	1
2.2.1	ROCK SAMPLE PREPARATION.....	2
2.3	ELEMENTAL ANALYSES.....	2
2.4	LEAD ISOTOPE ANALYSES.....	3
3	RESULTS.....	4
3.1	SULPHUR ANALYSES.....	4
3.2	ELEMENTAL ANALYSES.....	5
3.3	LEAD ISOTOPE ANALYSES.....	7

1 Introduction

Sulphur (S) isotopes were measured in 5 water samples and 9 rock samples. The 9 rock samples were also analysed for total sulphur content. Lead (Pb) isotopes and elemental composition were measured in 4 water samples and 15 rock samples.

2 Analytical methods

2.1 Sulphur analyses

2.1.1 Water samples

The samples were evaporated to approximately half of the initial volume. Sulphate was precipitated as barium sulphate by addition of a BaCl₂ solution. The precipitation was performed at controlled, low pH. The solution was filtrated, and the precipitate was rinsed by warm, ion-exchanged water prior to air drying. Aliquots of the sample precipitates were mixed with V₂O₅ for enhanced combustion and transferred to tin capsules.

Further preparation was done with a Carlo Erba NCS 2500 element analyser. The procedure involves flash combustion of the samples at approximately 1700 °C, reduction of SO₃ to SO₂ in the presence of Cu at 1000 °C, separation of combustion products by gas chromatography using a Poraplot Q column and transfer of SO₂ to a Nu Instruments Horizon isotope mass spectrometer for determination of δ³⁴S. The standards S-1 and S-2 from IAEA were used for calibration. The NBS-127, which is a barium sulphate standard was analysed as unknown. Average analysed value for NBS-127 is δ³⁴S_{CDT} = 21.26 ± 0.22 ‰ (one standard deviation). "True" value given by Commission on Isotopic Abundances and Atomic Weights (CIAAW) is 21.12 ± 0.36 ‰.

2.1.2 Rock samples

Samples from each region of interest were scraped off of the 'mother' rock and subsequently crushed and homogenized in an Agate mortar. Aliquots of the sample were mixed with V₂O₅ for enhanced combustion and transferred to tin capsules.

Further preparation was done with a Carlo Erba NCS 2500 element analyser. The procedure involves flash combustion of the samples at approximately 1700 °C, reduction of SO₃ to SO₂ in the presence of Cu at 1000 °C, separation of combustion products by gas chromatography using a Poraplot Q column and transfer of SO₂ to a Nu Instruments Horizon isotope mass spectrometer for determination of δ³⁴S. The standards S-1 and S-2 from IAEA were used for calibration. The NBS-127, which is a barium sulphate standard was analysed as unknown. Average analysed value for NBS-127 is δ³⁴S_{CDT} = 21.26 ± 0.22 ‰ (one standard deviation). "True" value given by Commission on Isotopic Abundances and Atomic Weights (CIAAW) is 21.12 ± 0.36 ‰. The elemental microanalysis standard B2308 (sulphur-containing coal) was also used as a quantification reference.

2.2 Sample preparation for ICP-MS analyses

All plasticware used to prepare the samples was acid cleaned by soaking in a 10% HNO₃ acid bath overnight, rinsed 5 times with ultra-pure H₂O and dried under a laminar flow hood.

Ultra-pure H₂O (Milli-Q, Millipore) was used for the samples preparation and analyses. All reagents used during the analyses were of trace-grade or better quality.

2.2.1 Rock sample preparation

Rock samples were solubilized using a microwave digestion. Approximately 50 mg of crushed and homogenised rock samples (as per Section 2.1.2) were weighed out with an accuracy of four decimals into individual PTFE digestion vessels along with 2 mL of HCl, 2 mL of HNO₃, 2 mL of H₂O and 6 mL of HF. The samples were digested for 2 x 30 minutes at 180°C using a microwave-assisted digestion system (Milestone ETHOS 1). The temperature and pressure conditions inside the vessels were monitored with an ATC-400 reference vessel cover on a blank sample. Some samples were digested in triplicate and the reference materials SY-4 from CANMET and SRM-981 from NIST were digested under the same conditions as the samples. Digestion blanks were prepared the same way as the samples without the addition of sample while spiked samples were made by adding 2 mL of a 10 mg/L stock solution containing Pb to some of the samples.

The digested samples were subsequently inspected for complete dissolution and evaporated to dryness in the digestion vessels on a hot plat under a fume hood. 5 mL of ultra-pure H₂O and 5 mL of HNO₃ were added to the dried samples and the solution was quantitatively transferred to 50 mL acid cleaned vials and diluted up to 50 mL using ultra-pure H₂O.

2.3 Elemental analyses

The analysis of the total element concentration of Be, Na, Sr, Ag, Cd, Ba, Hg, Tl, Pb, Th, U, Mg, Al, Si, P, S, Ca, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, K, As and Se was performed using a Thermo Scientific Element XR high resolution ICP-MS. Sample introduction was performed using a 0.2 mL/min self-aspiring PFA nebulizer, a quartz cyclonic spray chamber, a 2.2 mm quartz injector and an ESI SC autosampler system.

A linear calibration curve with major element concentrations between 1 and 100 µg/L and minor elements between 0.1 and 10 µg/L was created using 6 different dilutions of certified standard solutions, traceable to NIST, in a matrix of 1% HNO₃ and 1 µg/L of In, Y and Ge as internal standards. The instrumental accuracy of the elemental analyses (except Hg, Th, P and S) was assessed by analysing the standard reference material NIST 1640a every 10 samples. Replicate measures (n=4) were within 10% for all elements except U (12%), Hg (11%) and Fe (14%). The accuracy of the analyses for K was significantly low and these results should be used with caution. The reference diorite gneiss material SY-4 from CANMET was also digested and analysed for trace elements. The accuracy of these measurements was within 10% of the certified value for Be, Sr, Ba, Pb, Co and Zn. The accuracy was 19% for U, 26% for V, 12% for Cr, 13% for Ni and only 50% for Cu. The accuracy for Th was significantly low and these results should be used with caution. Sample method triplicates and analytical triplicates were measured for all dilution factors. Samples spiked with 10 µg/L of the major elements, 0.1 µg/L of the minor elements was also analysed every 10 samples to ascertain the variability and accuracy of the elemental analysis. The instrumental detection limits (see Table 1) for each element were calculated as 3 times the standard deviation of ten replicate analyses of the lowest calibration standard (1/10 µg/L).

Samples for total element analysis were diluted to an elemental concentration of lower than 100 µg/L in a matrix of 1% HNO₃ containing 1 µg/L of internal standards In, Y and Ge. In order to measure elements present in the samples accurately, dilutions of 1000x, 100x and 10x were performed.

Table 1: ICP-MS detection limits (ug/L)

	Detection Limit, DL (ug/L)
Be	0.0124
Na	0.768
Sr	0.00473
Ag	0.00861
Cd	0.0110
Ba	0.0105
Hg	0.0113
Tl	0.00556
Pb	0.0073
Th	0.0210
U	0.00569
Mg	0.133
Al	0.212
Si	1.78
P	0.139
S	1.97
Ca	0.179
V	0.00448
Cr	0.0114
Mn	0.0150
Fe	0.346
Co	0.00544
Ni	0.0146
Cu	0.0181
Zn	0.0216
K	189
As	0.0157
Se	0.0159

2.4 Lead isotope analyses

The analysis of Pb isotopes in the water and digested rock samples was also performed using a Thermo Scientific Element XR high resolution ICP-MS in speed mode. Sample introduction was performed using a 0.2 mL/min self-aspiring PFA nebulizer, a PFA cyclonic spray chamber, a 1.8 mm platinum injector and an ESI SC autosampler system.

Both water and digested Samples for isotope analysis were diluted to an elemental concentration of approximately 5 ppb of Pb in a matrix of 5% HNO₃. A standard-sample

bracketing method, whereby the common lead isotopic standard SRM 981 from NIST was measured every second sample, was performed for mass bias correction. The external precision, expressed as relative standard deviation (%RSD), for the duplicate digestion and analysis of the reference diorite gneiss material SY-4 from CANMET was 0.54%, 0.53%, 0.32%, 0.58%, 0.19% and 0.54% for $^{204}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$, $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$, $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$, $^{208}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$, $^{207}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$ and $^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$, respectively. Triplicate microwave digestions and analyses of sample 225-6(1) yielded %RSD values of less than 0.37% for all Pb isotope ratios. Triplicate analytical measurements of microwave digested sample 225-7 yielded %RSD values of less than 0.79% for all Pb isotope ratios.

3 Results

3.1 Sulphur analyses

Table 2: Sulphur isotope and weight % values

Sample Identification	IFE Laboratory No.	$\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$ (Sulphate)	Weight % S
Git 1	2014-225-001	17.64	-
Git 2	2014-225-002	11.88	-
Git 3	2014-225-003	16.88	-
Git 4	2014-225-004	21.08	-
Git 5	2014-225-005	14.56	-
M20-Al crust	2014-225-006 (avg. of 1 and 2)	6.57	4.05
M20-Al crust	2014-225-006 (1)	6.42	4.16
M20-Al crust	2014-225-006 (2)	6.71	3.93
M20-Weathered	2014-225-007	4.34	1.13
M20-solid	2014-225-008	4.69	1.24
Git (1)	2014-225-009 (avg of 22. and 23)	19.88	0.31
Git (1)	2014-225-009 (22)	18.98	0.25
Git (1)	2014-225-009 (23)	20.77	0.37
Git (2) crust on end	2014-225-010 (11)	27.20	1.08
Git (2) crust on middle	2014-225-010 (12)	23.12	0.73
Git (2) fresh	2014-225-010 (6)	22.86	0.20

3.2 Elemental analyses

Table 3: Elemental concentrations (Part 1)

Sample ID	IFE Lab. No.	units	Be	Na	Sr	Ag	Cd	Ba	Hg	Tl	Pb	Th	U	Mg	Al	Si
Git 1-water	225-1	ug/L	1.03	68846	113	0.530	0.550	23.1	0.110	0.200	0.980	1.89	4.10	13565	6148	9372
Git 2-water	225-2	ug/L	<DL	7716	63.2	0.540	0.230	22.7	<DL	0.140	0.470	0.980	0.450	2891	8.93	3670
Git 4-water	225-4	ug/L	0.590	18295	112	0.530	0.530	31.2	<DL	0.160	0.730	0.990	0.640	7543	3532	1388
Git 5-water	225-5	ug/L	0.410	17558	131	0.580	0.740	24.4	<DL	0.190	0.610	1.36	0.720	8061	3431	3572
M20-Al crust	225-6(1)	ug/g	24.2	592	3.92	0.581	0.217	8.92	0.719	0.148	13.9	11.9	173	136	222680	55.1
M20-Al crust	225-6(2)	ug/g	27.0	153	2.78	0.579	0.227	4.56	<DL	0.145	14.8	11.2	170	116	255041	<DL
M20-Weathered	225-7	ug/g	1.36	9418	11.1	1.56	0.220	279	<DL	0.996	14.2	1.93	1.26	278	23900	77062
M20-solid	225-8(38)	ug/g	3.07	31557	132	2.00	0.256	373	<DL	1.07	8.77	7.08	1.93	10320	116993	2116
M20-solid	225-8(39)	ug/g	1.78	9373	4.20	1.46	0.182	66.3	<DL	1.09	5.87	1.90	1.24	678	16714	75548
Git (1)	225-9(21)	ug/g	0.340	2419	0.505	1.80	0.237	75.0	<DL	1.33	3.47	1.94	1.48	218	3240	48868
Git (1)	225-9(22)	ug/g	0.920	8530	3.63	1.43	0.104	19.5	<DL	0.882	13.0	1.07	2.64	278	32307	4459
Git (1)	225-9(23)	ug/g	0.719	5721	1.18	0.94	<DL	10.5	<DL	0.906	9.13	<DL	0.800	268	2918	4301
Git (1)	225-9(24)	ug/g	0.568	6874	2.01	1.54	<DL	30.8	<DL	5.32	13.4	<DL	1.20	299	5055	2337
Git (1)	225-9(25)	ug/g	0.977	4509	1.51	1.97	0.220	12.8	<DL	1.13	9.14	1.49	1.20	444	13859	63140
Git (1)	225-9(26)	ug/g	0.691	6324	36.0	1.52	0.214	534	<DL	0.938	5.69	10.1	2.95	4980	120964	5031
Git (1)	225-9(27)	ug/g	0.523	4190	1.05	2.14	0.235	107	<DL	1.43	4.44	1.84	2.19	334	10658	113478
Git (2) fresh	225-10(6)	ug/g	0.331	12083	43.9	0.634	<DL	455	<DL	0.575	7.26	<DL	0.653	11.6	25575	6747
Git (2) crust on end	225-10(11)	ug/g	0.638	4478	7.64	1.86	0.160	10.4	<DL	1.19	3.50	1.76	1.28	765	6712	277
Git (2) crust on middle	225-10(12)	ug/g	0.782	5363	14.6	1.32	0.124	108	<DL	1.15	5.73	2.66	2.63	2060	11840	3590

Table 4: Elemental concentrations (Part 2)

Sample ID	IFE Lab. No.	units	P	S	Ca	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	K	As	Se
Git 1-water	225-1	ug/L	1.72	67003	35476	0.310	0.330	810	42.7	66.1	140	26.7	113	2006	<DL	<DL
Git 2-water	225-2	ug/L	1.69	9824	11488	0.310	0.160	165	<DL	4.82	9.08	1.31	8.55	2469	<DL	<DL
Git 4-water	225-4	ug/L	2.34	37838	19485	0.320	0.510	398	19.0	19.6	44.7	4.37	61.6	665	<DL	<DL
Git 5-water	225-5	ug/L	2.37	46439	27287	0.310	0.460	568	32.8	27.6	59.4	4.73	78.3	<DL	<DL	<DL
M20-Al crust	225-6(1)	ug/g	34.7	45602	397	5.10	23.2	12.0	37625	1.33	9.25	36.7	35.8	3789	6.72	0.591
M20-Al crust	225-6(2)	ug/g	29.5	52869	394	4.74	21.8	9.30	46949	1.27	10.5	42.1	33.3	9536	0.971	0.579
M20-Weathered	225-7	ug/g	498	12993	759	134	44.7	150	49407	2.39	5.57	35.3	53.9	13252	0.278	0.479
M20-solid	225-8(38)	ug/g	313	4811	12369	100	74.2	257	30818	2.34	11.5	22.4	66.6	8489	5.77	0.239
M20-solid	225-8(39)	ug/g	625	16491	719	122	134	157	47041	3.74	37.4	72.2	54.1	11850	<DL	0.430
Git (1)	225-9(21)	ug/g	206	4141	38.6	176	133	362	44694	4.51	11.1	8.05	121	10167	0.227	0.196
Git (1)	225-9(22)	ug/g	497	2289	426	123	81.8	153	48232	2.88	12.3	118	65.9	5326	1.20	<DL
Git (1)	225-9(23)	ug/g	365	5050	181	128	104	99.4	33874	2.80	23.9	117	62.4	8042	0.276	<DL
Git (1)	225-9(24)	ug/g	484	5437	235	155	394	182	46247	4.28	167	39.6	90.1	5133	0.888	<DL
Git (1)	225-9(25)	ug/g	349	6174	163	166	98.3	171	33957	3.57	10.0	12.3	74.3	9922	0.387	0.238
Git (1)	225-9(26)	ug/g	1112	4288	2146	146	87.3	202	108547	2.32	4.94	19.2	46.8	4049	2.65	0.230
Git (1)	225-9(27)	ug/g	565	8267	63.3	190	102	315	72838	5.45	10.8	29.7	112	10688	0.366	0.174
Git (2) fresh	225-10(6)	ug/g	396	4044	306	58.8	27.6	185	19567	6.73	11.0	23.1	23.8	1047	0.302	<DL
Git (2) crust on end	225-10(11)	ug/g	439	12284	266	173	100	117	100750	3.53	14.1	37.7	35.6	5292	0.213	<DL
Git (2) crust on middle	225-10(12)	ug/g	532	9790	1387	267	219	852	143140	9.72	46.2	99.7	96.2	5104	0.534	<DL

3.3 Lead isotope analyses

Table 5: Pb isotope ratio values

Sample ID	IFE Lab. No.	$^{204}\text{Pb}/^{208}\text{Pb}$	$^{207}\text{Pb}/^{208}\text{Pb}$	$^{206}\text{Pb}/^{208}\text{Pb}$	$^{208}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$	$^{207}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$	$^{208}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$
Git 1-water	225-1	0,052080	0,76969	1,9176	36,821	14,779	19,202
Git 2-water	225-2	0,10621	0,86488	2,0295	19,110	8,1435	9,4157
Git 4-water	225-4	0,055066	0,81083	1,9985	36,293	14,725	18,160
Git 5-water	225-5	0,054717	0,80061	1,9807	36,199	14,632	18,276
M20-Al crust	225-6(1)	0,048307	0,76432	1,9734	40,852	15,823	20,702
M20-Al crust	225-6(2)	0,048466	0,76047	1,9775	40,802	15,691	20,633
M20-Weathered	225-7	0,050846	0,79569	1,9373	38,104	15,650	19,668
M20-solid	225-8(38)	0,048628	0,76777	1,9328	39,746	15,789	20,564
M20-solid	225-8(39)	0,043769	0,69577	1,8301	41,814	15,897	22,848
Git (1)	225-9(21)	0,037313	0,59104	1,6506	44,237	15,841	26,801
Git (1)	225-9(22)	0,046439	0,74472	1,9138	41,213	16,037	21,534
Git (1)	225-9(23)	0,045902	0,73585	1,9322	42,094	16,031	21,786
Git (1)	225-9(24)	0,047477	0,75774	1,9268	40,584	15,960	21,063
Git (1)	225-9(25)	0,047574	0,75878	1,9436	40,854	15,950	21,020
Git (1)	225-9(26)	0,037012	0,59160	1,7207	46,490	15,984	27,019
Git (1)	225-9(27)	0,036282	0,58258	1,6350	45,065	16,057	27,562
Git (2) fresh	225-10(6)	0,048553	0,77286	1,9632	40,434	15,918	20,597
Git (2) crust on end	225-10(11)	0,030709	0,50562	1,6275	52,997	16,465	32,564
Git (2) crust on middle	225-10(12)	0,036300	0,59888	1,7334	47,752	16,498	27,548

Vedlegg 6 - E-post korrespondanse med Sue Welch og Tony Appelo

Per Hagelia

Fra: welch318osu@gmail.com på vegne av sue welch <welch.318@osu.edu>
Sendt: torsdag 7. oktober 2010 03:39
Til: Hagelia Per; Sue Welch
Emne: Re: [Fwd: Fe-compunds and jarosite]

G'day Per Hagelia

we have see a lot of acidity generated in our experiments. If jarosite is present we typically saw the pH is usually buffered around pH 3 to 3.5 or so. I have done leach experiments similar to the ones you describe and get similar results, acidity decreases down to pH 3 to 3.5 within minutes to hours when there is jarosite. Its a little hard to get pH more acidic from jarosite dissolution though, because the pH is supposedly buffered by dissolution of jarosite and then precipitation/dissolution of Fe(OOH) phases.

We have also done experiments with sediments where we do a sequential leach, basically 1:5 sediment:water, and then keep removing and replacing the water and acidity is still released after many leaches

I would guess in the experiments where you see pH< 3 you have some pyrite that gets oxidized, or perhaps even some schwertmanite that is transformed into goethite. The guys at Southern Cross University (Leigh Sullivan, Richard Bush, Ed Burton) have been doing lots of work on acidity in sediments like these too.

sue

On Wed, Oct 6, 2010 at 10:14 AM, Sue Welch <swelch@ems.anu.edu.au> wrote:

----- Original Message -----

Subject: Fe-compunds and jarosite
From: "Hagelia Per" <per.hagelia@vegvesen.no>
Date: Wed, October 6, 2010 9:05 pm
To: "swelch@ems.anu.edu.au" <swelch@ems.anu.edu.au>

Dear Dr Susan A Welch,

I have previously read your papers on jarosite dissolution etc and get the impression that jarosite associated with Fe-oxyhydroxides can under certain circumstances develop much acidity.

I have been looking at apparently similar Norwegian material: Rusty yellowish weathering rinds with some jarosite and Fe compounds (mainly amorphous, likely with both Fe²⁺ and Fe³⁺) and otherwise quartz, feldspars, mica (no sulfide obvious from XRD). This material is rather friable and I have crushed some samples gently (so that the weak jarosite and Fe-compunds become very fine but qz and fsp are less well ground). Then, distilled water : "powder" = about 3 : 1: After just 1/2-1 hour pH dropped from neutral to about 3.5; after 24 hours levelling off at pH = 2.5 (and even 2.3). In other cases pH was dropping to about 3.5-3.3 after 24 hours without indications of having reached a minimum (doing several measurements from T0 to T24hrs). From these simple experiments it seems that acidity can develop even in absence of Fe-sulfides.

I was wondering if you may have similar experience from Australia.

Best regards

Per Hagelia
Tunnel and Concrete Division
Norwegian Public Roads Administration
Oslo, Norway

Seksjon: Tunnel og betong
Postadresse: Statens vegvesen Vegdirektoratet, Postboks 8142 Dep, 0033 OSLO
Kontoradresse: Brynsengfaret 6A, OSLO
Telefon: +47 22073931 Mobil: +47 91584701 e-post:
<mailto:per.hagelia@vegvesen.no>
www.vegvesen.no e-post: <mailto:firmapost@vegvesen.no>

Tenk miljø - spar papir. Treng du skrive ut denne e-posten?

Per Hagelia

Fra: Tony Appelo <appt@xs4all.nl>
Sendt: søndag 19. april 2009 20:58
Til: Hagelia Per
Emne: Re: Jarosite dissolution kinetics

At 10:24 17/4/2009 +0200, you wrote:

Do you have any experience with dissolution kinetics of "real life jarosites".

No, not really, but I suppose that they dissolve quickly within the residence time of water in a soil, but perhaps not in your tunnels.

Using the minteq database I get SI = - 15 to - 20 for K-jarosite. H- jarosite consistently lower. Using water chemical analyses typical for ARD in the area (biljana Gashorova says H-j dissolved 4x faster than K-j). I

This SI is very low.

have some SEM indicating some degree of non-stoichiometry (otherwise there is a small alunite component). Notice also that S vs Pb isotopes in ARD water are identical to some jarosite bearing bulk S and Pb isotopic composition and still quite similar to one type of Po, being different from most other Po and Py isotopic signatures.

I have therefore concluded that jarosite dissolution must be an important acid producer (but it also seems possible that remaining ferrous iron in FeOOH compounds may contribute to lowering of pH upon complete oxidation)

Yes Fe=2 and Al+3 may be in the jarosite. They are great acidifiers.

With kind regards, Tony.

=====
Dr C.A.J. Appelo
Valeriusstraat 11
1071 MB Amsterdam, NL
tel. ++ 31 20 6716366 e-mail appt@xs4all.nl
website <http://www.xs4all.nl/~appt/index.html>
=====

Vedlegg 7 – Hagelia P (2015a): Impact of Iron Sulfides and Secondary Sulfate Minerals on the Potential for Acid Rock Drainage (ARD). 12th Urban Environment Symposium Urban Future for a Sustainable World. June 2015 Oslo. Abstract og foredrag

12th Urban Environment Symposium
1-3 June 2015 in Oslo, Norway

Session 5B

Impact of Iron Sulfides and Secondary Sulfate Minerals on the Potential for Acid Rock Drainage

Per Hagelia

Tunnel and Concrete Division, TMT, Norwegian Public Roads Administration; e-mail: per.hagelia@vegvesen.no

Acid rock drainage (ARD) represents a serious environmental concern, due to potentially extreme lowering of pH and mobilisation of toxic metals. It is well established that sulfide oxidation and dissolution leads to acidification and release of toxic elements such as Ni, Zn, Cd, As and Al. However, research over the last two decades has unravelled that also secondary sulfates such as jarosite, alunite, schwertmannite, copiapite and others represent important acidifiers. The present paper focusses on lessons learned from planning and construction of E18 in the Lillesand district, South Norway. Here, widespread rusty gneisses have caused extreme ARD and heavy metal pollution, also involving some degree of U and Th mobilisation. These Precambrian gneisses contain stratabound pyrrhotite and younger secondary pyrite deposited on rock joints. Jarosite-bearing rusty crust material is sometimes spatially associated with secondary pyrite. Yet, extensive and mechanically weak jarosite-bearing rusty crusts without pyrite occur. Jarosite and Fe-oxyhydroxide were also frequently deposited at mineral grain-boundaries in more intact gneiss. It can be demonstrated that pH may drop down to 2.5-3 even without involvement of iron sulfides. EMPA and SEM analysis clearly show that jarosite was frequently hydronium-substituted and non-stoichiometric, being significantly more soluble than stoichiometric K-jarosite. Field evidence, petrography, chemical characteristics and S and Pb isotopic signatures of intact and altered rocks suggest that secondary formation of rusty jarosite-bearing crusts took place in the geological past, although the process also continues due to present day weathering. Rock blasting has led to a very high degree of fragmentation of these weak rocks, thus liberating highly reactive fines being responsible for ARD. Characterisation by state of the art geological, mineralogical and chemical methods is a prerequisite for development towards a reliable classification method for the ARD potential in such rocks.



Norwegian Public Roads
Administration

12th Urban Environment Symposium
Urban Future for a Sustainable World
Oslo, Norway, 1-3 June 2015

Impact of Iron Sulfides and Secondary Sulfate Minerals on the Potential for Acid Rock Drainage (ARD)

Per Hagelia

Tunnel and Concrete Division

Norwegian Public Roads Administration

Oslo, Norway



Norwegian Public Roads
Administration

12th Urban Environment Symposium
Urban Future for a Sustainable World
Oslo, Norway, 1-3 June 2015

Objectives

- Give a very brief outline of ARD-susceptible minerals and rocks and their impact on the water environment
- Investigate the causes of a severe and geologically composite case of ARD with metal mobilisation in southern Norway, using a *multiproxy approach*
- Elaborate on the need for geological investigations as fundamental basis for classification, planning, construction and mitigation



The geological history of the Lillesand area

- Precambrian gneisses, some with stratabound pyrrhotite, formed at ca 750 °C, ca. 1100 mill. yrs ago (ductile deformation).
- Possibly metasomatic alteration, 1100-1000 Ma (hot hydrous fluids).
- Later stage hydrothermal events (Permian, ca 260 Ma) related to magmatism in the Oslo-Skagerrak Rift (magmatic fluid infiltration, brittle deformation).
- Tropical chemical weathering during the Mesozoic (ca 200-160 Ma): deep infiltration of warm very acidic water from rainforest).
- Several glacial events, mainly mechanical erosion, Lillesand under the sea, partly overlain by marine clay.
- Post ca 11000-10000 yrs ago: surface erosion & weathering, some warm periods.
- “Antropocene”: Road construction/deposition & weathering.

The ARD problem should be understood within this geological context



Acid Rock Drainage influenced by many factors

- ***ARD-susceptible minerals*** around the world occur in 1) igneous, sedimentary & metamorphic rocks (volcanic, black shale, sulfur bearing gneisses, sulfide ore etc., 2) hydrothermal deposits and 3) Acid Sulfate Soils (ASS).
- ***Heavy metal contents*** vary a lot (As, Cd, Cu, Ni, Pb, Zn & U)
- ***Oxidation of sulfides*** (exothermal) typically **pyrite** (FeS₂) and **pyrrhotite** (Fe_{1-x}S): x varies from 0.125 to 0 (when 0: no acid forms).
- ***Dissolution of some sulfates*** (jarosite, copiapite, schwertmannite etc.), formed in response to volcanic gas steams, hydrothermal activity & weathering events: Often secondary after primary Fe-sulfides, but **not always** so.
- ***Availability of pollutants*** is governed by the mineral contents (%); chemistry; crystallinity, specific surface area, temperature, co-existing phases and the chemistry of ambient water (e.g. saturation conditions depending mainly on ionic composition, Eh & pH).
- ***Bacteria*** such as *Acidithiobacillus sp.* may greatly enhance sulfide oxidation. Microbes do represent a JOKER: Frequently assumed to be present, yet usually never characterised!



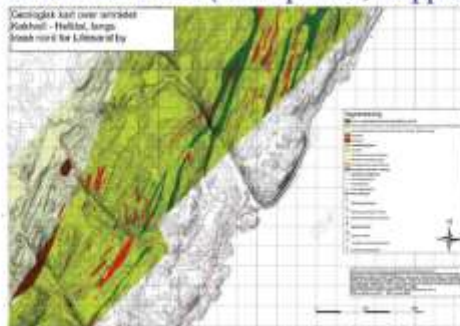
The ARD problem in Lillesand

- **Pre-investigation** (2001-2005) in light of a severe ARD event in Lillesand after rock blasting late 1980'ties: **Rusty weathered crusts with the sulfate *jarosite* & Fe-oxyhydroxide** more important than intact Fe-sulfide in fresh gneiss.
- **Construction stage** (2006-2009): Classification *solely* focussing on intact Fe-sulfide contents, stating that *rusty crusts were unimportant*.
- **Post construction**: Rocks placed in three large deposits, have led to partly severe ARD due to *insufficient covers and -neutralisation* (cf. Hindar and Nordstrom 2014). Now improved system.
- **One deposit of "clean stones" developed ARD!** and still does due to insufficient classification procedure.
- **NORWAT** activities in 2014-2015: Why?



Pre-investigations by cross disciplinary team

- NPRA (leader) (main geological mapping project, petrography, interaction rock-water, origin of ARD).
- NIVA (water chemistry, expertise on acidification local cases of ARD).
- Institute of energy technology, IFE (XRD, SEM, S & Pb isotopes): provenance (origin of ARD).
- NGU (2001-2005) ore expertise, mapping petrography, supplementary + quality assurance).
- Geokart AS: I. Rui (ore expertise, mapping).





Geological evidence from pre-investigations

Late – post glacial effects: leaching of sulfur bearing minerals from the surface region



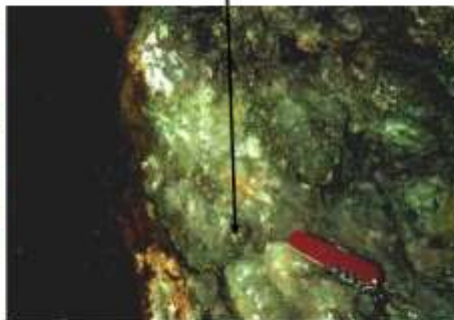
Yellowish-brown alteration with jarosite is deep, extensive and at least in part old. Possibly related to Mesozoic tropical deep weathering process



Secondary pyrite and jarosite along cracks: hints on possible genetic relationship

Strongly oxidised pyrite with Fe-deposits and brownish yellow jarosite

Quite fresh pyrite in pegmatite



Pyrrhotite (0-2 %): *stratabound* (ca 1100 mill yrs old)



Weak rusty yellow gneiss quite common

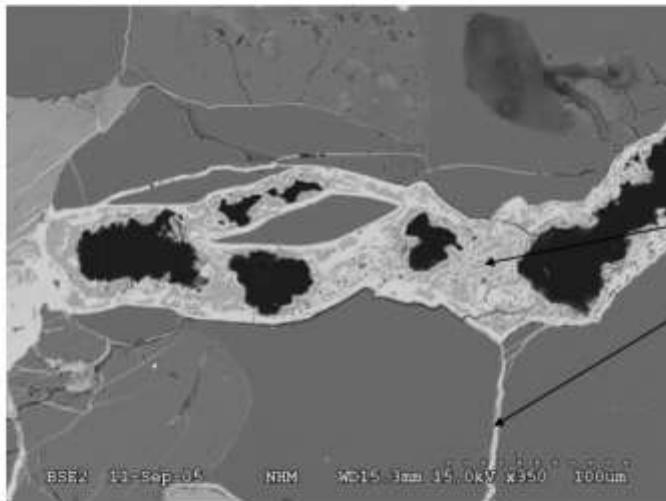
- Rock blasting sometimes produces much reactive fines!
- The fines carry important very reactive ARD-minerals
- Always use the hammer to find out where!



Videos from field work in 2005. Cast: Edvard Iversen & Per Hagelia, NPRA



Jarosite and FeOOH along weak grain boundaries is very common:
also within ordinary relatively “strong” rocks.



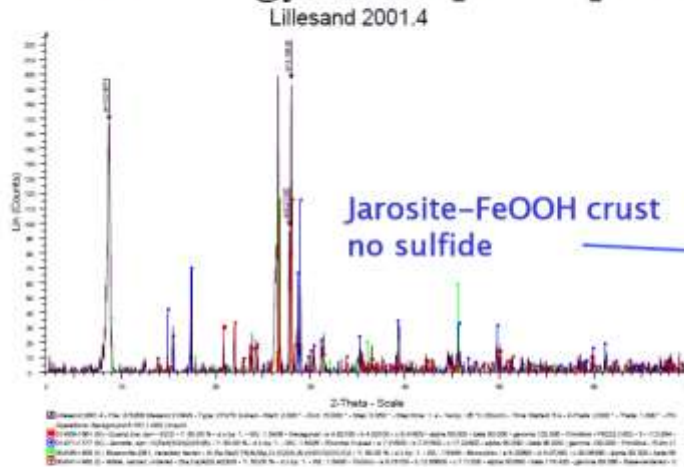
Fe(O)OH + jarosite

This can be found in
most of our thin
sections!

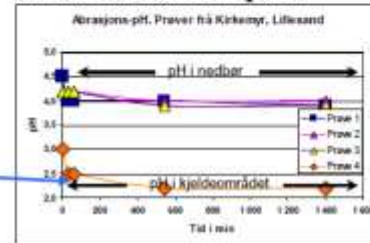
This jarosite was present
long time before
construction!



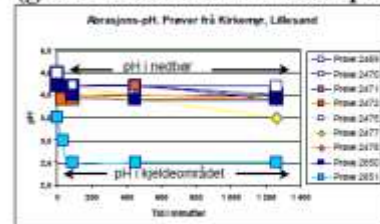
Mineralogy versus pH response



Selected field samples:



Sulfide separates and crusts (gentle crush. of IFE samples):



- Fresh pyrrhotite: pH = 4.2
- Degraded pyrrhotite pH = 4-3.8
- Jarosite bearing rusty crusts: pH = 2.3 to 3.8
- Fresh pyrite from joints pH ca. 2.5
- Oxidised pyrite from joints, pH ca. 4

Hindar & Lydersen (1994): theoretical pH ca 2.4 in ARD source rocks in Lillesand



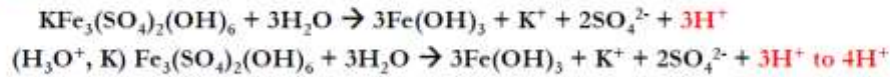
Construction stage

- Instead the focus was on the contents of intact Fe-sulfide.
Emphasis on mainly fresh rocks.
- Rusty crust alterations involving jarosite and FeOOH were regarded as unimportant.
- Pyrite and pyrrhotite oxidise under release of heat, hence:
- A method using hydrogen peroxide (H_2O_2), a very strong oxidiser, was used to test drill dust for 25 minutes: T-increase (ΔT) above 1.2 °C was taken as limit (ca 1.25 % Fe-sulfide). pH also measured.
- However, jarosite and other sulfates do not contribute much heat, hence the method does not reflect total S, as was indicated by no clear correlation between ΔT (H_2O_2) and total S (XRF)
- Misclassification ?

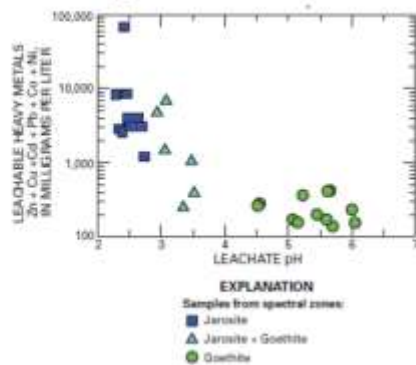


Some jarosites do generate acid

Desborough et al. (2010): "Welch et al.(2008), and references therein report that jarosite can be a major source of acidity in some Australian coastal soils. **Jarosite can generate acid** by the following reaction.."



U.S. Geological Survey (2008): "Results from our synthetic **jarosite** studies indicate that natural **H₃O-bearing jarosite (alkali-site deficient) and iron-deficient** forms of natural jarosite are **metastable** and likely are **significant factors in acid generation** of some mining wastes".

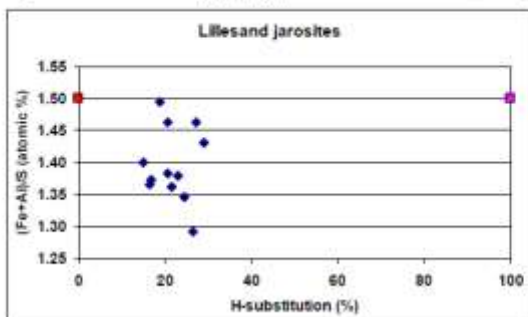
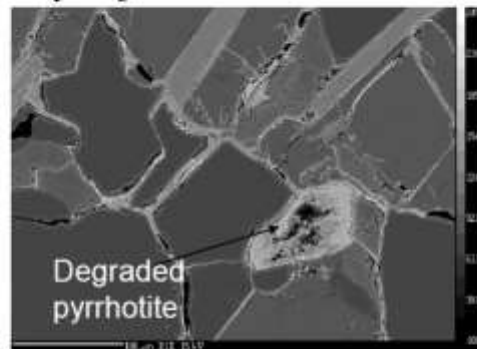
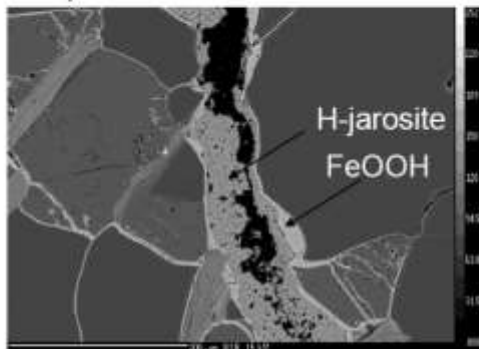


Jarosite is a sink for toxic metals:
Stable at pH 1,5-2,5 and high Eh.

Dissolves in water with higher pH
leading to release of metals
(Cd/Zn ≈ 0.004-0.007)



NORWAT: Electron microprobe analysis shows that jarosite K⁺ was substituted by H₃O⁺ & Fe-deficient!

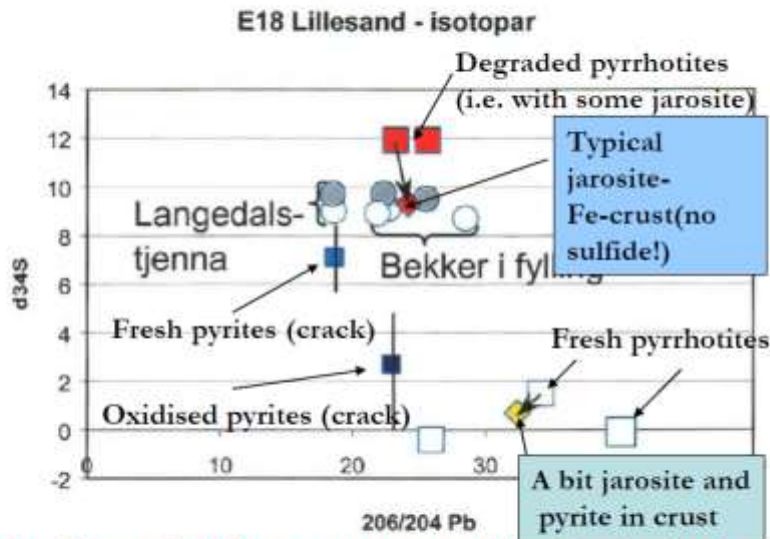


Notice: fine net work of hydronium substituted jarosite (ca. 20 %), FeOOH (with a little S) and degraded pyrrhotite (here no trace of sulfide left).

Several of our XRD results indicate H-Jarosite.



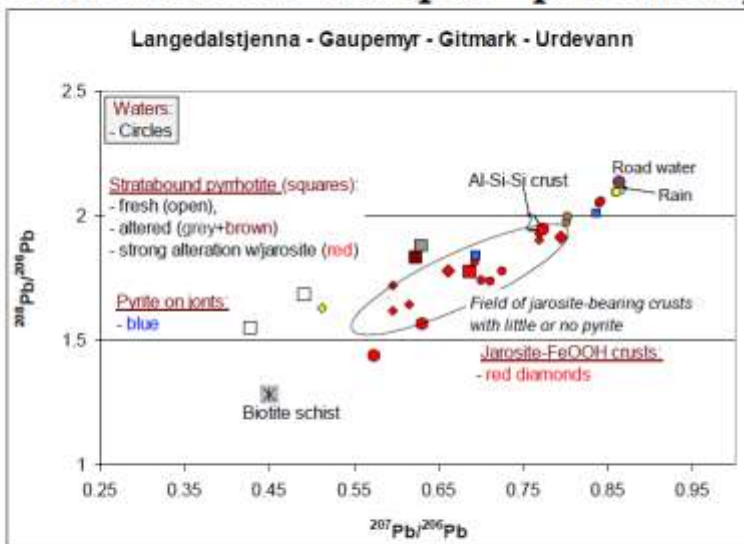
S and Pb isotopes from Langedalstjenna catchment



Pre-investigations suggested pyrrhotite in intact rock was not the main problem, whilst weathered were.



NORWAT: Pb-isotopes – preliminary compilation



Uranogenic leads:
- ^{207}Pb & ^{206}Pb

Thorogenic lead:
- ^{208}Pb

Water compositions reflect *dissolution of Jarosite-FeOOH+ pyrite crusts* mixed with rain/road water. Locally also possibly influenced by dissolution of biotite schist.

Age: $^{207}/^{204}\text{Pb}$ - $^{206}/^{204}\text{Pb}$ of crust materials fall on a straight line indicating, age ca 1000 Ma. Incompatible with a recent formation! Yet some deviant points possibly younger: (P Hagelia and T Andersen in prep).



Pollution from the “Clean rock” deposit at Gitmark

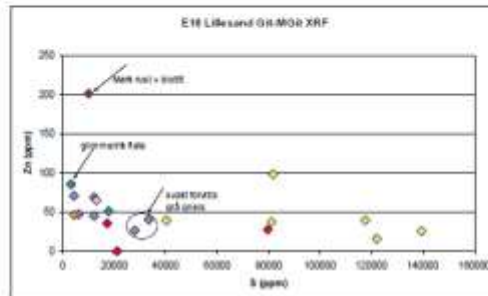
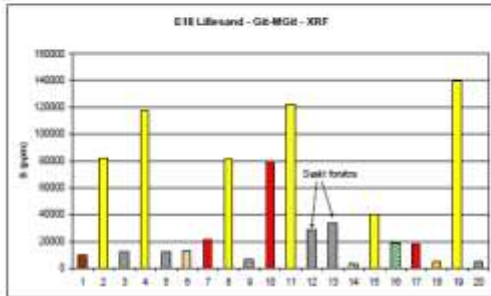


Pollution from so-called “Clean rock” deposit at Gitmark but *same rocks* as in “safe” deposit!





"Clean rocks": Field analysis using handheld XRF

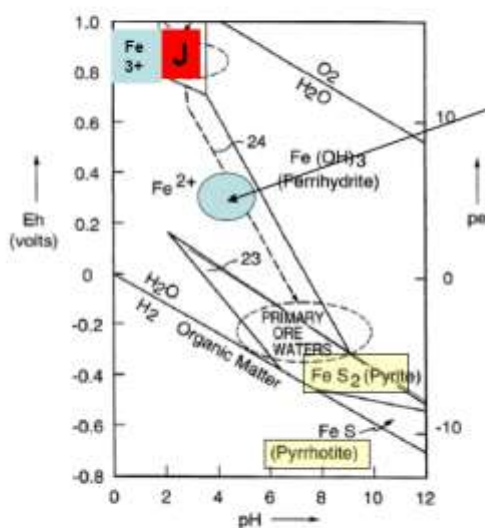


- Yellow symbols: jarosite-FeOOH crusts (reaching 14 % S-total = jarosite!). Obvious source of ARD
- Brown: FeOOH rich crust
- Grey: intact (< 2% pyrrhotite) to mildly altered (unlikely ARD source)
- H₂O₂ method failed to identify the high total sulfur here.

Analyst: *Haldis Fjermestad* – Norwegian Public Roads Administration



Stability of jarosite and Fe-sulfides in Lillesand



Eh – pH measured in waters straight from deposits: *different* from stability fields of jarosite (J) & Fe-sulfides!

Both are unstable!

Saturation indices (PHREEQC) of K-jarosite and H-jarosite very negative: -15 to -25

Suggests reductive dissolution of H,K-jarosite within the deposits.



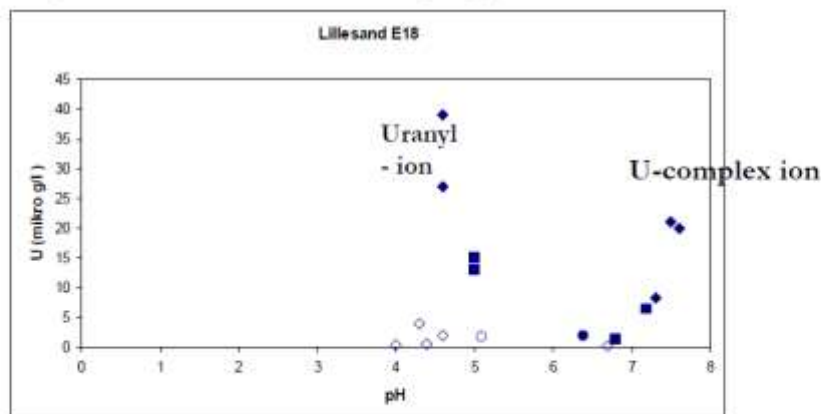
Other experience with jarosite:

- ***Jarosite residue from zinc production:*** Extensive heavy metal pollution of Sørfjorden, Western Norway (NIVA 1998, Miljødirektoratet 2013) & many international cases
- ***Jarosite and pyrite in Acid Sulfate Soils (ASS),*** for example Bothnia (marine clay) and Australia (effects of tidal water related to tropical forests) (Welsch 2008)
- ***Jarosite on the planet Mars*** has invaded non-sulfur rocks on mineral grain boundaries (found in Mars meteorites MIL 03346; Hong & Herd 2010): resembling features found in Lillesand
- ***Jarosite can also be introduced*** from deep sources, such as in the Rio Grande Rift (Luth 2005) and even at Jaroso in Spain, from where jarosite got its name.



NORWAT: Other recent results:

- Uranium is enhanced in lime treated – neutralised water
- Late stage weathering involve Th, U, REE minerals, as well as soluble sulfates such as pickeringite, halotrichite (P. Hagelia & H. Foldvik in prep.)





Final remarks

- **ARD in Lillesand was controlled by complex mineralogy**
- **Rusty crust materials with jarosite and “FeOOH” caused rapid and lasting extreme acidification and metal mobilisation.**
- **Rusty crust materials including jarosite micro-veins are “old”, whilst weathering of cause also continues today.**
- **We do not claim that iron sulfides are unimportant: should always be equally focused in any ARD classification**
- **Further development towards a safe classification method must, rely on state of the art knowledge of minerals involved.**
- **In NORWAT we will take advantage of classification methods developed for Acid Sulfate Soils. Australian procedures take into account both Fe-sulfide and jarosite.**



Statens vegvesen
Pb. 1010 Nordre Ål
2605 Lillehammer

Tlf: (+47) 22 07 30 00

firmapost@vegvesen.no

ISSN: 1893-1162

vegvesen.no

Tryggere, enklere og grønnere reisehverdag