

# Overvåking av flotasjonskjemikalier i sediment i Ranfjorden i 2020

Vurdering av miljøkonsekvenser etter testproduksjon  
med nye flotasjonskjemikalier hos Rana Gruber



**Hovedkontor**

Gaustadalléen 21  
0349 Oslo  
Telefon (47) 22 18 51 00

**NIVA Region Sør**

Jon Lilletuns vei 3  
4879 Grimstad  
Telefon (47) 22 18 51 00

**NIVA Region Innlandet**

Sandvikaveien 59  
2312 Ottestad  
Telefon (47) 22 18 51 00

**NIVA Region Vest**

Thormøhlensgate 53 D  
5006 Bergen  
Telefon (47) 22 18 51 00

**NIVA Danmark**

Njalsgade 76, 4. sal  
2300 København S, Danmark  
Telefon (45) 39 17 97 33

Internett: [www.niva.no](http://www.niva.no)

Tittel Overvåking av flotasjonskjemikalier i sediment i Ranfjorden i 2020. Vurdering av miljøkonsekvenser etter testproduksjon med nye flotasjonskjemikalier hos Rana Gruber.	Løpenummer 7612-2021	Dato 03.06.2021
Forfatter(e) Sigurd Øxnevad	Fagområde Miljøgifter - marin	Distribusjon Åpen
	Geografisk område Ranfjorden, Nordland	Sider 23 + vedlegg

Oppdragsgiver(e) Rana Gruber	Oppdragsreferanse Nancy Stien Schreiner
	Utgitt av NIVA Prosjektnummer 200172

**Sammen drag**

I perioden november 2019 til januar 2020 brukte Rana Gruber en ny type flotasjonskjemikalier i produksjonen i oppredningsanlegget i Mo i Rana. Det ble brukt tallolje og natriumoleat som flotasjonskjemikalier. Disse kjemikaliene ble brukt istedenfor flotasjonskjemikaliet Lilaflo D817M, som har toksiske effekter på vannlevende organismer. I tillegg til tallolje og natriumoleat ble det også brukt karboksymetylcellulose og Dowfroth (skummer). I løpet av testperioden ble det tatt prøver av vann fra pumpestasjon og av flotasjonsvann, som ble sendt til Institutt For Energiteknikk for analyse. Sedimentprøver fra Ranfjorden ble analysert for de nye kjemikaliene samt for Lilaflo D817M. Tallolje i prøvene ble analysert som konsentrasjon av abietinsyre, og natriumoleat ble analysert som konsentrasjon av oljesyre. Det ble ikke påvist abietinsyre eller oljesyre i sedimentprøvene fra Ranfjorden. Sedimentprøvene ble tatt fem måneder etter at testproduksjonen ble avsluttet. Det at det ikke ble påvist abietinsyre og oljesyre i sedimentprøvene kan bety at disse stoffene har blitt brutt ned siden de ble sluppet ut i Ranfjorden da testproduksjonen pågikk. Det ble målt THC (totalt innhold av hydrokarboner) i sedimentprøvene, og det var høyest konsentrasjoner av THC i prøvene som ble tatt i nærheten av utslippspunktet for avgangsmasser, og lavere konsentrasjoner av THC i prøver som var tatt lenger utover i fjorden. Det ble ikke påvist Lilaflo D817M i noen av sedimentprøvene fra Ranfjorden.

Fire emneord	Four keywords
1. Ranfjorden	1. Ranfjord
2. Rana Gruber	2. Rana Gruber
3. Flotasjonskjemikalier	3. Flotation chemicals
4. Tallolje	4. Tall oil

Denne rapporten er kvalitetssikret iht. NIVAs kvalitetssystem og godkjent av:

*Sigurd Øxnevad*  
Prosjektleder/Hovedforfatter

*Marianne Olsen*  
Forskningsleder

ISBN 978-82-577-7348-9  
NIVA-rapport ISSN 1894-7948

© Norsk institutt for vannforskning. Publikasjonen kan siteres fritt med kildeangivelse.

Overvåking av flotasjonskjemikalier i sediment i  
Ranfjorden i 2020.

Vurdering av miljøkonsekvenser etter  
testproduksjon med nye flotasjonskjemikalier hos  
Rana Gruber.

## Forord

I perioden november 2019 til januar 2020 brukte Rana Gruber en ny type flotasjonskjemikalier i produksjonen i oppredningsanlegget i Mo i Rana. Det ble brukt tallolje og natriumoleat som flotasjonskjemikalier. Disse kjemikaliene ble brukt istedenfor flotasjonskjemikaliet Lilafлот D817M, som er kjent å ha toksiske effekter på vannlevende organismer. Avgangsmasser fra produksjonen til Rana Gruber slippes ut på dypt vann i Ranfjorden. Norsk Institutt for Vannforskning har hatt i oppdrag å vurdere miljøkonsekvenser av utslipp av de nye flotasjonskjemikaliene. Kontaktperson hos Rana Gruber har vært Nancy Stien Schreiner. Sigurd Øxnevad har vært prosjektleder på NIVA, og har hatt kontakt mot oppdragsgiver.

Vannprøver og sedimentprøver ble analysert og rapportert av Fred Martin Kaaby ved Institutt For Energiteknikk (IFE). IFE utførte analyser for total mengde hydrokarboner (THC), tallolje, natriumoleat samt for karboksymetylcellulose. Vannprøvene ble tatt av Rana Gruber i løpet av testperioden, og ble sendt direkte til IFE på Kjeller.

Sedimentprøver ble analysert for Lilafлот D817M av Nouryon i Stenungsund i Sverige, v/ Sakis Tssetsilas.

Sedimentprøver fra Ranfjorden ble samlet inn av Hilde Trannum (seniorforsker) og Gunhild Borgersen (forsker). Trannum og Borgersen tok også oksygenprofiler på de samme stasjonene hvor det ble samlet inn sedimentprøver. Prøvetakingen ble utført fra båten «Lykken», med Geir Edvardsen som båtfører.

Kvalitetssikring av rapporten er utført av forskningsleder Marianne Olsen.

Alle takkes for et godt samarbeid!

Grimstad, 03.06.2021

*Sigurd Øxnevad*

---

# Innholdsfortegnelse

<b>1</b>	<b>Bakgrunn</b> .....	<b>8</b>
1.1	De nye kjemikaliene som ble testet ut av Rana Gruber .....	9
1.1.1	Tallolje .....	9
1.1.2	Natriumoleat .....	9
1.1.3	Karboksymetylcellulose (CMC depramin) .....	10
1.1.4	Dowfroth 400 .....	10
<b>2</b>	<b>Materiale og metode</b> .....	<b>10</b>
2.1	Analyser av vannprøver .....	10
2.2	Prøvetaking i Ranfjorden .....	10
2.2.1	Sedimentprøver .....	10
2.2.2	Oksygenprofiler .....	11
<b>3</b>	<b>Resultater</b> .....	<b>12</b>
3.1	Resultater for analyser av vannprøver .....	12
3.1.1	Tallolje og natriumoleat .....	12
3.1.2	Karboksymetylcellulose (CMC).....	14
3.1.3	Total mengde hydrokarboner (THC).....	15
3.2	Resultater for analyse av sedimentprøver.....	17
3.2.1	Tallolje og natriumoleat .....	17
3.2.2	Total mengde hydrokarboner (THC).....	18
3.2.3	Lilafлот D817M .....	19
3.3	Oksygenmålinger i Ranfjorden.....	20
<b>4</b>	<b>Oppsummering</b> .....	<b>22</b>
<b>5</b>	<b>Referanser</b> .....	<b>23</b>
<b>6</b>	<b>Vedlegg. A. Analyserapporter fra IFE</b> .....	<b>24</b>
<b>7</b>	<b>Vedlegg B. Analyserapport fra Nouryon</b> .....	<b>51</b>

## Sammendrag

I perioden november 2019 til januar 2020 brukte Rana Gruber en ny type flotasjonskjemikalier i produksjonen i oppredningsanlegget i Mo i Rana. Det ble brukt tallolje og natriumoleat som flotasjonskjemikalier. Disse kjemikaliene ble brukt istedenfor flotasjonskjemikaliene Lilaflo D817M, som har toksiske effekter på vannlevende organismer. I tillegg til tallolje og natriumoleat ble det også brukt karboksymetylcellulose (trykker) og Dowfroth (skummer). I løpet av testperioden ble det tatt prøver av vann fra pumpestasjon og av flotasjonsvann, som ble sendt til Institutt For Energiteknikk for analyse. I juni 2020 ble det tatt sedimentprøver på 12 stasjoner i Ranfjorden. Sedimentprøvene ble analysert for de nye kjemikaliene samt for Lilaflo D817M.

Tallolje i prøvene ble analysert som konsentrasjon av abietinsyre (abietic acid), og natriumoleat ble analysert som konsentrasjon av oljesyre (oleic acid). Det var høyest konsentrasjoner av abietinsyre og oljesyre i vannprøvene som ble tatt 25. november og 6. desember 2019. Det ble påvist konsentrasjon av abietinsyre på opp til 1,084 mg pr liter, og oljesyre på opptil 2,127 mg pr liter. Det ble påvist konsentrasjoner av karboksymetylcellulose opp til 67,6 µg/ml i vannprøvene fra testproduksjonen. Det ble også målt total mengde hydrokarboner (THC) i vannprøvene. THC i sedimentert materiale i vannprøvene ble funnet i konsentrasjoner opp til 2,42 mg/g, og THC målt i filtrat fra vannprøvene var i konsentrasjoner opp til 22,9 mg/liter.

Det ble ikke påvist abietinsyre eller oljesyre i sedimentprøvene fra Ranfjorden. Sedimentprøvene ble tatt i midten av juni 2020, fem måneder etter at testproduksjonen ble avsluttet. Det at det ikke ble påvist abietinsyre og oljesyre i sedimentprøvene kan bety at disse stoffene har blitt brutt ned siden de ble sluppet ut i Ranfjorden da testproduksjonen pågikk. Det ble målt THC i sedimentprøvene, og det var høyest konsentrasjoner av THC i prøvene som ble tatt i nærheten av utslippspunktet for avgangsmasser fra Rana Gruber, og lavere konsentrasjoner av THC i prøver som var tatt lenger utover i fjorden. Høyeste målte nivå av THC var på 1,34 mg/g.

Det ble ikke påvist Lilaflo D817M i noen av sedimentprøvene fra Ranfjorden. Rana Gruber har ikke brukt flotasjonskjemikaliene Lilaflo D817M i produksjonen siden 2016. Det ble påvist lave konsentrasjoner av Lilaflo D817M i sedimentprøver i 2018. Siden da kan dette flotasjonskjemikaliene ha blitt brutt ned, eller det kan ha blitt dekket til av nytt sedimentert materiale.

Det ble målt oksygenprofiler på de 12 stasjonene hvor det ble samlet inn sedimentprøver. Det var lav konsentrasjon av oksygen i bunnvannet på én av stasjonene, og gode oksygenforhold på de andre 11 stasjonene. Høye konsentrasjoner av organiske forbindelser (som oljeforbindelser) kunne resultert i oksygenvinn i bunnvannet på grunn av stort oksygenforbruk ved bakteriell aktivitet i sedimentene. Dette så ikke ut til å være tilfelle på de undersøkte stasjonene i Ranfjorden.

Rå tallolje kommer fra harpiksen fra veden i trær, og inneholder harpikssyrer (hovedsakelig abietinsyre og isomere av denne), fettsyrer (hovedsakelig palmitinsyre, oljesyre og linoleinsyre), steroler og andre hydrokarboner. Natriumoleat er natriumsaltet av oljesyre. Oljesyre er en vanlig umettet fettsyre som finnes i mange planter og dyr. Karboksymetylcellulose er et cellulosederivat som hovedsakelig blir brukt i form av det vannløselige natriumsaltet (celluloseglukolat). Natriumoleat og karboksymetylcellulose blir brukt blant annet i næringsmidler og i farmasøytiske produkter. De nye flotasjonskjemikaliene er ikke toksiske og skal derfor ikke være skadelig for organismer i Ranfjorden slik som Lilaflo D817M. Bruken av de nye kjemikaliene ser ikke ut til å forårsake lavt oksygennivå i bunnvannet i fjorden. De nye kjemikaliene synes derfor å være et bedre alternativ for miljøet enn Lilaflo D817M.

## Summary

Title: Monitoring of flotation chemicals in sediment in the Ranfjord in 2020. Environmental assessment after a test production with new flotation chemicals by Rana Gruber.

Year: 2021

Author(s): Sigurd Øxnevad

Source: Norwegian Institute for Water Research, ISBN 978-82-577-7348-9

From November 2019 to January 2020 Rana Gruber used a new type of flotation chemical in the production at the processing facility in Gullsmedvika, Mo i Rana. Tall oil and sodium oleate were used as new flotation chemicals. These chemicals were used instead of the flotation chemical Lilafлот D817M, which has toxic effects on aquatic organisms. Carboxymethyl cellulose (flotation depressant) and Dowfroth (frother) were also used in the production. During the test production, water samples were taken from a pump station and of flotation water. The samples were analysed at Institute For Energy Technology (IFE). Sediment samples were also analysed for Lilafлот D817M.

Tall oil in the samples was analysed as concentration of abietic acid, and sodium oleate was analysed as concentration of oleic acid. Highest concentrations of abietic acid and oleic were found in water samples taken 25.th of November and 6.th of December 2019. Highest concentration of abietic acid found in water samples was 1,084 mg per litre, and highest concentration of oleic acid was 2,127 mg per litre. Carboxymethyl cellulose was detected in concentrations up to 67,6 µg/ml in the water samples. Total hydrocarbon content (THC) was also analysed in the water samples, and concentrations up to 2,42 mg per gram was found in particulate matter, and concentrations up to 22,9 mg per litre was found in filtrate samples.

Abietic acid and oleic acid was not detected in the sediment samples from the Ranfjord. The sediment samples were taken in June 2020, five months after the test production was ended. The fact that abietic acid and oleic acid was not found in the sediment samples might indicate that these substances had been degraded since being discharged into the Ranfjord. Highest concentrations of THC were found in sediment samples from stations near the point of discharge of mine tailings from Rana Gruber. Highest concentration of THC in the sediment was 1,34 mg/g. Lower concentrations of THC were found farther out in the fjord.

Lilafлот D817M was not detected in any of the sediment samples from the Ranfjord. Rana Gruber has not used Lilafлот D817M in the production since 2016. Low concentrations of Lilafлот D817M were found in sediment samples from the Ranfjord in 2018. Since then this flotation chemical may have been degraded, or it may have been covered by a new layer of sediment particles.

Oxygen profiles were measured at the 12 sediment stations in the Ranfjord. Low concentration of oxygen was found on one of the stations, and good oxygen conditions were found on the other eleven stations. High concentrations of organic substances (such as oil substances) might cause low concentrations of oxygen in the overlying water of the seabed due to high bacterial activity in the sediments. That appeared not to be the case at the study area in the Ranfjord.

Crude tall oil comes from the resin of wood and contains resin acids (mainly abietic acid and isomers thereof), fatty acids (mainly palmitic acid, oleic acid and linoleic acid), sterols and other hydrocarbons. Sodium oleate is the sodium salt of oleic acid. Oleic acid is a common unsaturated

fatty acid found in many plants and animals. Carboxymethylcellulose is a cellulose derivative which is mainly used in the form of the water-soluble sodium salt (cellulose gluconate). Sodium oleate and carboxymethylcellulose are used in foodstuffs and in pharmaceutical products, among other things. The new flotation chemicals are not toxic and should therefore not be harmful to organisms in the Ranfjord. The use of the new chemicals does not seem to cause low oxygen levels in the water overlying the seabed. The new chemicals therefore appear to be a better alternative to the flotation chemical Lilafloc D817M.



# 1 Bakgrunn

Rana Gruber AS er en av Norges største aktører innen gruvedrift og utvinning av jernmalm. For tiden har selskapet en årlig produksjon på 3,7 millioner tonn jernmalm, som resulterer i ca. 1,5 millioner tonn konsentrat (hematitt og magnetitt) og ulike spesialprodukter. Rana Gruber har tillatelse fra Miljødirektoratet til utslipp av avgangsmasser fra oppredningsprosessen til Rana Grubers eksisterende sjødeponi i Ranfjorden. Tillatelsen gjelder også utslipp av mindre mengder kjemikalierester (flotasjonskjemikalier) til deponiet. Rana Gruber har tillatelse til utslipp av inntil tre millioner tonn avgangsmasser pr år til Ranfjorden. Rana Gruber har også tillatelse til utslipp av flotasjonskjemikaliyet Lilafлот D817M, med utslippsgrense på 40 kg pr år. Lilafлот D817M har toksiske effekter på vannlevende organismer. Dette kjemikaliyet har ikke blitt brukt av Rana Gruber siden 2016. Avgangsmasser fra produksjonen i oppredningsanlegget i Gullsmedvika på Mo blir sluppet ut i Ranfjorden på ca. 120 meters dyp (**Figur 1**).



**Figur 1.** Kart over innerste del av Ranfjorden, med markering av utslippspunktet for avgangsmasser fra Rana Gruber.

I perioden november 2019 til januar 2020 brukte Rana Gruber en ny type flotasjonskjemikalier i produksjonen i oppredningsanlegget i Mo i Rana. Det ble brukt tallolje og natriumoleat som flotasjonskjemikalier. Disse kjemikaliene ble brukt istedenfor flotasjonskjemikaliyet Lilafлот D817M, som er kjent å ha toksiske effekter på vannlevende organismer. Rana Gruber har ikke hatt utslipp av Lilafлот til Ranfjorden siden i 2016. I 2018 og 2019 har det blitt testet ut andre typer kjemikalier som

erstatning for Lilafлот. I tillegg til tallolje og natriumoleat ble det også brukt karboksymetylcellulose (trykker) og Dowfroth (skummer).

Formålet med denne undersøkelsen har vært å vurdere miljøkonsekvenser for Ranfjorden av utslipp av de nye flotasjonskjemikaliene fra Rana Gruber. Følgende deler har inngått i undersøkelsen:

- I perioden oktober 2019 til januar 2020 ble det tatt vannprøver av prosessvannet mens testproduksjonen pågikk. Vannprøvene ble sendt til Institutt For Energiteknikk (IFE) for analyse av tallolje, natriumoleat, karboksymetylcellulose og total mengde hydrokarboner (THC).
- I juni 2020 ble det tatt sedimentprøver på 12 stasjoner i Ranfjorden. Sedimentprøver ble sendt til IFE for analyse av tallolje, natriumoleat, karboksymetylcellulose og THC.
- Sedimentprøver samlet inn i juni 2020 ble sendt til Nouryon i Sverige for analyse av flotasjonskjemikallet Lilafлот D817M.
- Måling av oksygenprofiler i Ranfjorden på de samme 12 stasjonene hvor det ble tatt sedimentprøver. Høye konsentrasjoner av organiske stoffer på sjøbunnen vil kunne medføre høy bakteriell nedbrytning og dermed oksygensvinn i vannmassene ved sjøbunnen.

## 1.1 De nye kjemikaliene som ble testet ut av Rana Gruber

### 1.1.1 Tallolje

Tallolje er en gulsvart illeluktende væske og dannes som biprodukt fra sulfatprosessen ved produksjon av papirmasse (cellulose) (Wikipedia). Ordet «tall» kommer fra svensk og betyr furu. Rå tallolje kommer fra harpiksen i ved-råvaren og kalles tallolje uansett hvilket treslag den kommer fra. Rå tallolje inneholder:

- Harpiks
- Uforsåpbare steroler
- Harpikssyrer (hovedsakelig abietinsyre og isomere av denne)
- Fettsyrer (hovedsakelig palmitinsyre, oljesyre og linoleinsyre)
- Andre steroler
- Andre hydrokarboner

### 1.1.2 Natriumoleat

Natriumoleat er natriumsaltet av oljesyre og, og har molekylformel  $C_{18}H_{33}NaO_2$  og molekylvekt 304,4 g/mol. Oljesyre er en vanlig umettet fettsyre som finnes i mange dyr og planter, bl.a. i oliven. Stoffet er noe løselig i vann, og gir basisk reaksjon i vann. Stoffet er brukt på mange forskjellige måter bl.a. i vaskemidler, såper, som tilsetningsmiddel i mat, som smøremiddel og som flotasjonsmiddel. Stoffet blir også brukt i farmasøytiske preparater. Rana Gruber brukte natriumoleat for å aktivere  $SiO_2$  i råmaterialet. Ifølge Rana Gruber skal natriumoleat i hovedsak fulgt med flotasjonsavgangen til deponiet.

I HMS-sikkerhetsblad for natriumoleat fins det lite relevant informasjon om stoffets toksisitet og nedbrytbarhet.

### 1.1.3 Karboksymetylcellulose (CMC depramin)

Karboksymetylcellulose er et cellulosederivat som hovedsakelig blir brukt i form av det vannløselige natriumsaltet (celluloseglukolat). Produktnavn er Karboksymetylcellulose natriumsalt, med CAS nr. 9004-32-4. Stoffet brukes som emulgerings- og tykningsmiddel i vaskemidler, næringsmidler og farmasøytiske- og kosmetiske preparater, som flotasjonsmiddel, tilsetning til borevæsker ved oljeboring og som bindemiddel i celluloselim. Kjemisk sett er den en eter av cellulose som fremstilles ved å la alkalicellulose reagere med monokloreddiksyre.

Rana Gruber brukte CMC Depramin for å hindre magnetitt i å flotere. Ifølge Rana Gruber skal stoffet i hovedsak ha fulgt med magnetittkonsentratet.

I HMS-sikkerhetsblad for karboksymetylcellulose er stoffet klassifisert som ikke farlig for akvatiske organismer.

### 1.1.4 Dowfroth 400

Dowfroth 400 er en vannløselig polymer med produktnavn Polyglycol P-400 E og kjemisk navn polypropylen glykol (CAS-No. 25322-69-4). Kjemisk struktur er:  $H-(O-C_3H_6)_n-OH$ , og molekylvekt = 400 g/mol. Rana Gruber brukte Dowfroth som en skumdanner, som sørger for at  $SiO_2$  i råmaterialet floterer. Ifølge Rana Gruber skal Dowfroth i hovedsak fulgt med flotasjonsavgangen til deponiet. I HMS-sikkerhetsblad for Dowfroth 400 står det at stoffet ikke er klassifisert som farlig for akvatiske organismer. Stoffet løses lett i vann og bioakkumulerer ikke. Basert på informasjon fra lignende stoffer er stoffet forventet å være lett biologisk nedbrytbart.

## 2 Materiale og metode

### 2.1 Analyser av vannprøver

Testproduksjonen med nye flotasjonskemikalier ble startet 4. november 2019 og pågikk til 23. januar 2020. Det ble tatt ukentlige vannprøver under testproduksjonen. Vannprøver ble tatt ved pumpestasjonen fra flotasjonstrinn 2, og ved fra pumpestasjon til fortykker. Det ble også tatt vannprøver før oppstart og etter at testproduksjonen var avsluttet. Vannprøver ble sendt til Institutt For Energiteknikk (IFE) på Kjeller, for kjemisk analyse. På IFE ble vannprøvene analysert for tallolje, natriumoleat, karboksymetylcellulose og total mengde hydrokarboner (THC). Analysemetoder er beskrevet i detalj av IFE, se vedlegg A.

### 2.2 Prøvetaking i Ranfjorden

#### 2.2.1 Sedimentprøver

Sedimentprøver ble samlet inn i Ranfjorden 15. juni 2020. Sedimentprøvene ble tatt med en Van Veen grabb, fra båten «Lykken», med Geir Edvardsen som båtfører. Sedimentprøvene ble tatt fra de øverste 0 – 2 cm av sjøbunnen. Det ble tatt prøver på 12 stasjoner i Ranfjorden (**Figur 2** og **Tabell 1**). På hver stasjon ble det tatt to sedimentprøver.



**Figur 2.** Kart over Ranfjorden med markering av stasjoner hvor det ble samlet inn sediment i juni 2020.

**Tabell 1.** Posisjoner for stasjonene hvor det ble samlet inn sedimentprøver.

Stasjon	Avstand fra utslippspunkt	Nord	Øst	Dyp (m)
RE02	0,3 km	66,3250	14,1294	87,6
RE04	0,5 km	66,3183	14,1214	72-94
RE08	1,3 km	66,3117	14,1193	142-148
RN4	1,6 km	66,318	14,0959	220-226
RN5	3,5 km	66,3033	14,0723	312-314
RN6	4,3 km	66,2986	14,0598	339-350
RN7	6,5 km	66,2919	14,0089	427
RN9	9,6 km	66,2768	13,9375	490
11R	11,4 km	66,2608	13,9338	515
15R	15,0 km	66,26364	13,8503	Ca. 500
17R	19,0 km	66,2532	13,7756	535
20R	25,0 km	66,2480	13,5500	376

Nedfryste sedimentprøver ble sendt til Institutt For Energiteknikk, for analyse av tallolje, natriumoleat og total mengde hydrokarboner (THC). Analysemetodene er beskrevet i detalj av IFE, se vedlegg A. Sedimentprøver ble også sendt til Nouryon i Stenungsund i Sverige, for analyse av Lilaflo D817M. Analysemetodene er beskrevet i detalj av Nouryon, se vedlegg B.

## 2.2.2 Oksygenprofiler

Økt tilførsel av organiske forbindelser til sjøbunnen kan føre til lavere konsentrasjon av oksygen i bunnvannet på grunn av økt bakteriell nedbrytning. Det ble derfor gjort målinger av oksygenivå i vannet fra overflaten og ned til rett over sjøbunnen. Målingene ble utført med en CTD (SAIV modell SD208), som målte konduktivitet/salinitet, temperatur, dybde, turbiditet og oksygen.

## 3 Resultater

### 3.1 Resultater for analyser av vannprøver

#### 3.1.1 Tallolje og natriumoleat

Tallolje i prøvene ble analysert som konsentrasjon av abietinsyre (abietic acid), og natriumoleat ble analysert som konsentrasjon av oljesyre (oleic acid) (IFE/F-2020/078). I **Tabell 2** vises analyseresultater for abietinsyre og oljesyre gjennom prøvetakingsperioden fra 3. november 2019 til 23. januar 2020, samt for nullprøver. Det var høyest konsentrasjoner av abietinsyre og oljesyre i vannprøvene som ble tatt 25. november og 6. desember 2019.

**Tabell 2.** Konsentrasjon av abietinsyre (som mål på tallolje) og oljesyre (som mål på natriumoleat) i vannprøver fra pumpestasjon (Pstas) og flotasjonsvann (Flot), fra testproduksjon ved Rana Gruber. Det ble gjort analyser av filtrat av vannprøver og av sedimentert materiale i vannprøvene. Vannprøver tatt før og etter testproduksjonen er merket "Opkt". " i.p. " betyr at stoffet ikke ble påvist i prøven. Resultatene er hentet fra IFE-rapport IFE/F-2020/078.

Dato	Prøvemerkning	Type	Abietinsyre (mg/L)	Oljesyre (mg/L)
25.09.2019	Opkt	Filtrat	i.p.	i.p
XX.11.2019	Flot	Filtrat	i.p	0,041
03.11.2029	Pstas	Filtrat	i.p	0,252
07.11.2019	Pstas	Filtrat	i.p	i.p
14.11.2019	Pstas	Filtrat	i.p	0,251
14.11.2019	Flot	Filtrat	0,194	0,698
18.11.2019	Pstas	Filtrat	i.p	0,250
18.11.2019	Flot	Filtrat	i.p	i.p
18.11.2019	Flot	Filtrat	i.p	i.p
22.11.2019	Pstas	Filtrat	i.p	0,311
25.11.2019	Pstas	Filtrat	0,184	0,249
25.11.2019	Flot	Filtrat	0,648	1,282
28.11.2019	Flot	Filtrat	i.p	i.p
28.11.2019	Pstas	Filtrat	i.p	0,250
03.12.2019	Flot	Filtrat	i.p	0,381
03.12.2019	Pstas	Filtrat	i.p	0,250
06.12.2019	Pstas	Filtrat	i.p	0,048
06.12.2019	Flot	Filtrat	1,084	2,127
09.12.2019	Pstas	Filtrat	i.p	0,245
09.12.2019	Flot	Filtrat	0,219	0,294
09.12.2019	Pstas	Sediment	i.p	i.p
09.12.2019	Flot	Sediment	i.p	i.p
10.12.2019	Pstas	Filtrat	i.p	0,052
10.12.2019	Pstas	Sediment	i.p	i.p
11.12.2019	Flot	Filtrat	0,178	0,232
11.12.2019	Pstas	Filtrat	i.p	0,053
11.12.2019	Pstas	Sediment	i.p	i.p

Dato	Prøvemerkning	Type	Abietinsyre (mg/L)	Oljesyre (mg/L)
12.12.2019	Flot	Filtrat	0,241	0,325
12.12.2019	Flot	Sediment	i.p	i.p
12.12.2019	Pstas	Filtrat	i.p	0,049
12.12.2019	Pstas	Sediment	i.p	i.p
13.12.2019	Pstas	Filtrat	i.p	0,232
13.12.2019	Pstas	Sediment	i.p	i.p
13.12.2019	Pstas	Filtrat	i.p	0,051
16.12.2019	Pstas	Filtrat	i.p	0,042
16.12.2019	Pstas	Sediment	i.p	i.p
17.12.2019	Pstas	Filtrat	i.p	0,033
17.12.2019	Pstas	Sediment	i.p	i.p
17.12.2019	Flot	Filtrat	i.p	i.p
18.12.2019	Pstas	Filtrat	i.p	0,031
18.12.2019	Pstas	Sediment	i.p	i.p
18.12.2019	Flot	Filtrat	0,295	0,836
18.12.2019	Flot	Sediment	i.p	i.p
18.12.2019	Flot	Rerun	0,074	0,042
09.01.2020	Pstas	Filtrat	i.p	0,242
09.01.2020	Pstas	Sediment	i.p	i.p
09.01.2020	Flot	Filtrat	0,161	0,709
09.01.2020	Flot	Sediment	i.p	i.p
10.01.2020	Pstas	Filtrat	i.p	0,033
10.01.2020	Pstas	Sediment	i.p	i.p
10.01.2020	Flot	Filtrat	0,182	0,257
10.01.2020	Flot	Sediment	i.p	i.p
17.01.2020	Flot	Filtrat	0,177	0,288
17.01.2020	Flot	Sediment	i.p	i.p
17.01.2020	Pstas	Filtrat	i.p	i.p
23.01.2020	Pstas	Filtrat	i.p	0,266
23.01.2020	Pstas	Sediment	i.p	i.p
23.01.2020	Flot	Filtrat	0,177	0,228
23.01.2020	Flot	Sediment	i.p	0,035
23.01.2020	Pstas	Filtrat	i.p	i.p
	Umerket	Filtrat	i.p	i.p
25.03.2020	Opkt	Filtrat	i.p	i.p

### 3.1.2 Karboksymetylcellulose (CMC)

I **Tabell 3** vises analyseresultater for karboksymetylcellulose i vannprøver tatt under testproduksjonen ved Rana Gruber i perioden 13. november 2019 til 10. januar 2020 (IFE/F-2020/064). Det ble påvist konsentrasjoner av karboksymetylcellulose opp til 67,6 µg/ml.

**Tabell 3.** Konsentrasjon av karboksymetylcellulose i vannprøver fra pumpestasjon (Pstas) og flotasjonsvann (Flot) fra testproduksjon ved Rana Gruber. Det ble også tatt vannprøver før og etter testproduksjonen (Opkt). Tabellen viser resultater i µg/ml, som tilsvarer mg per liter. Resultatene er hentet fra IFE-rapport IFE/F-2020/064.

Dato	Prøvemerkning	Karboksymetylcellulose (µg/ml)
25.09.2019	Opkt	<6,2
11.10.2019	Opkt	67,1
13.11.2019	Pstas	48,4
18.11.2019	Pstas	7,4
18.11.2019	Flot	48,8
20.11.2019	Pstas	56,2
22.11.2019	Pstas	20,3
25.11.2019	Pstas	<4,26
26.11.2019	Pstas	<4,26
28.11.2019	Flot	<3,69
28.11.2019	Pstas	16,7
03.12.2019	Pstas	52,3
06.12.2019	Pstas	28,2
09.12.2019	Pstas	19,9
10.12.2019	Pstas	11,9
11.12.2019	Pstas	38,1
12.12.2019	Pstas	67,6
13.12.2019	Pstas	<4,51
16.12.2019	Pstas	19,4
17.12.2019	Flot	19,5
18.12.2019	Pstas	52,8
09.01.2020	Pstas	11,0
10.01.2020	Pstas	48,7
25.03.2020	Opkt	<5,39

### 3.1.3 Total mengde hydrokarboner (THC)

Analyseresultater for total mengde hydrokarboner er vist i **Tabell 4**. Filtratet som ble analysert fra vannprøvene hadde høyest konsentrasjoner av THC i de første vannprøvene, med opptil 22,9 mg/L. Det var høyest konsentrasjon av THC i det partikulære materialet i vannprøven som ble tatt 17. januar 2020, med 2,42 mg/g.

**Tabell 4.** Konsentrasjon av total mengde hydrokarboner (THC) i prøver flotasjonsvann (flot) og vann fra pumpestasjon (Pstas) under testproduksjon ved Rana Gruber. Det ble også tatt prøver før og etter testproduksjonen (Opkt). Det ble analysert filtrat av vannprøver samt av sedimentert materiale i vannprøvene. Tallene er hentet fra IFE-rapport IFE/F-2020/069.

Dato	Prøvemerkning	Type	THC (mg/g)	THC (mg/L)
11.10.2019	Opkt	Filtrat		1,87
XX.XX.2019	Pstas	Filtrat		0,62
13.11.2019	Flot	Filtrat		22,9
14.11.2019	Flot	Filtrat		10,3
18.11.2019	Pstas	Filtrat		3,44
20.11.2019	Pstas	Filtrat		1,41
22.11.2019	Pstas	Filtrat		5,46
25.11.2019	Pstas	Filtrat		8,61
25.11.2019	Flot	Filtrat		10,5
26.11.2019	Pstas	Filtrat		6,36
28.11.2019	Flot	Filtrat		1,09
28.11.2019	Pstas	Filtrat		10,5
06.12.2019	Pstas	Filtrat		2,04
06.12.2019	Flot	Filtrat		13,9
09.12.2019	Pstas	Sediment	1,17	
09.12.2019	Pstas	Filtrat		4,01
09.12.2019	Flot	Filtrat		4,6
09.12.2019	Flot	Sediment	1,5	
10.12.2019	Pstas	Sediment	1,15	
10.12.2019	Pstas	Filtrat		5,35
11.12.2019	Flot	Sediment	1,07	
11.12.2019	Flot	Filtrat		3,57
11.12.2019	Pstas	Filtrat		6,14
11.12.2019	Pstas	Sediment	1,51	
12.12.2019	Flot	Filtrat		6,34
12.12.2019	Flot	Sediment	0,9	
12.12.2019	Pstas	Filtrat		4,81
12.12.2019	Pstas	Sediment	1,81	
13.12.2019	Pstas	Filtrat		4,56
13.12.2019	Pstas	Sediment	1,03	
13.12.2019	Flot	Filtrat		3,41
13.12.2019	Flot	Sediment	1,31	
16.12.2019	Pstas	Filtrat		3,11
16.12.2019	Pstas	Sediment	1,04	
16.12.2019	Pstas	Filtrat		0,85
16.12.2019	Flot	Filtrat		0,32
17.12.2019	Pstas	Filtrat		2,03



Dato	Prøvemerkning	Type	THC (mg/g)	THC (mg/L)
17.12.2019	Pstas	Sediment	1,48	
18.12.2019	Pstas	Filtrat		1,26
18.12.2019	Pstas	Sediment	1,77	
18.12.2019	Pstas	Filtrat		0,61
18.12.2019	Flot	Filtrat		0,97
18.12.2019	Flot	Sediment	1,14	
31.12.2019	Pstas	Filtrat		5,04
31.12.2019	Flot	Filtrat		1,42
31.12.2019	Pstas	Filtrat		14,3
09.01.2020	Pstas	Filtrat		3,07
09.01.2020	Pstas	Sediment	1,42	
09.01.2020	Flot	Filtrat		1,78
09.01.2020	Flot	Sediment	1,51	
10.01.2020	Pstas	Filtrat		1,23
10.01.2020	Pstas	Sediment	1,05	
10.01.2020	Flot	Filtrat		0,9
10.01.2020	Flot	Sediment	1,22	
17.01.2020	Flot	Filtrat		1,37
17.01.2020	Flot	Sediment	2,42	
23.01.2020	Pstas	Filtrat		1,16
23.01.2020	Pstas	Sediment	1,18	
23.01.2020	Flot	Filtrat		1,58
23.01.2020	Flot	Sediment	1,57	
23.01.2020	Pstas	Filtrat		0,29
26.03.2020	Opkt	Filtrat		0,5

## 3.2 Resultater for analyse av sedimentprøver

### 3.2.1 Tallolje og natriumoleat

Det ble ikke påvist abietinsyre eller oljesyre i sedimentprøvene fra Ranfjorden (**Tabell 5**). Sedimentprøvene ble tatt i midten av juni 2020, som er fem måneder etter at testproduksjonen ble avsluttet. Det at det ikke ble påvist abietinsyre og oljesyre i sedimentprøvene kan bety at disse stoffene har blitt brutt ned siden de ble sluppet ut i Ranfjorden da testproduksjonen pågikk.

**Tabell 5.** Resultater for analyse av abietinsyre og oljesyre i sedimentprøver fra Ranfjorden. Sedimentprøvene ble samlet inn 15. juni 2020. Sedimentprøvene ble analysert av Institutt For Energiteknikk (IFE).

Stasjon	Abietinsyre (mg/g)	Oljesyre (mg/g)
RE02	i.p.	i.p.
RE04	i.p.	i.p.
RE08	i.p.	i.p.
RN4	i.p.	i.p.
RN5	i.p.	i.p.
RN6	i.p.	i.p.
RN7	i.p.	i.p.
RN9	i.p.	i.p.
11R	i.p.	i.p.
15R	i.p.	i.p.
17R	i.p.	i.p.
20R	i.p.	i.p.

i.p. = ikke påvist

### 3.2.2 Total mengde hydrokarboner (THC)

Totalt hydrokarbonnivåer analyseres ofte i miljøstudier. Dette gir et generelt bilde av det totale hydrokarboninnholdet i det studerte området, og inkluderer både PAH, monoaromatiske hydrokarboner, alkaner og sykloalkaner. Forhøyede THC-nivåer kan indikere oljeutslipp i området. Det er ikke etablert tilstandsklasser for THC i sediment, men en grense på 50 mg/kg tørrvekt brukes ofte som terskelnivå for mulige effekter på bunnlevende marine organismer (OSPAR 2009, Ugland, m.fl. 2008).

Det ble påvist THC i sedimentprøvene, og det var høyest konsentrasjoner av THC i prøvene som ble tatt i nærheten av utslippspunktet, og lavere konsentrasjoner av THC i prøver som var tatt lenger utover i fjorden (**Tabell 6**). På stasjonene RE02 og RE08 var konsentrasjonen av THC på henholdsvis 1,34 og 1,29 mg/g.

**Tabell 6.** Total mengde hydrokarboner (THC) i sedimentprøver fra Ranfjorden. Sedimentprøvene ble samlet inn 15. juni 2020. Sedimentprøvene ble analysert av Institutt For Energiteknikk (IFE).

Stasjon	Avstand fra utslippspunkt (km)	THC (mg/g)
RE02	0,3	1,34
RE04	0,5	0,88
RE08	1,3	1,29
RN4	1,6	0,98
RN5	3,5	0,86
RN6	4,3	0,54
RN7	6,5	0,85
RN9	9,6	0,47
11R	11,4	0,31
15R	15	0,43
17R	19	0,30
20R	25	0,43

Nivåene av THC i sedimentprøvene var bare litt lavere enn det som ble påvist i vannprøvene da det ble brukt tallolje i produksjonen. I prøvene av partikulært materiale i vannprøvene var det konsentrasjoner av THC på 0,9 til 2,42 mg/g (**Tabell 4**). Det var antatt at THC fra utslippet fra Rana Gruber ville blitt mer fortynnet ved utslipp til Ranfjorden. Sedimentprøvene som ble analysert var ikke synlig annerledes enn ved forrige prøvetaking, og det var ingen spesiell lukt av olje av sedimentet. Det ble påvist THC i sediment fra alle stasjonene, til og med stasjon 20R. Dette er merkelig siden det ikke har blitt påvist Lilafloet i sediment så langt utover i fjorden. I 2018 ble det ikke påvist Lilafloet på stasjon 20R, men dette stoffet ble påvist på de andre stasjonene innenfor. Det er derfor nærliggende å tro at noe av det påviste THC i sedimentprøvene kan ha et annet opphav enn utslippet fra testproduksjonen med tallolje.

Det er planlagt å ta nye sedimentprøver i Ranfjorden i 2021 som skal analyseres for THC. Disse prøvene vil bli brukt som en kvalitetssjekk av resultatene fra 2020.

### 3.2.3 Lilafлот D817M

Det ble ikke påvist Lilafлот D817M i noen av sedimentprøvene fra Ranfjorden (**Tabell 7**, analyserapport i vedlegg B).

**Tabell 7.** Resultater av analyse for Lilafлот D817M i sedimentprøver fra Ranfjorden. Analysene ble utført av Nouryon i Sverige.

Stasjon	Avstand fra utslippspunkt (km)	Lilafлот D817M (mg/kg)
RE02	0,3	<0,01
RE04	0,5	<0,01
RE08	1,3	<0,01
RN4	1,6	<0,01
RN5	3,5	<0,01
RN6	4,3	<0,01
RN7	6,5	<0,01
RN9	9,6	<0,01
11R	11,4	<0,01
15R	15	<0,01
17R	19	<0,01
20R	25	<0,01

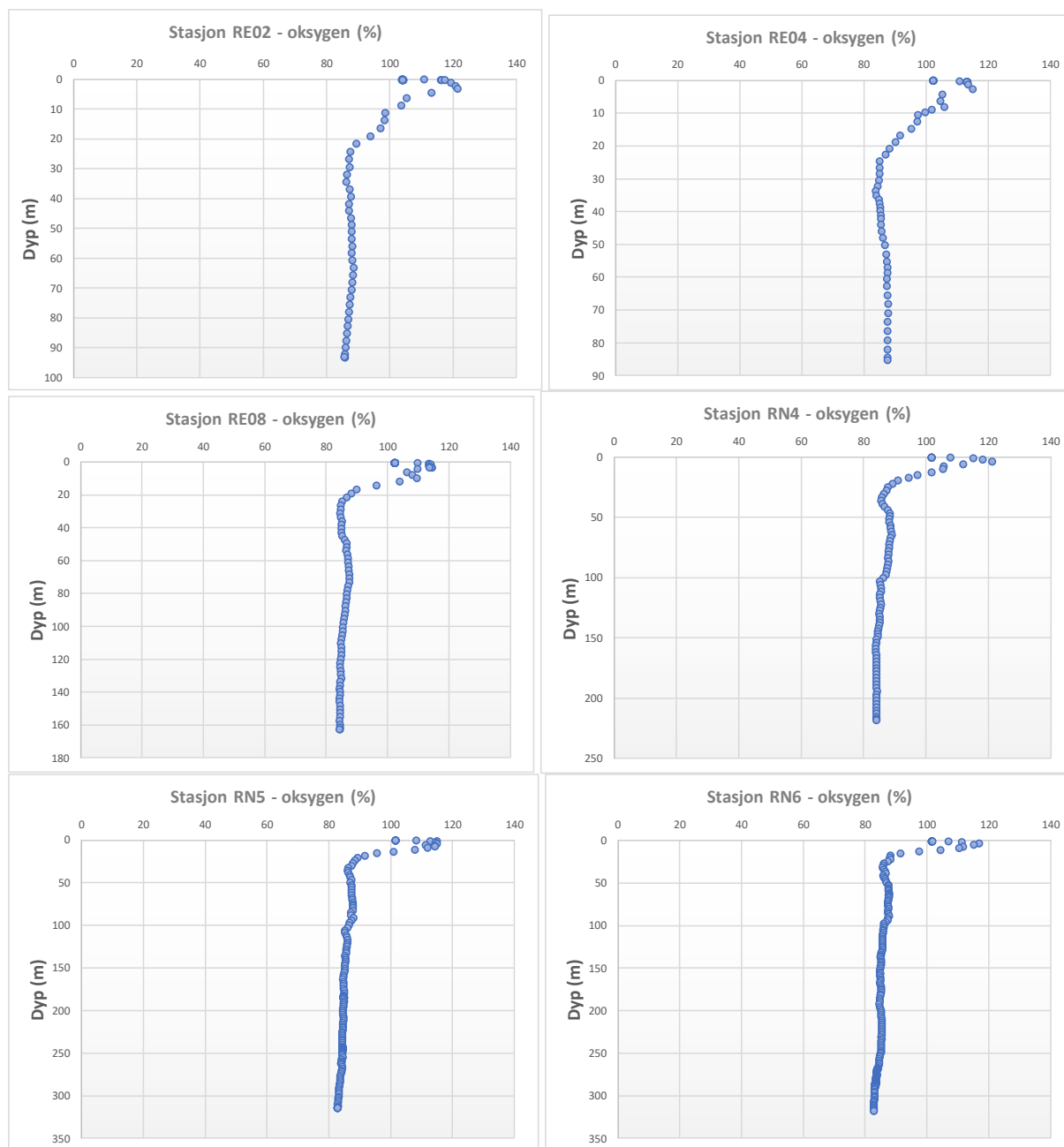
Rana Gruber har ikke brukt Lilafлот D817M siden 2016. I 2018 ble det gjort overvåking av konsentrasjon av Lilafлот D817M i sediment i Ranfjorden, og det ble påvist Lilafлот D817M i 8 av 10 sedimentprøver (Øxnevad m.fl. 2019). Det ble ikke påvist Lilafлот D817M i sedimentprøvene som ble tatt i 2020 (**Tabell 8**). Rester av flotasjonskemikaliet Lilafлот D817M kan ha blitt brutt ned siden 2018, eller det har blitt dekket over av nytt sedimentert materiale.

**Tabell 8.** Nivåer av Lilafлот D817M i sediment i Ranfjorden for årene 2015, 2016, 2018 og 2020. Sedimentprøvene som er analysert er tatt fra de øvre 0 – 2 cm av sjøbunnen.

Stasjon	Lilafлот D817M (mg/kg tørrvekt)			
	2015	2016	2018	2020
RE02	0,018	0,306	0,053	<0,01
RE04	0,099	0,134	0,039	<0,01
RE08	0,032	0,078	0,046	<0,01
RN4	0,020	0,139	0,092	<0,01
RN5	0,021	0,066	0,063	<0,01
RN6	0,064	0,050	0,046	<0,01
RN7			<0,01	<0,01
RN9	<0,01	0,024	0,025	<0,01
11R				<0,01
15R				<0,01
17R			0,023	<0,01
19R	<0,01	<0,01		
20R			<0,01	<0,01
26R	<0,01	<0,01		

### 3.3 Oksygenmålinger i Ranfjorden

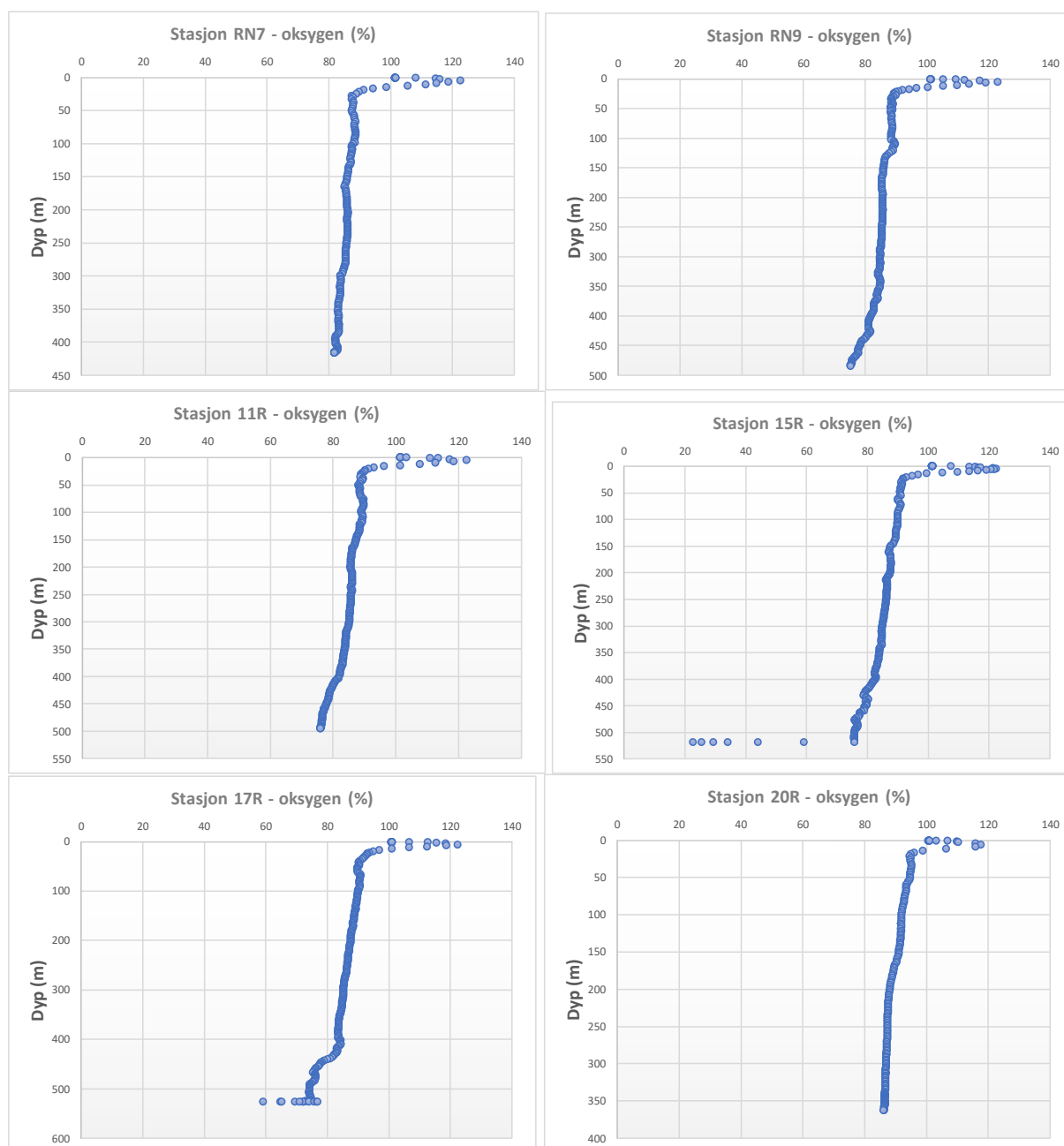
Oksygenprofiler målt ved seks av stasjonene er vist i **Figur 3**. På stasjonene RE02, RE04, RE08, RN4, RN5 og RN6 var det normale oksygenkonsentrasjoner i vannet. Det var høy konsentrasjon av oksygen i vannet i de øvre vannlagene, og noe avtagende konsentrasjon (ned mot 80 %) ned mot bunnvannet.



**Figur 3.** Oksygenprofiler tatt 15. juni 2020 på sedimentstasjoner i Ranfjorden. I figuren vises målinger for konsentrasjon av oksygen (i %) fra overflaten og nedover mot bunnen.

I **Figur 4** vises oksygenprofiler målt ved stasjon RN7, RN9, 11R, 15R, 17R og 20R. På stasjon 15R var det lave konsentrasjoner av oksygen rett over sjøbunnen. Konsentrasjonen av oksygen var på 22 % på 518 meters dyp. På stasjon 17R var konsentrasjonen av oksygen på 59 % på 525 meters dyp.

For de andre stasjonene var det høy konsentrasjon av oksygen og normale oksygenprofiler.



**Figur 4.** Oksygenprofiler tatt 15. juni 2020 på sedimentstasjoner i Ranfjorden. I figuren vises målinger for konsentrasjon av oksygen (i %) fra overflaten og nedover mot bunnen.

Det ble målt lav konsentrasjon av oksygen i bunnvannet på stasjon 15R. Det er ingen grunn til å tro at dette skyldes de nye kjemikaliene som ble brukt i testproduksjonen hos Rana Gruber. Da burde det vært tydelig oksygenvinn i bunnvannet på stasjonene lenger inn i fjorden også, spesielt på stasjonene i nærheten av utslippspunktet for avgangsmasser. Vannmassene nær bunnen bar ikke preg av oksygenvinn, som kunne vært en effekt av høye konsentrasjoner av THC på sjøbunnen.

## 4 Oppsummering

Tallolje i prøvene ble analysert som konsentrasjon av abietinsyre (abietic acid), og natriumoleat ble analysert som konsentrasjon av oljesyre (oleic acid). Det var høyest konsentrasjoner av abietinsyre og oljesyre i vannprøvene som ble tatt 25. november og 6. desember 2019. Det ble påvist konsentrasjon av abietinsyre på opp til 1,084 mg pr liter, og oljesyre på opptil 2,127 mg pr liter. Det ble påvist konsentrasjoner av karboksymetylcellulose opp til 67,6 µg/ml i vannprøvene fra testproduksjonen. Det ble også målt total mengde hydrokarboner (THC) i vannprøvene. THC i sedimentert materiale i vannprøvene ble funnet i konsentrasjoner opp til 2,42 mg/g, og THC målt i filtrat fra vannprøvene var i konsentrasjoner opp til 22,9 mg/liter.

Det ble ikke påvist abietinsyre eller oljesyre i sedimentprøvene fra Ranfjorden. Sedimentprøvene ble tatt i midten av juni 2020, fem måneder etter at testproduksjonen ble avsluttet. Det at det ikke ble påvist abietinsyre og oljesyre i sedimentprøvene kan bety at disse stoffene har blitt brutt ned siden de ble sluppet ut i Ranfjorden da testproduksjonen pågikk. Det ble påvist THC i sedimentprøvene, og det var høyest konsentrasjoner av THC i prøvene som ble tatt i nærheten av utslippspunktet for avgangsmasser fra Rana Gruber, og lavere konsentrasjoner av THC i prøver som var tatt lenger utover i fjorden. Høyeste målte nivå av THC var på 1,34 mg/g.

Det ble ikke påvist Lilafлот D817M i noen av sedimentprøvene fra Ranfjorden. Rana Gruber har ikke brukt flotasjonskjemikaliet Lilafлот D817M i produksjonen siden 2016. Det ble påvist lave konsentrasjoner av Lilafлот D817M i sedimentprøver i 2018. Siden da kan dette flotasjonskjemikaliet ha blitt brutt ned, eller det kan ha blitt dekket til av nytt sedimentert materiale.

Det ble målt oksygenprofiler på de 12 stasjonene hvor det ble samlet inn sedimentprøver. Det var lav konsentrasjon av oksygen i bunnvannet på én av stasjonene, og gode oksygenforhold på de andre 11 stasjonene. Høye konsentrasjoner av organiske forbindelser (som oljeforbindelser) kunne resultert i oksygenvinn i bunnvannet på grunn av stort oksygenforbruk ved bakteriell aktivitet i sedimentene. Dette så ikke ut til å være tilfelle på de undersøkte stasjonene i Ranfjorden.

Rå tallolje kommer fra harpiksen fra veden i trær, og inneholder harpikssyrer (hovedsakelig abietinsyre og isomere av denne), fettsyrer (hovedsakelig palmitinsyre, oljesyre og linoleinsyre), steroler og andre hydrokarboner. Natriumoleat er natriumsaltet av oljesyre. Oljesyre er en vanlig umettet fettsyre som finnes i mange planter og dyr. Karboksymetylcellulose er et cellulosederivat som hovedsakelig blir brukt i form av det vannløselige natriumsaltet (celluloseglukolat). Natriumoleat og karboksymetylcellulose blir brukt blant annet i næringsmidler og i farmasøytiske produkter. De nye flotasjonskjemikaliene er ikke toksiske og skal derfor ikke være skadelig for organismer i Ranfjorden slik som Lilafлот D817M. Bruken av de nye kjemikaliene ser ikke ut til å forårsake lavt oksygennivå i bunnvannet i fjorden. De nye kjemikaliene synes derfor å være et bedre alternativ for miljøet enn Lilafлот D817M.

## 5 Referanser

IFE/F-2020/064. Measurement of Carboxymetyl Cellulose in flotation and pump water station water at Rana Gruber. IFE Report IFE/F-2020/064.

IFE/F-2020/069. Measurement of Total Hydrocarbons in flotation and pump station water from Rana Gruber. IFE Report IFE/F-2020/069.

IFE/F-2020/078. Measurement of Sodium Oleate and Abietic Acid in waste water and flotation water from Rana Gruber. IFE Report IFE/F-2020/078. 05.07.2020.

OSPAR. 2009. Assessment of impacts of offshore oil and gas activities in the North-East Atlantic. OSPAR Commission 453/2009.

Ugland, K.I., Bjørgesæter, A., Bakke, T., Fredheim, B. & Gray, J.S. 2008. Journal of Experimental Marine Biology and Ecology. 366 (2008) 169-174.

Øxnevad, S., Trannum, H.C., Næss, R., Borgersen, G., Moy, S., Hjermann, D. & Eftevåg, V.S. 2019. Tiltaksorientert overvåking av Ranfjorden i 2018. Overvåking for Mo Industripark AS, Celsa Armeringsstål AS, Elkem Rana AS, Ferroglobe Mangan Norge AS, Rana Gruber AS, Miljøteknikk Terrateam AS og Rana kommune. NIVA-rapport 7424-2019



## 6 Vedlegg. A. Analyserapporter fra IFE

DocuSign Envelope ID: D87A7908-D559-4021-93C8-18AE9F947643



### Analysis Certificate

Sodium oleate and abietic acid in flotation and pump station water and sediments at Rana Gruber

| IFE/S-2020-45 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

#### 1 Samples

A sample overview is presented in Table 1. Sampling was done by Rana Gruber and sent IFE in October 2019 - March 2020.

Table 1 Sample Overview and condition when received

IFE Sample ID	Customer sample ID	Condition when received
2019-111-004	Pstas 14.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-006	Flot 14.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-008	Pstas 07.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-010	Pstas 03.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-012	Flot xx.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-014	Flot 25.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-016	Pstas 18.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-018	Pstas 22.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-020	Flot 03.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-022	Pstas 25.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-026	Pstas 28.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-028	Pstas 03.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-030	Pstas 06.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-032	Flot 06.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-034	Flot 11.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-036	Pstas 09.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-038	Flot 09.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-040	Pstas 10.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-042	Flot 12.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-044	Pstas 11.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-046	Pstas 12.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-048	Pstas 13.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-048	Pstas 13.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-050	Pstas 16.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-052	Flot 13.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.

Institute for Energy Technology  
P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)



## Analysis Certificate

Sodium oleate and abietic acid in flotation and pump station water and sediments at Rana Gruber

| IFE/S-2020-45 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

2019-111-054	Pstas	18.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-056	Pstas	17.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-058	Pstas	23.01.2020	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-060	Pstas	10.01.2020	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-062	Pstas	09.01.2020	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-064	Flot	23.01.2020	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-066	Flot	10.01.2020	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-068	Flot	17.01.2020	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-070	Flot	09.01.2020	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-072	Flot	18.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-072	Flot	18.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-079	Pstas	23.01.2020	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-085	Flot	17.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-086	Pstas	Unmarked	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-087	Pstas	17.01.2020	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-099	Flot	18.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-100	Flot	28.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-103	Flot	18.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-105	OPKT	25.09.2019	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.
2019-111-108	OPKT	25.03.2020	Water sample in graduated glass bottle. With sediments.

## 2 Method

The nature of the target compounds as carboxylic acids made a pretreatment procedure necessary before Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) analysis. We used 1-(Trimethylsilyl)imidazole/Pyridine mixture (TMSI, Sigma-Aldrich/Merck, 92718-25ML) as a derivatisation agent, due to its good conversion capabilities to trimethylsilyl ethers (TMS). The derivatisation method required drying of the extract with anhydrous sodium sulfate.

IFE received the samples from Rana Gruber in 1L graduated bottles. We shook any overfilled sample bottles before adjusting the volume to 900 mL. The samples were then filtrated using vacuum suction and glass fiber filters. The filtrates were tared when dry, and sulfuric acid was added until pH was 1-2. 50 mL extractant of n-heptane with internal standard (Betulin) was added to the filtrates, and the bottles was shaken vigorously for 30-40 minutes. 25 mL extractant was added to the filtrides before sonification for 30-40 minutes.

**Institute for Energy Technology**  
P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)

DocuSign Envelope ID: D87A7908-D559-4021-93C8-18AE9F947643



## Analysis Certificate

Sodium oleate and abietic acid in flotation and pump station water and sediments at Rana Gruber

| IFE/S-2020-45 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

The organic extracts were separated either by pipette or by centrifugation. The extracts were dried using anhydrous sodium sulfate. The volume was reduced by evaporation until 0,5 mL remained, and subsequently transferred to GC-vials. 0,5 mL 1-(Trimethylsilyl)imidazole - Pyridine mixture (Sigma-Aldrich/Merck, 92718-25ML) was added for derivatisation before GC-MS analysis.

GC-MS analysis was done on a Thermo Polaris Q ion trap mass spectrometer running in full Scan (m/z 75-650) in positive electron ionisation mode. 1 microliter extract was injected by an AS3000 autosampler on a Thermo split-injector in splitless mode, with the splitless time adjusted to 3 minutes. The trace gas chromatograph was equipped with a 30m 0.32mm ID, 0.25  $\mu$ m film, Agilent DB-1 column.

The raw data was processed using Excalibur 3.0, and all analytes were quantified using the method of internal standard addition. The calibration curves are shown in Figure 1. The peaks were automatically identified from the mass spectra of standards. The TMS derivate of Oleic Acid was integrated using the sum of the key ions m/z 75, 129, 339 and 357. The TMS derivate of Abietic Acid was integrated using the sum of the key ions m/z 185, 256 and 374.

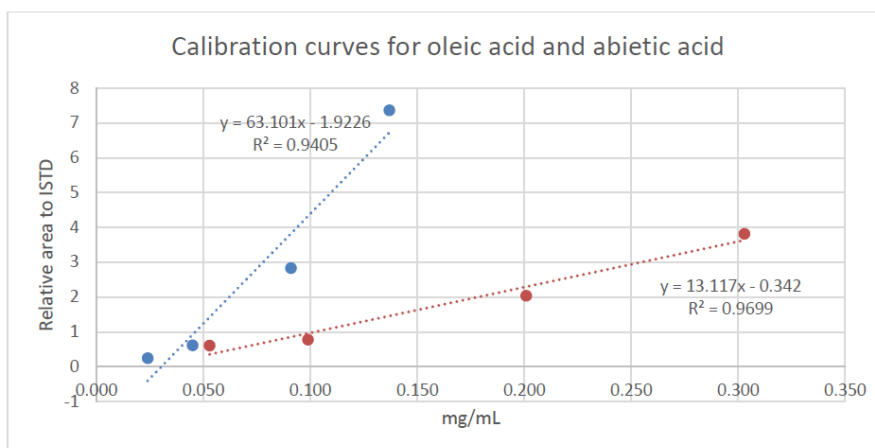


Figure 1 Calibration curves from the method of internal standard addition, for the compounds Oleic acid (blue circle) and Abietic Acid (red circle). Calibration from the second sequence of analyses.

Institute for Energy Technology  
P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)

DocuSign Envelope ID: D87A7908-D559-4021-93C8-18AE9F947643



## Analysis Certificate

Sodium oleate and abiatic acid in flotation and pump station water and sediments at Rana Gruber

| IFE/S-2020-45 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

### 3 Result

Results are presented in Table 2.

Table 2 Results of abiatic acid and oleic acid in water with contents of sediments that followed. NF is short for Not Found.

IFE Sample ID	Customer ID		Type	Abiatic acid mg/L	Oleic acid mg/L
2019-111-004	Pstas	14.11.2019	Filtrate	NF	0,251
2019-111-006	Flot	14.11.2019	Filtrate	0,194	0,690
2019-111-008	Pstas	07.11.2019	Filtrate	NF	NF
2019-111-010	Pstas	03.11.2019	Filtrate	NF	0,252
2019-111-012	Flot	xx.11.2019	Filtrate	NF	0,041
2019-111-014	Flot	25.11.2019	Filtrate	0,648	1,282
2019-111-016	Pstas	18.11.2019	Filtrate	NF	0,250
2019-111-018	Pstas	22.11.2019	Filtrate	NF	0,311
2019-111-020	Flot	03.12.2019	Filtrate	NF	0,381
2019-111-022	Pstas	25.11.2019	Filtrate	0,184	0,249
2019-111-026	Pstas	28.11.2019	Filtrate	NF	0,250
2019-111-028	Pstas	03.12.2019	Filtrate	NF	0,250
2019-111-030	Pstas	06.12.2019	Filtrate	NF	0,048
2019-111-032	Flot	06.12.2019	Filtrate	1,084	2,127
2019-111-034	Flot	11.12.2019	Filtrate	0,178	0,232
2019-111-036	Pstas	09.12.2019	Filtrate	NF	0,245
2019-111-036	Pstas	09.12.2019	Sediment	NF	NF
2019-111-038	Flot	09.12.2019	Filtrate	0,219	0,294
2019-111-038	Flot	09.12.2019	Sediment	NF	NF
2019-111-040	Pstas	10.12.2019	Filtrate	NF	0,052
2019-111-040	Pstas	10.12.2019	Sediment	NF	NF
2019-111-042	Flot	12.12.2019	Filtrate	0,241	0,325
2019-111-042	Flot	12.12.2019	Sediment	NF	NF
2019-111-044	Pstas	11.12.2019	Filtrate	NF	0,053
2019-111-044	Pstas	11.12.2019	Sediment	NF	NF
2019-111-046	Pstas	12.12.2019	Filtrate	NF	0,049
2019-111-046	Pstas	12.12.2019	Sediment	NF	NF
2019-111-048	Pstas	13.12.2019	Filtrate	NF	0,232
2019-111-046	Pstas	12.12.2019	Sediment	NF	NF
2019-111-048	Pstas	13.12.2019	Filtrate	NF	0,051
2019-111-048	Pstas	13.12.2019	Sediment	NF	NF
2019-111-050	Pstas	16.12.2019	Filtrate	NF	0,042

#### Institute for Energy Technology

P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
 Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)

DocuSign Envelope ID: D87A7908-D559-4021-93C8-18AE9F947643



## Analysis Certificate

Sodium oleate and abietic acid in flotation and pump station water and sediments at Rana Gruber

| IFE/S-2020-45 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

2019-111-050	Pstas	16.12.2019	Sediment	NF	NF
2019-111-052	Flot	13.12.2019	Filtrate	0,223	0,351
2019-111-054	Pstas	18.12.2019	Filtrate	NF	0,031
2019-111-054	Pstas	18.12.2019	Sediment	NF	NF
2019-111-056	Pstas	17.12.2019	Filtrate	NF	0,033
2019-111-056	Pstas	17.12.2019	Sediment	NF	NF
2019-111-058	Pstas	23.01.2020	Filtrate	NF	0,226
2019-111-058	Pstas	23.01.2020	Sediment	NF	NF
2019-111-060	Pstas	10.01.2020	Filtrate	NF	0,033
2019-111-060	Pstas	10.01.2020	Sediment	NF	NF
2019-111-062	Pstas	09.01.2020	Filtrate	NF	0,242
2019-111-062	Pstas	09.01.2020	Sediment	NF	NF
2019-111-064	Flot	23.01.2020	Filtrate	0,177	0,228
2019-111-064	Flot	23.01.2020	Sediment	NF	0,035
2019-111-066	Flot	10.01.2020	Filtrate	0,182	0,257
2019-111-066	Flot	10.01.2020	Sediment	NF	NF
2019-111-068	Flot	17.01.2020	Filtrate	0,177	0,228
2019-111-068	Flot	17.01.2020	Sediment	NF	NF
2019-111-070	Flot	09.01.2020	Filtrate	0,161	0,709
2019-111-070	Flot	09.01.2020	Sediment	NF	NF
2019-111-072	Flot	18.12.2019	Filtrate	0,295	0,836
2019-111-072	Flot	18.12.2019	Sediment	NF	NF
2019-111-072	Flot	18.12.2019	Rerun	0,074	0,042
2019-111-079	Pstas	23.01.2020	Filtrate	NF	NF
2019-111-085	Flot	17.12.2019	Filtrate	NF	NF
2019-111-086	Pstas	Unmarked	Filtrate	NF	NF
2019-111-087	Pstas	17.01.2020	Filtrate	NF	NF
2019-111-099	Flot	18.11.2019	Filtrate	NF	NF
2019-111-100	Flot	28.11.2019	Filtrate	NF	NF
2019-111-103	Flot	18.11.2019	Filtrate	NF	NF
2019-111-105	OPKT	25.09.2019	Filtrate	NF	NF
2019-111-108	OPKT	25.03.2020	Filtrate	NF	NF

### Institute for Energy Technology

P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
 Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)

DocuSign Envelope ID: D87A7908-D559-4021-93C8-18AE9F947643



## Analysis Certificate

Sodium oleate and abiatic acid in flotation and pump station water and sediments at Rana Gruber

| IFE/ S-2020-45 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

I hereby confirm that the results presented is authentic and accurate.

DocuSigned by:

*Fred Martin Kaaby*

4E1F6AB1E7AB494...

---

Fred Martin Kaaby, M.Sc. Organic chemistry

DocuSigned by:

*Ingar Johansen*

7ADFAB1402D6475...

---

Ingar Johansen, Fagruppeleder Analyse

**Institute for Energy Technology**  
P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)

DocuSign Envelope ID: D87A7908-D559-4021-93C8-18AE9F947643



## Analysis Certificate

Sodium oleate and abiestic acid in flotation and  
pump station water and sediments at Rana Gruber

| IFE/S-2020-45 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby



## Analysis Certificate

Total hydrocarbons in flotation and pump station  
water and sediments at Rana Gruber

| IFE/ S-2020-44 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

### 1 Samples

A sample overview is presented in Table 1. Sampling was done by Rana Gruber and sent IFE in October 2019 - March 2020.

Table 1 Sample Overview and condition when received

IFE Sample ID	Sample ID	Condition when recieved
2019-111-005	Flot14112019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-008	Pstas2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-009	Pstas3112019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-011	Flot13112019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-013	Flot25112019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-015	Pstas18112019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-017	Pstas22112019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-019	Flot3122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-021	Pstas25112019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-023	Pstas26112019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-025	Pstas28112019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-027	Pstas3122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-029	Pstas6122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-031	Flot6122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-033	Flot11122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-035	Pstas09122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-037	Flot09122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-039	Pstas10122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-039	Pstas10122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-041	Flot12122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-043	Pstas11122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-045	Pstas12122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-047	Pstas13122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-049	Pstas16122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-051	Flot13122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.

Institute for Energy Technology  
P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)





## Analysis Certificate

Total hydrocarbons in flotation and pump station water and sediments at Rana Gruber

| IFE/S-2020-44 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

2019-111-053	Pstas18122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-055	Pstas17122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-057	Pstas23012020	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-059	Pstas10012020	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-061	Pstas09012020	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-063	Flot23012020	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-065	Flot10012020	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-067	Flot17012020	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-069	Flot09012020	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-071	Flot18122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-080	Pstas23012020	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-081	Pstas16122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-082	Flot16122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-084	Pstas18122019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-102	Pstas20112019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-104	Flot28112019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-106	Opkt11102019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-107	Opkt26032020	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.

## 2 Method

The procedure followed the NS-EN ISO 9377-2:2001 with a Polaris Q Ion Trap Mass spectrometer (MS) from Thermo. We used the mass range  $m/z$  56-58 to filter out the presence of alkanes, in addition to relying on the absorbing capabilities of the Florosil Solid Sorbent Cartridges.

Total hydrocarbon standards (Type A and B) and Extraction Medium Stock Solution were purchased from Sigma-Aldrich/Merck, p/n 18602-2ML-F and 49574-100ML-F. The standards were diluted to obtain the calibration curve in Figure 1.

Institute for Energy Technology  
P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)



## Analysis Certificate

Total hydrocarbons in flotation and pump station water and sediments at Rana Gruber

| IFE/ S-2020-44 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

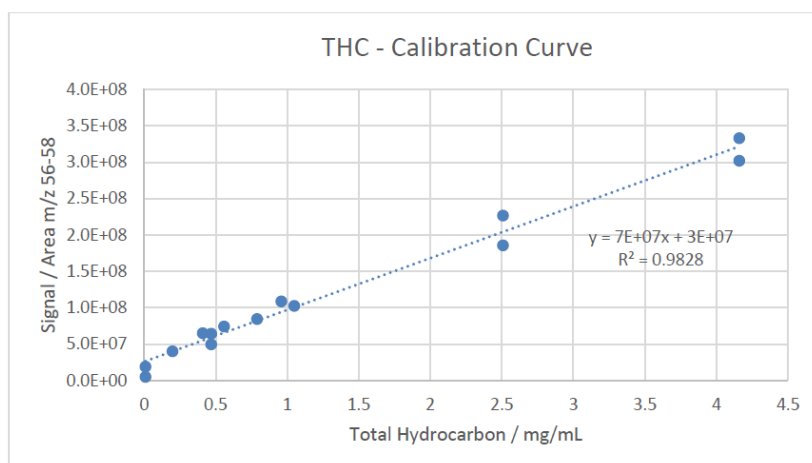


Figure 1 Total Hydrocarbon Calibration curve.

IFE received the samples from Rana Gruber in 1L graduated bottles. We shook any overfilled sample bottles before adjusting the volume to 900 mL. The samples were then filtrated using vacuum suction and glass fiber filters. The filtrates were tared when dry, and sulfuric acid was added until pH was 1-2. 50 mL ISO 9377 extraction solvent (heptane) was added to the filtrate, and the bottle was vigorously shaken for 30-40 minutes. The organic layer was removed quantitatively and then prepared using Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/Florosil tubes.

25 mL acidified water and 25 mL extraction solvent was added to 4-6g of homogenised and weighed filtride. The filtride was then sonicated for 30-40 minutes and centrifuged at 4000 RPM, before the organic extract was prepared using Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/Florosil tubes. All the extracts were left to evaporate in a fume hood until 0.5 mL was left, and then added to a tared GC-vial.

GC-MS analysis was done on a Thermo Polaris Q ion trap mass spectrometer running in full Scan (m/z 75-650) in positive electron ionisation mode. 1 microliter extract was injected by an AS3000 autosampler on a Thermo split-injector in splitless mode, with the splitless time adjusted to 3 minutes. The trace gas chromatograph was equipped with a 30m 0.32mm ID, 0.25 µm film, Agilent DB-1 column.

Data processing was done manually in Excalibur 3.0 and calibration followed ISO 9377. The chromatogram was integrated between decane and tetracontane as they are present as internal standard in the ISO 9377 extraction solvent.

**Institute for Energy Technology**  
 P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
 Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)



## Analysis Certificate

Total hydrocarbons in flotation and pump station water and sediments at Rana Gruber

| IFE/ S-2020-44 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

### 3 Result

Results are presented in Table 2.

Table 2 Results of Total hydrocarbon in water samples. Sediments are marked with "s" in our sample ID.

IFE Sample ID	Sample ID	Date	Type	Sediment THC / mg/g	Filtrate THC / mg/L
2019-111-005	Flot14112019	14.11.2019	Filtrate		10,3
2019-111-008	Pstas2019	X.X.2019	Filtrate		0,62
2019-111-009	Pstas3112019	31.12.2019	Filtrate		5,04
2019-111-011	Flot13112019	13.11.2019	Filtrate		22,9
2019-111-013	Flot25112019	25.11.2019	Filtrate		10,5
2019-111-015	Pstas18112019	18.11.2019	Filtrate		3,44
2019-111-017	Pstas22112019	22.11.2019	Filtrate		5,46
2019-111-019	Flot3122019	31.12.2019	Filtrate		1,42
2019-111-021	Pstas25112019	25.11.2019	Filtrate		8,61
2019-111-023	Pstas26112019	26.11.2019	Filtrate		6,36
2019-111-025	Pstas28112019	28.11.2019	Filtrate		10,5
2019-111-027	Pstas3122019	31.12.2019	Filtrate		14,3
2019-111-029	Pstas6122019	06.12.2019	Filtrate		2,04
2019-111-031	Flot6122019	06.12.2019	Filtrate		13,9
2019-111-033s	Flot11122019	11.12.2019	Sediment	1,07	
2019-111-033	Flot11122019	11.12.2019	Filtrate		3,57
2019-111-035s	Pstas09122019	09.12.2019	Sediment	1,17	
2019-111-035	Pstas09122019	09.12.2019	Filtrate		4,01
2019-111-037s	Flot09122019	09.12.2019	Sediment	1,5	
2019-111-037	Flot09122019	09.12.2019	Filtrate		4,6
2019-111-039	Pstas10122019	10.12.2019	Sediment	1,15	
2019-111-039	Pstas10122019	10.12.2019	Filtrate		5,35
2019-111-041s	Flot12122019	12.12.2019	Sediment	0,9	
2019-111-041	Flot12122019	12.12.2019	Filtrate		6,34
2019-111-043s	Pstas11122019	11.12.2019	Sediment	1,51	
2019-111-043	Pstas11122019	11.12.2019	Filtrate		6,14
2019-111-045s	Pstas12122019	12.12.2019	Sediment	1,81	
2019-111-045	Pstas12122019	12.12.2019	Filtrate		4,81
2019-111-047s	Pstas13122019	13.12.2019	Sediment	1,03	
2019-111-047	Pstas13122019	13.12.2019	Filtrate		4,56

#### Institute for Energy Technology

P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
 Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)

DocuSign Envelope ID: 913844D3-CC71-4091-9444-A46A9C419B44



## Analysis Certificate

Total hydrocarbons in flotation and pump station  
water and sediments at Rana Gruber

| IFE/ S-2020-44 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

2019-111-049s	Pstas16122019	16.12.2019	Sediment	1,04	
2019-111-049	Pstas16122019	16.12.2019	Filtrate		3,11
2019-111-051s	Flot13122019	13.12.2019	Sediment	1,31	
2019-111-051	Flot13122019	13.12.2019	Filtrate		3,41
2019-111-053s	Pstas18122019	18.12.2019	Sediment	1,77	
2019-111-053	Pstas18122019	18.12.2019	Filtrate		1,26
2019-111-055s	Pstas17122019	17.12.2019	Sediment	1,48	
2019-111-055	Pstas17122019	17.12.2019	Filtrate		2,03
2019-111-057s	Pstas23012020	23.01.2019	Sediment	1,18	
2019-111-057	Pstas23012020	23.01.2019	Filtrate		1,16
2019-111-059s	Pstas10012020	19.01.2020	Sediment	1,05	
2019-111-059	Pstas10012020	10.01.2020	Filtrate		1,23
2019-111-061s	Pstas09012020	09.01.2020	Sediment	1,42	
2019-111-061	Pstas09012020	09.01.2020	Filtrate		3,07
2019-111-063s	Flot23012020	23.01.2020	Sediment	1,57	
2019-111-063	Flot23012020	23.01.2020	Filtrate		1,58
2019-111-065s	Flot10012020	10.01.2020	Sediment	1,22	
2019-111-065	Flot10012020	10.01.2020	Filtrate		0,9
2019-111-067s	Flot17012020	17.01.2020	Sediment	2,42	
2019-111-067	Flot17012020	17.01.2020	Filtrate		1,37
2019-111-069s	Flot09012020	09.01.2020	Sediment	1,51	
2019-111-069	Flot09012020	09.01.2020	Filtrate		1,78
2019-111-071s	Flot18122019	18.12.2020	Sediment	1,14	
2019-111-071	Flot18122019	18.12.2020	Filtrate		0,97
2019-111-080	Pstas23012020	23.01.2020	Filtrate		0,29
2019-111-081	Pstas16122019	16.12.2019	Filtrate		0,85
2019-111-082	Flot16122019	16.12.2019	Filtrate		0,32
2019-111-084	Pstas18122019	18.12.2019	Filtrate		0,61
2019-111-102	Pstas20112019	20.11.2019	Filtrate		1,41
2019-111-104	Flot28112019	28.11.2019	Filtrate		1,09
2019-111-106	Opkt11102019	11.10.2019	Filtrate		1,87
2019-111-107	Opkt26032020	26.03.2020	Filtrate		0,5

**Institute for Energy Technology**  
P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)

DocuSign Envelope ID: 913844D3-CC71-4091-9444-A46A9C419B44




## Analysis Certificate

Total hydrocarbons in flotation and pump station  
water and sediments at Rana Gruber

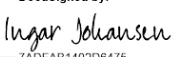
| IFE/ S-2020-44 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

I hereby confirm that the results presented is authentic and accurate.

DocuSigned by:  
  
4E1F6AB1E7AB494

---

Fred Martin Kaaby, M.Sc. Organic chemistry

DocuSigned by:  
  
7ADFAB1402D6475

---

Ingar Johansen, Fagruppeleder Analyse

**Institute for Energy Technology**  
P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)

DocuSign Envelope ID: 913844D3-CC71-4091-9444-A46A9C419B44



## Analysis Certificate

Total hydrocarbons in flotation and pump station  
water and sediments at Rana Gruber

| IFE/S-2020-44 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

DocuSign Envelope ID: 4B83C4BE-66AF-428E-B321-0EC22BAC7CD0



## Analysis Certificate

Carboxymethyl Cellulose in flotation and pump station water at Rana Gruber

| IFE/S-2020-43 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

### 1 Samples

A sample overview is presented in Table 1. Sampling was done by Rana Gruber and sent IFE in October 2019 - March 2020.

Table 1 Sample Overview and condition when received

IFE Sample ID	Sample ID	Condition when recieved
2019-111-093	Pstas 06.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-097	Pstas 12.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-106	Opkt 11.10.2019	Water sample in graduated glass bottle.
2019-111-105	Opkt 25.09.2019	Water sample in graduated glass bottle.
2019-111-096	Pstas 11.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-094	Pstas 09.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-107	Opkt 26.03.2020	Water sample in graduated glass bottle.
2019-111-100	Flot 28.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-077	Pstas 09.01.2020	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-084	Pstas 18.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-104	Pstas 28.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-090	Pstas 26.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-089	Pstas 25.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-075	Pstas 10.01.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-092	Pstas 03.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-095	Pstas 10.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-102	Pstas 20.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-085	Flot 17.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-081	Pstas 16.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-101	Pstas 22.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-098	Pstas 13.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-099	Flot 18.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-088	Pstas 18.11.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.
2019-111-098	Pstas 13.12.2019	Water sample in graduated glass bottle. Sediments visible.

Institute for Energy Technology  
 P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
 Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)

DocuSign Envelope ID: 4B83C4BE-66AF-428E-B321-0EC22BAC7CD0



## Analysis Certificate

Carboxymethyl Cellulose in flotation and pump station water at Rana Gruber

| IFE/S-2020-43 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

### 2 Method

In the common phenol method for carbohydrate analysis, concentrated sulfuric acid is used to break down polysaccharides, oligosaccharides, and disaccharides to monosaccharides. These compounds then react with phenol to produce a yellow-gold color. For products that are high in hexose sugars, glucose is commonly used to create the standard curve, and the absorption is measured at 490 nm. The color for this reaction is stable for several hours, and the accuracy of the method is within  $\pm 2\%$  under proper conditions.

50 mL of the water sample was collected from each of the water bottles. The aliquots were put on a heated block for 24 hours to reduce volume and the final volume was noted down. 1 mL sample was collected and added to a reagent tube. 1 mL 5% phenol solution was then added. 5 mL concentrated (96-98%) Sulphuric acid was carefully added in a slow stream directly into the sample-phenol solution. The reagent tube was shaken and left to stand in one day before photometric measurement at 480 nm using a single beam UviLine 9100 spectrophotometer from Schott Instruments. Calibration curves are shown in figures 2 and 3.

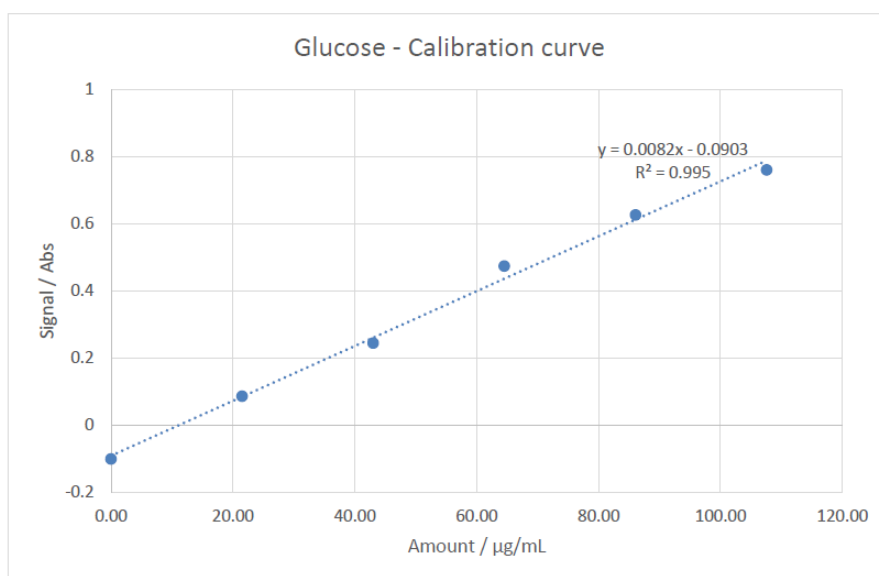


Figure 1 Calibration curve of standard glucose solutions.

Institute for Energy Technology  
P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)



DocuSign Envelope ID: 4B83C4BE-66AF-428E-B321-0EC22BAC7CDD



## Analysis Certificate

Carboxymethyl Cellulose in flotation and pump station water at Rana Gruber

| IFE/S-2020-43 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

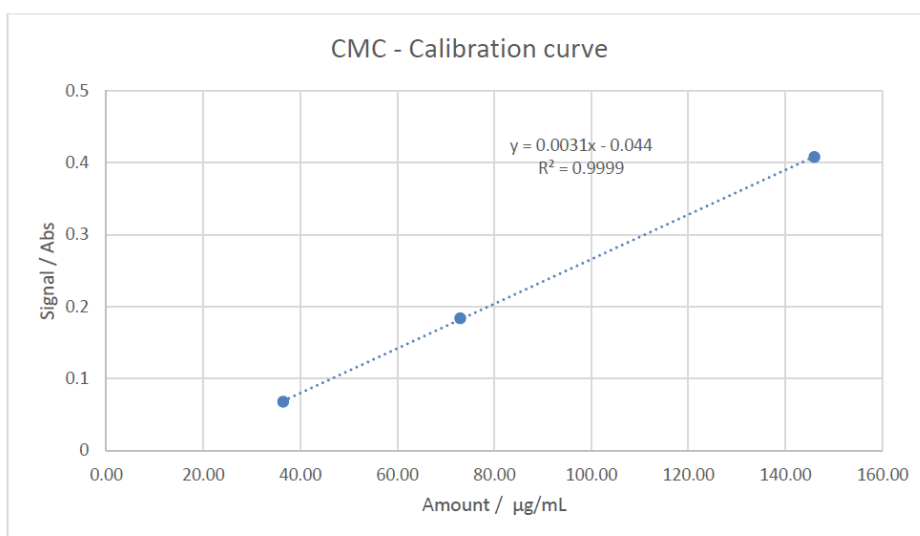


Figure 2 Calibration curve with standard CMC solution (CMC chemical provided by Rana Gruber)

The spectra of the samples matched the glucose spectra. No interfering peaks were visible after one day standby of the sample.

### 3 Result

Results are presented in Table 2.

**Institute for Energy Technology**  
P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)

DocuSign Envelope ID: 4B83C4BE-66AF-428E-B321-0EC22BAC7CDD



## Analysis Certificate

Carboxymethyl Cellulose in flotation and pump station water at Rana Gruber

| IFE/ S-2020-43 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

Table 2 Results

IFE Sample ID	Sample date	Sample ID	Signal / Abs <sub>480nm</sub>	ug/mL CMC in Glucose units	ug/mL CMC
2019-111-093	06.12.2019	Pstas 06.12.2019	0,233	12,5	28,2
2019-111-097	12.12.2019	Pstas 12.12.2019	0,46	28,1	67,6
2019-111-106	11.10.2019	Opkt 11.10.2019	0,506	27,6	67,1
2019-111-105	25.09.2019	Opkt 25.09.2019	0	<4,8	<6,2
2019-111-096	11.12.2019	Pstas 11.12.2019	0,35	16,2	38,1
2019-111-094	09.12.2019	Pstas 09.12.2019	0,163	9,3	19,9
2019-111-107	26.03.2020	Opkt 26.03.2020	0	<4,21	<5,39
2019-111-100	28.11.2019	Flot 28.11.2019	0	2,9	<3,69
2019-111-077	09.01.2020	Pstas 09.01.2020	0,07	5,9	11,0
2019-111-084	18.12.2019	Pstas 18.12.2019	0,516	21,7	52,8
2019-111-104	28.11.2019	Pstas 28.11.2019	0,143	7,9	16,7
2019-111-090	26.11.2019	Pstas 26.11.2019	0	< 3,32	<4,26
2019-111-089	25.11.2019	Pstas 25.11.2019	0	<3,32	<4,26
2019-111-075	10.01.2019	Pstas 10.01.2019	0,443	20,3	48,7
2019-111-092	03.12.2019	Pstas 03.12.2019	0,469	21,7	52,3
2019-111-095	10.12.2019	Pstas 10.12.2019	0,088	6,1	11,9
2019-111-102	20.11.2019	Pstas 20.11.2019	0,578	22,9	56,2
2019-111-085	17.12.2019	Flot 17.12.2019	0,158	9,1	19,5
2019-111-081	16.12.2019	Pstas 16.12.2019	0,135	9,3	19,4
2019-111-101	22.11.2019	Pstas 22.11.2019	0,242	9,0	20,3
2019-111-098	13.12.2019	Pstas 13.12.2019	0	<3,52	<4,51
2019-111-099	18.11.2019	Flot 18.11.2019	0,46	20,2	48,8
2019-111-088	18.11.2019	Pstas 18.11.2019	0,028	4,6	7,4
2019-111-098	13.11.2019	Pstas 13.11.2019	0,463	20,1	48,4

I hereby confirm that the results presented is authentic and accurate.

DocuSigned by:

*Fred Martin Kaaby*

4E1F6AB1E7AB494...

Fred Martin Kaaby, M.Sc. Organic chemistry

DocuSigned by:

*Ingar Johansen*

7ADFAB1402D6475...

Ingar Johansen, Fagruppeleder Analyse

**Institute for Energy Technology**  
 P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
 Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)

DocuSign Envelope ID: 4B83C4BE-66AF-428E-B321-0EC22BAC7CD0



## Analysis Certificate

Carboxymethyl Cellulose in flotation and pump  
station water at Rana Gruber

| IFE/S-2020-43 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby



## Analysis Certificate

### Sodium Oleate and Abietic Acid in sediments

| IFE/S-2020-42 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

#### 1 Samples

Sample overview for samples received in mail in July 2020. An overview is presented in Table 1. Map of the location in the Rana fjord is presented in Figure 1. Sampling was done by Sigurd Øxnevad in NIVA for Rana Gruber.

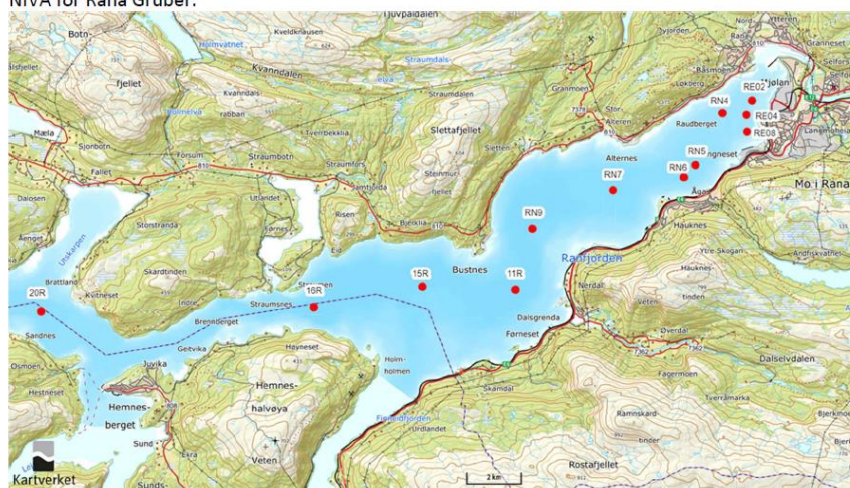


Figure 1 Locations of samples. Sampling was done by NIVA.

Table 1 Sample Overview and condition when received

IFE Sample ID	Your sample id	Condition when received
2019-111-110B	RE08	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-111B	11RB_0-2	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-112B	15RB_0-2	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-113B	RE02B	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-114B	RN6B	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-115B	RE04B	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-116B	RN4B	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-117B	RN9_0-2	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-118B	17RB_0-2	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-119B	RN5B	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-120B	20RB_0-2	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-121B	RN07B	Plastic bag with wet ocean sediments

Institute for Energy Technology  
P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)



## Analysis Certificate

### Sodium Oleate and Abietic Acid in sediments

| IFE/S-2020-42 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

## 2 Method

The nature of the target compounds as carboxylic acids made a pretreatment procedure necessary before Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) analysis. We used 1-(Trimethylsilyl)imidazole/Pyridine mixture (TMSI, Sigma-Aldrich/Merck, 92718-25ML) as a derivatisation agent, due to its good conversion capabilities to trimethylsilyl ethers (TMS). The derivatisation method required drying of the extract with anhydrous sodium sulfate.

IFE received the samples from Rana Gruber in marked plastic bags. The airdried sediments were homogenized and tared. 25 mL acidified water and 25 mL extraction solvent (heptane with Betulin as internal standard) was added to 4-6g of sediment. The sediments were then vigorously shaken for 30-40 minutes and centrifuged at 4000 RPM. The organic extracts were separated either by pipette or by centrifugation. The extracts were dried using anhydrous sodium sulfate. The volume was reduced by evaporation until 0,5 mL remained, and subsequently transferred to GC-vials. 0,5 mL 1-(Trimethylsilyl)imidazole - Pyridine mixture (Sigma-Aldrich/Merck, 92718-25ML) was added for derivatisation before GC-MS analysis.

GC-MS analysis was done on a Thermo Polaris Q ion trap mass spectrometer running in full Scan (m/z 75-650) in positive electron ionisation mode. 1 microliter extract was injected by an AS3000 autosampler on a Thermo split-injector in splitless mode, with the splitless time adjusted to 3 minutes. The trace gas chromatograph was equipped with a 30m 0.32mm ID, 0.25  $\mu$ m film, Agilent DB-1 column. The raw data was processed using Excalibur 3.0, and all analytes were quantified using the method of internal standard addition. The calibration curves are shown in Figure 2. The peaks were automatically identified from the mass spectra of standards. The TMS derivate of Oleic Acid was integrated using the sum of the key ions m/z 75, 129, 339 and 357. The TMS derivate of Abietic Acid was integrated using the sum of the key ions m/z 185, 256 and 374. Betulin was used as internal standard.

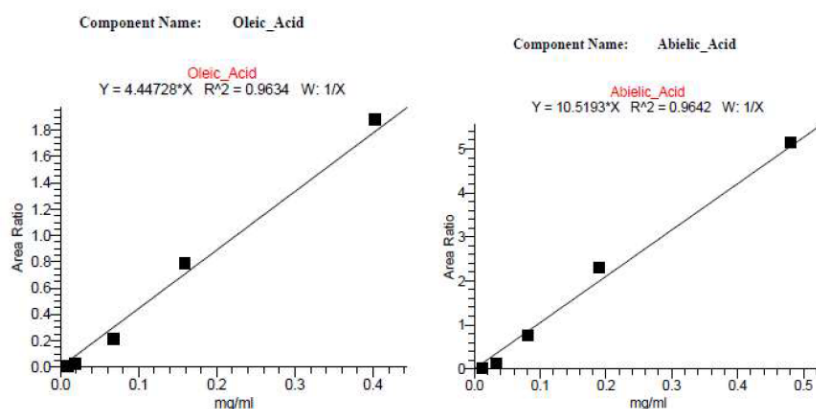


Figure 2 Calibration curves from the method of internal standard addition, for the compounds Oleic acid (left) and Abietic Acid (right) after derivatization with TMSI.

Institute for Energy Technology  
P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)

DocuSign Envelope ID: E042F36D-50AC-48FE-9B9B-E660557C4128



## Analysis Certificate

### Sodium Oleate and Abietic Acid in sediments

| IFE/S-2020-42 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

### 3 Result

Results are presented in Table 1.

Table 2 Total Hydrocarbon Amounts of ocean sediments from the Rana Fjord

IFE sample ID	Client sample ID	Abietic acid/ mg/g	Oleic acid/ mg/g
2019-111-110B	RE08	NF	NF
2019-111-111B	11RB_0-2	NF	NF
2019-111-112B	15RB_0-2	NF	NF
2019-111-113B	RE02B	NF	NF
2019-111-114B	RN6B	NF	NF
2019-111-115B	RE04B	NF	NF
2019-111-116B	RN4B	NF	NF
2019-111-117B	RN9_0-2	NF	NF
2019-111-118B	17RB_0-2	NF	NF
2019-111-119B	RN5B	NF	NF
2019-111-120B	20RB_0-2	NF	NF
2019-111-121B	RN07B	NF	NF

I hereby confirm that the results presented is authentic and accurate.

DocuSigned by:

*Fred Martin Kaaby*

4E1F6AB1E7AB494...

Fred Martin Kaaby, M.Sc. Organic chemistry

DocuSigned by:

*Ingar Johansen*

7ADFAB1402D6475...

Ingar Johansen, Fagruppeleder Analyse

**Institute for Energy Technology**  
 P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
 Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)

DocuSign Envelope ID: E042F36D-50AC-48FE-9B9B-E660557C4128



**Analysis Certificate**  
**Sodium Oleate and Abietic Acid in sediments**

| IFE/S-2020-42 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby



# Analysis Certificate

## Total Hydrocarbons in sediments

| IFE/S-2020-41 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

### 1 Samples

Sample overview for samples received in mail in July 2020. An overview is presented in Table 1. Map of the location in the Rana fjord is presented in Figure 1. Sampling was done by Sigurd Øxnevad in NIVA for Rana Gruber.



Figure 1 Locations of samples. Sampling was done by NIVA.

Table 1 Sample Overview and condition when received

IFE Sample ID	Your sample id	Condition when received
2019-111-110A	RE08	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-111A	11RB_0-2	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-112A	15RB_0-2	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-113A	RE02B	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-114A	RN6B	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-115A	RE04B	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-116A	RN4B	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-117A	RN9_0-2	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-118A	17RB_0-2	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-119A	RN5B	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-120A	20RB_0-2	Plastic bag with wet ocean sediments
2019-111-121A	RN07B	Plastic bag with wet ocean sediments





## Analysis Certificate

### Total Hydrocarbons in sediments

| IFE/S-2020-41 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

## 2 Method

The procedure followed the NS-EN ISO 9377-2:2001 but with a Polaris Q Ion Trap Mass spectrometer (MS) from Thermo. We used the mass range m/z 56-58 to filter out the presence of alkanes, in addition to relying on the absorbing capabilities of the Florosil Solid Sorbent Cartridges.

Total hydrocarbon standards (Type A and B) and Extraction Medium Stock Solution were purchased from Sigma-Aldrich/Merck, p/n 18602-2ML-F and 49574-100ML-F. The standards were diluted to obtain the calibration curve in Figure 2.

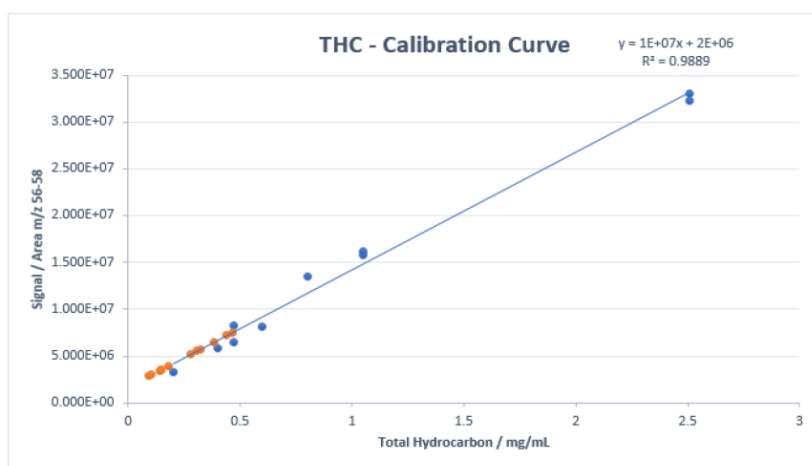


Figure 2 Total Hydrocarbon Calibration curve. Orange dots are samples.

After receiving the samples in labelled plastic bags, we airdried, homogenized and tared the sediments. 25 mL acidified water and 25 mL extraction solvent was added to 4-6 g of sediment. The sediments were then vigorously shaken for 30-40 minutes, before the organic extract was prepared using  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ /Florosil tubes. All the extracts were left to evaporate in a fume hood until 0.5 mL was left, and then added to a tared GC-vial.

The GC-MS analysis was done on a Thermo Polaris Q ion trap mass spectrometer running in full scan (m/z 75-650) in positive electron ionisation mode. One microliter extract was injected by an AS3000 autosampler on a Thermo split-injector in splitless mode, with the splitless time adjusted to 3 minutes. The trace gas chromatograph was equipped with a 30m 0.32mm ID, 0.25  $\mu\text{m}$  film, Agilent DB-1 column.

Data processing was done manually in Excalibur 3.0 and calibration followed ISO 9377. The chromatograms were integrated between decane and tetracontane as they are present as internal standard in the ISO 9377 extraction solvent.

DocuSign Envelope ID: BDA2F9A7-90FE-4C0B-B671-3B750CAE572C



## Analysis Certificate

### Total Hydrocarbons in sediments

| IFE/S-2020-41 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

### 3 Result

Results are presented in Table 1.

Table 2 Total Hydrocarbon Amounts of ocean sediments from the Rana Fjord

IFE sample ID	Client sample ID	THC / mg/g
2019-111-110A	RE08	1,29
2019-111-111A	11RB_0-2	0,31
2019-111-112A	15RB_0-2	0,43
2019-111-113A	RE02B	1,34
2019-111-114A	RN6B	0,54
2019-111-115A	RE04B	0,88
2019-111-116A	RN4B	0,98
2019-111-117A	RN9_0-2	0,47
2019-111-118A	17RB_0-2	0,30
2019-111-119A	RN5B	0,86
2019-111-120A	20RB_0-2	0,43
2019-111-121A	RN07B	0,85

I hereby confirm that the results presented is authentic and accurate.

DocuSigned by:  
  
 4E1F6AB1E7AB494...

Fred Martin Kaaby, M.Sc. Organic chemistry

DocuSigned by:  
  
 7ADFAB1402D6475...

Ingar Johansen, Faggrupeleder Analyse

**Institute for Energy Technology**  
 P.O. Box 40, NO-2027 Kjeller, Norway / P.O. Box 173, NO-1751 Halden  
 Telephone: +47 63 80 60 00/ +47 69 21 22 00  
<http://www.ife.no> / [firmapost@ife.no](mailto:firmapost@ife.no)

Page iii

DocuSign Envelope ID: BDA2F9A7-90FE-4C0B-B671-3B750CAE572C



## Analysis Certificate

Total Hydrocarbons in sediments

| IFE/S-2020-41 | November 24, 2020 | By Fred Martin Kaaby

# 7 Vedlegg B. Analyserapport fra Nouryon

Nouryon Surface Chemistry AB  
R&D- EMEA

**Nouryon**

## Laboratory Report

**Department:** Analysis EMEA  
**Date:** 2020-07-14  
**Reg No** ID: EU200709002  
**ANL No** AN: ANL20022  
**Project/Tasks No** PR: PFRD.06.60.310.16  
**Department of Request** DR: Mining external, NIVA  
**Purpose/Title** TI: Determination of Lilafлот D817M in sediment samples

**Summary/Abstract** AB: Twelve sediment samples were analyzed for the determination of Lilafлот D817M

**Key Words** KW: Lilafлот D817M, sediment, LC-MS, mining  
**Author** AU: Tssetsilas Sakis  
**Application Area** AA: Mining  
**Product Name** PN: Lilafлот D817M  
**Functional Properties** FP:  
**Customer/Person** CU: Øxnevad Sigurd  
**Country** CC: Sweden  
**Trade Name** TN:  
**Raw Materials** RM:  
**Patent** PA:  
**Safety Data** SA:  
**Distribution** Øxnevad Sigurd  
 Norsk Institutt for Vannforskning (NIVA)  
 Jon Lilletuns vei 3, 4879 Grimstad  
 E-post: [sigurd.oxnevad@niva.no](mailto:sigurd.oxnevad@niva.no)  
 Mobil: (+47) 45 26 70 36

Henrik Nordberg, Mining Application, Nouryon

Author Signature / Date

*Sakis Tssetsilas 14/7 - 20*

(Sakis Tssetsilas, Senior Researcher Analysis EMEA)

Report Approved by / Date

*Liselotte Hansen 16/7 - 20*

(Liselotte Hansen, Section Manager MAS)

This document is property of Nouryon. It is confidential and intended for the addressee only. Reproduction, issue or disclosure to third parties in any form is not permitted without permission from RD&I Surface Chemistry, Hamnvägen 2, 44485 Stenungsund

## 1. Sample information and method

Twelve sediment samples were submitted to Nouryon, Surface Chemistry EMEA in Stenungsund, Sweden, 8<sup>th</sup> of July 2020. The sediment samples were transported at cool temperature.

Table 1. Sample information.

Sample label
1. RN9 15/6 - 20, Dyp, øvre cm 0, Dyp nedre cm 2, O-200172
2. 11RA 15/6 - 20, Dyp, øvre cm 0, Dyp nedre cm 2, O-200172
3. RN4 15/6 - 20, O-200172
4. RE08 15/6 - 20, O-200172
5. RN07 15/6 - 20, O-200172
6. RN5 15/6 - 20, O-200172
7. RE02 15/6 - 20, O-200172
8. RN-6 15/6 - 20, O-200172
9. 17R 15/6 - 20, Dyp, øvre cm 0, Dyp nedre cm 2, O-200172
10. 15R 15/6 - 20, Dyp, øvre cm 0, Dyp nedre cm 2, O-200172
11. 20R 15/6 - 20, Dyp, øvre cm 0, Dyp nedre cm 2, O-200172
12. RE-04, 15/6 – 20, O-200172

The samples have been analyzed according to the validated method ANL14002<sup>1</sup>, with validation report ANL15039<sup>2</sup>. The validation report includes data such as extraction efficiencies and stability. Samples were allowed to reach ambient temperature before any sample preparation was performed. Two sample preparations for LCMS analysis were prepared. The samples were analyzed with the LCMS operated in MRM mode focusing on m/z: s of interest. Analysis was performed 9<sup>th</sup> – 10<sup>th</sup> of July 2020.

## 2. Results

Table 2. Results from the analysis of LilafloD817M in sediment samples

Sample	Replicate 1 LilafloD817M mg/kg dry solid	Replicate 2 LilafloD817M mg/kg dry solid	Average LilafloD817M mg/kg dry solid
1. RN9 15/6 - 20, Dyp, øvre cm 0, Dyp nedre cm 2, O-200172	<0.01	<0.01	<0.01
2. 11RA 15/6 - 20, Dyp, øvre cm 0, Dyp nedre cm 2, O-200172	<0.01	<0.01	<0.01
3. RN4 15/6 - 20, O-200172	<0.01	<0.01	<0.01
4. RE08 15/6 - 20, O-200172	<0.01	<0.01	<0.01
5. RN07 15/6 - 20, O-200172	<0.01	<0.01	<0.01
6. RN5 15/6 - 20, O-200172	<0.01	<0.01	<0.01
7. RE02 15/6 - 20, O-200172	<0.01	<0.01	<0.01
8. RN-6 15/6 - 20, O-200172	<0.01	<0.01	<0.01
9. 17R 15/6 - 20, Dyp, øvre cm 0, Dyp nedre cm 2, O-200172	<0.01	<0.01	<0.01
10. 15R 15/6 - 20, Dyp, øvre cm 0, Dyp nedre cm 2, O-200172	<0.01	<0.01	<0.01
11. 20R 15/6 - 20, Dyp, øvre cm 0, Dyp nedre cm 2, O-200172	<0.01	<0.01	<0.01
12. RE-04, 15/6 – 20, O-200172	<0.01	<0.01	<0.01

## 3. References

- ANL14002: Development of a UPLC-MS method for the determination of Lilaflo D817M in aqueous samples and in solid samples, Susanne Bergh, Measurement and Analytical Science; AkzoNobel, Stenungsund, Sweden, May 23, 2014.
- ANL15039: Validation of method ANL14002 for the determination of Lilaflo D817M in sediment samples from Ranfjord.

## NIVA: Norges ledende kompetansesenter på vannmiljø

Norsk institutt for vannforskning (NIVA) er Norges viktigste miljøforskningsinstitutt for vannfaglige spørsmål, og vi arbeider innenfor et bredt spekter av miljø, klima- og ressurs spørsmål. Vår forskerkompetanse kjennetegnes av en solid faglig bredde, og spisskompetanse innen mange viktige områder. Vi kombinerer forskning, overvåkning, utredning, problemløsning og rådgivning, og arbeider på tvers av fagområder.



Norsk institutt for vannforskning

Gaustadalléen 21 • 0349 Oslo  
Telefon: 02348 • Faks: 22 18 52 00  
[www.niva.no](http://www.niva.no) • [post@niva.no](mailto:post@niva.no)