

ERAMET NORWAY KVINESDAL AS

SiMn SLAGG SOM TILDEKKINGSMASSE

VURDERING AV EGNETHET

ADRESSE COWI AS
Haugåsstubb 3
4016 Stavanger
TLF +47 02694
WWW cowi.no



OPPDRAKSNR. DOKUMENTNR.

A093804 Rap001

VERSJON	UTGIVELSESDATO	BESKRIVELSE	UTARBEIDET	KONTROLLERT	GODKJENT
2	05.06.2017	Fagrapport	Eilen Arctander Vik/Ragnhild Kluge/Arve Misund		armi

INNHOLD

1	Innledning	3
2	Eramet Norway	3
3	Tildekkingsveileder	3
4	Valg av prøver for testing	4
4.1	Prøvetaking	4
5	Trinn 1: Generell karakterisering av fysiske og kjemiske egenskaper	6
5.1	Generell beskrivelse av massene	6
5.2	Råvarer og opprinnelse	6
5.3	Kjemisk sammensetning	8
5.4	Mineralogisk sammensetning	9
5.5	Totalt organisk karbon (TOC)	11
5.6	Materialets fysiske egenskaper	11
6	Trinn 2: Kjemisk stabilitet – utlekkingssegenskaper	14
6.1	Initiell utlekking – ristetest	14
6.2	Stabilisert utlekking – kolonnetest	15
7	Trinn 3: Virkning på biota – økotoksikologiske tester	18
7.1	Bakgrunn fra veilederen	18
7.2	Gjennomføring av testene	19
7.3	Resultater og diskusjon	20
8	Konklusjon	21
9	Referanser	22
	Vedlegg 1. Analyseresultater Totalt innhold av organisk stoff i slagg	24
	Vedlegg 2. Analyseresultater fra ALS	25

1 Innledning

Gjenvinning av biprodukter er et hovedsatsingsområde knyttet til miljø innen Erametkonsernet. I den forbindelse ønsker Eramet Norway Kvinesdal en vurdering av om SiMn slagg er egnet som tildekksmasse på forurensset sjøbunn. Egnetheten skal vurderes i henhold til kriterier gitt i Miljødirektoratets tildekkingsveileder, M-411 (Miljødirektoratet, 2015).

I denne rapporten er det gjort en vurdering av generell egnethet, tilsvarende trinn 1-3 i M-411.

2 Eramet Norway

Erametkonsernet er verdens nest største produsent av manganmalm og manganlegeringer og verdens ledende produsent av raffinerte manganlegeringer. Konsernet konsentrerer sin virksomhet rundt gruvedrift og metallurgisk industri og er en stor internasjonal aktør innenfor de tre forretningsområdene spesialstål, mangan og nikkel.

Eramet Norway er en del av Eramets manganvirksomhet, med prosessanlegg i Sauda, Kvinesdal og Porsgrunn i tillegg til en FoU-gruppe i Trondheim.

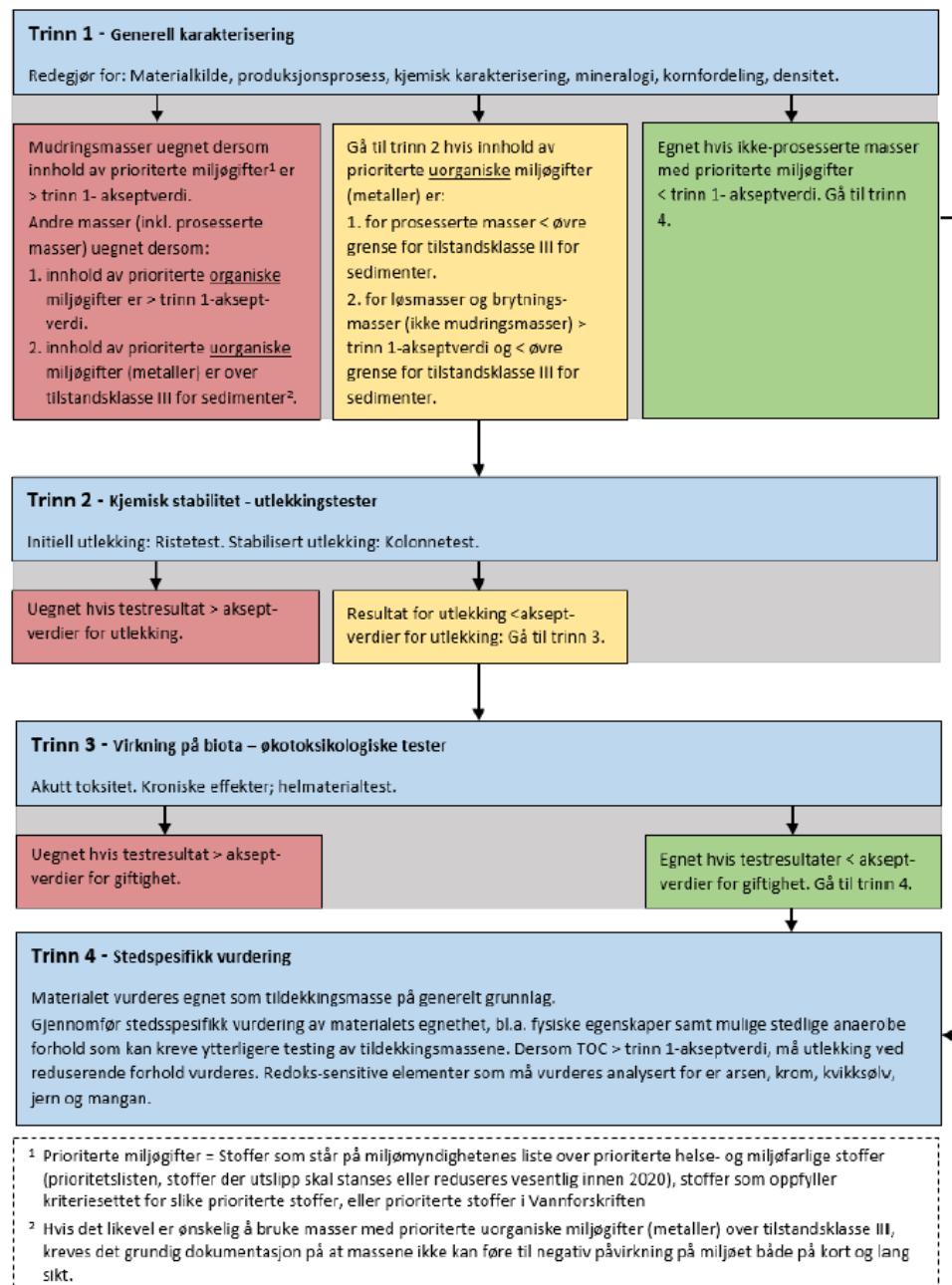
3 Tildekkingsveileder

M-411 beskriver tester og vurderingskriterier for generell egnethet av masser som planlegges brukt til tildekking av forurensede sedimenter (Miljødirektoratet, 2015), se Figur 1. Selve testsystemet for å vurdere generell egnethet er bygget opp i tre trinn:

- Trinn 1: Generell karakterisering
- Trinn 2: Kjemisk stabilitet
- Trinn 3: Virkning på biota

I tillegg til dokumentasjon av generell egnethet må det vurderes om massene er egnet ut fra miljøforholdene der massene er tenkt brukt (trinn 4). I denne rapporten er det gjort en vurdering av generell egnethet (trinn 1-3).

Tildekkingsveilederen M-411 klassifiserer masser for bruk i tildekkingsprosjekter i et system med fire kategorier. SiMn slagg havner i kategorien "Prosesserte masser".



Figur 1: Testprogram for tildekkingssmasser. Figur hentet fra tildekking sveilederen, M-411. (Miljødirektoratet, 2015).

4 Valg av prøver for testing

4.1 Prøvetaking

Alle prøvene som er analysert er samleprøver tatt ut fra daglig produksjon. Prøvene er tatt av Eramet.

4.1.1 Prøver tatt for generell karakterisering av slagget

Prøvene representerer slagg fra de ulike produktene Eramet lager, totalt 4 stk. Det er ikke noen vesensforskjell mellom metallproduktene, SM005 og SM010 som er lavkull SiMn, mens de andre to er standard SiMn. Slagget som kommer fra SM005 og SM010 kan være noe lavere i MnO, men det er ganske marginalt. Egenskapene er like. Slagg som selges er en blanding av de 4 typene. Prøvene skal være representative for slagget som produseres ved Eramet.

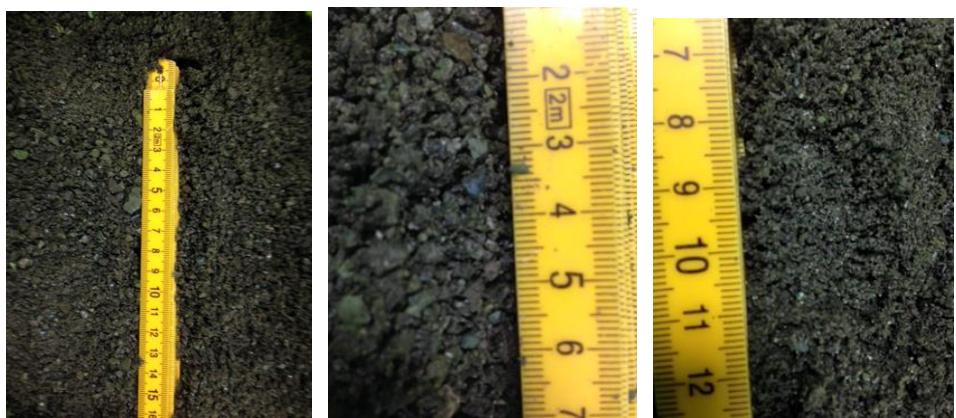
4.1.2 Tidligere tester av materialegenskaper

Som en del av arbeidet med å finne alternative bruksområder for SiMn slagg har Eramet kjørt en rekke tidligere tester for å karakterisere slaggets egenskaper (Eramet Norway, 2013) og (NGI, 2013). Noen av disse testene er tatt med i vurderingen som et tillegg til tester utført i 2017.

4.1.3 Prøver benyttet for bestemmelse av kjemisk stabilitet

Prøvene som Aquateam COWI mottok var tatt at Eramet 16.03.2017 og sendt samme dag til Aquateam COWIs laboratorium. Prøvene skal være representative for samleprøver fra daglig produksjon. Aquateam COWI mottok prøvemateriale (slagg) i to ulike pakker, hver på 5 kg. Slagget var nedknust i fraksjoner < 4 mm størrelse.

Etter nærmere undersøkelse av innholdet i pakkene, ble det observert at den ene fraksjonen var noe finere malt enn den andre, dvs. jevnere malt. Figur 2 viser bilder av fraksjonene. Etter nærmere diskusjon med kunden valgte vi å benytte den fineste og jevneste fraksjonen (til høyre i bildet) til undersøkelsen av kjemisk stabilitet. Dette sikrer at maksimal utlekking finner sted. Prøvenes innhold av organisk stoff ble undersøkt i fem parallelle prøver.



Figur 2. Bilder av mottatte prøver fra Eramet. Nr 1 og 2 fra venstre er pakken med groveste fraksjon, mens den høyre er en jevnere finere fraksjon.

4.1.4 Prøver benyttet til bestemmelse av virkning på biota

Utlekkingsvann fra prøvene som ble benyttet til bestemmelse av kjemisk kvalitet (ristetestene og kolonnetestene) ble benyttet for å bestemme toksisiteten av utlekkingssvann.

5 Trinn 1: Generell karakterisering av fysiske og kjemiske egenskaper

5.1 Generell beskrivelse av massene

For innlegering i stål benyttes ferromangan og silikomangan. Mangan er nødvendig for å gjøre stålet seigt og slitesterkt. I tillegg til å være rent legeringselement i stålet brukes også manganlegeringene til å fjerne urenheter ved å binde seg til disse å flyte opp til overflaten så de kan fjernes fra stålsmelta.

SiMn slagg er et biprodukt som dannes under produksjon av SiMn, se Figur 3 og Figur 4. Silikomangan produseres i en termisk reaksjon i elektriske smelteovner der oksidiske råmaterialer blir redusert til ren metallfraksjon. Prosessen skjer ved en temperatur på ca. 1600 °C. Hovedmaterialer som inngår i prosessen er oksider av mangan, kisel, jern, kalsium, magnesium og aluminium. Her vil mangan, silisium og jern bli redusert, mens kalsium, magnesium og aluminium ikke reduseres og danner slagg.

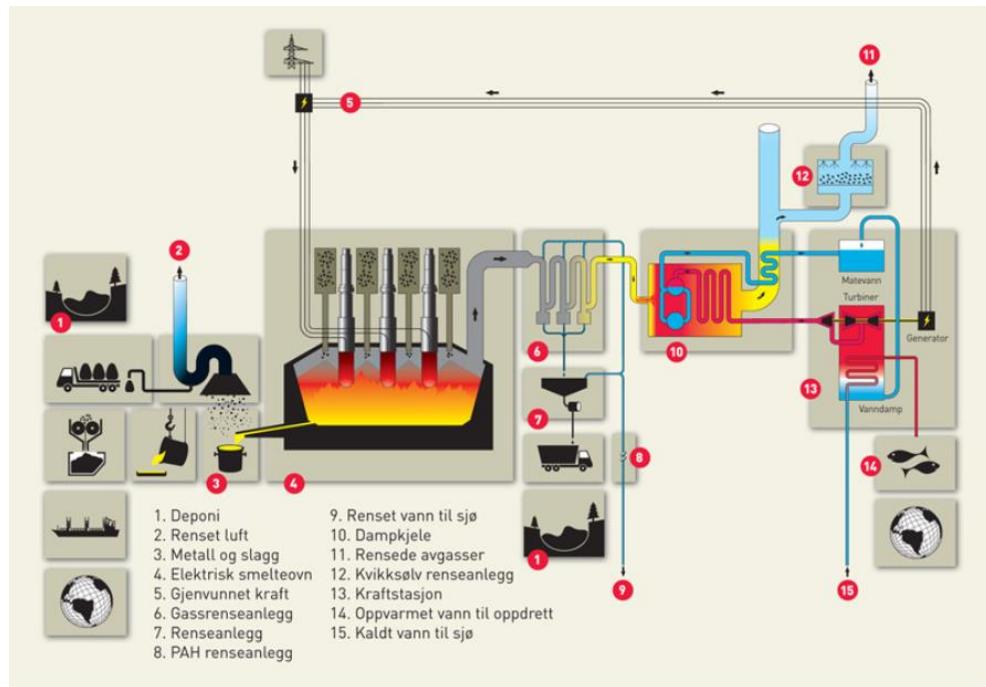
Slagget tappes ut sammen med metallet, og fordi slagget har lavest egenvekt vil det separeres ut ved kaskadetapping i egen slaggpotte. Flytende slagg blir så støpt ut i en egen slaggsseng, avkjølt og brutt ned ved hjelp av hjullaster. Slagget har da en kornstørrelse mellom 0-1000 mm. Slagget bearbeides videre gjennom fraksjonering og knusing (Figur 4) til ønskede fraksjoner. Hovedbruksområder har til nå vært forskjellige utfyllingsformål i nærområdet og eksport til England (NGI, 2013).

Materialegenskapene for slagget er tilsvarende som for andre steinmaterialer. Slagget er vesentlig amorft og ser ut og oppfører seg som Stein.

5.2 Råvarer og opprinnelse

Mangan er det nest vanligste tungmetallet etter jern og utvinnes hovedsakelig fra mineralet pyrolusitt (MnO_2), på norsk ofte kalt brunstein. Hovedkilder for mangan er malm fra Gabon og Sør Afrika samt ferromanganslagg fra Sauda.

Silisiumoksyd til SiMn-produksjonen ved prosessanleggene i Kvinesdal og Porsgrunn kommer fra kvartsbrudd i Kragerø (Georg Tveit AS). Til norske SiMn-smelteovnene trengs det årlig opp mot 100 000 tonn smeltekvarts.



Figur 3: Produksjon av manganlegeringer. Figur fra www.Eramet.no

SiMn slagg fra Eramet Norway Kvinesdal AS er iht. tildekkingsveilederen, M-411 i massekategoriene "Prosesserte masser" (Miljødirektoratet, 2015).

SiMn-slagg inneholder ingen organiske forbindelser. Innholdet av totalt organisk karbon (TOC) er ca. 0,35 %, godt under trinn 1-akseptverdien for TOC som er på 1 %. Undersøkelser av totalt organisk innhold utført av slaggprøven som Aquateam COWI mottok var 0,16%, se Vedlegg 1. Fem parallelle prøver ble undersøkt og målinger ble utført på TS og VS. VS (volatile solids) er glødetapet ved en forbrenning på 550 °C, og siden massene har vært gjennom en oppvarming til 1600 °C før oppmaling vil man ikke forvente å finne noe organisk stoff.



Figur 4: Slaggknusing

5.3 Kjemisk sammensetning

Fire prøver av SiMn oppmalt slagg ble i januar 2017 sendt til ALS Laboratory Group AS for kjemisk analyse av uorganiske miljøgifter. Prøvene ble analysert for innhold av arsen, kadmium, kobolt, krom, koppe, kvikksølv, mangan, nikkel, bly, svovel, vanadium og sink.

Resultatene sammenlignet med akseptverdier gitt i veilederens Tabell E 1 i vedlegg E (Miljødirektoratet, 2015) er gitt i Tabell 1. Ingen av prøvene overskred akseptverdien for trinn 1. For kobolt, mangan, svovel og vanadium er det ikke oppgitt akseptverdier.

Tabell 1: Resultat av kjemiske analyser av SiMn slagg sammenlignet med eksisterende akseptverdier for trinn 1 hentet fra veilederens vedlegg E (Miljødirektoratet, 2015). Verdier under akseptverdien er farget blå.

ELEMENT	SAMPLE	SM005 2016 Slagg	SM200 2016 Slagg	SM010 2016 Slagg	SMLMN 2016 Slagg	Akseptverdi trinn 1, vedlegg E
Tørrstoff (L)	%	100	100	100	100	
As (Arsen)	mg/kg TS	<3	<3	<3	<3	< 8
Cd (Kadmium)	mg/kg TS	<0.1	<0.1	<0.09	<0.1	< 1,5
Co (Kobolt)	mg/kg TS	3,9	4,04	5,38	5	
Cr (Krom)	mg/kg TS	18,4	12,4	9,78	13,3	< 50
Cu (Kopper)	mg/kg TS	3,72	2,35	3,04	2,75	< 84
Hg (Kvikksølv)	mg/kg TS	<0.01	<0.01	<0.009	<0.01	< 0,52
Mn (Mangan)	mg/kg TS	26900	38900	25000	36200	
Ni (Nikkel)	mg/kg TS	10	5,42	7,58	8,56	< 42
Pb (Bly)	mg/kg TS	<1	<1	<0.9	<1	< 60
S (Svovel)	mg/kg TS	3130	4070	3740	4280	
V (Vanadium)	mg/kg TS	15,2	1,64	1,77	1,36	
Zn (Sink)	mg/kg TS	4,86	<4	<4	<4	< 139

Tabell 2: Resultat av kjemiske analyser av blandprøve av SiMn slagg sammenlignet med eksisterende akseptverdier for trinn 1 hentet fra veilederens vedlegg E (Miljødirektoratet, 2015). Verdier under akseptverdien er farget blå.

ELEMENT	SAMPLE	Blandprøve Slagg	Akseptverdi trinn 1, vedlegg E
Tørrstoff (L)	%	100	
TOC	% TS	0.33	1
pH		9.7	
As (Arsen)	mg/kg TS	<3	< 8
Cd (Kadmium)	mg/kg TS	<0.09	< 1,5
Co (Kobolt)	mg/kg TS	5.16	
Cr (Krom)	mg/kg TS	10.2	< 50
Cu (Kopper)	mg/kg TS	9.18	< 84
Hg (Kvikksølv)	mg/kg TS	<0.009	< 0,52
Mn (Mangan)	mg/kg TS	37000	
Ni (Nikkel)	mg/kg TS	9.88	< 42
Pb (Bly)	mg/kg TS	<0.9	< 60
S (Svovel)	mg/kg TS	4730	
V (Vanadium)	mg/kg TS	2.7	
Zn (Sink)	mg/kg TS	9.19	< 139

For kobolt, mangan, svovel og vanadium finnes det ingen akseptkriterier, og så lenge massen er kjemisk stabil i kontakt med vann forventes ikke innholdet av disse stoffene å ha noen negativ miljøkonsekvens.

5.4 Mineralogisk sammensetning

Slagget består i hovedsak av SiO₂ (43 %), CaO (20 %), Al₂O₃ (15 %), MnO (8%) og MgO (8%). Smeltepunktet ligger på ca. 1400 °C.

Prøven har et veldig lavt krystallinsk innhold, noe som gjør faseinndelingen vanskelig.

Elementer med vekt% mindre enn 0,5 er derfor ikke vurdert i faseidentifikasjonen. Figur 5 viser røntgen diffraktogram for SiMn slagg.

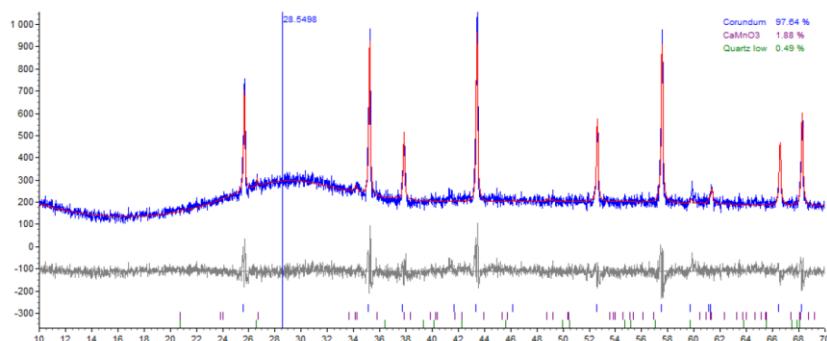
Som det fremgår av Figur 6 er > 99 % av prøve amorft materiale. Av krystallinske faser utgjør CaMnO₃ ca. 0,17 % og SiO₂ ca. 0,06 %.

Tabell 3 viser XRD-resultatene for alle analyserte elementer. I Figur 7 er resultatene fremstilt grafisk.

XRD resultater for ALS Laboratory Group Ordrenummer

N1701172

Prøvenummer N00479763 Røntgendiffraktogram



Figur 5: Røntgendiffraktogram av SiMn slagg, 2017.

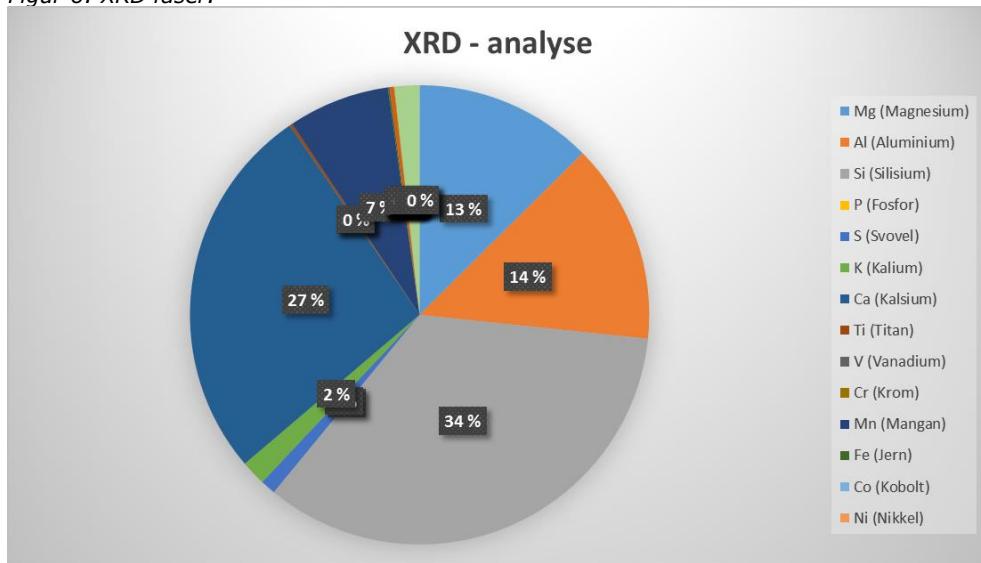
XRD resultater for ALS Laboratory Group Ordrenummer

N1701172

Prøvenummer N00479763

	Internasjonalt navn på fase	Kjemisk formel	COD (Crystallographic Open Database)	%
Fase 1	Quartz low	SiO ₂	16331	0,06 ± 0,03
Fase 2	CaMnO ₃	CaMnO ₃	35218	0,17 ± 0,05
Fase 3	Amorphous material	-		99,7 ± 0,09

Figur 6: XRD faser.



Figur 7 Prosentvis presentasjon av elementer slik det fremkommer av Tabell 3.

Tabell 3 Resultater av XRD diffraktogram (% mengde)

Element	Enhet	Eramet Kvinesdal slaggprøve
Tettlehet	g/dm ³	555
Mg (Magnesium)	%	6.6
Al (Aluminium)	%	7.4
Si (Silisium)	%	18
P (Fosfor)	%	<0.010
S (Sovel)	%	0.56
K (Kalium)	%	0.92
Ca (Kalsium)	%	14
Ti (Titan)	%	0.1
V (Vanadium)	%	<0.010
Cr (Krom)	%	<0.010
Mn (Mangan)	%	3.76
Fe (Jern)	%	0.06
Co (Kobolt)	%	<0.01
Ni (Nikkel)	%	<0.010
Zn (Sink)	%	<0.010
As (Arsen)	%	<0.010
Se (Selen)	%	<0.010
Br (Brom)	%	<0.010
Pb (Bly)	%	<0.010
Sr (Strontium)	%	0.16
Y (Ytrium)	%	0.01
Zr (Zirkonium)	%	0.02
Nb (Niobium)	%	<0.010
Mo (Molybden)	%	<0.010
Te (Tellurium)	%	<0.01
Cd (Kadmium)	%	<0.010
Sn (Tinn)	%	<0.01
Sb (Antimon)	%	<0.01
I (Jod)	%	<0.010
Ba (Barium)	%	0.91
W (Wolfram)	%	<0.010
Hg (Kvikksølv)	%	<0.010
Bi (Vismut)	%	<0.01

5.5 Totalt organisk karbon (TOC)

Innholdet av totalt organisk karbon (TOC) er ca. 0,33 %, godt under trinn 1-akseptverdien for TOC som er på 1 %. I kontrollundersøkelsene utført av Aquateam COWI (vedlegg 1) fant man et innhold av organisk stoff på 0,16 % for de slaggprøvene man mottok for bestemmelse av kjemisk stabilitet. Slagget har vært gjennom en smelteprosess ved >1600 °C, slik at alt organisk stoff, vil være fjernet før oppmaling til den aktuelle størrelsesfraksjonen.

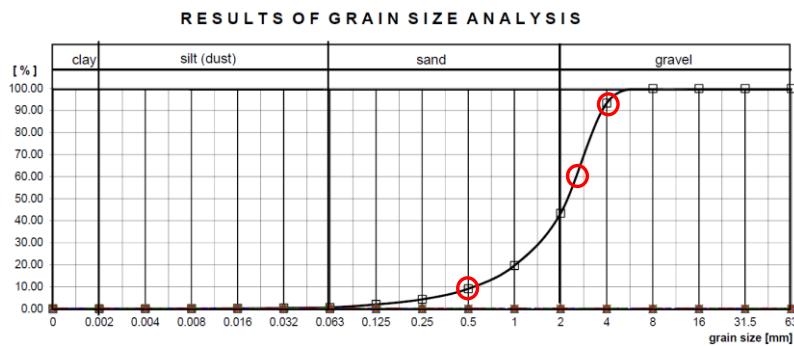
5.6 Materialets fysiske egenskaper

Fysiske egenskaper til SiMn-slagg avhenger av hvordan slagget kjøles ned.

- Normal nedkjøling gir en amorf, hard, glassaktig overflate med skarpe kanter.
- Rask nedkjøling i vann (vanngranulering) gir et finkornet, amorft og porøst slagg.
- Rask nedkjøling i luft (luftgranulering) gir små kuler, typisk 0,5-2mm.

5.6.1 Kornfordeling

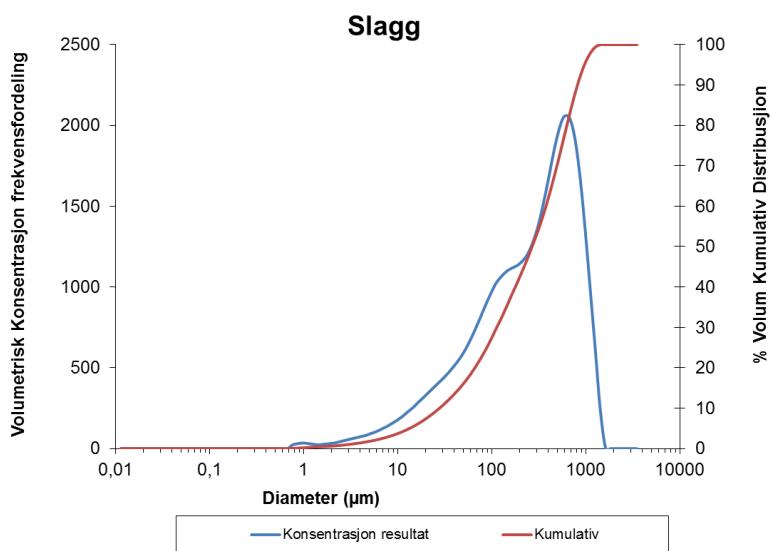
Når slagget kommer ut av ovnen kjøles det ned i store kar og knuses med hjullaster til fraksjon 0 - 1000 mm. Slagget må derfor knuses for å oppnå den ønskede kornfordelingen. Figur 8 presenterer kornfordelingen av en 0-8 mm prøve som ble sendt inn til analyse. Som det fremgår av analysen er det mest av prøven i fraksjon 0,5 - 4 mm. Det er noe partikler i leire/siltfraksjonen, men mengden under 0,063 mm utgjør kun 0,58 %.



Figur 8 Kornfordelingen av slagget som er sendt inn for analyse. 10 % er < 0,5 mm og 5 % > 4 mm.

Basert på resultatene i Figur 8 kan man anta at 30 vekt% av prøven er > 3 mm. Denne prøven er oppgitt malt til 0-8 mm.

Aquateam COWI har gjennomført PSD (partikkelstørrelsesfordeling) analyse med Malvern Mastersizer (0,05-3 µm størrelse) på den prøven som er mottatt og benyttet til å bestemme kjemisk stabilitet (utlekkningstestene), se Figur 9. Dette måleinstrumentet har bedre oppløsning på bestemmelse av finfraksjonen enn metoden som er benyttet for bestemmelse av korngradering. Målingene av denne prøven viste at 100 % < 2 mm, 90 % var <1 mm, 27 % var < 100 µm og 3,6 % var <10 µm. Prøven i Figur 9 var nedmalt til fraksjonen 0-4 mm.



Figur 9. Partikkelstørrelsесfordelingen av prøvene benyttet til bestemmelse av kjemisk stabilitet. Bestemmelsen er gjort med Malvern Mastersizer (laser diffraksjon).

I Tabell 4 er det gjort en beregning av porøsitet og hydraulisk konduktivitet basert på kornfordelingsanalysen. Den totale porøsiteten er beregnet til 31% mens den effektive porøsiteten er 30%. Ut fra d₁₀ og d₆₀ (markert med røde ringer i Figur 8) er hydraulisk konduktivitet for massene beregnet til $2,14 \cdot 10^{-3}$ m/s eller 185 m/d.

Tabell 4 Beregning av porøsitet og hydraulisk konduktivitet (permeabilitet) basert på kornfordelingsanalyse.

Opphav	Prøve	d ₁₀	d ₆₀	u ₁₀	K ₁₀	K ₁₀	n	effn
		mm	mm	d ₆₀ /d ₁₀	m/s	m/d	%	%
Eramet	Slagg 0-8mm	0.5	2.5	5	2.14E-03	185	31 %	30 %

5.6.2 Densitet og korndensitet

På grunn av høy porøsitet er bulktettheten 1,7 tonn/m³, mens partikkeltetthet (true density) er 2,8 tonn/m³.

5.6.3 Egnethetsvurdering basert på fysiske egenskaper

Dette må gjøres i det enkelte prosjektet der slaggets egnethet vurderes opp mot de forurensede massenes egenskaper.

6 Trinn 2: Kjemisk stabilitet – utlekkingssegenskaper

Aquateam COWI har undersøkt kjemisk stabilitet for prosesserte masser med innhold av prioriterte uorganiske miljøgifter (metaller) og sammenlignet med grenseverdier gitt i M-411 (Miljødirektoratet, 2015).

6.1 Initierende utlekkning – ristetest

Aquateam COWI gjennomførte en standard ristetest på slaggmateriale med kornstørrelse 0-4 mm. Ristetesten er gjennomført som ett-trinns ristetest NS EN12457-2 med L/S-forhold på 10, hvor ekstraksjonsmiddel er erstattet med naturlig sjøvann. Materialet har vært eksponert til sjøvann i 24 timer. Ristetesten er utført med sjøvann hentet på NIVAs forskningsstasjon i Drøbak. Sjøvannet tas fra 60 meters dyp og benyttes til alle økotoksikologiske tester som foretas av Aquateam COWI og av NIVA. Dette er vurdert som rent sjøvann fra et område som ikke regnes for å være forurenset.

Prøver for tungmetallanalyser ble først sendt til Eurofins for analyser, men da vi fikk resultatene var rapporteringsgrensen for enkelte metaller høyere enn hva ALS tilbød, så de samme prøvene ble også sendt ALS for analyser. ALS opererer med en noe lavere rapporteringsgrense enn Eurofins for metaller i sjøvann. Alle analyseresultatene fra Eurofins er lagt i Vedlegg 2 og alle fra ALS i Vedlegg 3. Tabell 5 viser sammenstillingen av resultatene. Resultatene fra ristetesten og analyser av sjøvannet (bakgrunns verdi) som ble benyttet i ristetesten er sammenlignet med grenseverdiene gitt i M-411. Resultatene er basert på analyser gjennomført av Eurofins og ALS på de samme prøvene, og rapporteringsgrensene for de respektive laboratoriene er vist i tabellen. Begge laboratoriene er akkrediterte.

Med unntak av sink og kobber er alle resultatene innenfor gjeldende grenseverdier. Stoffanalysene av slagget presentert i Tabell 1 og

Tabell 2 viser svært lave verdier for sink (4 - 9 mg/kg ts) og kobber (2,4 - 3,7 mg/kg ts). Det er derfor overraskende at det er målt overskridelse av sink og kobber i ristetesten. Sjøvannet viser imidlertid også overskridelser av akseptkriteriet for kobber, men ikke for sink.

Tabell 5: Resultat av ristetest. Koncentrasjon i eluat og i sjøvann benyttet i testene sammenlignet med grenseverdi gitt i tildekksveilederens vedlegg E. Røde tall overskridt oppgitte grenseverdier fra veilederen.

Parameter	Enhet	Rapporterings-grense		SiMn-slagg Kvinesdal		Sjøvann		Grenseverdi Tilstands-kl. III
		Euro-fins	ALS	Euro-fins	ALS	Euro-fins	ALS	
As, arsen	µg/l	1	0,1	<1	1,12	1,6	1,99	<10
Pb, bly	µg/l	0,2	0,3	<0,2	0,15	<0,2	<0,3	<14
Cd, kadmium	µg/l	0,2	0,05	<0,2	<0,05	<0,2	<0,05	0,45-1,5*
Cr, krom	µg/l	1	0,1	<1	0,81	<1	0,33	<36
Cu, kobber	µg/l	0,5	0,5	5,8	8,99	2,6	3,4	<2,6
Hg, kvikksølv	µg/l	0,05	0,002	<0,05	<0,002	<0,05	<0,002	<0,07
Ni, nikkel	µg/l	2	0,5	<2	1,46	<2	<0,5	<34
Zn, sink	µg/l	2	2	10	19,6	<2	3,7	<6

* Grenseverdien er avhengig av vannets hardhet

Måleusikkerheten for Cu og Zn er undersøkt nærmere, se Tabell 6. Eurofins oppgir ikke måleusikkerheten for sine analyser av tungmetaller, mens ALS oppgir det for noen av tungmetallene. Resultatet av ristetesten er korrigert for konsentrasjonen målt i sjøvannet i Tabell 6 ved at korrigert utekkingskonsentrasjon er satt lik målt utekkingskonsentrasjon minus målt sjøvannskonsentrasjon (bakgrunns verdi). Der bakgrunns verdien eller sjøvannet har en konsentrasjon som er lavere enn rapporteringsgrensen, har vi benyttet $\frac{1}{2}$ av rapporteringsgrensen som en verdi for konsentrasjonen.

Når vi tar hensyn til måleusikkerheten som er oppgitt fra ALS for disse to metallene, overskriver beregnet utekking fra ristetesten fortsatt grenseverdiene mht. Cu og Zn, se Tabell 6.

Tabell 6. Måleusikkerhet, nedre rapporteringsgrense, korrigert resultat av ristetesten for begge laboratoriene sammenlignet med akseptkriterium.

Para-meter	Rapporterings-grenser ($\mu\text{g/l}$)		Måleusikkerhet ($\mu\text{g/l}$)		Korrigert utekkings-konsentrasjon* ($\mu\text{g/l}$)		Akseptkri-terium($\mu\text{g/l}$)
	Eurofins	ALS	Eurofins	ALS	Eurofins	ALS	
Cu	0,5	0,5	Ikke oppgitt	+/- 2,16	3,2	5,59	< 2.6
Zn	2	2	Ikke oppgitt	+/- 6,7	9	15,9	<6

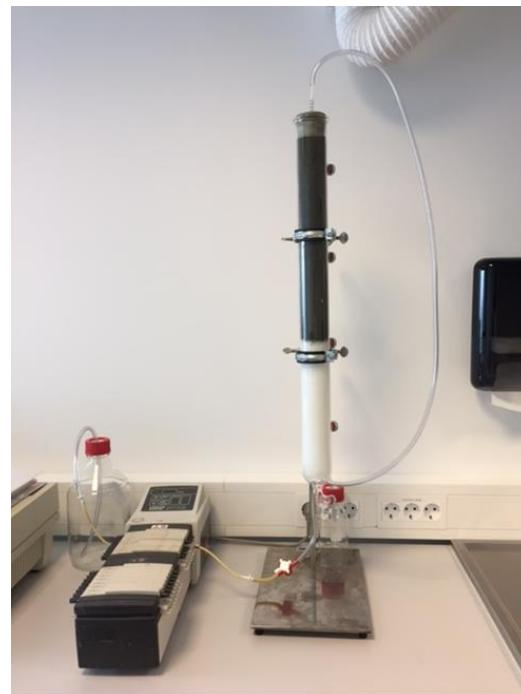
* Korrigert utekkingskonsentrasjon = Ristetest resultat SiMn slagg minus sjøvann. Når sjøvann < rapporteringsgrense, har vi benyttet $\frac{1}{2}$ grenseverdien.

6.2 Stabilisert utekking – kolonnetest

Kolonnetesten ble gjennomført i hht. M-411 Tildekksveilederens krav til metode, oppstrøms kolonnetest (CEN/TS 14405, 2006) hvor destillert vann er erstattet med naturlig sjøvann. Testen ble kjørt til et L/S forhold på 10 og ble utført på materiale med partikelstørrelse mindre enn 4 mm. Figur 10 viser et bilde av oppsettet for kolonnetesten. Sjøvann pumpes gjennom kolonnen fra bunnen. I henhold til standarden (CEN/TS 14405, 2006) ble det tatt ut 7 prøver av eluatet etter eksponering til ulike L/S forhold.

Samme sjøvann som ble benyttet i ristetesten ble benyttet i kolonnetesten. Prøver av de 5 første eluat prøvene (L/S forhold 0,1; 0,2; 0,5; 1 og 2) ble sendt til Eurofins for tungmetallanalyser (, men da nesten alle analysene var < Rapporteringsgrensene, ble det sendt parallelle prøver til ALS for analyse.

Prøvene fra de to siste fraksjonene (L/S 5 og 10) ble bare analysert hos ALS. Resultatene av utekking fra L/S 10 fraksjonen er i Tabell 7 sammenlignet med Grenseverdiene gitt i Tildekksveilederen. I L/S 10 fraksjonen er det kun Cu som overskriver grenseverdiene, men sjøvannet som har vært benyttet har ifølge analyseresultatene også høyere verdier enn grenseverdien både for Zn og Cu. Måleusikkerheten ligger også på samme nivå som Grenseverdien. Hvis man trekker fra Cu innholdet i sjøvannet som er benyttet, vil ingen av parameterne overskride Grenseverdiene. Resultatene fra Eurofins () viser at allerede ved L/S forhold 2 er det ingen overskridelser av tungmetallene i utekkingsvann fra kolonnetesten med Eramets SiMn slagg.

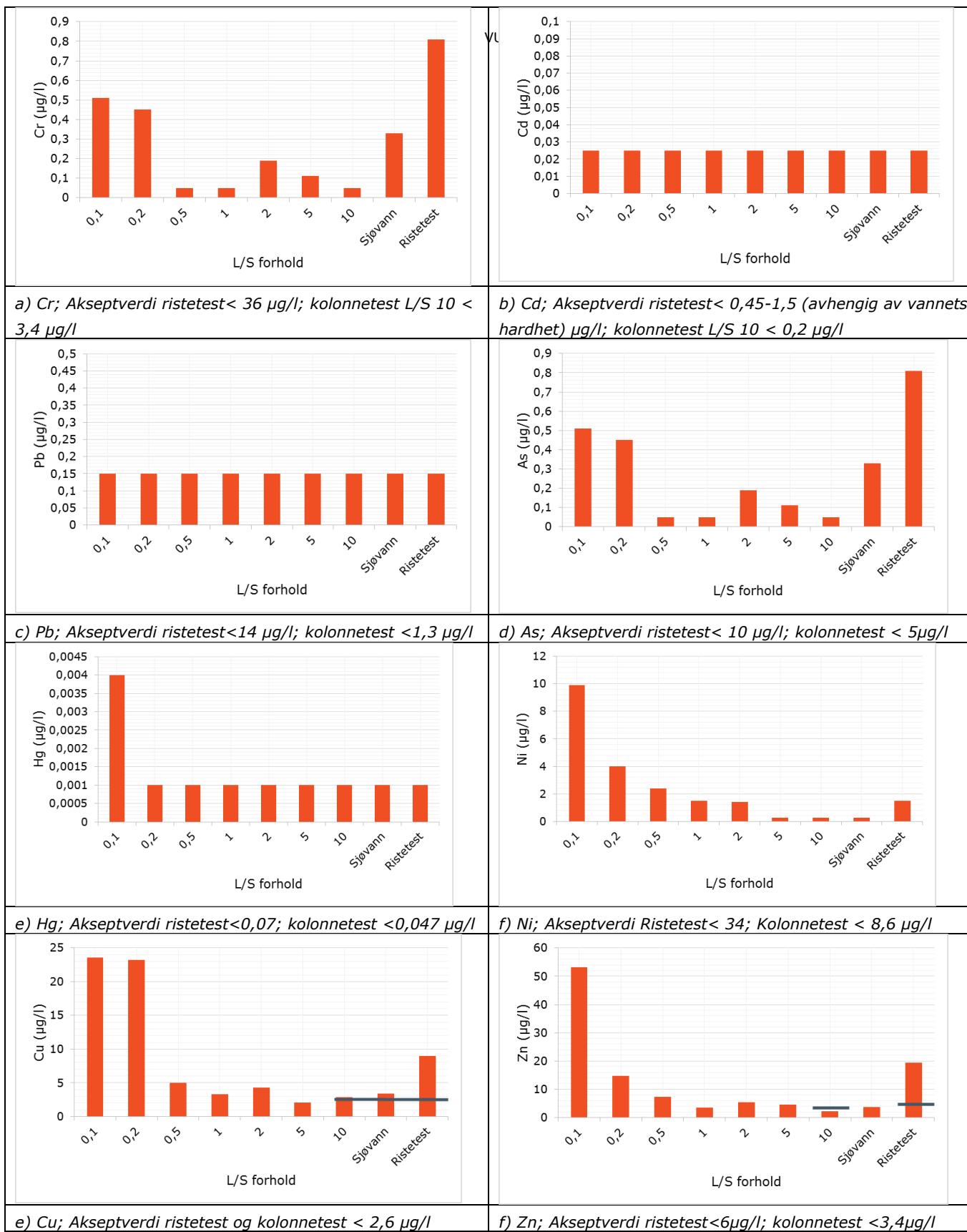


Figur 10. Oppsettet for kolonnetesten. Til venstre pumpe innkjørt på riktig rate i hht. CEN EN 14405. Kolonnediameter er 5 cm og den mørke massen er SiMn masser (30 cm høy). I bunnen benyttes rene glasskuler som bæremateriale for slagget.

Grenseverdiene og måleusikkerheten er vist der vi har slike data i Tabell 7 og . Resultatet i Tabell 7 (ALS) viser at sjøvannet overskridet både Cu og Zn, mens det også viser at måleusikkerheten for Zn er > akseptkriteriet og måleusikkerheten for Cu ligger i samme størrelsesorden som akseptkriteriet. Testresultatet for L/S 10 viser en svak overskridelse av nivået for Cu, men hvis bakgrunnsverdien målt for Cu i sjøvannet trekkes fra, er det ingen overskridelse av Cu (Tabell 7). Figur 11 viser alle analyseresultatene fra ALS på ristetesten og utviklingen i konsentrasjoner i kolonnetesten for hver enkelt parameter.

Tabell 7. Resultat av stabilisert utlekkningstest med oppstrøms kolonner med ALS-analyser.

Cumulative L/S forhold	Filtrerte Tungmetaller ($\mu\text{g/l}$)							
	As	Pb	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Zn
0,1	4,6	< 0,3	<0,05	0,51	23,6	0,004	9,9	53,2
0,2	2,23	< 0,3	<0,05	0,45	23,2	<0,002	4	14,7
0,5	2,16	< 0,3	<0,05	0,05	4,98	<0,002	2,4	7,4
1	1,95	< 0,3	<0,05	0,05	3,3	<0,002	1,5	3,4
2	2,02	< 0,3	<0,05	0,19	4,3	<0,002	1,4	5,5
5	1,19	< 0,3	<0,05	0,11	2,1	<0,002	<0,5	4,5
10	1,11	< 0,3	<0,05	0,1	2,9	<0,002	<0,5	2,2
Sjøvann	1,99	< 0,3	<0,05	0,33	3,4	<0,002	<0,5	3,7
Korrigert L/S 10	<0,5	<0,3	<0,05	<0,1	<0,5	<0,002	<0,5	<2
Rapporterings-grense	0,5	0,3	0,05	0,1	0,5	0,002	0,5	2
Akseptkriterium	5	1,3	0,2	3,4	2,6	0,047	8,6	3,4
Måleusikkerhet	+/-0,24			+/-0,22	+/-2,16		+/-0,39	+/-6,7



Figur 11. Resultater av utlekkningstester av tungmetaller fra SiMn slagg. Analyser gjennomført av ALS. Resultater < deteksjonsgrenser for Cd, Pb og Hg er fremstilt som 50 % rapporteringsrensen.

Tabell 8 viser resultatene av stabilisert utlekkningstest med Eurofins analyser på fem ulike fraksjoner. Tabellen viser at As, Cu, Hg, Ni og Zn overskriver rapporteringsgrensene ved de første fraksjonene. Etter L/S 0,5 er Zn under

rapporteringsgrensen og ved L/S 0,2 er den under akseptkriteriet. Cu er under akseptkriteriet etter L/S 0,5. Når resultatene fra ALS er korrigert for sjøvannet får vi samme resultat som Eurofins.

Tabell 8. Resultat av stabilisert utlekkningstest med oppstrøms kolonner med Eurofins-analyser på 5 fraksjoner.

Cumulative L/S forhold	Filtrerte Tungmetaller ($\mu\text{g/l}$)							
	As	Pb	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Zn
0,1	3,6	< 0,2	< 0,2	< 1	6,7	0,41	3,3	26
0,2	2,2	< 0,2	< 0,2	< 1	3,9	0,098	<2	2,4
0,5	1,9	< 0,2	< 0,2	< 1	1,8	< 0,05	<2	< 2
1	1,6	< 0,2	< 0,2	< 1	0,5	< 0,05	<2	< 2
2	1,7	< 0,2	< 0,2	< 1	1,2	< 0,05	<2	< 2
Sjøvann	1,6	< 0,2	< 0,2	< 1	2,6	< 0,05	<2	< 2
Rapporteringsgrense	1	0,2	0,2	1	0,5	0,05	2	2

7 Trinn 3: Virkning på biota – økotoksikologiske tester

7.1 Bakgrunn fra veilederen

Masser som testes i trinn 2 for kjemisk stabilitet, og som er under akseptverdien for utlekkning skal testes for virkning på biota. Disse testene skal benyttes til å avdekke mulige samvirkende gifteffekter av stoffer samt effekter fra forbindelser som ikke inngår i det kjemiske analyseprogrammet. Vi har valgt å gjennomføre toksisitetstestene både på prøven fra ristetesten (initiell test) og på prøven fra L/S 10 kolonettesten. Det er ikke klart beskrevet i M-411 hvilke prøver man skal teste på. Det henvises til Sedimentveilederen M-409, men denne beskriver hovedsakelig testing av forurensede sedimenter.

M-411 undersøkelsene krever tester for å avklare:

- Porevannets akutte-toksisitet, og veilederen legger vekt på testing av alger og har satt Grenseverdier for denne.
- Materialets kroniske virkninger på biologisk liv, helmaterialtest (i spesielle tilfeller). Siden vi ikke har spesifikk mistanke om kroniske effekter, har vi valgt å se bort fra dette kravet. I det undersøkte materialet kan den gravende aktiviteten være sterkt redusert noe som ville komplisere tolkningen av eventuelle testresultater.

Resultatene av de biologiske testene vurderes mot økotoksikologiske grenseverdier etablert for risikovurdering av forurensede sedimenter i Risikoveilederen, M-409 (Miljødirektoratet, 2015). Toksisitetstesting av utlekkingsvann fra testene skal simulere måling av toksiteten av porevannet som dannes ved at SiMn slagget benyttes i marine sedimenter til overdekking av forurensede masser. Resultatene oppgis som % "porevann" uttynnet med sjøvann. Ved en L(E)C₅₀ verdi på 50 % betyr det en uttynning av porevannet med en del sjøvann, altså en fortynning på 2. Ved en L(E)C₅₀ verdi på henholdsvis 20 og 80 % betyr det at det er nødvendig å fortynne porevannet hhv. 5 og 1,25 ganger for at det ikke skal være akutt toksisk.

Resultatene av de biologiske testene vurderes mot de etablerte grenseverdiene i veileder for Risikovurdering av forurensset sediment. For akutt toksisitet vil EC₅₀ verdier lavere enn grenseverdien for algetesten betyr en overskridelse av grenseverdien for giftighet av porevannet. Grenseverdien for giftighet er:

- Sjøvanns ekstrakt *Skeletonema costatum* eller TU (=100/ EC₅₀) < 1, eller som oppgitt i Sedimentveilederen (Miljødirektoratet, 2015)

TU = Toxicity Units

Dette betyr at L(E)C₅₀ >100 % må oppnås for å møte akseptkriterium for virkning på biota. Biologiske tester har normalt høyere usikkerhet enn kjemiske analyser fordi vi snakker om dagsformen til organismene som benyttes i testen. Denne usikkerheten er diskutert i tilknytning til resultatene.

7.2 Gjennomføring av testene

I våre tester har vi undersøkt utlekkingsvann/porevann for akutt giftighet på tre trofiske nivåer:

- > Algetest; *Skeletonema costatum* (marin alge)
- > Copepseud; *Acartia tonsa* (marin hoppekrep)
- > Bakterier (Microtox)

Microtox (brakkvannsbakterie): Testprosedyren er basert på beskrivelsen i Microtox manualen, (Azur Environmental, 1998). Prosedyren er laget for testing av kjemikalier og tilpasset for testing av utslippsvann, renset vann, utlekkingsvann, porevann etc. Microtox Acute Toxicity Test Reagent er spesielt formulert for bio-reactivitets testing med et bredt spekter av toksikanter. Testen eksponeres til luminescerende organismer in Microtox Acute Reagent til vannprøver og måler økningen eller reduksjonen av lysproduksjonen av testorganismen. Temperaturen under eksponeringen til ulike materialer påvirker responsen av den levende organismen. Microtox Akuttoksisk Testprosedyre sier at prøven skal inkuberes under en brønntemperatur på 15 °C i 15 minutter.

Skeletonema costatum (marin alge): Testprosedyren er basert på ISO 10253 (ISO 10253, 2016). Prosedyren er utviklet for testing av kjemikalier og er tilpasset testing av andre test medier som utslippsvann fra renseanlegg, utlekkingsvann, porevann etc. Dette er en veksthemmingstest (72 timer) som gjennomføres på den marine algen *Skeletonema costatum*. Testen gjennomføres med tre parallelle prøver og med tre konsentrasjonsnivåer og med bruk av en kontrollprøve, se Figur 12.

Acartia tonsa (marin hoppekrep): Prosedyren for *Acartia tonsa* dødelighetstesten er basert på ISO 14669 (ISO 14669, 1999) og etterfølgende informasjon fra PARCOM Ring Test Workshop i 1990 (PARCOM, 1990). Testsystemet er i henhold til PARCOM (PARCOM, 1990) og Miljødirektoratets krav (OSPAR, 1995). Testen gjennomføres med 3 parallelle konsentrasjoner og 3 kontroller. Dødeligheten av den marine hoppekrepsten *Acartia tonsa* gjøres med bestemmelse av en LC₅₀ verdi. Testen gjennomføres over 48 timer uten tilførsel av mat.

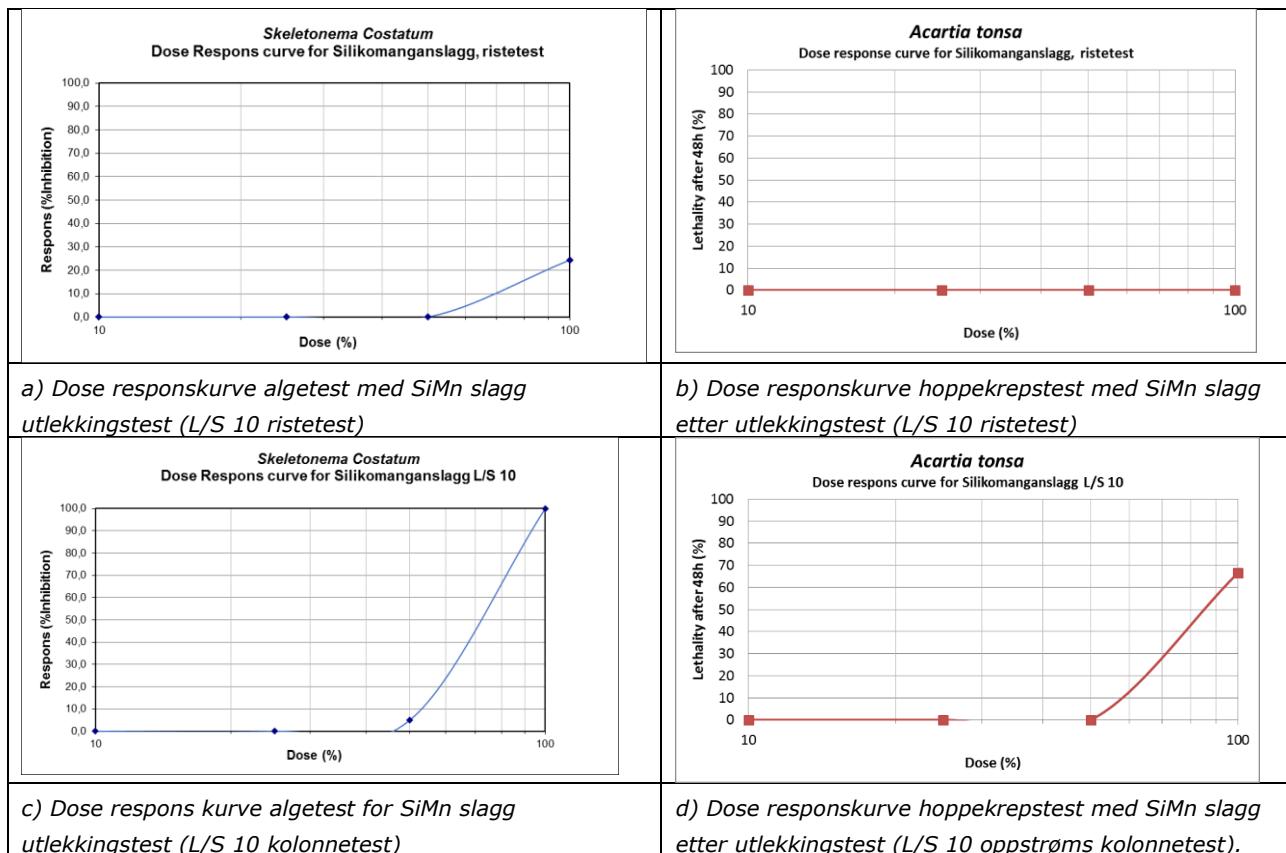
Figur 12 som illustrerer algene og hoppekrepsten som er benyttet i testingen av porevannet. Algesten gir en EC₅₀ verdi fordi man måler effekten på vekstraten og det samme gjør man for Microtox.



Figur 12. Til venstre *Acartia tonsa* og til høyre *Skeletonema costatum*

7.3 Resultater og diskusjon

Figur 13 viser toksisitetsresultatene fra alge og hoppekrepstesten på utlekkingsvann fra ristetesten og kolonnetesten. Resultatene av testene som er gjennomført for Microtox, alger og hoppekrepster er oppsummert i Tabell 9. Vann fra ristetesten viser lavere toksisitet enn vann fra kolonnetesten selv om tungmetallnivåene er noe høyere enn i prøvene fra ristetesten. Vedlegg 4 og 5 inneholder testrapportene fra hhv. ristetesten og kolonnetesten for alle økotokstestene.



Figur 13. Toksisitetstester med utlekkingsvann fra ristetester (a og b) og kolonnetest (c og d) utført med SiMn slagg og L/S forhold 10 i naturlig sjøvann.

Tabell 9. Oppsummering av resultatene av toksisitetstestene som er utført på tre trofiske nivåer både på vann fra ristetesten og fra kolonnetesten

Resultater av toksisitetstesting av utlekkingsvann	Samples SiMn slagg	
	L/S 10 Ristetest	L/S 10 Kolonnetest
<i>Skeletonema costatum</i> – algetest		
• EC ₅₀ (%)	>100	72
• NOEC (%)	50	25
• EC ₁₀ (%)	70	52
• EC ₉₀ (%)	>100	93
• TU (100/EC ₅₀)	<1	1,39
<i>Acartia tonsa</i> – hoppekrepss		
• LC ₅₀ (%)	>100	84
• NOEC (%)	>100	50
• LC ₁₀ (%)	>100	57
• LC ₉₀ (%)	>100	>100
• TU (100/LC ₅₀)	<1	1,19
<i>Vibrio fischeri</i> ; Microtox – bakterie		
• EC ₅₀ (%)	>100	38
• TU (100/EC ₅₀)	<1	2,6

Tabell 9 viser at målt toksisitet på utlekkingsvann ved L/S 10 fra kolonnetesten overskrides akseptkriteriet (TU<1) for alle tre organismer, mens i tilsvarende test fra ristetesten viser alle tre organismene TU<1. I M-411 beskrives det ikke hvilken prøve som skal legges til grunn.

Prøven i ristetesten er en fersk prøve der sjøvannet har ristet slaggprøven i 24 timer og prøve er tatt ut og analysert. Dette er normalt slik vi gjennomfører utlekkningstester med biota.

I kolonnetesten befinner sjøvannet seg tre dager i kolonnen og oppsamling av tilstrekkelig prøve for L/S 10 gjør at vannet befinner seg lagret ved 20 °C i 2 uker. Vi ser at pH i vannet etter ristetesten var 7,8, mens det i vann etter kolonnetesten var 8,6, ellers har vi ikke målt på andre parametere. Lagring av vann over så lang tid kan endre andre forhold, inklusive oksygennivåene og dette vil påvirke toksiteten. Microtoks viser EC₅₀ = 38 %, eller TU = 2,6. Det må blandes inn 62 % sjøvann i utlekkingsvannet for at det ikke skal være akutt toksisk for bakterier. *Skeletonema* og *Acartia* i kolonnetesten viser TU 1,39 og 1,19, noe som er innenfor usikkerhetsnivåene i disse analysene. Analyserapportene med resultater for standardkjemikalier og vekstrater i rent sjøvann i de ulike forsøkene er lagt ved og viser hvordan biologiske tester har ulike usikkerheter.

8 Konklusjon

Konklusjonen for gjennomførte undersøkelser er at:

SiMn slagg er et biprodukt som dannes under produksjon av SiMn. Prosessen skjer ved en temperatur på ca. 1600 °C, og slagget knuses ned til forskjellige fraksjoner avhengig av bruksformål. SiMn slagg fra Eramet Norway Kvinesdal AS er iht. tildekkingsveilederen i massekategorien "Prosesserte masser" (Miljødirektoratet, 2015). På grunn av den høye smeltetemperaturen vil SiMn-slagget ikke kunne inneholde organiske forbindelser. Innholdet av totalt organisk

karbon (TOC) er derfor godt under trinn 1-akseptverdien for TOC som er på 1 %.

Det er tatt ut fire slaggprøver som er analysert for innhold av arsen, kadmium, kobolt, krom, kopper, kvikksølv, mangan, nikkel, bly, svovel, vanadium og sink.

Resultatene er sammenlignet med akseptverdier gitt i Miljødirektoratets veileder M-411. Ingen av prøvene overskred akseptverdien for trinn 1.

Kjemisk stabilitet for de prosesserte massene er undersøkt i utlekkingstester.

- Initier utlekking er undersøkt i ristetest med Væske/Faststoff (L/S) forhold på 10 og resultatet er sammenlignet med Tildekingsveilederens Grenseverdier. Innholdet av prioriterte uorganiske miljøgifter (metaller) er undersøkt ved å sende vannprøver til to akkrediterte laboratorier. Når vi tar hensyn til måleusikkerheten og forhøyede verdier i naturlig sjøvann som er benyttet i testene er det påvist mindre overskridelser i ristesten av Grenseverdiene satt for Cu og Zn.
- Stabilisert utlekking er gjennomført i kolonnetest og prøver er tatt ut og analysert i L/S forholdene 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5 og 10 av ALS. For L/S 10 fraksjonen overskred Cu grenseverdien, men sjøvannet viste også høyere verdier enn grenseverdien både for Zn og Cu. Måleusikkerheten ligger på samme nivå som Grenseverdien. Hvis man trekker fra Cu innholdet i sjøvannet som er benyttet, overskrides ikke Grenseverdiene for noen parametere. Resultatene fra Eurofins viste at allerede ved L/S forhold 2 er det ingen overskridelser av tungmetallene i utlekkingsvann fra kolonnetesten med Eramets SiMn slagg. Alle testene viste en naturlig utvikling i utlekkingen.

Virkning på biota –økotoksikologiske tester er gjennomført på utlekkingsvann/porevann fra ristesten og kolonnetesten (L/S=10). TU for algen, hoppekrepsem og bakterien er <1 for ristesten og slagget passerer akseptkriteriet for giftighet. Testene på kolonnetestens fraksjon L/S10 passerer imidlertid ikke akseptkriteriet. Alge, hoppekrepsem og bakterie viser hhv. TU på 1,39; 1,19 og 2,6, hvilket er høyere enn akseptkriteriet for virkning på biota. I kolonnetesten står vannet lagret i 2 uker under 20 °C før testen er avsluttet, og en slik prøve er derfor dårlig egnet til tokositetstesting. Vannet kan under lagring i 2 uker under disse betingelsene gjennomgå andre prosesser enn de som skyldes utlekking av miljøgifter fra slagget. Vi anbefaler at man legger resultatet fra ristesten til grunn for vurderingen. Dette vannet er naturlig sjøvann som har vært risten med samme L/S fraksjon av SiMn slagg i 24 timer før prøvene ble tatt ut til analyse.

9 Referanser

- Azur Environmental. (1998). *Microtox Acute toxicity test with Vibrio fischeri (tidligere kjent som Photobacterium phosphoreum)*.
- CEN/TS 14405. (2006). *Karakterisering av avfall. Prøving av utlekkingsegenskaper. Oppstrøms kolonneprøving (under spesielle betingelser)*.

- Eramet Norway. (2013). Bærekrafterapport 2013.
- ISO 10253. (2016). *Water Quality Marine Algal Growth Inhibition Test With Skeletonema costatum and Phaeodactylum tricornutum.*
- ISO 14669. (1999). *Determination of Acute Lethal Toxicity to Marine Copepods (Copepoda, Crustacea). April 1999, 1. edition.*
- Miljødirektoratet. (2015). *Risikovurdering av forurensede sedimenter - Veileder M-409 I 2015.*
- Miljødirektoratet. (2015). Testprogram for tildekkingsmasser. Forurenset sjøbunn. Veileder M-411.
- NGI. (2013). Miljøvurdering av bruk av slaggmasser i deponikonstruksjon. Teknisk notat.
- OSPAR. (1995). *Harmonized Offshore Chemicals Notification Format (HOCNF) 1995, Oslo and Paris Convention for the Prevention of Marine Pollution Programmes and Measures Committee (PRAM), Annex 10, Oviedo, 20-24 February.*
- PARCOM. (1990). *Acute Toxicity to the Marine Copepod *Acartia tonsa*. Paris Commission Ring Test Protocol, WQI.*

Vedlegg 1. Analyseresultater Totalt innhold av organisk stoff i slagg

aquateam COWI

Analyserapport fra Aquateam COWI

Til : ERAMET
Att: : Leif Hunsbedt
Fra : Ocelie Kjønnø, Laboratorieleder
Kvalitetssikring : Eilen Arctander Vik
Dato : 30.03.2017
Arkivnr. : A096927-001

Prøve identifikasjon		Slaggprøve				
		Eramet Norway AS Kvinesdal Plant				
		Postens kollinr. 370722150087581424				
Prøve tatt:		16.03.2017				
Prøve mottatt lab:		19.03.2017				
Analyse utført:		29.03.2017				
PRØVE	ANALYSE	Enhet	Resultat	LOQ	MU	Metode
Slagg 17032017-Paralell 1	TS	g/kg t.s	947	>1	5%	NS 4764
Slagg 17032017-Paralell 1	VS	g/kg t.s	1,0	>1	5%	NS 4764
Slagg 17032017-Paralell 1	Org stoff	%	0,1	>0.1		
Slagg 17032017-Paralell 2	TS	g/kg t.s	947	>1	5%	NS 4764
Slagg 17032017-Paralell 2	VS	g/kg t.s	0,8	>1	5%	NS 4764
Slagg 17032017-Paralell 2	Org stoff	%	0,08	>0.1		
Slagg 17032017-Paralell 3	TS	g/kg t.s	942	>1	5%	NS 4764
Slagg 17032017-Paralell 3	VS	g/kg t.s	1,8	>1	5%	NS 4764
Slagg 17032017-Paralell 3	Org stoff	%	0,18	>0.1		
Slagg 17032017-Paralell 4	TS	g/kg t.s	938	>1	5%	NS 4764
Slagg 17032017-Paralell 4	VS	g/kg t.s	3,3	>1	5%	NS 4764
Slagg 17032017-Paralell 4	Org stoff	%	0,33	>0.1		
Slagg 17032017-Paralell 5	TS	g/kg t.s	951	>1	5%	NS 4764
Slagg 17032017-Paralell 5	VS	g/kg t.s	1,2	>1	5%	NS 4764
Slagg 17032017-Paralell 5	Org stoff	%	0,12	>0.1		
Slagg 17032017-Gjennomsnitt	TS	g/kg t.s	945	>1	5%	NS 4764
Slagg 17032017-Gjennomsnitt	VS	g/kg t.s	1,6	>1	5%	NS 4764
Slagg 17032017-Gjennomsnitt	Org stoff	%	0,16	>0.1		

TS = totalt tørrstoff; VS = Flyktig tørrstoff

Utførende laboratorium: Aquateam COWI AS; Karvesvingen 2, 0579 Oslo

Kopi til: leif.hundstedt@erametgroup.com
Rune.nilsen@erametgroup.com

Forklaring: LOQ = Kvantifiseringsgrense MU = Måleusikkerhet
< Mindre enn > Større enn

Vedlegg 2. Analyseresultater fra ALS



Mottatt dato **2017-05-11**
Utstedt **2017-05-18**

Aquateam COWI AS
Ocelie Kjønnø

Karvesvingen 2
0579 Oslo
Norway

Prosjekt **Eramet, utlekkning**
Bestnr **A096927-002**

Analyse av vann

Deres prøvenavn	Slagg L/S 0,1 Saltvann					
Labnummer	N00499749					
Analyse	Resultater	Usikkerhet (±)	Enhet	Metode	Utført	Sign
As (Arsen)	4.57	0.86	µg/l	1	H	MAMU
Ca (Kalsium)	877	74	mg/l	1	R	MAMU
Fe (Jern)	<0.004		mg/l	1	H	MAMU
K (Kalium)	295	21	mg/l	1	R	MAMU
Mg (Magnesium)	929	59	mg/l	1	R	MAMU
Na (Natrium)	9130	644	mg/l	1	R	MAMU
Al (Aluminium)	0.910	0.458	µg/l	1	H	MAMU
Ba (Barium)	547	88	µg/l	1	R	MAMU
Cd (Kadmium)	<0.05		µg/l	1	H	MAMU
Co (Kobolt)	2.25	0.55	µg/l	1	H	MAMU
Cr (Krom)	0.510	0.137	µg/l	1	H	MAMU
Cu (Kopper)	23.6	5.1	µg/l	1	H	MAMU
Hg (Kvikksølv)	0.00394	0.00050	µg/l	1	F	MAMU
Mn (Mangan)	49300	3090	µg/l	1	R	MAMU
Mo (Molybden)	13.4	2.9	µg/l	1	H	MAMU
Ni (Nikkel)	9.89	2.24	µg/l	1	H	MAMU
Pb (Bly)	<0.3		µg/l	1	H	MAMU
P (Fosfor)	446	116	µg/l	1	H	MAMU
Si (Silisium)	22.3	1.4	mg/l	1	R	MAMU
Sr (Strontium)	7780	782	µg/l	1	R	MAMU
Zn (Sink)	53.2	15.3	µg/l	1	H	MAMU



Deres prøvenavn	Slagg L/S 0,2 Saltvann					
Labnummer	N00499750					
Analyse	Resultater	Usikkerhet (\pm)	Enhet	Metode	Utført	Sign
As (Arsen)	2.23	0.46	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ca (Kalsium)	477	37	mg/l	1	R	MAMU
Fe (Jern)	<0.004		mg/l	1	H	MAMU
K (Kalium)	394	28	mg/l	1	R	MAMU
Mg (Magnesium)	1180	76	mg/l	1	R	MAMU
Na (Natrium)	10700	796	mg/l	1	R	MAMU
Al (Aluminium)	<0.7		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ba (Barium)	408	77	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Cd (Kadmium)	<0.05		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Co (Kobolt)	1.67	0.42	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cr (Krom)	0.453	0.135	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cu (Kopper)	23.2	5.3	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Hg (Kvikksølv)	<0.002		$\mu\text{g/l}$	1	F	MAMU
Mn (Mangan)	49100	3440	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Mo (Molybden)	20.9	4.8	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ni (Nikkel)	4.00	1.38	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Pb (Bly)	<0.3		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
P (Fosfor)	243	78	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Si (Silisium)	15.9	1.1	mg/l	1	R	MAMU
Sr (Strontium)	5880	586	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Zn (Sink)	14.7	4.6	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU

Deres prøvenavn	Slagg L/S 0,5 Saltvann					
Labnummer	N00499751					
Analyse	Resultater	Usikkerhet (\pm)	Enhet	Metode	Utført	Sign
As (Arsen)	2.16	0.50	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ca (Kalsium)	429	33	mg/l	1	R	MAMU
Fe (Jern)	<0.004		mg/l	1	H	MAMU
K (Kalium)	417	30	mg/l	1	R	MAMU
Mg (Magnesium)	1240	79	mg/l	1	R	MAMU
Na (Natrium)	10800	755	mg/l	1	R	MAMU
Al (Aluminium)	<0.7		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ba (Barium)	359	52	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Cd (Kadmium)	<0.05		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Co (Kobolt)	1.24	0.32	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cr (Krom)	<0.1		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cu (Kopper)	4.98	1.28	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Hg (Kvikksølv)	<0.002		$\mu\text{g/l}$	1	F	MAMU
Mn (Mangan)	43400	2790	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Mo (Molybden)	19.3	4.0	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ni (Nikkel)	2.37	0.51	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Pb (Bly)	<0.3		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
P (Fosfor)	187	41	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Si (Silisium)	13.4	0.9	mg/l	1	R	MAMU
Sr (Strontium)	6550	654	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Zn (Sink)	7.43	2.38	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU



Deres prøvenavn	Slagg L/S 1,0 Saltvann					
Labnummer	N00499752					
Analyse	Resultater	Usikkerhet (\pm)	Enhet	Metode	Utført	Sign
As (Arsen)	1.95	0.37	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ca (Kalsium)	395	30	mg/l	1	R	MAMU
Fe (Jern)	<0.004		mg/l	1	H	MAMU
K (Kalium)	419	30	mg/l	1	R	MAMU
Mg (Magnesium)	1270	82	mg/l	1	R	MAMU
Na (Natrium)	11000	901	mg/l	1	R	MAMU
Al (Aluminium)	1.86	0.56	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ba (Barium)	309	47	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Cd (Kadmium)	<0.05		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Co (Kobolt)	0.691	0.155	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cr (Krom)	<0.1		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cu (Kopper)	3.28	0.87	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Hg (Kvikksølv)	<0.002		$\mu\text{g/l}$	1	F	MAMU
Mn (Mangan)	32700	2250	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Mo (Molybden)	14.8	3.1	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ni (Nikkel)	1.50	0.58	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Pb (Bly)	<0.3		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
P (Fosfor)	98.6	23.8	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Si (Silisium)	9.59	0.66	mg/l	1	R	MAMU
Sr (Strontium)	7380	736	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Zn (Sink)	3.42	1.37	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU

Deres prøvenavn	Slagg L/S 2,0 Saltvann					
Labnummer	N00499753					
Analyse	Resultater	Usikkerhet (\pm)	Enhet	Metode	Utført	Sign
As (Arsen)	2.02	0.48	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ca (Kalsium)	393	31	mg/l	1	R	MAMU
Fe (Jern)	<0.004		mg/l	1	H	MAMU
K (Kalium)	425	30	mg/l	1	R	MAMU
Mg (Magnesium)	1280	82	mg/l	1	R	MAMU
Na (Natrium)	10900	848	mg/l	1	R	MAMU
Al (Aluminium)	<0.7		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ba (Barium)	293	46	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Cd (Kadmium)	<0.05		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Co (Kobolt)	0.567	0.135	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cr (Krom)	0.189	0.069	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cu (Kopper)	4.30	1.09	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Hg (Kvikksølv)	<0.002		$\mu\text{g/l}$	1	F	MAMU
Mn (Mangan)	28400	1830	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Mo (Molybden)	14.0	3.0	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ni (Nikkel)	1.39	0.38	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Pb (Bly)	<0.3		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
P (Fosfor)	85.1	23.0	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Si (Silisium)	7.81	0.51	mg/l	1	R	MAMU
Sr (Strontium)	7540	751	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Zn (Sink)	5.51	1.87	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU



Deres prøvenavn	Slagg L/S 5,0 Saltvann					
Labnummer	N00499754					
Analyse	Resultater	Usikkerhet (\pm)	Enhet	Metode	Utført	Sign
As (Arsen)	1.29	0.26	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ca (Kalsium)	390	30	mg/l	1	R	MAMU
Fe (Jern)	<0.004		mg/l	1	H	MAMU
K (Kalium)	421	30	mg/l	1	R	MAMU
Mg (Magnesium)	1280	82	mg/l	1	R	MAMU
Na (Natrium)	10900	755	mg/l	1	R	MAMU
Al (Aluminium)	16.3	3.6	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ba (Barium)	308	47	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Cd (Kadmium)	<0.05		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Co (Kobolt)	0.133	0.047	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cr (Krom)	0.109	0.058	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cu (Kopper)	2.10	0.53	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Hg (Kvikksølv)	<0.002		$\mu\text{g/l}$	1	F	MAMU
Mn (Mangan)	22600	1410	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Mo (Molybden)	12.9	2.9	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ni (Nikkel)	<0.5		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Pb (Bly)	<0.3		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
P (Fosfor)	61.1	16.3	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Si (Silisium)	5.37	0.36	mg/l	1	R	MAMU
Sr (Strontium)	7570	755	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Zn (Sink)	4.51	1.51	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU

Deres prøvenavn	Slagg L/S 10,0 Saltvann					
Labnummer	N00499755					
Analyse	Resultater	Usikkerhet (\pm)	Enhet	Metode	Utført	Sign
As (Arsen)	1.11	0.26	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ca (Kalsium)	403	31	mg/l	1	R	MAMU
Fe (Jern)	<0.004		mg/l	1	H	MAMU
K (Kalium)	414	29	mg/l	1	R	MAMU
Mg (Magnesium)	1280	83	mg/l	1	R	MAMU
Na (Natrium)	11000	793	mg/l	1	R	MAMU
Al (Aluminium)	79.8	17.8	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ba (Barium)	369	74	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Cd (Kadmium)	<0.05		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Co (Kobolt)	<0.05		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cr (Krom)	<0.1		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cu (Kopper)	2.87	0.72	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Hg (Kvikksølv)	<0.002		$\mu\text{g/l}$	1	F	MAMU
Mn (Mangan)	17300	1090	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Mo (Molybden)	12.3	2.6	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ni (Nikkel)	<0.5		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Pb (Bly)	<0.3		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
P (Fosfor)	54.2	16.7	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Si (Silisium)	3.72	0.31	mg/l	1	R	MAMU
Sr (Strontium)	7660	763	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Zn (Sink)	2.23	0.95	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU



Deres prøvenavn	Filtrert sjøvann Saltvann					
Labnummer	N00499756					
Analyse	Resultater	Usikkerhet (\pm)	Enhet	Metode	Utført	Sign
As (Arsen)	1.99	0.37	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ca (Kalsium)	437	34	mg/l	1	R	MAMU
Fe (Jern)	<0.004		mg/l	1	H	MAMU
K (Kalium)	415	29	mg/l	1	R	MAMU
Mg (Magnesium)	1290	83	mg/l	1	R	MAMU
Na (Natrium)	11000	763	mg/l	1	R	MAMU
Al (Aluminium)	1.57	0.73	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ba (Barium)	6.95	1.55	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cd (Kadmium)	<0.05		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Co (Kobolt)	<0.05		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cr (Krom)	0.329	0.111	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cu (Kopper)	3.43	1.26	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Hg (Kvikksølv)	<0.002		$\mu\text{g/l}$	1	F	MAMU
Mn (Mangan)	33.4	7.6	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Mo (Molybden)	11.4	2.3	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ni (Nikkel)	<0.5		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Pb (Bly)	<0.3		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
P (Fosfor)	<40		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Si (Silisium)	<0.6		mg/l	1	R	MAMU
Sr (Strontium)	7750	772	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Zn (Sink)	3.66	1.22	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU

Deres prøvenavn	Eramet ristetest Saltvann					
Labnummer	N00499757					
Analyse	Resultater	Usikkerhet (\pm)	Enhet	Metode	Utført	Sign
As (Arsen)	1.12	0.24	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ca (Kalsium)	432	33	mg/l	1	R	MAMU
Fe (Jern)	<0.004		mg/l	1	H	MAMU
K (Kalium)	399	28	mg/l	1	R	MAMU
Mg (Magnesium)	1240	80	mg/l	1	R	MAMU
Na (Natrium)	10700	804	mg/l	1	R	MAMU
Al (Aluminium)	2.21	0.65	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ba (Barium)	252	56	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cd (Kadmium)	<0.05		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Co (Kobolt)	0.519	0.124	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cr (Krom)	0.812	0.224	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Cu (Kopper)	8.99	2.16	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Hg (Kvikksølv)	<0.002		$\mu\text{g/l}$	1	F	MAMU
Mn (Mangan)	1830	114	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Mo (Molybden)	10.1	2.1	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Ni (Nikkel)	1.46	0.39	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Pb (Bly)	<0.3		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
P (Fosfor)	<40		$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU
Si (Silisium)	2.88	0.43	mg/l	1	R	MAMU
Sr (Strontium)	7490	745	$\mu\text{g/l}$	1	R	MAMU
Zn (Sink)	19.6	6.7	$\mu\text{g/l}$	1	H	MAMU



*etter parameternavn indikerer at analysen er utført uakkreditert ved ALS Laboratory Group Norway AS eller underleverandør. Utførende laboratorium er oppgitt i tabell kalt Utf.

n.d. betyr ikke påvist.

n/a betyr ikke analyserbart.

< betyr mindre enn.

> betyr større enn.

Metodespesifikasjon	
1	«V-5»
Metode:	Metaller i saltvann (opp til 3,5% salt) Analyse med ICP-SFMS utføres i henhold til ISO 17294-1,2 (mod), samt EPA-metode 200.8 (mod). Analyse med ICP-AES utføres i henhold til ISO 11885 (mod), samt EPA-metode 200.7 (mod). Kvikksølv (Hg) analyseres med AFS og utføres i henhold til ISO 17852.
Prøve forbehandling:	Analyse av vann, uten oppslutning. Prøven blir surgjort med 1 ml salpetersyre per 100 ml prøve. Ved analyse av W blir ikke prøven surgjort før analyse.
Rapporteringsgrenser:	Al, Aluminium 0.7 µg/l As, Arsen 0.5 µg/l Ba, Barium 0.1 µg/l Ca, Kalsium 200 µg/l Cd, Kadmium 0.05 µg/l Co, Kobolt 0.05 µg/l Cr, Krom 0.1 µg/l Cu, Kobber 0.5 µg/l Fe, Jern 4 µg/l Hg, Kvikksølv 0.002 µg/l K, Kalium 500 µg/l Mg, Magnesium 90 µg/l Mn, Mangan 0.1 µg/l Mo, Molybden 0.1 µg/l Na, Natrium 120 µg/l Ni, Nikkel 0.5 µg/l P, Fosfor 40 µg/l Pb, Bly 0.3 µg/l Si, Silisium 200 µg/l Sr, Strontium 50 µg/l Zn, Sink 2 µg/l
Måleusikkerhet:	Måleusikkerheten (MU) beregnes individuelt for hver enkelt prøve og er direkte koplet til den aktuelle målingen. Dette betyr at rapportert MU gjelder ved den aktuelle prøvens målte konsentrasjon. Måleusikkerheten kan variere med matriksinterferens, fortynninger og lav prøvemengde.
Andre opplysninger:	Prøver som har et høyt innhold av klorid kan gi forhøyet rapporteringsgrense for As. Prøver som har et høyt innhold av Mo kan gi forhøyet rapporteringsgrense for Cd.

Godkjenner	
MAMU	Marte Muri



Utf ¹	
F	AFS Ansvarlig laboratorium: ALS Scandinavia AB, Aurorum 10, 977 75 Luleå, Sverige
H	ICP-SFMS Ansvarlig laboratorium: ALS Scandinavia AB, Aurorum 10, 977 75 Luleå, Sverige
R	ICP-AES Ansvarlig laboratorium: ALS Scandinavia AB, Aurorum 10, 977 75 Luleå, Sverige

Måleusikkerheten angis som en utvidet måleusikkerhet (etter definisjon i "Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement", JCGM 100:2008 Corrected version 2010) beregnet med en dekningsfaktor på 2 noe som gir et konfidensinterval på om lag 95%.

Måleusikkerhet fra underleverandører angis ofte som en utvidet usikkerhet beregnet med dekningsfaktor 2. For ytterligere informasjon, kontakt laboratoriet.

Måleusikkerhet skal være tilgjengelig for akkrediterte metoder. For visse analyser der dette ikke oppgis i rapporten, vil dette oppgis ved henvendelse til laboratoriet.

Denne rapporten får kun gjengis i sin helhet, om ikke utførende laboratorium på forhånd har skriftlig godkjent annet.
Resultatene gjelder bare de analyserte prøvene.

Angående laboratoriets ansvar i forbindelse med oppdrag, se aktuell produktkatalog eller vår website www.alsglobal.no

Den digitalt signert PDF-fil representerer den opprinnelige rapporten. Eventuelle utskrifter er å anse som kopier.

¹ Utførende teknisk enhet (innen ALS Laboratory Group) eller eksternt laboratorium (underleverandør).

Vedlegg 3. Analyseresultater fra Eurofins

ADRESSE COWI AS
Haugåsstubb 3
4016 Stavanger
TLF +47 02694
WWW cowi.no

OPPDRAKSNR.

DOKUMENTNR.

A093804

Rap001

VERSJON

UTGIVELSESDATO

BESKRIVELSE

UTARBEIDET

KONTROLLERT

GODKJENT

2

05.06.2017

Fagrapport

Eilen Arctander
Vik/Ragnhild
Kluge/Arve Misund

armi

COWI AS
 Postboks 6412 Etterstad
 0605 OSLO
Attn: Ocelie Kjønnø

Eurofins Environment Testing Norway AS (Moss)
 F. reg. 965 141 618 MVA
 Møllebakken 50
 NO-1538 Moss

Tlf: +47 69 00 52 00
 Fax: +47 69 27 23 40

AR-17-MM-008793-01



EUNOMO-00164520

Prøvemottak: 19.04.2017
 Temperatur:
 Analyseperiode: 19.04.2017-05.05.2017
 Referanse: A096927-002, Eramet

ANALYSERAPPORT

Prøvenr.:	439-2017-04190399	Prøvetakingsdato:	19.04.2017
Prøvetype:	Sjøvann	Prøvetaker:	OCE
Prøvemerking:	Fraktsjon 1	Analysestartdato:	19.04.2017
Analyse			
a) Arsen (As)	3.6 µg/l	1	ISO 17294m:2016
a) Bly (Pb)	< 0.2 µg/l	0.2	ISO 17294m:2016
a) Kadmium (Cd)	< 0.2 µg/l	0.2	ISO 17294m:2016
a) Krom (Cr)	< 1 µg/l	1	ISO 17294m:2016
a)* Kobber (Cu)	6.7 µg/l	0.5	ISO 17294m:2016
a) Kvikksølv (Hg)	0.41 µg/l	0.05	SM 3112
a) Nikkel (Ni)	3.3 µg/l	2	ISO 17294m:2016
a) Sink (Zn)	26 µg/l	2	ISO 17294m:2016

Prøvenr.:	439-2017-04190400	Prøvetakingsdato:	19.04.2017
Prøvetype:	Sjøvann	Prøvetaker:	OCE
Prøvemerking:	Fraktsjon 2	Analysestartdato:	19.04.2017
Analyse			
a) Arsen (As)	2.2 µg/l	1	ISO 17294m:2016
a) Bly (Pb)	< 0.2 µg/l	0.2	ISO 17294m:2016
a) Kadmium (Cd)	< 0.2 µg/l	0.2	ISO 17294m:2016
a) Krom (Cr)	< 1 µg/l	1	ISO 17294m:2016
a)* Kobber (Cu)	3.9 µg/l	0.5	ISO 17294m:2016
a) Kvikksølv (Hg)	0.098 µg/l	0.05	SM 3112
a) Nikkel (Ni)	< 2 µg/l	2	ISO 17294m:2016
a) Sink (Zn)	2.4 µg/l	2	ISO 17294m:2016

Tegnforklaring:

* Ikke omfattet av akkrediteringen LOQ: Kvantifiseringsgrense MU: Måleusikkerhet

<: Mindre enn >: Større enn nd: Ikke påvist Bakteriologiske resultater angitt som <1,<50 e.l. betyr 'ikke påvist'.

Opplysninger om måleusikkerhet og konfidensintervall fås ved henvendelse til laboratoriet.

Rapporten må ikke gjengis, unntatt i sin helhet, uten laboratoriets skriftlige godkjennelse. Resultatene gjelder kun for de(n) undersøkte prøven(e).



Prøvenr.:	439-2017-04190401	Prøvetakingsdato:	19.04.2017
Prøvetype:	Sjøvann	Prøvetaker:	OCE
Prøvemerking:	Fraktsjon 3	Analysestartdato:	19.04.2017
Analyse			
a) Arsen (As)	1.9 µg/l	1	ISO 17294m:2016
a) Bly (Pb)	< 0.2 µg/l	0.2	ISO 17294m:2016
a) Kadmium (Cd)	< 0.2 µg/l	0.2	ISO 17294m:2016
a) Krom (Cr)	< 1 µg/l	1	ISO 17294m:2016
a)* Kobber (Cu)	1.8 µg/l	0.5	ISO 17294m:2016
a) Kvikksølv (Hg)	< 0.05 µg/l	0.05	SM 3112
a) Nikkel (Ni)	< 2 µg/l	2	ISO 17294m:2016
a) Sink (Zn)	< 2 µg/l	2	ISO 17294m:2016

Prøvenr.:	439-2017-04190402	Prøvetakingsdato:	19.04.2017
Prøvetype:	Sjøvann	Prøvetaker:	OCE
Prøvemerking:	Fraktsjon 4	Analysestartdato:	19.04.2017
Analyse			
a) Arsen (As)	1.6 µg/l	1	ISO 17294m:2016
a) Bly (Pb)	< 0.2 µg/l	0.2	ISO 17294m:2016
a) Kadmium (Cd)	< 0.2 µg/l	0.2	ISO 17294m:2016
a) Krom (Cr)	< 1 µg/l	1	ISO 17294m:2016
a)* Kobber (Cu)	0.5 µg/l	0.5	ISO 17294m:2016
a) Kvikksølv (Hg)	< 0.05 µg/l	0.05	SM 3112
a) Nikkel (Ni)	< 2 µg/l	2	ISO 17294m:2016
a) Sink (Zn)	< 2 µg/l	2	ISO 17294m:2016

Prøvenr.:	439-2017-04190403	Prøvetakingsdato:	19.04.2017
Prøvetype:	Sjøvann	Prøvetaker:	OCE
Prøvemerking:	Fraktsjon 5	Analysestartdato:	19.04.2017
Analyse			
a) Arsen (As)	1.7 µg/l	1	ISO 17294m:2016
a) Bly (Pb)	< 0.2 µg/l	0.2	ISO 17294m:2016
a) Kadmium (Cd)	< 0.2 µg/l	0.2	ISO 17294m:2016
a) Krom (Cr)	< 1 µg/l	1	ISO 17294m:2016
a)* Kobber (Cu)	1.2 µg/l	0.5	ISO 17294m:2016
a) Kvikksølv (Hg)	< 0.05 µg/l	0.05	SM 3112
a) Nikkel (Ni)	< 2 µg/l	2	ISO 17294m:2016
a) Sink (Zn)	< 2 µg/l	2	ISO 17294m:2016

Tegnforklaring:

* Ikke omfattet av akkrediteringen LOQ: Kvantifiseringsgrense MU: Måleusikkerhet

<: Mindre enn >: Større enn nd: Ikke påvist. Bakteriologiske resultater angitt som <1,<50 e.l. betyr 'ikke påvist'.

Opplysninger om måleusikkerhet og konfidensintervall fås ved henvendelse til laboratoriet.

Rapporten må ikke gjengis, unntatt i sin helhet, uten laboratoriets skriftlige godkjennelse. Resultatene gjelder kun for de(n) undersøkte prøven(e).



Prøvenr.:	439-2017-04190404	Prøvetakingsdato:	19.04.2017
Prøvetype:	Sjøvann	Prøvetaker:	OCE
Prøvemerking:	Sjøvann	Analysestartdato:	19.04.2017
Analyse	Resultat	Enhet	LOQ MU Metode
a) Arsen (As)	1.6	µg/l	1 ISO 17294m:2016
a) Bly (Pb)	< 0.2	µg/l	0.2 ISO 17294m:2016
a) Kadmium (Cd)	< 0.2	µg/l	0.2 ISO 17294m:2016
a) Krom (Cr)	< 1	µg/l	1 ISO 17294m:2016
a)* Kobber (Cu)	2.6	µg/l	0.5 ISO 17294m:2016
a) Kvikksølv (Hg)	< 0.05	µg/l	0.05 SM 3112
a) Nikkel (Ni)	< 2	µg/l	2 ISO 17294m:2016
a) Sink (Zn)	< 2	µg/l	2 ISO 17294m:2016

Prøvenr.:	439-2017-04190405	Prøvetakingsdato:	19.04.2017
Prøvetype:	Sjøvann	Prøvetaker:	OCE
Prøvemerking:	Eramet ristetest	Analysestartdato:	19.04.2017
Analyse	Resultat	Enhet	LOQ MU Metode
a) Arsen (As)	< 1	µg/l	1 ISO 17294m:2016
a) Bly (Pb)	< 0.2	µg/l	0.2 ISO 17294m:2016
a) Kadmium (Cd)	< 0.2	µg/l	0.2 ISO 17294m:2016
a) Krom (Cr)	< 1	µg/l	1 ISO 17294m:2016
a)* Kobber (Cu)	5.8	µg/l	0.5 ISO 17294m:2016
a) Kvikksølv (Hg)	< 0.05	µg/l	0.05 SM 3112
a) Nikkel (Ni)	< 2	µg/l	2 ISO 17294m:2016
a) Sink (Zn)	10	µg/l	2 ISO 17294m:2016

Utførende laboratorium/ Underleverandør:

- a)* Eurofins Environment A/S (Vejen), Ladelundvej 85, DK-6600, Vejen
 a) Eurofins Environment A/S (Vejen), Ladelundvej 85, DK-6600, Vejen DS EN ISO/IEC 17025 DANAK 168,

Moss 05.05.2017

Stig Tjomsland

ASM/Bachelor Kjemi

Tegnforklaring:

* Ikke omfattet av akkrediteringen LOQ: Kvantifiseringsgrense MU: Måleusikkerhet

<: Mindre enn >: Større enn nd: Ikke påvist Bakteriologiske resultater angitt som <1,<50 e.l. betyr 'ikke påvist'.

Opplysninger om måleusikkerhet og konfidensintervall fås ved henvendelse til laboratoriet.

Rapporten må ikke gjengis, unntatt i sin helhet, uten laboratoriets skriftlige godkjennelse. Resultatene gjelder kun for de(n) undersøkte prøven(e).

ADRESSE COWI AS
Haugåsstubben 3
4016 Stavanger
TLF +47 02694
WWW cowi.no

Vedlegg 4. Aquateam COWI økotoksikologiske testrapporter - ristetest

OPPDRAKSNR.

DOKUMENTNR.

A093804

Rap001

VERSJON

UTGIVELSESDATO

BESKRIVELSE

UTARBEIDET

KONTROLLERT

GODKJENT

2

05.06.2017

Fagrapport

Eilen Arctander
Vik/Ragnhild
Kluge/Arve Misund

armi

Test Report

**Acute toxicity of Leachate water from the EN
12457/2, Characterisation of waste - Leaching to
*Skeletonema costatum***

**Sample of silikomanganslagg from Eramet Group,
Kvinesdal Plant**

Aquateam COWI AS

Eilen Arctander Vik, Project Manager
Ocelie Kjønnø, Laboratory Manager

Title Test Report - Acute toxicity of leachate water to <i>Skeletonema costatum</i>	Date 12.04.2017
Sample of silikomanganslagg from Eramet Group, Kvinesdal Plant	Number of pages 11
Authors sign. Ocelie Kjønnø  Eilen Arctander Vik	Responsible sign.  Eilen Arctander Vik
	Project number A096927-002

Client Eramet Group	Contact person Rune Nilsen Leif Hunsbedt
-------------------------------	--

Summary

Skeletonema costatum testing of leachate water from silikomanganslagg based on ISO 102 53: "Water Quality Marine Algal Growth Inhibition Test With *Skeletonema costatum* and *Phaeodactylum tricornutum*" with the following result:

Test Item	EC₅₀-values
Leachate from the EN 12457/2, Characterisation of waste - Leaching	>100%

No official toxicity classification systems exists for industrial effluent water. The recommendations from the Swedish Environmental Protection Agency for classification of industrial effluents based on measured toxicity are:

- Low toxicity LC₅₀ >70 %,
- Medium toxicity LC₅₀ 10-70%
- High toxicity LC₅₀ < 10%

DISCLAIMER:

The findings, interpretations and conclusions expressed in this report are those of the author applying the methods described on then mentioned specimens/samples as supplied for testing from the client in the reported study. Although care has been taken performing the bioassays, crucial parts are biological systems that may affect the reproducibility. The use and citation of the results in this report should take this into account.

Table of Contents

1.	Delivery and Identification of the Test Samples	4
1.1.	Client.....	4
1.2.	Information and characterisation of the Test Samples	4
2.	Materials and Test Methods	5
2.1.	Test Facility and Method	5
2.2.	Test Organisms and Medium	5
2.3.	Sample Preparation. Test Dosages.....	5
3.	Test period	6
4.	Raw Data and Calculation	6
5.	Test Results and Discussion	6
5.1.	Test items	6
5.2.	Reference Substance.....	6
6.	Validation of Results.....	7
7.	Conclusion	7
8.	References.....	8
	Appendix 1. Dose Response curves and growth rate for the <i>Skeletonema costatum</i> tests	9

1. Delivery and Identification of the Test Sample

1.1. Client

The tests were performed on behalf of Eramet Group.

1.2. Information and characterisation of the Test Samples

Silikomanganslagg from Eramet Group, Kvinesdal Plant.

Date received : 20.03.2017

Sampling date: 16.03.2017

Storage : 20°C

The following samples of leachate water from the testing of sample from Eramet Group, Kvinesdal Plant were analysed;

- Leachate from the EN 12457/2, Characterisation of waste - Leaching

2. Materials and Test Methods

2.1. Test Facility and Method

The test was performed at Aquateam COWI's laboratory, Karvesvingen 2, 0579 OSLO, Norway

The test procedure is based on ISO 102 53: "Water Quality Marine Algal Growth Inhibition Test With *Skeletonema costatum* and *Phaeodactylum tricornutum*". This procedure is prepared for testing of chemicals, and is adjusted for test items as discharge water, effluents from treatment plants, leachate water, pore water, etc.

Growth inhibition test (72 h) was performed with the marine diatom *Skeletonema costatum*. A definitive test with three parallel concentrations and controls was carried out.

Inhibition was measured as a reduction in growth rate (the growth rate is the increase in cell density per unit time) relative to control cultures grown under identical conditions.

The EC₅₀- , EC₉₀- , EC₁₀ - and NOEC- values have been determined. The EC₅₀-value is defined as the dosage (% test sample) which gives 50% reduction in growth rate relative to control. The NOEC-value is defined by the highest dosage of the test sample, which gives no observed effect on the growth rate. The cell density was measured using Fluorometer, Turner Model 450. The average specific growth rate (m_{av}) is calculated based on this equation:

$$m_{av} = \frac{\ln(X_t) - \ln(X_o)}{t}$$

Where: X_t : final algal density
 X_o : initial algal density
 t : test time

The EC₅₀- , EC₉₀- , EC₁₀ - and NOEC- values are given in % of the test sample.

2.2. Test Organisms and Medium

The strain NIVA BAC 1 was used. Algal medium 1/2 "f" from Guillard and Ryther (1962) was used.

2.3. Sample Preparation. Test Dosages

The test dosages were prepared with dilutions of the test samples using graduated pipettes and cylindric/volumetric measuring flasks. Culture medium was used for dilutions.

A range of test dosages (%) was decided to: 1.0 to 100%

The test dosages were not adjusted for pH.

The test dosages were not adjusted for conductivity/salinity.

3. Test period

Exposure was started 28.03.2017 and terminated 31.03.2017.

4. Raw Data and Calculation

The raw data are recorded in the logbook for *Skeletonema costatum* testing by the technician performing the test. Raw data will be retained at Aquateam COWI's laboratory for one year. The test item will not be retained, unless the client asks for it.

Method for data handling: The mean values of EC₁₀-, EC₉₀-, EC₅₀- , and NOEC are calculated from the computer program Excel. The negative growth rate gives >100% inhibition of growth rate, which is adjusted to 100% in calculations. The dosage-response curve is made, and the EC-values determined.

5. Test Results and Discussion

5.1. Test items

Effect-dosage curves are presented in Appendix 1.

Results from the testing are summarised in Table 1.

Table 1. Results from testing with *Skeletonema costatum* after 72 hours.

Toxicity	Measured toxicity of test samples (%)
	Leachate from the EN 12457/2, Characterisation of waste - Leaching
NOEC	50
EC ₁₀	70
EC ₅₀	>100
EC ₉₀	>100

No toxicity classification systems is established for industrial effluent water. The results can, however, be compared with recommendations from the Swedish Environmental Protection Agency (1996) for classification of industrial effluents based on measured toxicity:

- Low toxicity LC₅₀ >70 %,
- Medium toxicity LC₅₀ 10-70%
- High toxicity LC₅₀ < 10%

5.2. Reference Substance

One concentration of a reference substance is tested in each test set-up to determine the reliability of the test conditions. The reference substance used is 3,5-dichlorophenol. The test concentration used is 1.5 mg/l.

6. Validation of Results

The test is considered valid if the following requirements are met:

- The control cell density has increased by a factor > 16 within 72 hours. This corresponds to a growth rate of 0.9 d^{-1} .
- The temperature has been in the range $20.0 \pm 2.4^\circ\text{C}$.
- The light intensity has been in the range 6000 - 10000 Lux.
- The concentration 1.5 mg/l 3,5-dichlorophenol provides between 20 and 80% growth rate inhibition.

In this test, the control parameters yielded the following values:

- Growth rate of the control : 1.70 d^{-1}
- pH at the beginning of the test : $7.8 - 7.8$
- Temperature (variations during the test) : $20 \pm 2.4^\circ\text{C}$
- The light intensity (variation during the test) : 6000 - 10000 Lux
- Growth rate inhibition of 1.5 mg/l 3,5-dichlorophenol: 47%

The control parameters were in accordance with the validity criteria. The test is considered to be valid.

7. Conclusion

A *Skeletonema costatum* acute toxicity test (72 hours) was performed on the sample of leachate water from silikomanganslagg from Eramet Group, Kvinesdal, based on ISO 102 53: "Water Quality Marine Algal Growth Inhibition Test With *Skeletonema costatum* and *Phaeodactylum tricornutum*".

The test results are summarised below and is compared with the Swedish Environmental Agency's (SEA, 1996) recommended classification system for industrial effluents.

Test Item	EC ₅₀	Classification (based on SEA)
Leachate from the EN 12457/2, Characterisation of waste - Leaching	>100%	Low toxicity

8. References

Guillard, R.R.L. and Ryther, J.H. (1962): "Studies on Marine Planktonic Diatoms. *Cyclotella nana* Hustedt and *Detonula confervacea* (Cleve) Gran". Can. J. Microbiol., 8, pp. 229-239.

ISO (2006): "Water Quality - Marine Algal Growth Inhibition Test With *Skeletonema costatum* and *Phaeodactylum tricornutum*". ISO 10253 Method. Edition 2006.

Swedish Environmental Protection Agency (Naturvårdsverket) (1996): Karakterisering av utsläpp från kemiindustri, STORK –prosjekt, Rapport 4621 (Characterisation of discharge from chemical industry), in Swedish.

OSPAR (1995): "Harmonized Offshore Chemicals Notification Format (HOCNF) 1995", Oslo and Paris Convention for the Prevention of Marine Pollution Programmes and Measures Committee (PRAM), Annex 10, Oviedo, 20-24 February.

Other relevant literature:

PARCOM (1990): "Paris Commission Guidelines Regarding Harmonisation of Procedures of Approval, Evaluation and Testing of Offshore Chemicals and Drilling Muds". Revised 10 September 1990.

Miljøstyrelsen, (1992): Økotoxikologisk vurdering af industrispildevand. Miljøprosjekt nr. 188, in Danish

Miljøstyrelsen, (1994): Industrispildevands miljøfarlighed. Miljøprosjekt nr. 260, in Danish

OSPAR (1999): Ecotoxicological Evaluation of Wastewater within Whole Effluent Assessment. Draft OSPAR Background Document concerning the elaboration of programmes and measures relating Whole effluent Assessment. November.

OSPAR (2012): OSPAR Guidelines in support of Recommendation 2012/5 for a Risk-based Approach to the Management of Produced Water Discharges from Offshore Installations (OSPAR Agreement: 2012-7, updated by OIC 2014). OSPAR 12/22/1, Annex 19

SFT (2000a): Økotoxikologisk undersøkelse av industriavløp. Økotoxikologisk risikovurdering – Veileddning Del I: SFT Rapport nr. 1750:2000

SFT (2000b): Økotoxikologisk risikovurdering - Veileddning Del II. Del II A – Kort innføring i toksikologi. Del II B – Ord og begreper I toksikologi. SFT Rapport nr. 1756:2000

DECC Department of Energy and Climate Change (2009). Guidance Notes for sampling and analysis of produced water and other hydrocarbon discharges, version 2.0

ECHA Technical Guidance Documents, to be found on the ECHA website:

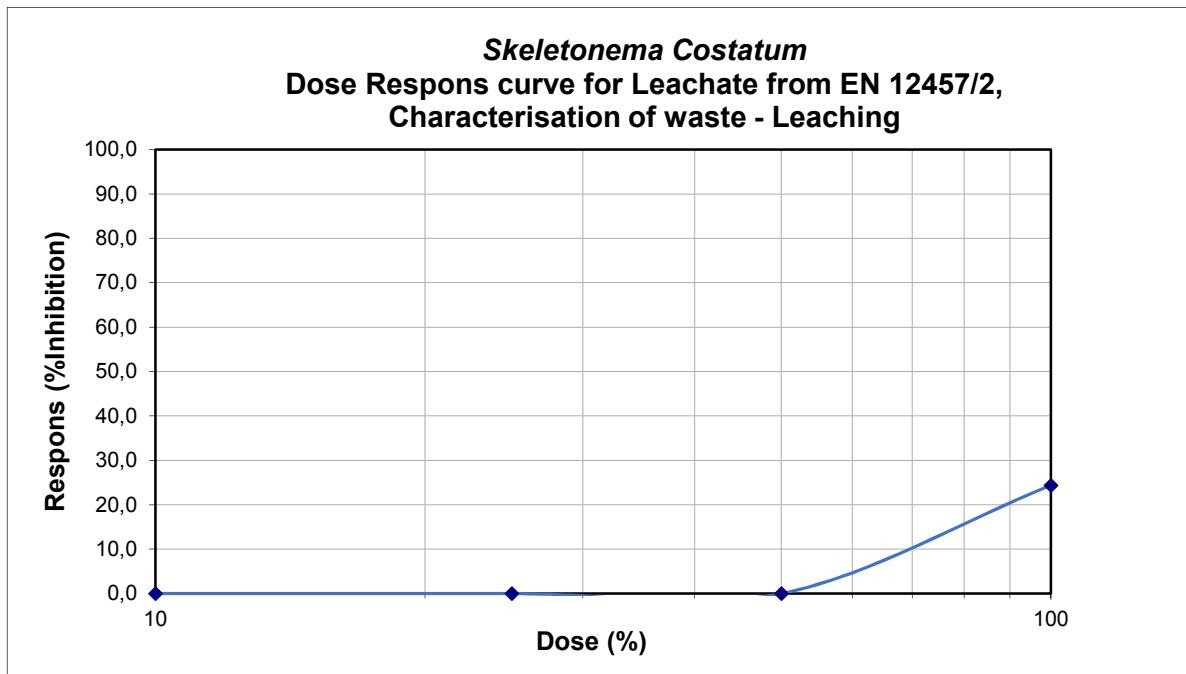
<http://guidance.echa.europa.eu>

ECHA - Guidance on information requirements and chemical safety assessment Chapter R.16: Environmental Exposure Estimation

http://echa.europa.eu/documents/10162/17224/information_requirements_r16_en.pdf

Appendix 1. Dose Response curve and growth rate for the *Skeletonema costatum* test

Leachate from the EN 12457/2, Characterisation of waste - Leaching



Test Report

**Acute toxicity of Leachate water from the EN
12457/2, Characterisation of waste - Leaching to
*Acartia tonsa***

**Sample of silikomanganslagg from Eramet Group,
Kvinesdal Plant**

Aquateam COWI AS

Project No: A096927-002

Eilen Arctander Vik, Project Manager
Ocelie Kjønnø, Laboratory Manager

Title Test Report - Acute toxicity of leachate water to <i>Acartia tonsa</i>	Date 28.04.2017
Sample of silikomanganslagg from Eramet Group, Kvinesdal Plant	Number of pages 11
Authors sign. Ocelie Kjønnø 	Responsible sign.  Eilen Arctander Vik
	Project number A096927-002

Client Eramet Group	Contact person Rune Nilsen Leif Hunsbedt
------------------------	--

Summary

Acartia tonsa testing of leachate water from silikomanganslagg, based on ISO 14669: "Determination of Acute Lethal Toxicity to Marine Copepods (*Copepoda, Crustacea*)" with the following result:

Test Item	LC ₅₀ -values
Leachate from the EN 12457/2, Characterisation of waste - Leaching	>100%

No official toxicity classification systems exists for industrial effluent water. The recommendations from the Swedish Environmental Protection Agency for classification of industrial effluents based on measured toxicity are:

- Low toxicity LC₅₀ >70 %,
- Medium toxicity LC₅₀ 10-70%
- High toxicity LC₅₀ < 10%

DISCLAIMER:

The findings, interpretations and conclusions expressed in this report are those of the author applying the methods described on then mentioned specimens/samples as supplied for testing from the client in the reported study. Although care has been taken performing the bioassays, crucial parts are biological systems that may affect the reproducibility. The use and citation of the results in this report should take this into account.

Table of Contents

1.	Delivery and Identification of the Test Items	4
1.1.	Client.....	4
1.2.	Information of the Test Samples.....	4
2.	Materials and Test Methods	5
2.1.	Test Facility and Method.....	5
2.2.	Test Organisms and Medium	5
2.3.	Sample Preparation. Test Dosages.....	5
3.	Test period	5
4.	Raw Data and Calculation	6
5.	Test Results and Data	6
5.1.	Reference Substance.....	6
6.	Validation of Results.....	7
7.	Conclusion	7
8.	References.....	8
Vedlegg 1.	Dose Response curves - lethality in <i>Acartia tonsa</i> test	9

1. Delivery and Identification of the Test Items

1.1.Client

The tests were performed on behalf of Eramet Group.

1.2.Information of the Test Samples

Silikomanganslagg from Eramet Group, Kvinesdal Plant.

Date received : 20.03.2017

Sampling date: 16.03.2017

Storage : 20°C

The following samples of leachate water from the testing of sample from Eramet Group, Kvinesdal Plant were analysed;

- Leachate from the EN 12457/2, Characterisation of waste - Leaching

2. Materials and Test Methods

2.1. Test Facility and Method

The test was carried out at Aquateam COWI's laboratory, Karvesvingen 2, 0579 OSLO, Norway.

The test procedure for *Acartia tonsa* lethality test is based on ISO 14669: "Determination of Acute Lethal Toxicity to Marine Copepods (Copepoda, Crustacea)". April 1999, 1. edition and supplementary information from the PARCOM Ring Test Workshop in 1990 (Bjørnestad et al., 1990; PARCOM, 1990) and 1991 (PARCOM, 1992). The test system is in accordance with the PARCOM and SFT requirements (OSPAR, 1995).

A lethality test with the marine copepod *Acartia tonsa* was performed. A definitive test was performed with 3 parallel concentrations and 3 controls.

Lethality of the marine copepod *Acartia tonsa* is determined by calculation of the LC₅₀ value. The test is carried out as a 48 hour static test without feeding.

Percent lethality after 24 h and 48 h is determined. The LC₁₀, LC₅₀, LC₉₀ and NOEC values are calculated. The 95% confidence limit is calculated for LC₅₀. LC₅₀ is defined as the test concentration, which kills 50% of the animals. LC₁₀ and LC₉₀ are defined as the test concentrations, which kill 10% and 90% of the animals, respectively. NOEC is defined as the highest test concentration, which gives no observed effect on the lethality.

The LC₅₀- , LC₉₀- , LC₁₀ - and NOEC- values are given in % of the test sample.

2.2. Test Organisms and Medium

Acartia tonsa eggs are obtained from the University of Copenhagen, Laboratory of Marine Biology in Helsingør, Denmark.

Test medium is natural seawater collected at 60 m depth from NIVA's research station at Solbergstrand. The seawater is filtered by membrane filtration (pore size 1.2-3 µm) and aerated with aerators <15 min before the test is initiated.

2.3. Sample Preparation. Test Dosages

The test dosages were prepared with dilutions of the test samples using graduated pipettes and cylindric/volumetric measuring flasks. Medium (natural seawater) was used for dilutions.

A range of test dosages (%) was decided to: 1,0-100%

The test dosages were not adjusted for pH.

The test dosages were not adjusted for salinity.

3. Test period

Exposure was started 25.04.2017 and terminated 27.04.2017.

4. Raw Data and Calculation

The raw data are recorded in the logbook for *Acartia tonsa* testing by the technician performing the test. Raw data will be retained at Aquateam COWI's laboratory for one year. The test item will not be retained, unless the client asks for it.

Method for data handling: The mean values of LC₁₀-, LC₉₀-, LC₅₀-, and NOEC are calculated from the computer program Excel. The dosage-response curve was made, and the LC-values were determined.

5. Test Results and Data

Lethality-dosage curves for the test samples are presented in Appendix 1. Results from the testing are summarised in Table 1.

Table 1. Results from testing with *Acartia tonsa* after 48 hours.

Toxicity	Measured toxicity of the samples (%)
	Leachate from the EN 12457/2, Characterisation of waste - Leaching
LC₁₀	>100%
LC₅₀	>100%
LC₉₀	>100%
NOEC	100%

No toxicity classification systems is established for industrial effluent water. The results can however, be compared with recommendations from the Swedish Environmental Protection Agency (1996) for classification of industrial effluents based on measured toxicity:

- Low toxicity LC₅₀ >70 %,
- Medium toxicity LC₅₀ 10-70%
- High toxicity LC₅₀ < 10%

5.1. Reference Substance

One concentration of a reference substance is tested with each test set-up to determine the reliability of the test conditions. The reference substance used is 3,5-dichlorophenol.

The test concentration used is 1.0 mg/l.

6. Validation of Results

The test is considered valid if the following requirements are met:

- The dissolved oxygen concentration at the end of the test is greater or equal to 4 mg/l.
- The temperature has been in the range $20.0 \pm 2.4^{\circ}\text{C}$.
- The percentage lethality of the controls is less than or equal to 10%.
- At a concentration of 1.0 mg/l 3,5-dichlorophenol, measured toxicity was between 20 and 80% lethality.

In this test, the control parameters yielded the following values:

- pH at the beginning of the test : 7.8 - 7.7
- Temperature (variations during the test) : $20 \pm 2.4^{\circ}\text{C}$
- Lethality of 1.0 mg/l 3,5-dichlorophenol : 53%
- Lethality in control : 0%
- Oxygen concentration in the end of the test : >4 mg/l

The control parameters were in accordance with the validity criteria. The test is considered to be valid.

7. Conclusion

An *Acartia tonsa* acute toxicity test (48 hours) was performed on the sample of leachate water from silikoslagg from Eramet Group, Kvinesdal, based on ISO 14669: "Determination of Acute Lethal Toxicity to Marine Copepods (Copepoda, Crustacea)".

The test results are summarised in Table 2 and compared with the Swedish Environmental Agency's (SEA, 1996) recommended classification system for industrial effluents.

Table 2. Summary of *Acartia tonsa* test results compared with the recommended Swedish environmental classification system for industrial effluents.

Test Item	LC ₅₀	Classification
Leachate from the EN 12457/2, Characterisation of waste - Leaching	>100%	Low toxicity

8. References

ISO (1999): "Determination of Acute Lethal Toxicity to Marine Copepods (Copepoda, Crustacea)". ISO 14669 April 1999, 1. edition.

OSPAR (1995): "Harmonized Offshore Chemicals Notification Format (HOCNF) 1995", Oslo and Paris Convention for the Prevention of Marine Pollution Programmes and Measures Committee (PRAM), Annex 10, Oviedo, 20-24 February.

Swedish Environmental Protection Agency (Naturvårdsverket) (1996): Karakterisering av utsläpp från kemiindustri, STORK -prosjekt, Rapport 4621 (Characterisation of discharge from chemical industry), in Swedish.

PARCOM (1990): "Acute Toxicity to the Marine Copepod *Acartia tonsa*". Paris Commission Ring Test Protocol, WQI.

Other relevant literature:

PARCOM (1990): "Paris Commission Guidelines Regarding Harmonisation of Procedures of Approval, Evaluation and Testing of Offshore Chemicals and Drilling Muds". Revised 10 September 1990.

Miljøstyrelsen, (1992): Økotoksikologisk vurdering af industrispildevand. Miljøprosjekt nr. 188, in Danish

Miljøstyrelsen, (1994): Industrispildevands miljøfarlighed.): Miljøprosjekt nr. 260, in Danish

OSPAR (1999): Ecotoxicological Evaluation of Wastewater within Whole Effluent Assessment. Draft OSPAR Background Document concerning the elaboration of programmes and measures relating Whole effluent Assessment. November.

OSPAR (2012): OSPAR Guidelines in support of Recommendation 2012/5 for a Risk-based Approach to the Management of Produced Water Discharges from Offshore Installations (OSPAR Agreement: 2012-7, updated by OIC 2014). OSPAR 12/22/1, Annex 19

SFT (2000): Økotoksikologisk risikovurdering Del I: Økotoksikologisk undersøkelse av industriavløp. Rapport nr. 1750:2000

SFT (2000b): Økotoksikologisk risikovurdering - Veiledning Del II. Del II A – Kort innføring i toksikologi. Del II B – Ord og begreper i toksikologi. SFT Rapport nr. 1756:2000

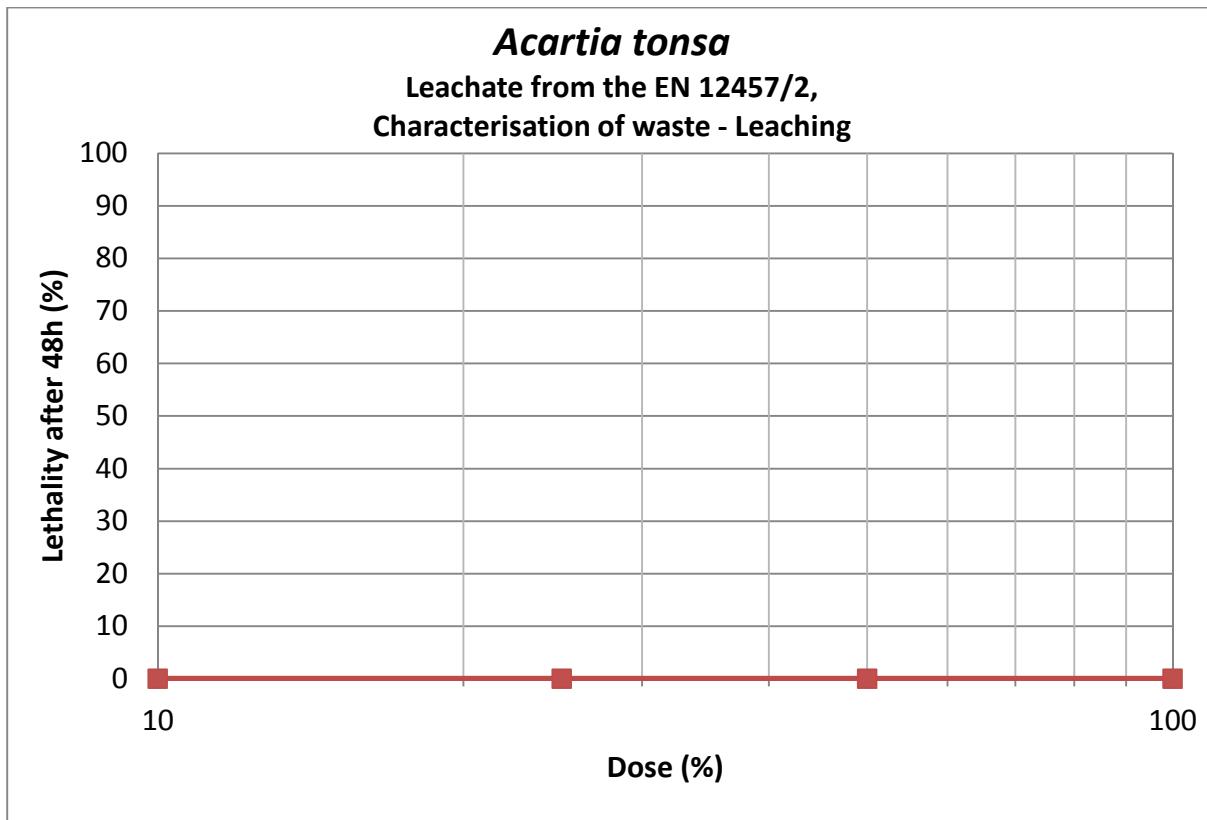
DECC Department of Energy and Climate Change (2009). Guidance Notes for sampling and analysis of produced water and other hydrocarbon discharges, version 2.0

ECHA Technical Guidance Documents, to be found on the ECHA website:
<http://guidance.echa.europa.eu>

ECHA - Guidance on information requirements and chemical safety assessment Chapter R.16: Environmental Exposure Estimation
http://echa.europa.eu/documents/10162/17224/information_requirements_r16_en.pdf

Vedlegg 1. Dose Response curves - lethality in *Acartia tonsa* test

Leachate from the EN 12457/2, Characterisation of waste - Leaching



Test Report

Acute toxicity to Microtox, *Vibrio fischeri*

Leachate from the EN 12457/2, Characterisation of waste - Leaching

Sample of silikomanganslagg from Eramet Group,
Kvinesdal Plant

Aquateam COWI AS

Project No.: A096927-002

Eilen Arctander Vik, Project Manager
Ocelie Kjønnø, Laboratory Manager

Title Test Report - Acute toxicity of leachate water to Microtox, <i>Vibrio fischeri</i>.	Date 27.04.2017
Sample of silikomanganslagg from Eramet Group, Kvinesdal Plant	Number of pages 9
Authors sign. Ocelie Kjønnø 	Responsible sign.  Eilen Arctander Vik
	Project number A096927-002

Client Eramet Group	Contact person Rune Nilsen Leif Hunsbedt
-------------------------------	--

Summary

Microtox acute toxicity testing with *Vibrio fischeri* of leachate water from silikomanganslagg based on Microtox manual, Azur Environmental 1998: Microtox Acute toxicity test with *Vibrio fischeri*, with the following result:

Test Item	EC ₅₀ -values (15 min)
Leachate from the EN 12457/2, Characterisa-tion of waste - Leaching	>100%

No official toxicity classification systems exists for industrial effluent water. The recommendations from the Swedish Environmental Protection Agency for classification of industrial effluents based on measured toxicity are:

- Low toxicity LC₅₀ >70 %,
- Medium toxicity LC₅₀ 10-70%
- High toxicity LC₅₀ < 10%

DISCLAIMER:

The findings, interpretations and conclusions expressed in this report are those of the author applying the methods described on then mentioned specimens/samples as supplied for testing from the client in the reported study. Although care has been taken performing the bioassays, crucial parts are biological systems that may affect the reproducibility. The use and citation of the results in this report should take this into account.

Table of Contents

1.	Delivery and Identification of the Test Items	4
1.1.	Client.....	4
1.2.	Information of the Test Samples.....	4
2.	Materials and Test Methods	5
2.1.	Test Facility and Method	5
2.2.	Test Organisms and Medium	5
2.3.	Sample Preparation. Test Dosages.....	5
3.	Test period	5
4.	Raw Data and Calculation	6
5.	Test Results and Discussion	6
5.1.	Test item	6
5.2.	Reference Substance.....	6
6.	Validation of Results.....	7
7.	Conclusion	7
8.	References.....	8

1. Delivery and Identification of the Test Items

1.1. Client

The tests were performed on behalf of Eramet Group, Kvinesdal.

1.2. Information of the Test Samples

Silikomanganslagg from Eramet Group, Kvinesdal Plant.

Date received : 20.03.2017

Sampling date: 16.03.2017

Storage : 20°C

The following samples of leachate water from the testing of sample from Eramet Group, Kvinesdal Plant were analysed;

Leachate from the EN 12457/2, Characterisation of waste - Leaching

2. Materials and Test Methods

2.1. Test Facility and Method

The tests were performed at Aquateam COWI's laboratory, Karvesvingen 2, 0579 OSLO, Norway

The test procedure is based on Microtox manual, Azur Environmental 1998: Microtox Acute toxicity test with *Vibrio fischeri* (formerly known as *Photobacterium phosphoreum*). This procedure is prepared for testing of chemicals, it is therefore adjusted for test items as discharge water, effluents from treatment plants, leachate water, large volumes of pore water, etc.

The Microtox Acute Toxicity Test Reagent is specially formulated for bio-reactivity testing with sensitivity to a broad range of toxicants.

The test exposes luminescent organisms in Microtox Acute Reagent to aqueous samples, and measures the increase or decrease in light output by the test organisms. The temperature during exposure to various materials will affect the response of the living organisms. For the Microtox Acute Toxicity Test procedures the incubator well temperature is 15°C.

Inhibition is measured as a reduction in light output relative to control samples challenged under identical conditions. The median effective concentration (EC_{50}) of the test sample which results in a 50 % reduction in light output relative to controls is reported for a 15 min exposure to the test item.

The test organisms living luminescent marine bacterium *Vibrio fischeri* that have been grown under optimal conditions, harvested and then lyophilized (freeze-dried). The lyophilized bacteria are rehydrated with a reconstitution solution (2% NaCl) to provide a ready-to-use suspension of organisms.

2.2. Test Organisms and Medium

Microtox manual, Azur Environmental 1998: Microtox Acute toxicity test with *Vibrio fischeri* (formerly known as *Photobacterium phosphoreum*).

2.3. Sample Preparation. Test Dosages

The test dosages were prepared with dilutions of the test item using graduated pipettes and cylindric/volumetric measuring flasks. Culture medium was used for dilutions.

A range of test dosages (%) was decided to: 1.0-100%

The test dosages were not adjusted for pH.

The test dosages were adjusted for conductivity.

3. Test period

Exposure was started and terminated 18.04.2017.

4. Raw Data and Calculation

Leachate from the EN 12457/2, Characterisation of waste - Leaching	Conc. (%)	% Effect	It (RLU)	Gamma
Control	11,25	1,961	100	0,0200
Control	11,25	0,980	101	0,0099
1	22,5	0,000	102	0,0000
2	22,5	3,922	98	0,0408
3	45	1,961	100	0,0200
4	45	1,961	100	0,0200
5	90	37,255	64	0,5938
6	90	39,216	62	0,6452
7	11,25	1,961	100	0,0200
8	11,25	0,980	101	0,0099

The raw data are recorded in the logbook for Microtox testing by the technician performing the test. Raw data will be retained at Aquateam COWIs laboratory for one year. The test item will not be retained, unless the client asks for it.

Method for data handling: The mean value of EC₅₀ is calculated from the MicrotoxOmni program.

5. Test Results and Discussion

5.1. Test item

Table 1. Results from testing with Microtox, *Vibrio fischeri* after 15 minutes.

Toxicity	Leachate from the EN 12457/2, Characterisation of waste - Leaching
EC ₅₀	>100%

There are no official classification systems for effluents. The results are however, compared with values used by the Swedish Environmental Protection Agency (Naturvårdsverket) for environmental evaluation for industrial effluents:

- Low toxicity: EC₅₀ >70 %
- Medium toxicity: EC₅₀ 10 - 70%
- High toxicity: EC₅₀ < 10%

5.2. Reference Substance

A reference standard test is performed using phenol as a standard reference toxicant. Reference results expressed as EC₅₀ (5 min.) for *Vibrio fischeri* should be between 13 and 26 mg/l.

6. Validation of Results

The test is considered valid if the following requirements are met:

- The temperature has been in the range $15 \pm 2.4^{\circ}\text{C}$.
- The reference results expressed as EC_{50} (5 min.) for *Vibrio fischeri* should be between 13 and 26 mg/l.

In this test, the control parameters yielded the following values:

- pH at the beginning of the test : 7.8
- Temperature (variations during the test) : $15 \pm 2.4^{\circ}\text{C}$
- EC_{50} (5 min.) for the reference substance Phenol: 21 mg/l

The control parameters were in accordance with the validity criteria. The test is considered to be valid.

7. Conclusion

A Microtox acute toxicity test has been performed with *Vibrio fischeri* on the leachate water from silikomanganslagg based on Microtox manual, Azur Environmental 1998: Microtox Acute toxicity test with *Vibrio fischeri*.

There are no official classification systems for effluents. The results are however, compared with values used by the Swedish Environmental Protection Agency (Naturvårdsverket) for environmental evaluation for industrial effluents:

- Low toxicity: $\text{EC}_{50} > 70\%$
- Medium toxicity: $\text{EC}_{50} 10 - 70\%$
- High toxicity: $\text{EC}_{50} < 10\%$

The test results have been summarised and compared to the classification Swedish proposed classification criteria in Table 2.

Table 2. Microtox test results from test Series No 2 compared to proposed Swedish Classification criteria for industrial effluents.

Test Item	EC_{50}	Classification
Leachate from the EN 12457/2, Characterisation of waste - Leaching	>100%	Low toxicity

8. References

Microtox manual, Azur Environmental 1998: Microtox Acute toxicity test with *Vibrio fischeri* (formerly known as *Photobacterium phosphoreum*).

OSPAR (1995): "Harmonized Offshore Chemicals Notification Format (HOCNF) 1995", Oslo and Paris Convention for the Prevention of Marine Pollution Programmes and Measures Committee (PRAM), Annex 10, Oviedo, 20-24 February..

OSPAR (1995): "Harmonized Offshore Chemicals Notification Format (HOCNF) 1995", Oslo and Paris Convention for the Prevention of Marine Pollution Programmes and Measures Committee (PRAM), Annex 10, Oviedo, 20-24 February.

Swedish Environmental Protection Agency (Naturvårdsverket) (1996): Karakterisering av utsläpp från kemiindustri, STORK –prosjekt, Rapport 4621 (Characterisation of discharge from chemical industry), in Swedish.

Other relevant literature:

PARCOM (1990): "Paris Commission Guidelines Regarding Harmonisation of Procedures of Approval, Evaluation and Testing of Offshore Chemicals and Drilling Muds". Revised 10 September 1990.

Miljøstyrelsen, (1992): Økotoksikologisk vurdering af industrispildevand. Miljøprosjekt nr. 188, in Danish

Miljøstyrelsen, (1994): Industrispildevands miljøfarlighed.): Miljøprosjekt nr. 260, in Danish

OSPAR (1999): Ecotoxicological Evaluation of Wastewater within Whole Effluent Assessment. Draft OSPAR Background Document concerning the elaboration of programmes and measures relating Whole effluent Assessment. November.

OSPAR (2012): OSPAR Guidelines in support of Recommendation 2012/5 for a Risk-based Approach to the Management of Produced Water Discharges from Offshore Installations (OSPAR Agreement: 2012-7, updated by OIC 2014). OSPAR 12/22/1, Annex 19

SFT (2000): Økotoksikologisk risikovurdering Del I: Økotoksikologisk undersøkelse av industriavløp. Rapport nr. 1750:2000

SFT (2000b): Økotoksikologisk risikovurdering - Veiledning Del II. Del II A – Kort innføring i toksikologi. Del II B – Ord og begreper i toksikologi. SFT Rapport nr. 1756:2000

DECC Department of Energy and Climate Change (2009). Guidance Notes for sampling and analysis of produced water and other hydrocarbon discharges, version 2.0

ECHA Technical Guidance Documents, to be found on the ECHA website:
<http://guidance.echa.europa.eu>

ECHA - Guidance on information requirements and chemical safety assessment Chapter R.16: Environmental Exposure Estimation
http://echa.europa.eu/documents/10162/17224/information_requirements_r16_en.pdf

ADRESSE COWI AS
Haugåsstubb 3
4016 Stavanger
TLF +47 02694
WWW cowi.no

Vedlegg 5. Aquateam COWIs økotoksikologiske testrapporter fra kolonnetesten

OPPDRAKSNR. DOKUMENTNR.
A093804 Rap001

VERSJON	UTGIVELSESDATO	BESKRIVELSE	UTARBEIDET	KONTROLLERT	GODKJENT
2	05.06.2017	Fagrapport	Eilen Arctander Vik/Ragnhild Kluge/Arve Misund		armi

Test Report

**Acute toxicity of leachate water Leachate from
CEN/TS 14405, Characterisation of waste –
Leaching behaviour tests, Up-flow percolation to
*Skeletonema costatum***

Sample of silikomanganslagg from Eramet Group,
Kvinesdal Plant

Aquateam COWI AS

Project No: A096927-002

Eilen Arctander Vik, Project Manager
Ocelie Kjønnø, Laboratory Manager

Title Test Report - Acute toxicity of leachate water to Skeletonema costatum	Date 12.04.2017
Sample of silikomanganslagg from Eramet Group, Kvinesdal Plant	Number of pages 11
Authors sign.  Ocelie Kjønnø	Responsible sign.  Eilen Arctander Vik
	Project number A096927-002

Client Eramet Group	Contact person Rune Nilsen Leif Hunsbedt
-------------------------------	--

Summary

Skeletonema costatum testing of leachate water from silikomanganslagg based on ISO 102 53: "Water Quality Marine Algal Growth Inhibition Test With *Skeletonema costatum* and *Phaeodactylum tricornutum*" with the following result:

Test Item	EC₅₀-value
Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour tests, Up-flow percolation	72%

No official toxicity classification systems exists for industrial effluent water. The recommendations from the Swedish Environmental Protection Agency for classification of industrial effluents based on measured toxicity are:

- Low toxicity LC₅₀ > 70 %,
- Medium toxicity LC₅₀ 10-70%
- High toxicity LC₅₀ < 10%

DISCLAIMER:

The findings, interpretations and conclusions expressed in this report are those of the author applying the methods described on then mentioned specimens/samples as supplied for testing from the client in the reported study. Although care has been taken performing the bioassays, crucial parts are biological systems that may affect the reproducibility. The use and citation of the results in this report should take this into account.

Table of Contents

1.	Delivery and Identification of the Test Samples	4
1.1.	Client.....	4
1.2.	Information and characterisation of the Test Samples	4
2.	Materials and Test Methods	5
2.1.	Test Facility and Method	5
2.2.	Test Organisms and Medium	5
2.3.	Sample Preparation. Test Dosages.....	5
3.	Test period	6
4.	Raw Data and Calculation	6
5.	Test Results and Discussion	6
5.1.	Test items	6
5.2.	Reference Substance.....	6
6.	Validation of Results.....	7
7.	Conclusion	7
8.	References.....	8
	Appendix 1. Dose Response curves and growth rate for the <i>Skeletonema costatum</i> tests	9

1. Delivery and Identification of the Test Sample

1.1. Client

The tests were performed on behalf of Eramet Group.

1.2. Information and characterisation of the Test Sample

Silikomanganslagg from Eramet Group, Kvinesdal Plant.

Date received : 20.03.17

Sampling date: 16.03.17

Storage : 20°C

The following sample of leachate water from the testing of sample from Eramet Group, Kvinesdal Plant were analysed;

- Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour tests, Up-flow percolation

2. Materials and Test Methods

2.1. Test Facility and Method

The test was performed at Aquateam COWI's laboratory, Karvesvingen 2, 0579 OSLO, Norway

The test procedure is based on ISO 102 53: "Water Quality Marine Algal Growth Inhibition Test With *Skeletonema costatum* and *Phaeodactylum tricornutum*". This procedure is prepared for testing of chemicals, and is adjusted for test items as discharge water, effluents from treatment plants, leachate water, pore water, etc.

Growth inhibition test (72 h) was performed with the marine diatom *Skeletonema costatum*. A definitive test with three parallel concentrations and controls was carried out.

Inhibition was measured as a reduction in growth rate (the growth rate is the increase in cell density per unit time) relative to control cultures grown under identical conditions.

The EC₅₀- , EC₉₀- , EC₁₀ - and NOEC- values have been determined. The EC₅₀-value is defined as the dosage (% test sample) which gives 50% reduction in growth rate relative to control. The NOEC-value is defined by the highest dosage of the test sample, which gives no observed effect on the growth rate. The cell density was measured using Fluorometer, Turner Model 450. The average specific growth rate (m_{av}) is calculated based on this equation:

$$m_{av} = \frac{\ln(X_t) - \ln(X_o)}{t}$$

Where: X_t : final algal density
 X_o : initial algal density
 t : test time

The EC₅₀- , EC₉₀- , EC₁₀ - and NOEC- values are given in % of the test sample.

2.2. Test Organisms and Medium

The strain NIVA BAC 1 was used. Algal medium 1/2 "f" from Guillard and Ryther (1962) was used.

2.3. Sample Preparation. Test Dosages

The test dosages were prepared with dilutions of the test samples using graduated pipettes and cylindric/volumetric measuring flasks. Culture medium was used for dilutions.

A range of test dosages (%) was decided to: 1.0 to 100%

The test dosages were not adjusted for pH.

The test dosages were not adjusted for conductivity/salinity.

3. Test period

Exposure was started 12.05.2017 and terminated 15.05.2017.

4. Raw Data and Calculation

The raw data are recorded in the logbook for *Skeletonema costatum* testing by the technician performing the test. Raw data will be retained at Aquateam COWI's laboratory for one year. The test item will not be retained, unless the client asks for it.

Method for data handling: The mean values of EC₁₀-, EC₉₀-, EC₅₀- , and NOEC are calculated from the computer program Excel. The negative growth rate gives >100% inhibition of growth rate, which is adjusted to 100% in calculations. The dosage-response curve is made, and the EC-values determined.

5. Test Results and Discussion

5.1. Test item

Effect-dosage curves are presented in Appendix 1.

Results from the testing are summarised in Table 1.

Table 1. Results from testing with *Skeletonema costatum* after 72 hours.

Toxicity	Measured toxicity of test sample (%)
	Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour tests, Up-flow percolation
NOEC	25
EC ₁₀	52
EC ₅₀	72
EC ₉₀	93

No toxicity classification systems is established for industrial effluent water. The results can, however, be compared with recommendations from the Swedish Environmental Protection Agency (1996) for classification of industrial effluents based on measured toxicity:

- Low toxicity LC₅₀ >70 %,
- Medium toxicity LC₅₀ 10-70%
- High toxicity LC₅₀ < 10%

5.2. Reference Substance

One concentration of a reference substance is tested in each test set-up to determine the reliability of the test conditions. The reference substance used is 3,5-dichlorophenol. The test concentration used is 1.5 mg/l.

6. Validation of Results

The test is considered valid if the following requirements are met:

- The control cell density has increased by a factor > 16 within 72 hours. This corresponds to a growth rate of 0.9 d^{-1} .
- The temperature has been in the range $20.0 \pm 2.4^\circ\text{C}$.
- The light intensity has been in the range 6000 - 10000 Lux.
- The concentration 1.5 mg/l 3,5-dichlorophenol provides between 20 and 80% growth rate inhibition.

In this test, the control parameters yielded the following values:

- Growth rate of the control : 1.62 d^{-1}
- pH at the beginning of the test : $8.6 - 8.4$
- Temperature (variations during the test) : $20 \pm 2.4^\circ\text{C}$
- The light intensity (variation during the test) : 6000 - 10000 Lux
- Growth rate inhibition of 1.5 mg/l 3,5-dichlorophenol: 60%

The control parameters were in accordance with the validity criteria. The test is considered to be valid.

7. Conclusion

A *Skeletonema costatum* acute toxicity test (72 hours) was performed on the test sample of leachate water samples from silikomanganslagg from Eramet Group, Kvinesdal, based on ISO 102 53: "Water Quality Marine Algal Growth Inhibition Test With *Skeletonema costatum* and *Phaeodactylum tricornutum*".

The test results are summarised below and is compared with the Swedish Environmental Agency's (SEA, 1996) recommended classification system for industrial effluents.

Test Item	EC ₅₀	Classification (based on SEA)
Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour tests, Up-flow percolation	72%	Low toxicity

8. References

- Guillard, R.R.L. and Ryther, J.H. (1962): "Studies on Marine Planktonic Diatoms. *Cyclotella nana* Hustedt and *Detonula confervacea* (Cleve) Gran". Can. J. Microbiol., 8, pp. 229-239.
- ISO (2006): "Water Quality - Marine Algal Growth Inhibition Test With *Skeletonema costatum* and *Phaeodactylum tricornutum*". ISO 10253 Method. Edition 2006.
- Swedish Environmental Protection Agency (Naturvårdsverket) (1996): Karakterisering av utsläpp från kemiindustri, STORK –prosjekt, Rapport 4621 (Characterisation of discharge from chemical industry), in Swedish.
- OSPAR (1995): "Harmonized Offshore Chemicals Notification Format (HOCNF) 1995", Oslo and Paris Convention for the Prevention of Marine Pollution Programmes and Measures Committee (PRAM), Annex 10, Oviedo, 20-24 February.

Other relevant literature:

PARCOM (1990): "Paris Commission Guidelines Regarding Harmonisation of Procedures of Approval, Evaluation and Testing of Offshore Chemicals and Drilling Muds". Revised 10 September 1990.

Miljøstyrelsen, (1992): Økotoxikologisk vurdering af industrispildevand. Miljøprosjekt nr. 188, in Danish

Miljøstyrelsen, (1994): Industrispildevands miljøfarlighed. Miljøprosjekt nr. 260, in Danish

OSPAR (1999): Ecotoxicological Evaluation of Wastewater within Whole Effluent Assessment. Draft OSPAR Background Document concerning the elaboration of programmes and measures relating Whole effluent Assessment. November.

OSPAR (2012): OSPAR Guidelines in support of Recommendation 2012/5 for a Risk-based Approach to the Management of Produced Water Discharges from Offshore Installations (OSPAR Agreement: 2012-7, updated by OIC 2014). OSPAR 12/22/1, Annex 19

SFT (2000a): Økotoxikologisk undersøkelse av industriavløp. Økotoxikologisk risikovurdering – Veileddning Del I: SFT Rapport nr. 1750:2000

SFT (2000b): Økotoxikologisk risikovurdering - Veileddning Del II. Del II A – Kort innføring i toksikologi. Del II B – Ord og begreper I toksikologi. SFT Rapport nr. 1756:2000

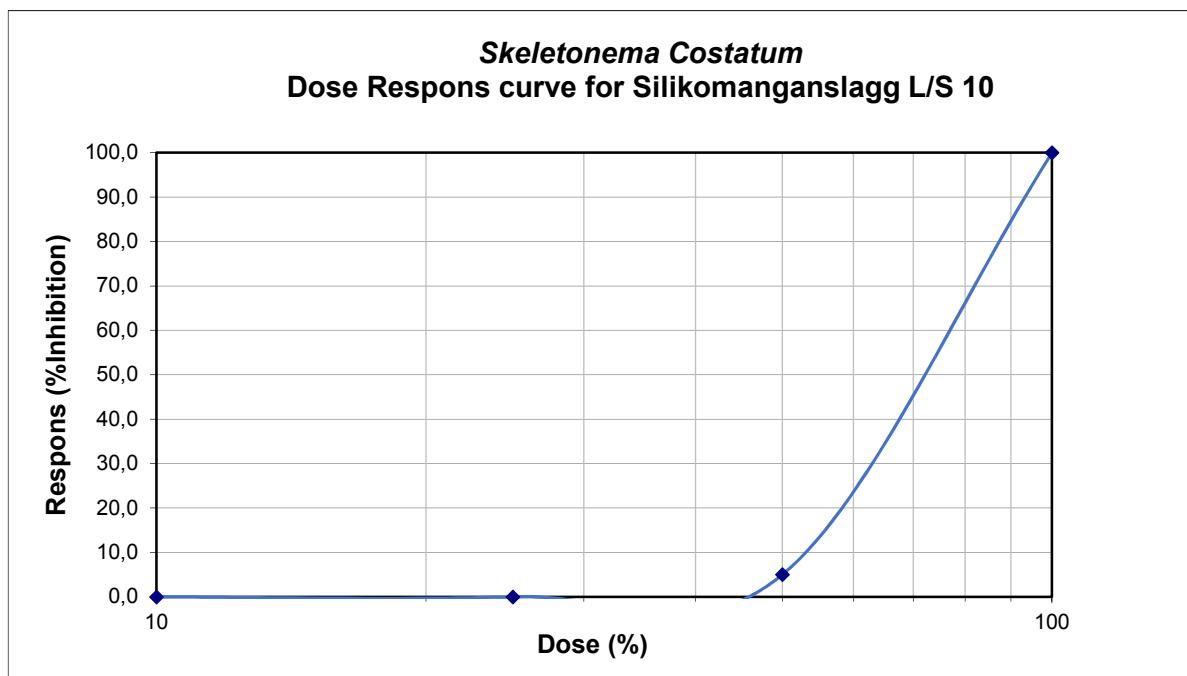
DECC Department of Energy and Climate Change (2009). Guidance Notes for sampling and analysis of produced water and other hydrocarbon discharges, version 2.0

ECHA Technical Guidance Documents, to be found on the ECHA website:
<http://guidance.echa.europa.eu>

ECHA - Guidance on information requirements and chemical safety assessment Chapter R.16: Environmental Exposure Estimation
http://echa.europa.eu/documents/10162/17224/information_requirements_r16_en.pdf

Appendix 1. Dose Response curves and growth rate for the *Skeletonema costatum* test of silikomanganslagg from Eramet Group, Kvinesdal

Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour tests, Up-flow percolation



Test Report

Acute toxicity of Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour tests, Up-flow percolation to *Acartia tonsa*

Sample of silikomanganslagg from Eramet Group,
Kvinesdal Plant

Aquateam COWI AS

Project No: A096927-002

Eilen Arctander Vik, Project Manager
Ocelie Kjønnø, Laboratory Manager

Title Test Report - Acute toxicity of leachate water to <i>Acartia tonsa</i>	Date 28.04.2017
Sample of silikomanganslagg from Eramet Group, Kvinesdal Plant	Number of pages 11
Authors sign. Ocelie Kjønnø 	Responsible sign.  Eilen Arctander Vik
	Project number A096927-002

Client Eramet Group	Contact person Rune Nilsen Leif Hunsbedt
------------------------	--

Summary

Acartia tonsa testing of leachate water from silikomanganslagg, based on ISO 14669: "Determination of Acute Lethal Toxicity to Marine Copepods (*Copepoda, Crustacea*)" with the following result:

Test Item	LC ₅₀ -values
Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour tests, Up-flow percolation	84%

No official toxicity classification systems exists for industrial effluent water. The recommendations from the Swedish Environmental Protection Agency for classification of industrial effluents based on measured toxicity are:

- Low toxicity LC₅₀ > 70 %,
- Medium toxicity LC₅₀ 10-70%
- High toxicity LC₅₀ < 10%

DISCLAIMER:

The findings, interpretations and conclusions expressed in this report are those of the author applying the methods described on then mentioned specimens/samples as supplied for testing from the client in the reported study. Although care has been taken performing the bioassays, crucial parts are biological systems that may affect the reproducibility. The use and citation of the results in this report should take this into account.

Table of Contents

1.	Delivery and Identification of the Test Items	4
1.1.	Client.....	4
1.2.	Information of the Test Samples.....	4
2.	Materials and Test Methods	5
2.1.	Test Facility and Method.....	5
2.2.	Test Organisms and Medium	5
2.3.	Sample Preparation. Test Dosages.....	5
3.	Test period	5
4.	Raw Data and Calculation	6
5.	Test Results and Data	6
5.1.	Reference Substance.....	6
6.	Validation of Results.....	7
7.	Conclusion	7
8.	References.....	8
Vedlegg 1.	Dose Response curves - lethality in <i>Acartia tonsa</i> test	9

1. Delivery and Identification of the Test Items

1.1.Client

The tests were performed on behalf of Eramet Group.

1.2.Information of the Test Samples

Silikomanganslagg from Eramet Group, Kvinesdal Plant.

Date received : 20.03.2017

Sampling date: 16.03.17

Storage : 20°C

The following samples of leachate water from the testing of sample from Eramet Group, Kvinesdal Plant were analysed;

- Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour tests, Up-flow percolation

2. Materials and Test Methods

2.1. Test Facility and Method

The test was carried out at Aquateam COWI's laboratory, Karvesvingen 2, 0579 OSLO, Norway.

The test procedure for *Acartia tonsa* lethality test is based on ISO 14669: "Determination of Acute Lethal Toxicity to Marine Copepods (Copepoda, Crustacea)". April 1999, 1. edition and supplementary information from the PARCOM Ring Test Workshop in 1990 (Bjørnestad et al., 1990; PARCOM, 1990) and 1991 (PARCOM, 1992). The test system is in accordance with the PARCOM and SFT requirements (OSPAR, 1995).

A lethality test with the marine copepod *Acartia tonsa* was performed. A definitive test was performed with 3 parallel concentrations and 3 controls.

Lethality of the marine copepod *Acartia tonsa* is determined by calculation of the LC₅₀ value. The test is carried out as a 48 hour static test without feeding.

Percent lethality after 24 h and 48 h is determined. The LC₁₀, LC₅₀, LC₉₀ and NOEC values are calculated. The 95% confidence limit is calculated for LC₅₀. LC₅₀ is defined as the test concentration, which kills 50% of the animals. LC₁₀ and LC₉₀ are defined as the test concentrations, which kill 10% and 90% of the animals, respectively. NOEC is defined as the highest test concentration, which gives no observed effect on the lethality.

The LC₅₀- , LC₉₀- , LC₁₀ - and NOEC- values are given in % of the test sample.

2.2. Test Organisms and Medium

Acartia tonsa eggs are obtained from the University of Copenhagen, Laboratory of Marine Biology in Helsingør, Denmark.

Test medium is natural seawater collected at 60 m depth from NIVA's research station at Solbergstrand. The seawater is filtered by membrane filtration (pore size 1.2-3 µm) and aerated with aerators <15 min before the test is initiated.

2.3. Sample Preparation. Test Dosages

The test dosages were prepared with dilutions of the test samples using graduated pipettes and cylindric/volumetric measuring flasks. Medium (natural seawater) was used for dilutions.

A range of test dosages (%) was decided to: 1,0-100%

The test dosages were not adjusted for pH.

The test dosages were not adjusted for salinity.

3. Test period

Exposure was started 16.05.2017 and terminated 18.05.2017.

4. Raw Data and Calculation

The raw data are recorded in the logbook for *Acartia tonsa* testing by the technician performing the test. Raw data will be retained at Aquateam COWI's laboratory for one year. The test item will not be retained, unless the client asks for it.

Method for data handling: The mean values of LC₁₀-, LC₉₀-, LC₅₀-, and NOEC are calculated from the computer program Excel. The dosage-response curve was made, and the LC-values were determined.

5. Test Results and Data

Lethality-dosage curves for the test samples are presented in Appendix 1. Results from the testing are summarised in Table 1.

Table 1. Results from testing with *Acartia tonsa* after 48 hours.

Toxicity	Measured toxicity of the sample (%)
	Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour tests, Up-flow percolation
LC ₁₀	57
LC ₅₀	84
LC ₉₀	>100
NOEC	50

No toxicity classification systems is established for industrial effluent water. The results can however, be compared with recommendations from the Swedish Environmental Protection Agency (1996) for classification of industrial effluents based on measured toxicity:

- Low toxicity LC₅₀ >70 %,
- Medium toxicity LC₅₀ 10-70%
- High toxicity LC₅₀ < 10%

5.1. Reference Substance

One concentration of a reference substance is tested with each test set-up to determine the reliability of the test conditions. The reference substance used is 3,5-dichlorophenol.

The test concentration used is 1.0 mg/l.

6. Validation of Results

The test is considered valid if the following requirements are met:

- The dissolved oxygen concentration at the end of the test is greater or equal to 4 mg/l.
- The temperature has been in the range $20.0 \pm 2.4^{\circ}\text{C}$.
- The percentage lethality of the controls is less than or equal to 10%.
- At a concentration of 1.0 mg/l 3,5-dichlorophenol, measured toxicity was between 20 and 80% lethality.

In this test, the control parameters yielded the following values:

- pH at the beginning of the test : 8.6 – 8.5
- Temperature (variations during the test) : $20 \pm 2.4^{\circ}\text{C}$
- Lethality of 1.0 mg/l 3,5-dichlorophenol : 50%
- Lethality in control : 0%
- Oxygen concentration in the end of the test : >4 mg/l

The control parameters were in accordance with the validity criteria. The test is considered to be valid.

7. Conclusion

An *Acartia tonsa* acute toxicity test (48 hours) was performed on the sample of leachate water from silikoslagg from Eramet Group, Kvinesdal, based on ISO 14669: "Determination of Acute Lethal Toxicity to Marine Copepods (Copepoda, Crustacea)".

The test results are summarised in Table 2 and compared with the Swedish Environmental Agency's (SEA, 1996) recommended classification system for industrial effluents.

Table 2. Summary of *Acartia tonsa* test results compared with the recommended Swedish environmental classification system for industrial effluents.

Test Item	LC ₅₀	Classification
Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour tests, Up-flow percolation	84%	Low toxicity

8. References

ISO (1999): "Determination of Acute Lethal Toxicity to Marine Copepods (Copepoda, Crustacea)". ISO 14669 April 1999, 1. edition.

OSPAR (1995): "Harmonized Offshore Chemicals Notification Format (HOCNF) 1995", Oslo and Paris Convention for the Prevention of Marine Pollution Programmes and Measures Committee (PRAM), Annex 10, Oviedo, 20-24 February.

Swedish Environmental Protection Agency (Naturvårdsverket) (1996): Karakterisering av utsläpp från kemiindustri, STORK –prosjekt, Rapport 4621 (Characterisation of discharge from chemical industry), in Swedish.

PARCOM (1990): "Acute Toxicity to the Marine Copepod *Acartia tonsa*". Paris Commission Ring Test Protocol, WQI.

Other relevant literature:

PARCOM (1990): "Paris Commission Guidelines Regarding Harmonisation of Procedures of Approval, Evaluation and Testing of Offshore Chemicals and Drilling Muds". Revised 10 September 1990.

Miljøstyrelsen, (1992): Økotoksikologisk vurdering af industrispildevand. Miljøprosjekt nr. 188, in Danish

Miljøstyrelsen, (1994): Industrispildevands miljøfarlighed.): Miljøprosjekt nr. 260, in Danish

OSPAR (1999): Ecotoxicological Evaluation of Wastewater within Whole Effluent Assessment. Draft OSPAR Background Document concerning the elaboration of programmes and measures relating Whole effluent Assessment. November.

OSPAR (2012): OSPAR Guidelines in support of Recommendation 2012/5 for a Risk-based Approach to the Management of Produced Water Discharges from Offshore Installations (OSPAR Agreement: 2012-7, updated by OIC 2014). OSPAR 12/22/1, Annex 19

SFT (2000): Økotoksikologisk risikovurdering Del I: Økotoksikologisk undersøkelse av industriavløp. Rapport nr. 1750:2000

SFT (2000b): Økotoksikologisk risikovurdering - Veileddning Del II. Del II A – Kort innføring i toksikologi. Del II B – Ord og begreper i toksikologi. SFT Rapport nr. 1756:2000

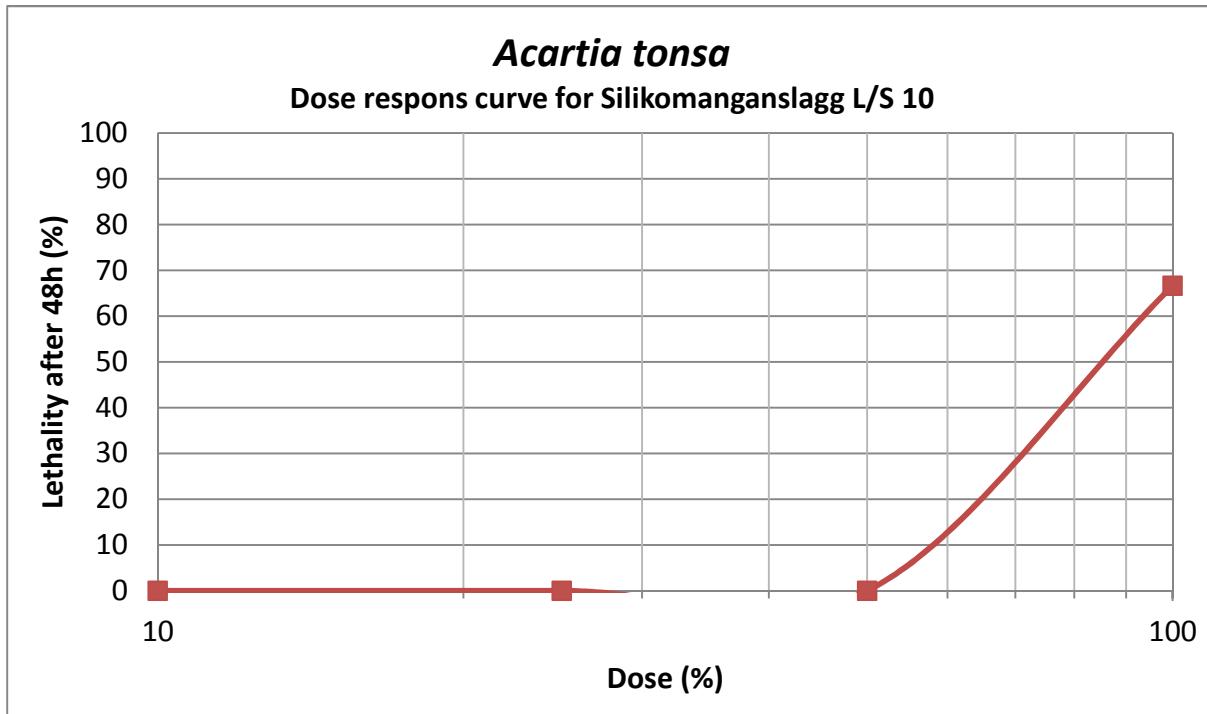
DECC Department of Energy and Climate Change (2009). Guidance Notes for sampling and analysis of produced water and other hydrocarbon discharges, version 2.0

ECHA Technical Guidance Documents, to be found on the ECHA website:
<http://guidance.echa.europa.eu>

ECHA - Guidance on information requirements and chemical safety assessment Chapter R.16: Environmental Exposure Estimation
http://echa.europa.eu/documents/10162/17224/information_requirements_r16_en.pdf

Vedlegg 1. Dose Response curves - lethality in *Acartia tonsa* test

Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour tests, Up-flow percolation



Test Report

Acute toxicity to Microtox, *Vibrio fischeri*

Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour tests, Up-flow percolation

**Sample of silikomanganslagg from Eramet Group,
Kvinesdal Plant**

Aquateam COWI AS

Project No.: A096927-002

Eilen Arctander Vik, Project Manager
Ocelie Kjønnø, Laboratory Manager

Title Test Report - Acute toxicity of leachate water to Microtox, <i>Vibrio fischeri</i>.	Date 27.04.2017
Sample of silikomanganslagg from Eramet Group, Kvinesdal Plant	Number of pages 9
Authors sign. Ocelie Kjønnø 	Responsible sign.  Eilen Arctander Vik
	Project number A096927-002

Client Eramet Group	Contact person Rune Nilsen Leif Hunsbedt
-------------------------------	--

Summary

Microtox acute toxicity testing with *Vibrio fischeri* of leachate water from silikomanganslagg based on Microtox manual, Azur Environmental 1998: Microtox Acute toxicity test with *Vibrio fischeri*, with the following result:

Test Item	EC ₅₀ -values (15 min)
Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour	38%

No official toxicity classification systems exists for industrial effluent water. The recommendations from the Swedish Environmental Protection Agency for classification of industrial effluents based on measured toxicity are:

- Low toxicity LC₅₀ > 70 %,
- Medium toxicity LC₅₀ 10-70%
- High toxicity LC₅₀ < 10%

DISCLAIMER:

The findings, interpretations and conclusions expressed in this report are those of the author applying the methods described on then mentioned specimens/samples as supplied for testing from the client in the reported study. Although care has been taken performing the bioassays, crucial parts are biological systems that may affect the reproducibility. The use and citation of the results in this report should take this into account.

Table of Contents

1.	Delivery and Identification of the Test Items	4
1.1.	Client.....	4
1.2.	Information of the Test Samples.....	4
2.	Materials and Test Methods	5
2.1.	Test Facility and Method	5
2.2.	Test Organisms and Medium	5
2.3.	Sample Preparation. Test Dosages.....	5
3.	Test period	5
4.	Raw Data and Calculation	6
5.	Test Results and Discussion	6
5.1.	Test item	6
5.2.	Reference Substance.....	6
6.	Validation of Results.....	7
7.	Conclusion	7
8.	References.....	8

1. Delivery and Identification of the Test Items

1.1. Client

The tests were performed on behalf of Eramet Group, Kvinesdal.

1.2. Information of the Test Samples

Silikomanganslagg from Eramet Group, Kvinesdal Plant.

Date received : 20.03.2017

Sampling date: 16.03.17

Storage : 20°C

The following samples of leachate water from the testing of sample from Eramet Group, Kvinesdal Plant were analysed;

Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour tests, Up-flow percolation

2. Materials and Test Methods

2.1. Test Facility and Method

The tests were performed at Aquateam COWI's laboratory, Karvesvingen 2, 0579 OSLO, Norway

The test procedure is based on Microtox manual, Azur Environmental 1998: Microtox Acute toxicity test with *Vibrio fischeri* (formerly known as *Photobacterium phosphoreum*). This procedure is prepared for testing of chemicals, it is therefore adjusted for test items as discharge water, effluents from treatment plants, leachate water, large volumes of pore water, etc.

The Microtox Acute Toxicity Test Reagent is specially formulated for bio-reactivity testing with sensitivity to a broad range of toxicants.

The test exposes luminescent organisms in Microtox Acute Reagent to aqueous samples, and measures the increase or decrease in light output by the test organisms. The temperature during exposure to various materials will affect the response of the living organisms. For the Microtox Acute Toxicity Test procedures the incubator well temperature is 15°C.

Inhibition is measured as a reduction in light output relative to control samples challenged under identical conditions. The median effective concentration (EC_{50}) of the test sample which results in a 50 % reduction in light output relative to controls is reported for a 15 min exposure to the test item.

The test organisms living luminescent marine bacterium *Vibrio fischeri* that have been grown under optimal conditions, harvested and then lyophilized (freeze-dried). The lyophilized bacteria are rehydrated with a reconstitution solution (2% NaCl) to provide a ready-to-use suspension of organisms.

2.2. Test Organisms and Medium

Microtox manual, Azur Environmental 1998: Microtox Acute toxicity test with *Vibrio fischeri* (formerly known as *Photobacterium phosphoreum*).

2.3. Sample Preparation. Test Dosages

The test dosages were prepared with dilutions of the test item using graduated pipettes and cylindric/volumetric measuring flasks. Culture medium was used for dilutions.

A range of test dosages (%) was decided to: 1.0-100%

The test dosages were not adjusted for pH.

The test dosages were adjusted for conductivity.

3. Test period

Exposure was started and terminated 18.05.2017.

4. Raw Data and Calculation

Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour	Conc. (%)	% Effect	It (RLU)	Gamma
Control	11,25	0,000	104	0,0000
Control	11,25	2,885	101	0,0297
1	22,5	57,692	44	1,3636
2	22,5	56,731	45	1,3111
3	45	84,615	16	5,5000
4	45	86,538	14	6,4286
5	90	99,038	1	103,00
6	90	99,038	1	103,00
7	11,25	0,000	104	0,00
8	11,25	2,885	101	0,0297

The raw data are recorded in the logbook for Microtox testing by the technician performing the test. Raw data will be retained at Aquateam COWIs laboratory for one year. The test item will not be retained, unless the client asks for it.

Method for data handling: The mean value of EC₅₀ is calculated from the MicrotoxOmni program.

5. Test Results and Discussion

5.1. Test item

Table 1. Results from testing with Microtox, *Vibrio fischeri* after 15 minutes.

Toxicity	Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour tests, Up-flow percolation
EC ₅₀	38%

There are no official classification systems for effluents. The results are however, compared with values used by the Swedish Environmental Protection Agency (Naturvårdsverket) for environmental evaluation for industrial effluents:

- Low toxicity: EC₅₀ >70 %
- Medium toxicity: EC₅₀ 10 - 70%
- High toxicity: EC₅₀ < 10%

5.2. Reference Substance

A reference standard test is performed using phenol as a standard reference toxicant. Reference results expressed as EC₅₀ (5 min.) for *Vibrio fischeri* should be between 13 and 26 mg/l.

6. Validation of Results

The test is considered valid if the following requirements are met:

- The temperature has been in the range $15 \pm 2.4^\circ\text{C}$.
- The reference results expressed as EC_{50} (5 min.) for *Vibrio fischeri* should be between 13 and 26 mg/l.

In this test, the control parameters yielded the following values:

- pH at the beginning of the test : 8.6
- Temperature (variations during the test) : $15 \pm 2.4^\circ\text{C}$
- EC_{50} (5 min.) for the reference substance Phenol: 15 mg/l

The control parameters were in accordance with the validity criteria. The test is considered to be valid.

7. Conclusion

A Microtox acute toxicity test has been performed with *Vibrio fischeri* on the leachate water from silikomanganslagg based on Microtox manual, Azur Environmental 1998: Microtox Acute toxicity test with *Vibrio fischeri*.

There are no official classification systems for effluents. The results are however, compared with values used by the Swedish Environmental Protection Agency (Naturvårdsverket) for environmental evaluation for industrial effluents:

- Low toxicity: $\text{EC}_{50} > 70\%$
- Medium toxicity: $\text{EC}_{50} 10 - 70\%$
- High toxicity: $\text{EC}_{50} < 10\%$

The test results have been summarised and compared to the classification Swedish proposed classification criteria in Table 2.

Table 2. Microtox test results from test Series No 2 compared to proposed Swedish Classification criteria for industrial effluents.

Test Item	EC_{50}	Classification
Leachate from CEN/TS 14405, Characterisation of waste – Leaching behaviour	38%	Medium toxicity

8. References

Microtox manual, Azur Environmental 1998: Microtox Acute toxicity test with *Vibrio fischeri* (formerly known as *Photobacterium phosphoreum*).

OSPAR (1995): "Harmonized Offshore Chemicals Notification Format (HOCNF) 1995", Oslo and Paris Convention for the Prevention of Marine Pollution Programmes and Measures Committee (PRAM), Annex 10, Oviedo, 20-24 February..

OSPAR (1995): "Harmonized Offshore Chemicals Notification Format (HOCNF) 1995", Oslo and Paris Convention for the Prevention of Marine Pollution Programmes and Measures Committee (PRAM), Annex 10, Oviedo, 20-24 February.

Swedish Environmental Protection Agency (Naturvårdsverket) (1996): Karakterisering av utsläpp från kemiindustri, STORK –prosjekt, Rapport 4621 (Characterisation of discharge from chemical industry), in Swedish.

Other relevant literature:

PARCOM (1990): "Paris Commission Guidelines Regarding Harmonisation of Procedures of Approval, Evaluation and Testing of Offshore Chemicals and Drilling Muds". Revised 10 September 1990.

Miljøstyrelsen, (1992): Økotoksikologisk vurdering af industrispildevand. Miljøprosjekt nr. 188, in Danish

Miljøstyrelsen, (1994): Industrispildevands miljøfarlighed.): Miljøprosjekt nr. 260, in Danish

OSPAR (1999): Ecotoxicological Evaluation of Wastewater within Whole Effluent Assessment. Draft OSPAR Background Document concerning the elaboration of programmes and measures relating Whole effluent Assessment. November.

OSPAR (2012): OSPAR Guidelines in support of Recommendation 2012/5 for a Risk-based Approach to the Management of Produced Water Discharges from Offshore Installations (OSPAR Agreement: 2012-7, updated by OIC 2014). OSPAR 12/22/1, Annex 19

SFT (2000): Økotoksikologisk risikovurdering Del I: Økotoksikologisk undersøkelse av industriavløp. Rapport nr. 1750:2000

SFT (2000b): Økotoksikologisk risikovurdering - Veiledning Del II. Del II A – Kort innføring i toksikologi. Del II B – Ord og begreper i toksikologi. SFT Rapport nr. 1756:2000

DECC Department of Energy and Climate Change (2009). Guidance Notes for sampling and analysis of produced water and other hydrocarbon discharges, version 2.0

ECHA Technical Guidance Documents, to be found on the ECHA website:
<http://guidance.echa.europa.eu>

ECHA - Guidance on information requirements and chemical safety assessment Chapter R.16: Environmental Exposure Estimation
http://echa.europa.eu/documents/10162/17224/information_requirements_r16_en.pdf