

Xantat ved Nussir

Forbruk og konsekvenser ved bruk av xantat i kobberflotasjonen ved Nussir.

Forfattere:	Håkon Havskjold, Helge Rushfeldt og Kristine Nymoen
Versjon:	1.0
Dato:	2019-07-10
Distribusjon:	Miljødirektoratet
Oppdragsgiver:	Nussir ASA
Kontaktperson:	Øystein Rushfeldt



Figur 1: Xantat-flotasjon av kobbermalm fra Nussir utført ved NTNU (2015).

Innholdsfortegnelse

1	Bakgrunn.....	2
2	Om SIBX.....	2
2.1	Økotoksikologi.....	3
2.1.1	Fisk.....	4
2.1.2	Planter.....	4
2.1.3	Økotoksikologiske resultater.....	4
2.2	Nedbrytning.....	5
2.3	Nedbrytningskinetikk.....	5
2.3.1	Salinitetspåvirkning.....	6
3	Bruk og forbruk av xantater.....	7
3.1	SIBX og alternative kjemikalier.....	7
3.2	Beregning av forbruk.....	8
4	Xantatfordeling til produkter.....	9
4.1	Xantat til deponi.....	9
4.2	Beregninger av xantat-konsentrasjon til deponi.....	2
5	Kjemikalieovervåking.....	3
5.1	Forbruksovervåking.....	3
5.2	Overvåkning av overskuddsmasse.....	3
6	Kommentarer.....	4
7	Diskusjon og konklusjon.....	4
8	Referanser.....	6
9	Vedlegg.....	7

Sammendrag

Nussir ASA planlegger i sin gruvevirksomhet å benytte xantater som samlere i flotasjon av kobberminerale. Det finnes flere typer xantater, med større eller mindre grad av forskjellige kjemiske egenskaper. Miljødirektoratet har i sin tillatelse etter forurensningsloven avventet utredning for xantatene, og det har derfor vært av stor interesse for Nussir ASA å legge frem hvordan bruk og forbruk av xantatene vil bli utført, samt hvordan bruken av xantater vil kunne påvirke de naturlige biologiske systemene i området rundt gruvevirksomheten. Tilgjengelig litteratur har blitt brukt for å finne ut hvordan fisk (bl.a. regnbueørret) påvirkes av xantater, og i tillegg er det blitt utført laboratorieforsøk hvor blant annet alger og krepsdyr er blitt testet for ulike xantater. Litteratur er også brukt aktivt for å forstå den kjemiske oppbygningen av xantater, nedbrytningskinetikk og salinitetspåvirkning med tanke på at Nussir vil anvende sjødeponi. Nedbrytningen er svært avhengig av pH og temperatur, i Repparfjorden hvor pH ligger rundt 8 og hvor temperaturen varierer mellom 4 – 7.5°C grader er halveringstiden antatt å være omtrent 90 dager. Nye studier av samlere i sjøvann viser at det ved lave konsentrasjoner av xantat ikke vil være særlig stor grad av adsorbering (<4%).

Det er også utført omfattende arbeid i forhold til antatt bruk og forbruk av xantater og foretatt undersøkelser som viser hvilke fordelinger av kobberminerale som finnes i prøver tatt fra Nussir- og Ulverygg-malmen. Nussir ønsker med hensyn til miljøet å ha et så lavt forbruk av kjemikalier som mulig, deriblant xantat. I tillegg er det gjort beregninger for hvor mye xantater som vil følge til deponi. Rapporten inneholder også en utredning for hvordan kjemikalieovervåkingen vil foregå, både ved forbruk og overskuddsmassene. Resultatene viser at sannsynliggjorte konsentrasjoner av xantater som vil bli brukt i flotasjon ligger langt under tiltaksgrensene for økotoksikologi, og at SIBX vil være et godt valg. Xantatet er særlig effektivt, og fordi det er utelukkende kobbersulfider i Nussir- og Ulveryggen-malmen så vil ikke selektivitet være av stor betydning.

1 Bakgrunn

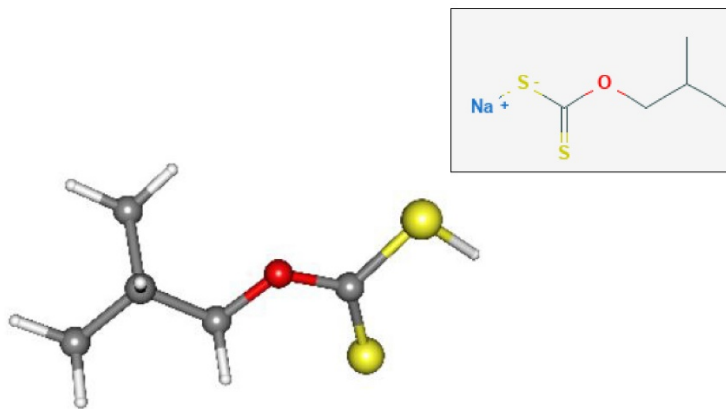
I miljødirektoratets dokument “Tillatelse til virksomhet etter forurensningsloven for Nussir ASA” med tilhørende tillatelsesnummer 2016.0051.T gitt den 15. januar 2016, står det at xantatene «avventer utredning».

Xantater brukes i flotasjonen av kobberminerale. Flotasjon er en skilleprosess som benytter en suspensjon av vann og mineraler der luftbobler tilsettes. Kjemikaliene som tilsettes adsorberes på kobbermineralene og gjør disse aerofile slik at de fester seg på luftboblene og flyter til overflaten der de kan skilles fra de andre mineralene i bergarten.

Nussir ASA søker å bruke opp mot 300kg/døgn ved maksimal produksjon (døgnsnitt av 2 millioner tonn malm per år) og 50 gram xantat per tonn malm som går inn på verket. Antatt gjennomsnittlig forbruk er halvparten, omtrent 25 gram xantat per tonn malm.

2 Om SIBX

SIBX er en forkortelse for Sodium Isobutyl Xanthate (CAS No. 25306-75-6), som kan oversettes til det norske navnet «Natrium Isobutyl Xantat». Det korrekte oversatte norske ordet for xantat er xantogenat, dette ordet er sjelden brukt i bransjen og vil derfor heller ikke benyttes i denne rapporten. SIBX har den kjemiske formelen: $C_5H_{10}OS_2Na$ (se molekylstruktur i Figur 2). Generelt, xantater har en heteropolar molekyl-struktur med en ikke-polar hydrokarbongruppe og en polar sulfidgruppe. En kjemisk overflatereaksjon danner en vannavstøtende film på mineraloverflaten, som tillater mineralpartikler å bæres av luftbobler til overflaten (NICNAS, 1995). SIBX har et langt kjede av karbon noe som gjør xantatet mer effektivt som kollektor sammenlignet med andre xantater som har kortere karbon-kjeder (ACD, 1972).



Figur 2: Molekylstrukturen til SIBX i 3D og 2D (øvre høyre hjørne). Rød farge indikerer oksygen, gul indikerer svovel, blå indikerer natrium, grå indikerer karbon og hvit indikerer hydrogen.

Interaksjonen som xantatet utfører ved flotasjon kan deles opp i to deler; mellom partikkeloverflaten og det ladede xantatet, og mellom den polare delen av xantatet og overflaten på luftbobla. Interaksjonen mellom xantatet og partikkeloverflaten vil bli sterkere ved økt ladning fra mineralet på partikkeloverflaten. Og/eller hvis xantationet har en større ladning ved stabilisering fra K^+ mot Na^+ , eller hvis strukturen på den polare enden er kortere eller mer forgreinet- i så tilfelle vil hydrokarbon-kjedene danne sterkere ladning på den ioniske enden (Michaud, 2014). Interaksjonen mellom xantatet og overflaten på luftbobla styres av to hovedfaktorer: stabiliteten eller rigiditet av luftboblas overflate og lengden av hydrokarbon-kjedet (Michaud, 2014). Jo lengre eller mer forgrenet hydrokarbon-kjedet er, jo bedre vil xantatet feste seg til luftboblas

overflate. Disse kjemiske faktorene er viktig med tanke på xantatenes evne til å adsorbere og oppnå en høy gjenvinningsgrad.

SIBX er ioniserte anioniske samlere som er effektive og selektive i flotasjon av sulfid-mineraler. SIBX som andre xantater er antatt å adsorberes på sulfidoverflater ved kjemiske krefter dannet mellom den polare gruppen og mineraloverflaten, som resulterer i et sterkt hydrofobisk og uløselig metallxantat (Napier-Munn and Wills, 2005). I denne rapporten diskuteres xantater, med spesielt fokus på det valgte xantatet SIBX. Xantater som ofte brukes til sammenligning i bransjen er listet opp i Tabell 1.

Tabell 1: Oversikt over xantatkomplekser nevnt i rapporten.

Forkortelse	Kjemisk navn	Formel	CAS No.
SIBX	Sodium Isobutyl Xanthate	$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{OCS}_2\text{Na}$	25306-75-6
SIPX	Sodium Isopropyl Xanthate	$(\text{CH}_3)_2\text{CHOCS}_2\text{Na}$	140-93-2
SEX	Sodium Ethyl Xanthate	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCS}_2\text{Na}$	40-90-9
KEX	Potassium Ethyl Xanthate	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCS}_2\text{K}$	140-89-6
KAX/PAX	Potassium Amyl Xanthate / Potassium Pentyl Xanthate	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{OCS}_2\text{K}$	2720-73-2

Det er sannsynlig at det vil brukes en promotør i tillegg til xantatet for å øke utvinning av gull og sølv. Dette vil inngå som en del av et flotasjonskjemikalium som blir spesialtilpasset til Nussir- og Ulveryggen malmene. Det er vanlig at kjemikalier tilpasses av kjemikalieleverandører til spesifikke malmer for å øke utvinning. I tilfelle kobberflotasjon er dette typiske et ditiofosfat, og vil være i størrelsesorden 5 g/tonn. *911 Metallurgist* er et kanadisk firma bestående av metallurger og mineralprosessingeniører, og de skriver følgende om valg av xantat:

The decision about which xanthate to use is typically based on dosage and cost. We tend to observe similar metallurgical performance using any of the xanthates, you just need a lower dosage as you go up in strength (Michaud, 2014).

Etter PAX er SIBX antatt å være det sterkeste xantatet, det gir en antagelse om at SIBX sammenlignet med andre xantater krever en mindre dose for å oppnå samme styrke. Det følger deretter at ved en lengre karbonkjede lengde så blir et xantat mindre selektivt. Dette har ingen betydning for det oppredningstekniske ved Nussir- og Ulveryggen malmene i og med forekomstene består utelukkende av kobbersulfider.

2.1 Økotoksikologi

Hovedaspektet i denne rapporten er økotoksikologi, hvor en utredning for hvordan xantater vil kunne påvirke de naturlige biologiske systemene i dette området er utredet. Korte forklaringer på noen relevante begrep og betegnelser som er brukt i rapporten er lagt ved i Tabell 2.

Tabell 2: Forklaring av begrep og betegnelser.

Forkortelse/begrep	Forklaring
LC ₅₀	Letaldose 50. Dosen av et kjemisk stoff som dreper 50 % av populasjonen*.
EC ₅₀	Effektiv konsentrasjon. Den konsentrasjonen av et stoff som gir en spesifikk effekt under testbetingelser etter en bestemt tid i 50 % av organismene som testes*.
Triggerverdi, TV («Trigger Value»)	Triggerverdier er konsentrasjoner som, om overskredet, vil indikere et <i>potensielt</i> miljøproblem, og så "trigge" en administrerende respons, f.eks. videre undersøkelser og påfølgende videreutvikling av retningslinjene i henhold til lokale forhold. (Oversatt fra NWQMS (2000))

*indikerer definisjoner hentet fra (UiO).

SIBX har flere toksikologiske egenskaper i konsentrert form slik det fremstilles når det leveres fra fabrikk. Oppløst xantat kan danne metallkomplekser som lettere kan tas opp av fisk og planter grunnet xantatets kjemiske egenskaper.

2.1.1 Fisk

Studier viser at hydrofobiske komplekser kan antas å være mer biotilgjengelig enn hydrofile komplekser. En studie utført på regnbueørret ga resultater som tyder på at opptaket av hydrofobisk metyl kvikksølv er fem ganger større enn opptaket av uorganiske kvikksølvioner, og skjer gjennom gjellene (Block and Pärt, 1986). Xantater kan danne hydrofobiske sammensetninger med tungmetaller, avhengig av om xantatet er hydrofobisk eller hydrofilt. Et annet studie har sammenlignet åtte xantaters påvirkning på regnbueørret, og viser at SIBX ved en tidseksponering på 96 timer og en temperatur på 10°C har en LC₅₀ på 10-100 mg/l. Til sammenligning har SEX og PAX ved samme konsentrasjon en LC₅₀ på henholdsvis 10-50 mg/l og ~18 mg/l (Webb et al., 1976). Det er også rapportert om forhøyede konsentrasjoner av Hg²⁺ og redusert opptak av Mn²⁺ ved eksponering for høye konsentrasjoner av xantater på brunørret (Borg et al., 1988).

2.1.2 Planter

Xantater er påvist å være skadelig for planteliv. Forsøk utført på andematfamilien (*L.minor*) viser at xantater tilsatt i ferskvann over tid blir tatt opp og akkumulert i plantene. Halveringstiden av SIBX uten ferskvannsplanten ble målt til 3.01, med ferskvannsplanten ble verdien målt til 2.57. Til sammenligning ble SIPX målt med verdier på henholdsvis 3.46 og 1.16 (Xu et al., 1988). Resultatene viser tydelig veksthemming og dødelighet blant plantene ved eksponering for xantatene. I samme studie ble også xantatene testet på ferskvannsplanten *Daphnia magna* (*D.magna*). EC₅₀ verdiene ble funnet til å være 0.35 mg/l, 3.0 mg/l, 3.6 mg/l og 3.7 mg/l for henholdsvis SEX, KAX, SIPX og SIBX.

I Nivas notat om xantater nevnes det at ifølge National Water Quality Management Strategy (NWQMS) indikeres en triggerverdi på 0.05 mg/L SIPX i akvatiske systemer. Dette stemmer ikke, NWQMS (2000) noterer en triggerverdi på 0.05µg/L for SIPX og 5µg/L for SIBX for påvirkning av akvatiske systemer.

2.1.3 Økotoksikologiske resultater

Nussir ASA har fått utført økotoksikologiske tester på microtox, alger og krepsdyr ved bruk av xantatene SIPX, SIBX og PAX, av Aquateam COWI. Resultatene er vist i Tabell 3 (full rapport kan leses i vedlegg A) og viser at xantatene er minst skadelig for krepsdyr. PAX er ifølge testene jevnt over det minst skadelige xantatet, etterfulgt av SIBX og SIPX.

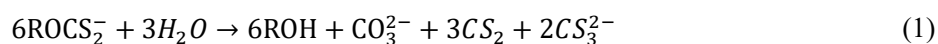
Tabell 3: Økotoksikologiske tester utført med ulike xantater på ulike substanser.

Xantat	Microtox (<i>Vibrio fischeri</i>)	Alger (<i>Skeletonema costatum</i>)	Krepsdyr (<i>Acartia tonsa</i>)
Flomin (SIPX)	Very toxic (EC ₅₀ = 0.60 mg/l)	Very toxic (EC ₅₀ = 0.72 mg/l)	Toxic (LC ₅₀ = 1.1 mg/l)
SIBX	Very toxic (EC ₅₀ = 0.32 mg/l)	Very toxic (EC ₅₀ = 0.72 mg/l)	Toxic (LC ₅₀ = 2.7 mg/l)
PAX	Toxic (EC ₅₀ = 1.2 mg/l)	Toxic (EC ₅₀ = 1.5 mg/l)	Toxic (LC ₅₀ = 3.2 mg/l)

*En test-substans er i henhold til EEC (European Economic Community) klassifisert som «Very Toxic» hvis EC₅₀ < 1 mg/l, «Toxic» hvis EC₅₀ = 1-10mg/l og «harmful» hvis EC₅₀ > 10-100 mg/l. Samme klassifisering gir at test-substanser er «Very Toxic» hvis LC₅₀ < 1mg/l, «Toxic» hvis LC₅₀ = 1-10 mg/l og «harmful» hvis LC₅₀ > 10-100 mg/l.

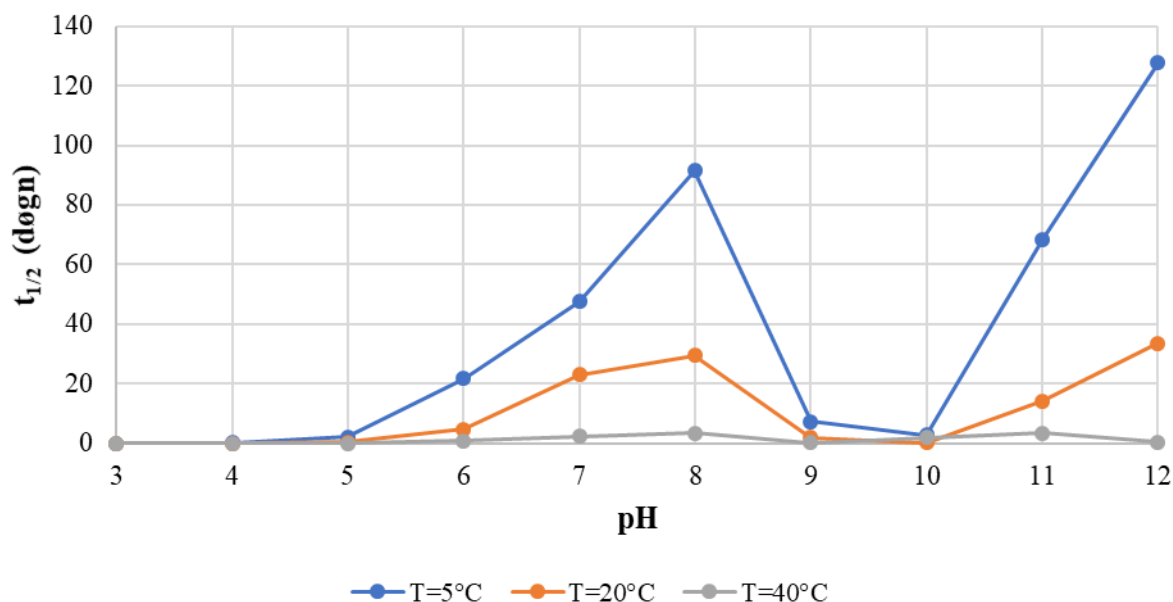
2.2 Nedbrytning

Nedbrytning av xantationet er komplisert og kan foregå ved tre ulike prosesser (NICNAS,1995) :**1)** I sur løsning brytes xantatene ned til alkalimetall kationer og xantat anioner. Løsningen utsettes for videre hydrolyse og danner xanthinsyre som brytes ned til karbonsulfid (CS₂) og alkohol. **2)** Xantatene oksideres til dixantogen. Omfanget av denne reaksjon er liten og veldig pH-avhengig. Likevekt nås etter at ca. 5-10 % av xantatet er oksidert, hvor den mest omfangsrike reaksjonen skjer ved lavest pH. **3)** I nøytrale og basiske løsninger, brytes xantatene ned ved hydrolytisk nedbrytning. Ytterligere hydrolyse av natriumtritiokarbonat til natriumkarbonat, hydrogensulfid, karbondisulfid til karbondioksid og hydrogensulfid kan forekomme. Reaksjonen katalyseres av alkoholen dannet fra xanthinsyren og er selvakselererende. Generelt sett, ved nøytral og basisk pH brytes xantat ned ved den siste prosessen- hydrolytisk nedbrytning (SGS, 2011). Nedbrytningen er vist i Likning 1.



2.3 Nedbrytningskinetikk

Det finnes lite eller ingen litteratur som omhandler nedbrytningskinetikken til SIBX, men det finnes noen artikler som beskriver nedbrytningskinetikken til SEX og antas å være sammenlignbar. Studiene utført på SEX viser at nedbrytningen er veldig avhengig av pH og temperatur. Disse to parameterne er plottet mot hverandre i Figur 3. Det kommer frem av figuren at halveringstiden både stiger og synker ved endring i pH-verdi, og at halveringstiden har en senkning ved økning av temperaturen fra 5°C til 40°C. Figur 3 viser også at det finnes et toppunkt ved 5°C og pH lik 8 hvor halveringstiden er beregnet til 91 dager i ferskvann (Sun and Forsling, 1997).



Figur 3: Halveringstiden plottet mot pH for temperaturer på henholdsvis 5°C, 20°C og 40°C for SEX. Diagrammet er basert på målinger gjort av Sun and Forsling (1997).

I Akvaplan-Nivas rapport 4973-02 «Marin grunnlagsundersøkelse i Repparfjorden, Finnmark 2010-2011» kommer det frem at Repparfjorden har en pH på 8. Temperaturmålinger utført i perioden juni-oktober i 2010 viser en temperaturøkning på bunn av fjorden fra 4°C i juni til 7.5°C i slutten av oktober (AkvaplanNiva,

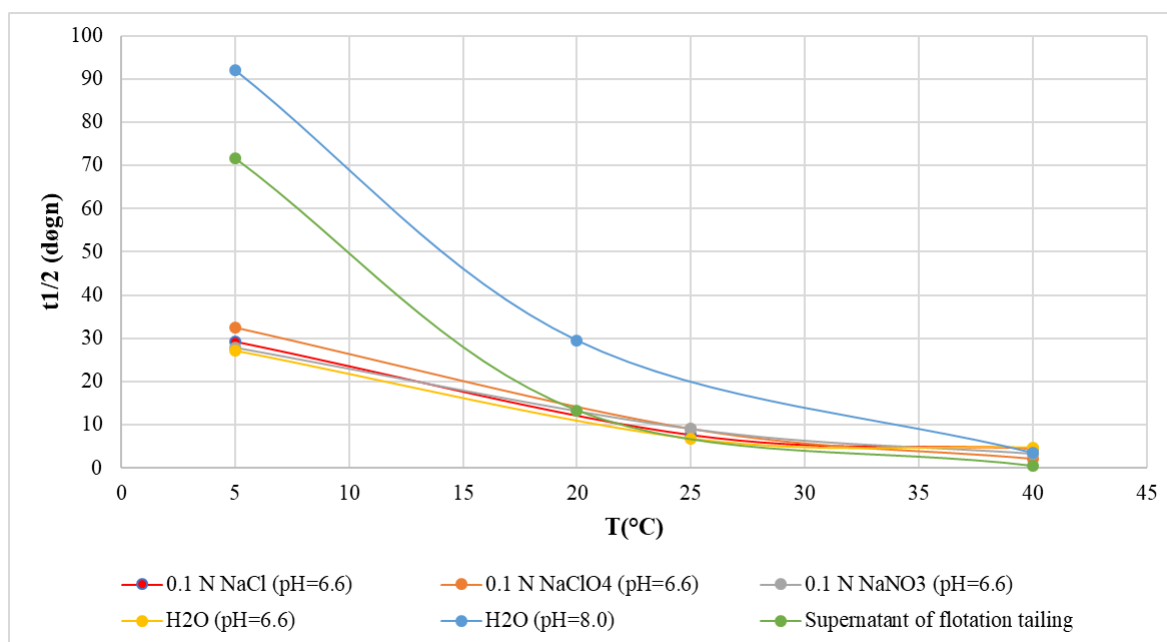
2011). Det er derfor rimelig å anta at halveringstiden til SIBX ved lik nedbrytningskinetikk som SEX vil ha en halveringstid på rundt 90 dager. I en studie gjort på bionedbrytning av ulike xantater ved en pH på 7.4 og en temperatur ved 25°C, viser resultatene at SIBX har en halveringstid på 3.20 døgn. Til sammenligning har SIPX og SEX ved samme betingelser en halveringstid på henholdsvis 5.24 og 1.85 døgn (Chen et al., 2010).

2.3.1 Salinitetspåvirkning

I Nussir ASAs begrunnelse for utslippstillatelse står det følgende:

I oppredningsprosessen brukes ferskvann, mens avgangen er planlagt sluppet ut i sjø. Sjøvann inneholder store mengder salter, og det er ikke kjent om bindingen av SIPX til overflater er like sterk i marint miljø som for ferskvann. Dersom det skjer overflatereaksjoner, som ionebytting, vil SIPX kunne løses ut i vannet, og dermed gi en høyere konsentrasjon i vannfasen enn NIVA legger til grunn i sin uttalelse (Miljødirektoratet, 2016).

I samme studie hvor det fremgår at nedbrytningskinetikken til xantater er temperatur- og pH-avhengige, er halveringstiden til SEX testet for salinitetspåvirkning. Resultatene fra testene er vist i Figur 4. Studiet viser at salinitet bidrar til en liten økning i halveringstid – fra 650 timer til 700 timer ved 0.1 N NaCl ved 5°C og pH 6.6, og at halveringstiden reduseres i tilfeller ved «supernatant of flotation liquids» (den gjenværende væsken ved sedimentering av overskuddsmassen) fra 2200 til 1700 timer ved pH=8 og en temperatur på 5°C (Sun and Forsling, 1997).



Figur 4: Halveringstid av xantatet SEX utført i ulike medier, data fra (Sun and Forsling, 1997).

Beregninger utført av NIVA baserer seg på den totale mengden xantat som følger overskuddsmassen, hvor det antas at all xantat løses opp, uavhengig av salinitet. Kort fortalt er beregningene i notatet NIVA (2012) slik: 24 mg SIPX brukes for hver kg malm (24 ppm), og 1% av dette følger overskuddsmassen (0,24 ppm). Videre er det valgt en konservativ høy partikkelmengde på 100 mg/l i vannmassene nær bunnen av fjorden. $100 \text{ mg/l} * 0,24 \text{ ppm} = 100 \text{ mg/l} * 0,24 * 10^{-6} = 0,024 \text{ } \mu\text{g/l}$ SIPX i vannfasen. Konsentrasjonen av xantatet kan ikke bli høyere enn dette, gitt riktig tallgrunnlag. Denne beregningen antas å være lik for xantatet SIBX.

Ingen artikler hvor det testes hvorvidt xantater påvirkes av ionebytting eller andre overflatereaksjoner er blitt funnet. Men en studie gjort av Wang et al. (2015) viser at lave konsentrasjoner av NaCl (<0.1M) gir en

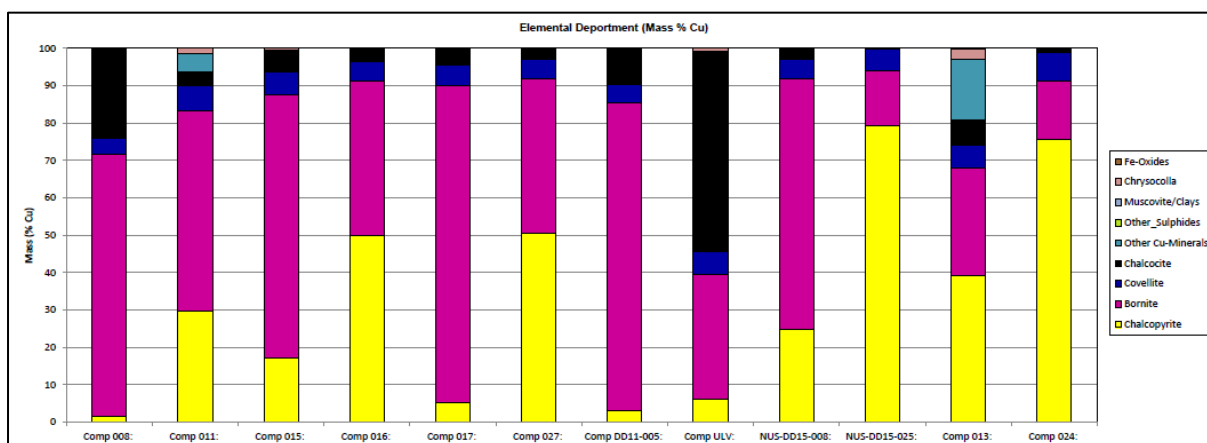
synkende induksjonstid ved økende NaCl konsentrasjon, mens det ved høye NaCl konsentrasjoner skjer en motsatt trend hvor induksjonstiden øker kraftig ved økende konsentrasjon av ioner. Videre følger det at salinitet (NaCl) kan redusere adsorbering av xantat på sulfidmineraler (KAX på sinkblende) grunnet konkurrerende adsorbering av salter på partikkeloverflaten. Det presiseres her at dette er i tilfeller hvor xantat tilføres i en saltvannspulp og ikke etter at xantatmolekylene har adsorbent på overflaten i ferskvann før det deponeres i saltvann.

Rolf Arne Kleiv og Olga Ibragimova (professor og postdoktor ansatt ved Norges teknisk- naturvitenskapelige universitet (NTNU) i Trondheim) har gjort undersøkelser vedrørende desorpsjon og nedbrytning av flotasjonskjemikalier før utslipp til sjø. Resultater fra forsøket viser at det innerste laget (monolaget) av kation kolloktoren viser sterk absorpsjon og vil i liten grad (<4%) desorberes ved kontakt med sjøvann, og at ytterforliggende lag (multilag) viser større grad av desorpsjon (15-30%) - denne økningen av desorpsjon er økt sammenliknet med ferskvann/prosessvann (Ibragimova and Kleiv, 2018). Imidlertid vil ikke en lav konsentrasjon av samlerkonsentrasjoner gi multilagsdesorpsjon og man kan derfor konkludere med at xantatene i praksis ikke desorberes i særlig grad i sjøvann (Ibragimova, 2018b).

3 Bruk og forbruk av xantater

Xantater brukes i forbindelse med flotasjon. I produksjon av kobberkonsentrat er flotasjon helt essensielt da det ikke foreligger noen reelle alternative skillemetoder som gir like godt resultat. Det er gitt at Nussir til enhver tid søker å bruke så små mengder som mulig av alle kjemikalier, inkludert xantater. Hovedårsakene til dette er miljø -og økonomiaspekter. Miljømessig er det ønskelig å bruke så lite kjemikalier som mulig, for å forhindre forurensning i størst mulig grad. Økonomisk er det et insentiv å redusere forbruket av kjemikalier til et minimum.

3.1 SIBX og alternative kjemikalier



Figur 5: Fordeling av kobbermineraler i prøver brukt i flotasjonsforsøk (Woodgrove, 2016).

Xantat er bransjestandard for utvinning av sulfider. Figur 5 viser en oversikt over fordelingen av kobbermineraler i prøver brukt i flotasjonsforsøk, hvordan kobberet er fordelt i ulike sulfider i Nussir og Ulveryggen malmene. Som figur 5 illustrerer er omtrent alt kobberet fordelt på tre kobbersulfider: bornitt, kobberkis og kobberglans.

Bulatovics (2007) håndbok laget spesielt for flotasjonsreagenser oppsummerer de beste flotasjonskjemikaliene for hvert av de tre mineralene slik:

- Bornitt (Cu_3FeS_3):

Mercaptobenothiozoles and trithiocarbonates, together with xanthates with higher carbon are good bornite collector combinations. (Bulatovic, 2007, s.241).

- Kobberkis (Chalkopyritt, CuFeS_2):

Chalcopyrite from coarse-grained sulfide ores floats readily with xanthate collector in a pH- region 5-11.5. (Bulatovic, 2007, s.240).

- Kobberglans (Chalcocite/Chalcosine, Cu_2S):

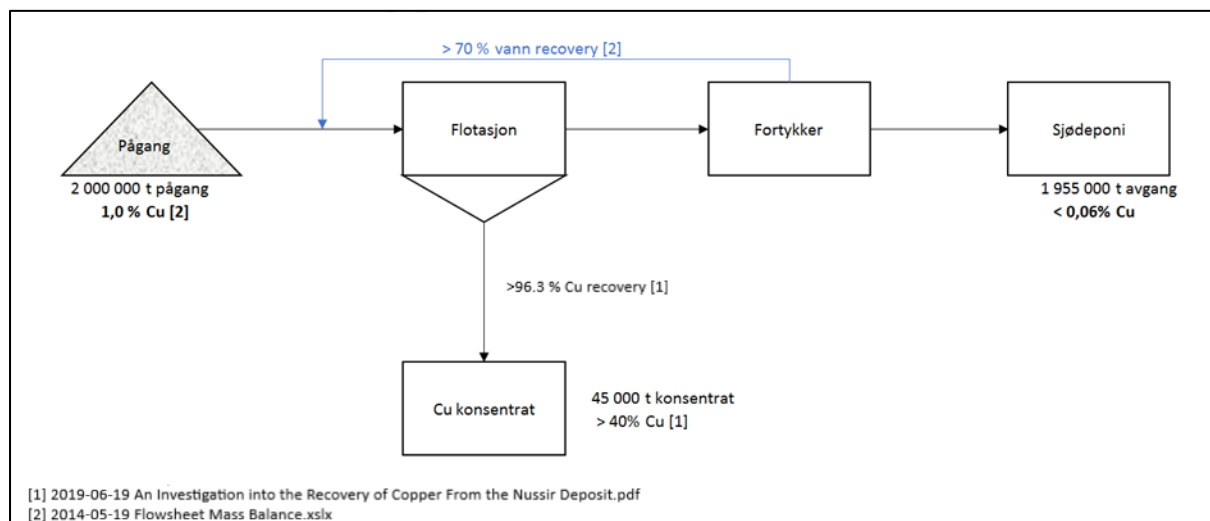
Chalcosine floats well with xanthate collector with dithiophosphate or thionocarbamate as secondary collector. (Bulatovic, 2007, s.242).

I professor Knut Sandviks lærebok i oppredning står det følgende:

Xanthater og dithiofosfater har betydning fordi de spesifikt adsorberes på sulfider (Sandvik et al., 1999, s.245).

Dithiofosfater, nevnt i sitatet over, brukes hvis pH er meget lav- noe den ikke vil være i kobbermalmene fra Nussir og Ulveryggen forekomstene. Eller det kan brukes som tillegg til xantat for optimalisering. Reduksjon av pH vil ikke være aktuelt ettersom malmen inneholder mye dolomitt og kalsitt. Uavhengig av dette vil det i fremtiden være Nussir ASAs plikt å holde seg oppdatert på eventuelle nye kjemikalier som er mer miljøvennlige og vurdere om de kan tas i bruk. Dette er pålagt i utslippstillatelsen og i følge lovverket. Nussir har inngått samarbeid med professor i flotasjon, Hanumantha Roa Kota og hans PhD-student Priyanka Dhar. De skal sammen undersøke flere flotasjonskjemikalier og vurdere samlet miljøpåvirkning av disse.

3.2 Beregning av forbruk



Figur 6: Forenklet flytskjema over kobber og vann i verket (årlig).

Det er søkt om et maksimalt døgnmiddel på 300kg/døgn av xantat (tilsvarer omtrent 50g/tonn). Det gjennomsnittlige forbruket vil være under halvparten av dette: 25g/tonn. Dette kommer frem i korrespondansen mellom Nussir og Miljødirektoratet om forbruk av xantat (mars, 2015):

«Forbruk [av KAX] vil være 25 tonn ved påsetning på 1 million tonn malm på verk per år, og 50 tonn ved 2 millioner tonn malm per år. Utslipp av KAX til avgangen vil være under 5% av dette basert på erfaring fra tilsvarende prosesser, mens det øvrige følger konsentratet til smelteverk.

Innholdet av KAX i avgangen i flotasjonsforsøkene ble forsøkt analysert i miljøstudiene, men det var under deteksjonsgrensen for analysen». (Se vedlegg B)

[KAX er en annen xantat-variant brukt i flotasjon, som i dette tilfellet sidestilles med SIBX]

Med dette forbruket er det oppnådd tilfredsstillende resultater med en estimert utvinning på 96.3%

* Cu (SGS, 2019). Regnestykket for typisk et døgn blir som følger:

$$(25\text{ g SIBX})/\text{tonn} * 250\text{ tonn/time} * 24\text{ timer/døgn})/(1000\text{ g/kg}) = 150\text{ kg SIBX/døgn}$$

Det årlige regnestykket blir da:

$$25\text{ g SIBX/tonn} * 2\,000\,000\text{ tonn/år} * (1\text{ tonn}/1\,000\,000\text{ g}) = 50\text{ tonn SIBX/år}$$

Det er normalt med malmvariasjoner som krever at man har fleksibilitet i forhold til maksimalbruk av SIBX. Gjennomsnittet vil over tid vil ligge lavt, men enkelte soner vil kunne kreve et høyere forbruk. Derfor er det viktig å opprettholde et maksimalt døgnforbruk på 300 kg.

4 Xantatfordeling til produkter

Ved en pågang på verket på 2 millioner tonn, vil dette fordele seg med ca. 45 000 tonn konsentrat og 1 955 000 tonn overskuddsmasser som går til deponi (illustrert i Figur 6).

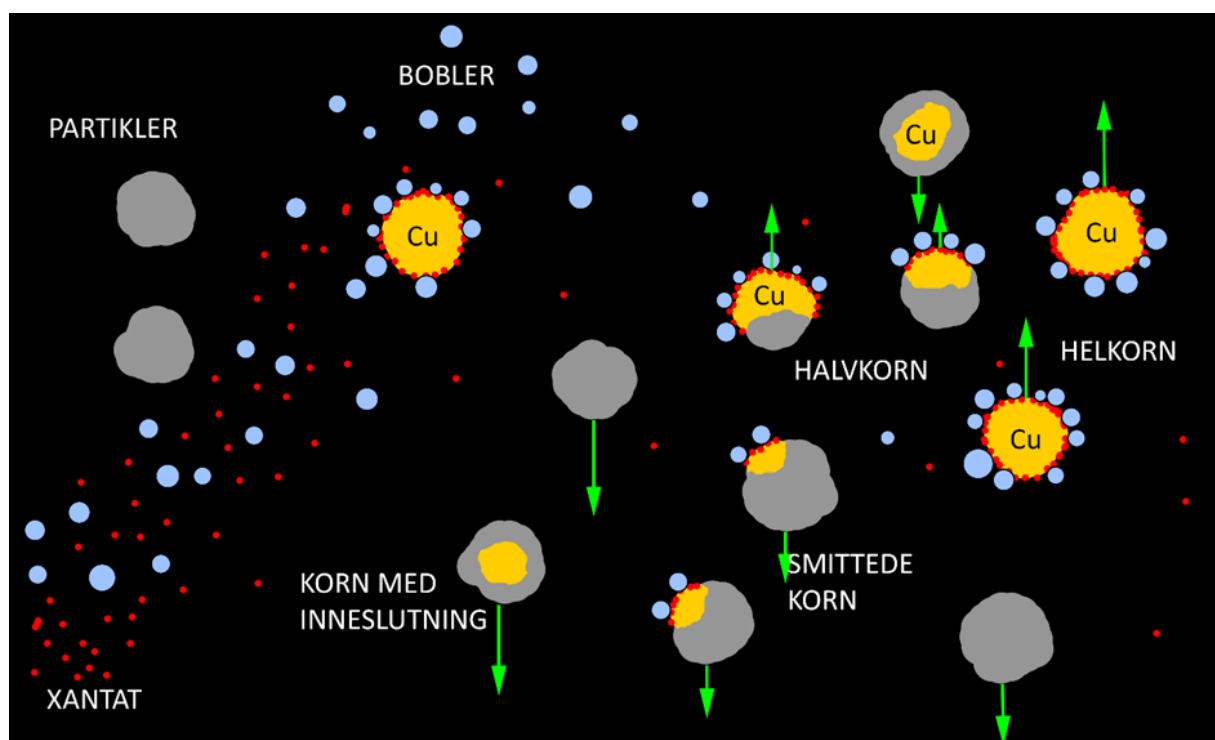
4.1 Xantat til deponi

For å kunne si noe om mengdene xantat som faktisk går til deponiet er det viktig å se på fordelingen av kjemikalet til konsentrat og til overskuddsmassene. Maria Thornhill, førsteamanuensis ved NTNU og underviser i miljøfag har følgende å si (parafraze):

«Når det gjelder xantat og avgang vil sulfidinnholdet i avgangen ha en del å si- da det kan være mulig for adsorpsjon av xantat på sulfidmineraler i avgangen. Hvor god frigjøring av sulfidmineralene i malmen er, vil sikkert også ha en påvirkning. Dvs. at mye vil være avhengig av avgangens sammensetning.»

Xantater er valgt fordi de har en sterk affinitet til sulfider og knytter sterke bånd til overflaten av partiklene. I en flotasjonsprosess vil omtrent alt xantat knytte seg til overflaten av sulfidene og feste seg til en eller flere luftbobler. Hvis løftekapasiteten er stor nok vil partikkelen bli transportert til overflaten, dette er illustrert med grønne piler i Figur 7. En konservativ sannsynliggjøring av xantat-fordeling mellom konsentrat og overskuddsmasse kan være å måle sulfidinnholdet. Da det omtrent ikke finnes andre sulfider enn kobbersulfider i Nussir- og Ulveryggenmalmen, kan dette representeres av utvinningsgraden av kobber. Denne utvinningsgraden er estimert til 96.3 % Cu (SGS, 2019). En stor andel av de 6.1% kobbersulfidene som ikke floterer er «ikke frimalte» korn - partikler som består av flere mineraler, hvor overflaten av partikkelen består av ingen eller lite sulfider (hhv. Partikler med inneslutning og smittede korn). På disse kornene vil det derfor være lite overflate tilgjengelig for xantatene til å feste seg på. Korn med inneslutninger av kobber vil eksempelvis bidra med kobber til overskuddsmassene, uten at det vil dra med seg overflatebundet xantat. Dette sannsynliggjør at under 5% av xantatet følger i overskuddsmassen. NIVAs (2012) anslag på 1 % kan i så måte være realistisk (basert på estimering av SEX som følger overskuddsmassen).

* Denne verdien er basert på Locked Cycle Tests utført av SGS Canada (2019).



Figur 7: Grafisk fremstilling av xantatadsorpsjon på forskjellige partikkeltyper. Grafikk: Helge Rushfeldt.

Fra Nussir sin side[†] har det vært konservativt anslått at opp mot 5% av xantatet kan følge overskuddsmassen, basert på erfaring med andre xantater (bl.a. KAX) og deteksjonsgrense av analysemetoder (Woodgrove, 2016). Xantat som ikke er adsorbert og fortsatt befinner seg i vannfasen vil i stor grad bli gjenvunnet gjennom fortykkere, og brukt i prosessen igjen der de får nye sjanser til å binde seg til kobbersulfider (se Figur 6).

4.2 Beregninger av xantat-konsentrasjon til deponi

Nedenfor følger beregninger av SIBX-konsentrasjon til deponi, der det er gjort en antakelse om at alt xantat som følger overskuddsmassen vil være tilgjengelig i vannfase (dvs. ingen overflatebundet xantation). Om 1 %, 5 % eller 10 % SIBX følger overskuddsmassen vil årlig deponering av SIBX ved en konsentrasjon på 25 g SIBX/tonn bli som vist i Tabell 4.

Tabell 4

% SIBX-konsentrasjon som følger overskuddsmassen	Årlig deponering av SIBX (kg/år)
1 %	500
5 %	2500
10 %	5000

*Verdien for årlig deponering av SIBX er funnet ved likningen: $\text{Årlig deponering av SIBX} = C_{\text{SIBX/tonn}} \times \text{overgangsmasse (tonn/år)} \times \% \text{SIBX som følger overskuddsmasse} \times 1\text{kg}/1000\text{g (der C er konsentrasjon)}$.

Ved en påsetning på 2 millioner tonn vil overskuddsmassen ved en årlig deponering av SIBX på 500 kg utgjøre omtrent 1,95 millioner tonn. Konsentrasjonen av SIBX i overskuddsmassen vil da bli som vist i Tabell 5.

[†] Korrespondanse mellom Nussir og Miljødirektoratet gjengitt i kap. 3.2.

Tabell 5

Tonn SIBX/år	Overskuddsmasse (tonn/år)	Partikkelmengde	Partikkelmengde (ppm)
0,5	1 950 000	2.5641E-07	0,26
2,5	1 950 000	1.28205E-06	1,28
5	1 950 000	2.5641E-06	2,56

*Partikkelmengden er funnet fra ligningen: $\text{partikkelmengde} = \text{tonn SIBX/år} / \text{overskuddsmasse (tonn/år)}$.

En konsentrasjon på 0,26 ppm SIBX i overskuddsmassen tilsvarer 260 µg SIBX/ kg overskuddsmasse. Gitt en høy partikkelmengde på 100 mg/l i vannfasen tilsvarer dette 0,026 µg SIBX/l regnet ut fra ligningen:

$$260 \mu\text{g SIBX} / \text{kg} * 100 \text{ mg} / \text{l} * (1 \text{ kg} / 10^6 \text{ mg}) = 0,026 \mu\text{g SIBX/l}$$

Ved 5 % SIBX som følger overskuddsmassene og maksimalt døgnmiddel (300 kg/døgn ved 250 tonn per time pågang = 50 g/tonn SIBX), med samme høye partikkelmengde (100 mg/l), blir konsentrasjonen tilsvarende 0,26 µg SIBX/l.

5 Kjemikalieovervåking

5.1 Forbruksovervåking

Nussir ASA søker å ha full kontroll på forbruk av alle kjemikalier.

Nussir ASA kommer til å bruke flere nivåer av sikkerhet rundt tilsats av kjemikalier:

1. Bulkmenge inn i prosess
2. Dosering ved doseringspumper
3. Flowmåling

Forbruket overvåkes ved at tilsetning av nytt kjemikalie i kretsen måles opp mot faktisk bruk og pågang i prosessen. Hvis det eksempelvis er brukt 1 m³ av et kjemikalie i prosessen, så må det tilsvarende etterfylles 1 m³ for å opprettholde nivået, man vil da kunne oppdage hvis det er et avvik mellom driftens rapporterte- og faktiske forbruk.

Det vil også brukes doseringspumper. Disse doserer typisk et gitt volum per rotasjon og man kan derfor beregne forbruk kontinuerlig.

Videre vil det være flowmålere som overvåker faktisk volum og/eller massestrøm av det gitte kjemikalet.

Alt i alt vil dette kunne gi en meget presis dosering og overvåking av forbruket av kjemikalier generelt og xantater spesielt. Alt forbruk logges i tillegg på flere steder. Simultanforbruket vil logges i produksjonssystemene, både fra flowmålere og indirekte via rotasjon på doseringspumper. Forbruket vil også logges i innkjøpssystemet og i lagersystemet.

5.2 Overvåkning av overskuddsmasse

I litteraturen er det et overveldende flertall hvor det er brukt UV-absorbering for måling av xantater i løsning. Denne metoden er også relevant for SIBX. Xantater har en karakteristisk absorpsjon ved bølgelengdene 226 nm og 301 nm (Jones and Woodcock, 1973). Nedbrytningskomponentene har forskjellige absorpsjonsspekter og varierer med pH og temperatur.

Måling av UV-absorpsjon fungerer bra i høye xantatkonsentrasjoner, typisk 500 mg/l. Deteksjonsgrensen ligger i området 5 mg/l (SGS, 2011). Overskuddsmassen vil ha langt lavere konsentrasjon enn dette og UV-metoden vil med stor sannsynlighet ikke gi troverdige resultater. Ved så lave konsentrasjoner finnes det ingen fornuftige analyseringsmetoder med lav nok deteksjonsgrense som samtidig kan skille mellom xantationet og dets nedbrytningskomponenter. Dette er det konkludert med fra liknende kobbergruver (vedlegg C).

En maksimal SIBX-konsentrasjon i kobberkonsentratet er 1100 mg/kg (les: 1100 mg SIBX/ kg). Dette er potensielt en målbar konsentrasjon, men en stor andel av xantationet vil være overflatebundet til partiklene i konsentratet og skape stor usikkerhet i målingene. Følgende vil ikke differansen mellom forbruk og målt xantat i vannfasen av kobberkonsentratet tilsvare mengden SIBX som følger overskuddsmassen.

6 Kommentarer

I avsnittet om bruk av xantat i Miljødirektoratets begrunnelse av utslippstillatelse står det følgende:

Gitt en partikkelmengde på 100mg/l vil konsentrasjonen i vannet bli opptil 0.125µg/l, noe som er lavere enn toksisk nivå. Utslipptet vil kunne variere, og det er derfor viktig med overvåking (Miljødirektoratet, 2016).

Partikkelmengden 100mg/l ble brukt som en konservativ partikkelkonsentrasjon for simulering av strømningsmodell utført av Akvaplan Niva i 2011. Dette er ikke nødvendigvis et representativt tall for faktisk spredning av avgang, og det følger at beregningene i utsagnet er høyt.

7 Diskusjon og konklusjon

SIBX er et av flere xantater som brukes som kollektor i flotasjonsprosesser. Dets lange karbonkjede gjør det til en veldig effektiv kollektor, men også mindre selektivt enn enkelte andre xantater. De eneste sulfidene som finnes i Nussir og ulverygg-malmene er kobbersulfider, dermed er den lavere selektiviteten til SIBX ikke et problem for Nussirs flotasjonsprosess.

Grunnlaget for beregningene i denne rapporten er i stor grad konservative. I utgangspunktet vil det bli brukt lite xantat: estimert gjennomsnittlig 25 g SIBX/tonn, maksimalt 50 g SIBX/tonn. Omtrent alt av SIBX som brukes i prosessen vil havne i kobberkonsentratet og ikke følge avgangen. SIBX som havner i deponiet vil hovedsakelig være overflatebundet til partikler som inneholder en liten overflate med sulfider. Utvinningsandelen av kobber i flotasjonsprosessen gir en konservativ indikasjon av hvor mye sulfider som følger avgangen, og vil være i området 5-6 % av sulfidinnholdet i pågangen. Store deler av dette vil være smittede korn og korn med inneslutninger- overflater hvor svært lite eller ingen xantationer adsorberes. SIBX i vannfasen som potensielt ikke knyttes til partikler vil i de fleste tilfeller bli gjenbrukt i flotasjonsprosessen, da mer enn 70 % av prosessvannet resirkuleres.

Tabell 6

Xantat	Microtox	Alger	Krepsdyr
SIBX	“Very toxic” (EC ₅₀ = 0,32 mg/l)	“Very toxic” (EC ₅₀ = 0,72 mg/l)	“Toxic” (LC ₅₀ = 2,7 mg/l)
Antatt konsentrasjon 25g SIBX/tonn	0,000 026 mg/l	0,000 026 mg/l	0,000 026 mg/l
Maks. konsentrasjon 50g SIBX/tonn	0,000 26 mg/l	0,000 26 mg/l	0,000 26 mg/l

* Trigger value for xantatet SIBX er ifølge NWQMS (2000) funnet å være 0,005 mg/l for akvatiske system. Men denne verdien er klassifisert som lav-grads pålitelighet.

Beregningene av xantatkonsentrasjonen til deponi viser at en sannsynlig konsentrasjon er 0,026 µg SIBX/l i vannfasen, noe som tilsvarer en konsentrasjon på 0,000 026 mg/l og ved maksimalt forbruk av SIBX og maksimal andel SIBX som følger avgangsmassen vil dette gi en konsentrasjon på 0,000 26 mg/l. Undersøkelser utført av Aquateam COWI viser at eksempelvis xantatet SIBX har en EC₅₀ verdi på 0,32 mg/l og 0,72 mg/l for henholdsvis microtox og alger, og en LC₅₀ verdi på 2,7 mg/l for krepsdyr. En konservativ triggerverdi er rapportert til å være 5 µg SIBX/l (0,005 mg/l) i akvatiske systemer, med påvirkning på planter i 1-10 mg/l, og fisk i 10+ mg/l konsentrasjoner. Den mest sannsynlige konsentrasjonsverdien på 0,000 026 mg/l er lavere enn triggerverdien, og selv denne verdien er trolig høyere enn hva som vil være tilgjengelig i vannfasen. I beregningene er det antatt at xantationene er tilgjengelige i vannfasen, men det er mer sannsynlig at disse er overflatebundet til partiklene og blir begravet sammen med sedimentene. Xantatene kan derfor konkluderes med å ligge langt under tiltaksgrensene.

8 Referanser

- ACD 1972. *AERO* Xanthate Handbook*, Amrican Cyanamid Company.
- AKVAPLANNIVA 2011. Konsekvenser for det marine miljøet i Repparfjorden ved etablering av sjø- eller landdeponi for gruveavgang fra Nussir og Ulveryggen i Kvalsund kommune, Finnmark.
- BLOCK, M. & PÄRT, P. 1986. Increased availability of cadmium to perfused rainbow trout (*Salmo gairdneri*, Rich.) gills in the presence of the complexing agents diethyl dithiocarbamate, ethyl xanthate and isopropyl xanthate. *Aquatic toxicology*, 8, 295-302.
- BORG, K., GOTTOFREY, J. & TJÄLVE, H. 1988. Effects of some chelating agents on the uptake and distribution of $^{203}\text{Hg}^{2+}$ in the brown trout (*Salmo trutta*): studies on ethyl and isopropyl xanthate, diethyl- and diisopropyl dithiophosphate, dimethyl- and diethyldithiocarbamate and pyridinethione. *Archives of toxicology*, 62, 387-391.
- BULATOVIC, S. M. 2007. *Handbook of flotation reagents: chemistry, theory and practice: Volume 1: flotation of sulfide ores*, Elsevier.
- CHEN, S., GONG, W. & MEI, G. Study on biodegradation of alkyl xanthate collectors. 2010 4th International Conference on Bioinformatics and Biomedical Engineering, 2010. IEEE, 1-6.
- IBRAGIMOVA, O. & KLEIV, R. 2018. Application of a Rapid and Simple UV-Spectrophotometric Method for the Study of Desorption of Esterquat Collectors in Tailings–Seawater Systems. *Water*, 10, 1544.
- IBRAGIMOVA, O. K., R. A. 2018b. Equilibria and Kinetics of Flotation Chemical Sorption Reactions in Tailings–Seawater Systems. *Tailings 2018*.
- JONES, M. H. & WOODCOCK, J. T. 1973. Ultraviolet spectrometry of flotation reagents with special reference to the determination of xanthate in flotation liquors.
- MICHAUD, D. 2014. *Collectors Strength - Xanthate Family - Recovery Power* [Online]. Available: <https://www.911metallurgist.com/blog/collectors-of-the-xanthate-family-vs-ph-and-recovery-power> [Accessed].
- MILJØDIREKTORATET 2016. Oversendelse av tillatelse til virksomhet etter forurensningsloven - Nussir ASA.
- NAPIER-MUNN, T. & WILLS, B. A. 2005. Wills' mineral processing technology.
- NICNAS 1995. Sodium Ethyl Xanthate.
- NIVA 2012. Notat om Natrium isopropyl xantat (SIPX) som brukt i oppredningsprosessen ved Nussir ASA - potensielle toksiske effekter for det marine miljøet.
- NWQMS 2000. Australian and New Zealand Guidelines for Fresh and Marine Water Quality: Volume 2 - Aquatic Ecosystems: 8.3.7.12 Organic sulfur compounds.
- SANDVIK, K. L., DIGRE, M. & MALVIK, T. 1999. *Oppredning: av primaere og sekundaere råstoffer*, Tapir.
- SGS 2011. An Investigation into Recovery of Copper from the Kvalsund Deposit.
- SGS 2019. An Investigation into the Recovery of Copper from the Nussir Deposit. Lakefield, Canada: SGS Minerals Services Lakefield.
- SUN, Z. & FORSLING, W. 1997. The degradation kinetics of ethyl-xanthate as a function of pH in aqueous solution. *Minerals engineering*, 10, 389-400.
- UIO. u.å. *Biologiske fagtermer fra A til Å* [Online]. Available: <https://www.mn.uio.no/ibv/tjenester/kunnskap/plantefys/leksikon/> [Accessed 21.03 2017].
- WANG, J., XIE, L., LIU, Q. & ZENG, H. 2015. Effects of salinity on xanthate adsorption on sphalerite and bubble–sphalerite interactions. *Minerals Engineering*, 77, 34-41.
- WEBB, M., RUBER, H. & LEDUC, G. 1976. The toxicity of various mining flotation reagents to rainbow trout (*Salmo gairdneri*). *Water Research*, 10, 303-306.
- WOODGROVE 2016. Report on Pre-Feasibility Metallurgical Testwork: Nussir and Ulveryggen Copper Deposits.
- XU, Y., LAY, J. & KORTE, F. 1988. Fate and effects of xanthates in laboratory freshwater systems. *Bulletin of environmental contamination and toxicology*, 41, 683-689.

9 Vedlegg

Vedlegg A – Xantat- testrapporter fra AquaTeam COWI på microtox, alger og krepsdyr.

Vedlegg B – Mail-korrespondanse med Miljødirektoratet angående xantat-forbruk.

Vedlegg C – Mail-korrespondanse med Jan Eric Sundkvist (Project Manager- Boliden Mineral)

Vedlegg D – NIVA notat (2012)

VEDLEGG A

Test Report

Acute toxicity to Microtox, *Vibrio fischeri*

Toxicity Test Results
for the Test Substance
FLOMIN C-3330
(Sodium isopropyl xanthate)

Aquateam COWI AS

Report No: 19-005
Project No.: A119111

Eilen Arctander Vik, Project Manager
Ocelie Kjønne, Laboratory Manager
Liv Bruås Henninge, Quality Control

Title Acute toxicity of to Microtox, <i>Vibrio fischeri</i>. Toxicity Test Results for the Test Substance FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate)	Date 24.01.2019 Number of pages 8
Authors sign. Eilen Arctander Vik  Ocelie Kjønne 	Responsible sign. Liv Bruås Henninge  Liv Bruås Henninge Project number A119111

Client Nussir ASA Repparfjord, 9620 Kvalsund	Contact persons Øystein Rushfeldt
--	---

Summary Microtox acute toxicity testing with <i>Vibrio fischeri</i> has been performed on the test substance Flomin C-3330 (Sodium isopropyl xanthate) based on Microtox manual, Azur Environmental 1998: Microtox Acute toxicity test with <i>Vibrio fischeri</i>. The EC₅₀-value found for the test substance Flomin C-3330 (sodium isopropyl xanthate) was 0.60 mg/l. The NOEC-value was estimated to 0.25 mg/l. Based on the mean value, the test substance Flomin C-3330 (sodium isopropyl xanthate) can be classified as very toxic according to the EEC classification system.

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 and characterisation	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 substance.....	6
5.2.	Reference Substance.....	7
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 Nussir ASA

1.2. Information and characterisation

Name of test substance: FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate)

Date received : 03.01.2019

Storage : Room temperature

CAS number : 140-93-2 (87-89% Weight)

Appearance : Yellow-green pellets

Solubility : Complete

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 can also be 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 are 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 (mg/l) was decided to: 0.10; 0.25; 0.50 and 1.00 mg/l

The test dosages were not adjusted for pH.

3. Test period

Exposure was started and terminated 17.01.2019.

4. Raw Data and Calculation

Flomin C-3330	Conc. (mg/l)	% Effect	It (RLU)	Gamma
Control	0		102	
Control	0		102	
1	0.10	0.98	101	0.01
2	0.10	0.98	101	0.01
3	0.25	0.98	101	0.01
4	0.25	1.96	100	0.02
5	0.50	24.51	77	0.32
6	0.50	23.53	78	0.31
7	1.00	99.02	1	101.00
8	1.00	99.02	1	101.00

Reference, Phenol	Conc. (mg/l)	% Effect	It (RLU)	Gamma
Control	0		100	
Control	0		98	
1	5	-1.01	100	0.0
2	5	-1.01	100	0.0
3	10	21.21	78	0.3
4	10	19.19	80	0.2
5	25	71.72	28	2.5
6	25	73.74	26	2.8
7	50	98.99	1	98.0
8	50	98.99	1	98.0

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 substance 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 substance

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

	Flomin C-3330 (Sodium isopropyl xanthate)	Reference, Phenol (after 5 minutes)
EC ₅₀	0.60 mg/l	23 mg/l
NOEC	0.25 mg/l	

According to the EEC classification system (EEC, 1993), a test substance is classified as very toxic if EC₅₀ < 1 mg/l, as toxic if EC₅₀ = 1-10 mg/l, and as harmful if EC₅₀ >10-100 mg/l.

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 EC₅₀ (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 : 8.3
- Temperature (variations during the test) : $15 \pm 2.4^{\circ}\text{C}$
- EC₅₀ (5 min.) for the reference substance Phenol: 23 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 test substance Flomin C-3330 (Sodium isopropyl xanthate) based on Microtox manual, Azur Environmental 1998: Microtox Acute toxicity test with *Vibrio fischeri*.

The 15 minutes EC₅₀ value for the test substance FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate) was found to be 0.60 mg/l.

The NOEC value was estimated to 0.25 mg/l.

In this test, all the control parameters were within the recommended ranges.

According to the EEC classification system (EEC, 1993), a test substance is classified as very toxic if EC₅₀ < 1 mg/l, as toxic if EC₅₀ = 1-10 mg/l, and as harmful if EC₅₀ >10-100 mg/l.

Based on this, the test substance FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate) can be classified as very toxic according to the EEC classification system.

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..

EEC (1993): "Commission Directive of 27 April 1993 adapting to technical progress for the 18th time Council Directive 67/548/EEC on the approximation of the laws, regulations and administrative provisions relating to the classification, packaging and labelling of dangerous substances " (The "EU Labelling Guide" i. e. dir. 93/21/EEC, including Annex I to IV, Official Journal of the European Communities, L 110 A, Vol. 36, pp.1-86, 4 May 1993, ISSN 0378-6978).

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. Miljøprojekt nr. 188, in Danish

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

Naturvårdsverket (Swedish Environmental Protection Agency) Handbok 2010:3 utgåve 2: Kemisk och biologisk karakterisering av punktutsläpp till vatten. (Characterisation of discharge from chemical industry), in Swedish.

OSPAR (1999): Ecotoxical 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 undersøgelse av industriavløb. 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

Test Report

Acute toxicity to Microtox, *Vibrio fischeri*

Toxicity Test Results
for the Test Substance
SIBX
(Sodium isobutyl xanthate)

Aquateam COWI AS

Report No: 19-008
Project No.: A119111

Eilen Arctander Vik, Project Manager
Ocelie Kjønne, Laboratory Manager
Liv Bruås Henninge, Quality Control

Title Acute toxicity of to Microtox, <i>Vibrio fischeri</i>. Toxicity Test Results for the Test Substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate).	Date 24.01.2019 Number of pages 8
Authors sign. Eilen Arctander Vik  Ocelie Kjønne 	Responsible sign. Liv Bruås Henninge  Liv Bruås Henninge Project number A119111

Client Nussir ASA Repparfjord, 9620 Kvalsund	Contact persons Øystein Rushfeldt
--	---

Summary Microtox acute toxicity testing with <i>Vibrio fischeri</i> has been performed on the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) based on Microtox manual, Azur Environmental 1998: Microtox Acute toxicity test with <i>Vibrio fischeri</i>. The EC₅₀-value found for the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) was 0.32 mg/l. The NOEC-value was estimated to 0.25 mg/l. Based on the mean value, the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) can be classified as very toxic according to the EEC classification system.

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 and characterisation	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 substance.....	6
5.2.	Reference Substance.....	7
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 Nordic Mining AS

1.2. Information and characterisation

Name of test substance: SIBX (Sodium isobutyl xanthate)

Date received : 08.01.2019

Storage : Room temperature

CAS number : 25306-75-6 (>90%)
7732-18-5 (<4%)
1310-73-2 (<0.2%)

Appearance : Yellow to green pellets/powder

Solubility : Complete

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, but it can also be 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 are 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 (mg/l) was decided to: 0.10; 0.25; 0.50 and 1.00 mg/l

The test dosages were not adjusted for pH.

3. Test period

Exposure was started and terminated 17.01.2019.

4. Raw Data and Calculation

SIBX	Conc. (mg/l)	% Effect	It (RLU)	Gamma
Control	0		102	
Control	0		102	
1	0.10	-0.98	103	-0.01
2	0.10	0.00	102	0.00
3	0.25	2.94	99	0.03
4	0.25	1.96	100	0.02
5	0.50	99.02	1	101.00
6	0.50	99.02	1	101.00
7	1.00	99.02	1	101.00
8	1.00	99.02	1	101.00

Reference, Phenol	Conc. (mg/l)	% Effect	It (RLU)	Gamma
Control	0		100	
Control	0		98	
1	5	-1.01	100	0.0
2	5	-1.01	100	0.0
3	10	21.21	78	0.3
4	10	19.19	80	0.2
5	25	71.72	28	2.5
6	25	73.74	26	2.8
7	50	98.99	1	98.0
8	50	98.99	1	98.0

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 substance 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 substance

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

	SIBX (Sodium isobutyl xanthate)	Reference, Phenol (after 5 minutes)
EC ₅₀	0.32 mg/l	23 mg/l
NOEC	0.25 mg/l	

According to the EEC classification system (EEC, 1993), a test substance is classified as very toxic if EC₅₀ < 1 mg/l, as toxic if EC₅₀ = 1-10 mg/l, and as harmful if EC₅₀ >10-100 mg/l.

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 EC₅₀ (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 : 8.3
- Temperature (variations during the test) : $15 \pm 2.4^{\circ}\text{C}$
- EC₅₀ (5 min.) for the reference substance Phenol: 23 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 test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) based on Microtox manual, Azur Environmental 1998: Microtox Acute toxicity test with *Vibrio fischeri*.

The 15 minutes EC₅₀ value for the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) was found to be 0.32 mg/l.

The NOEC value was estimated to 0.25 mg/l.

In this test, all the control parameters were within the recommended ranges.

According to the EEC classification system (EEC, 1993), a test substance is classified as very toxic if EC₅₀ < 1 mg/l, as toxic if EC₅₀ = 1-10 mg/l, and as harmful if EC₅₀ >10-100 mg/l.

Based on this, the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) can be classified as very toxic according to the EEC classification system.

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..

EEC (1993): "Commission Directive of 27 April 1993 adapting to technical progress for the 18th time Council Directive 67/548/EEC on the approximation of the laws, regulations and administrative provisions relating to the classification, packaging and labelling of dangerous substances " (The "EU Labelling Guide" i. e. dir. 93/21/EEC, including Annex I to IV, Official Journal of the European Communities, L 110 A, Vol. 36, pp.1-86, 4 May 1993, ISSN 0378-6978).

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. Miljøprojekt nr. 188, in Danish

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

Naturvårdsverket (Swedish Environmental Protection Agency) Handbok 2010:3 utgåve 2: Kemisk och biologisk karakterisering av punktutsläpp till vatten. (Characterisation of discharge from chemical industry), in Swedish.

OSPAR (1999): Ecotoxical 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

Test Report

Acute toxicity to Microtox, *Vibrio fischeri*

Toxicity Test Results
for the Test Substance
PAX
(Potassium amyl xanthate)

Aquateam COWI AS

Report No: 19-006
Project No.: A119111

Eilen Arctander Vik, Project Manager
Ocelie Kjønne, Laboratory Manager
Liv Bruås Henninge, Quality Control

Title Acute toxicity of to Microtox, <i>Vibrio fischeri</i>. Toxicity Test Results for the Test Substance PAX (Potassium amyl xanthate).	Date 24.01.2019 Number of pages 8
Authors sign. Eilen Arctander Vik  Ocelie Kjønne 	Responsible sign. Liv Bruås Henninge  Liv Bruås Henninge Project number A119111

Client Nussir ASA Repparfjord, 9620 Kvalsund	Contact persons Øystein Rushfeldt
--	---

Summary Microtox acute toxicity testing with <i>Vibrio fischeri</i> has been performed on the test substance PAX (Potassium amyl xanthate) based on Microtox manual, Azur Environmental 1998: Microtox Acute toxicity test with <i>Vibrio fischeri</i>. The EC₅₀-value found for the test substance PAX (Potassium amyl xanthate) was 1.2 mg/l. The NOEC-value was estimated to 0.5 mg/l. Based on the mean value, the test substance PAX (Potassium amyl xanthate) can be classified as toxic according to the EEC classification system.
--

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 and characterisation	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 substance.....	6
5.2.	Reference Substance.....	7
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 Titania AS

1.2. Information and characterisation

Name of test substance: PAX (Potassium amyl xanthate), 90% pellets

Date received : 04.01.2019

Storage : Room temperature

CAS number : 2720-73-2 (60-100%)
130-58-3 (<1%)

Appearance : Yellow-green pellets/powder

Solubility : Complete

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 can also be 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 are living are 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 (mg/l) was decided to: 0.5; 1.0; 2.5 and 5.0 mg/l

The test dosages were not adjusted for pH.

3. Test period

Exposure was started and terminated 17.01.2019.

4. Raw Data and Calculation

PAX	Conc. (mg/l)	% Effect	It (RLU)	Gamma
Control	0		102	
Control	0		102	
1	0.50	-0.98	103	-0.01
2	0.50	0.00	102	0.00
3	1.00	52.94	48	1.13
4	1.00	53.92	47	1.17
5	2.50	99.02	1	101.00
6	2.50	99.02	1	101.00
7	5.00	99.02	1	101.00
8	5.00	99.02	1	101.00

Reference, Phenol	Conc. (mg/l)	% Effect	It (RLU)	Gamma
Control	0		100	
Control	0		98	
1	5	-1.01	100	0.0
2	5	-1.01	100	0.0
3	10	21.21	78	0.3
4	10	19.19	80	0.2
5	25	71.72	28	2.5
6	25	73.74	26	2.8
7	50	98.99	1	98.0
8	50	98.99	1	98.0

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 substance will not be retained, unless the client asks for it.

Method for data handling: The mean value of EC_{50} is calculated from the MicrotoxOmni program.

5. Test Results and Discussion

5.1. Test substance

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

	PAX (Potassium amyl xanthate)	Reference, Phenol (after 5 minutes)
EC_{50}	1.2 mg/l	23 mg/l
NOEC	0.25 mg/l	

According to the EEC classification system (EEC, 1993), a test substance is classified as toxic if $EC_{50} < 1$ mg/l, as toxic if $EC_{50} = 1-10$ mg/l, and as harmful if $EC_{50} > 10-100$ mg/l.

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 EC₅₀ (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 : 8.3
- Temperature (variations during the test) : $15 \pm 2.4^{\circ}\text{C}$
- EC₅₀ (5 min.) for the reference substance Phenol: 23 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 test substance PAX (Potassium amyl xanthate) based on Microtox manual, Azur Environmental 1998: Microtox Acute toxicity test with *Vibrio fischeri*.

The 15 minutes EC₅₀ value for the test substance PAX (Potassium amyl xanthate) was found to be 1.2 mg/l.

The NOEC value was estimated to 0.5 mg/l.

In this test, all the control parameters were within the recommended ranges.

According to the EEC classification system (EEC, 1993), a test substance is classified as very toxic if EC₅₀ < 1 mg/l, as toxic if EC₅₀ = 1-10 mg/l, and as harmful if EC₅₀ >10-100 mg/l.

Based on this, the test substance PAX (Potassium amyl xanthate) can be classified as toxic according to the EEC classification system.

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..

EEC (1993): "Commission Directive of 27 April 1993 adapting to technical progress for the 18th time Council Directive 67/548/EEC on the approximation of the laws, regulations and administrative provisions relating to the classification, packaging and labelling of dangerous substances " (The "EU Labelling Guide" i. e. dir. 93/21/EEC, including Annex I to IV, Official Journal of the European Communities, L 110 A, Vol. 36, pp.1-86, 4 May 1993, ISSN 0378-6978).

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.

Naturvårdsverket (Swedish Environmental Protection Agency) Handbok 2010:3 utgåve 2: Kemisk och biologisk karakterisering av punktutsläpp till vatten. (Characterisation of discharge from chemical industry), in Swedish.

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

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

OSPAR (1999): Ecotoxical 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 undersøgelse 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

Test Report

Acute toxicity to *Skeletonema costatum*

Toxicity Test Results
for the Test Substance
FLOMIN C-3330
(Sodium isopropyl xanthate)

Aquateam COWI AS

Report No.: 19-001
Project No: A119111

Eilen Arctander Vik, Project Manager
Ocelie Kjønne, Laboratory Manager
Liv Bruås Henninge, Quality Control

Title Test Report - Acute toxicity to <i>Skeletonema costatum</i> for FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate).	Date 24.01.2019 Number of pages 9
Authors sign. Ocelie Kjønne Eilen Arctander Vik  	Responsible sign. Liv Bruås Henninge Liv Bruås Henninge Project number A119111

Client and address Nussir ASA Repparfjord 9620 Kvalsund	Contact person Øystein Rushfeldt
---	--

Summary <i>Skeletonema costatum</i> testing has been performed on the test substance FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate) based on ISO 10253: "Water Quality Marine Algal Growth Inhibition Test with <u><i>Skeletonema costatum</i></u> and <u><i>Phaeodactylum tricornutum</i></u>". The EC₅₀-value found for the test substance (nominal whole product) after 72 h was 0.72 mg/l. The EC₁₀-value was estimated to 0.52 mg/l, the EC₉₀-value was estimated to 0.93 mg/l and the NOEC-value was estimated to 0.25 mg/l. Based on the mean value, the test substance can be classified as very toxic according to the EEC classification system.
--

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 Substance	4
1.1.	Client.....	4
1.2.	Information and characterisation	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 Substance	6
5.2.	Reference Substance.....	7
6.	Validation of Results.....	7
7.	Conclusion	8
8.	References.....	9

1. Delivery and Identification of the Test Substance

1.1. Client

The tests were performed on behalf of Nussir ASA

1.2. Information and characterisation

Name of test substance: FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate)

Date received : 03.01.2019

Storage : Room temperature

CAS number : 140-93-2 (87-89% Weight)

Appearance : Yellow-green pellets

Solubility : Complete

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 10253: "*Water Quality Marine Algal Growth Inhibition Test With Skeletonema costatum and Phaeodactylum tricornutum*". This procedure is prepared for testing of chemicals.

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 (mg/l 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 mg/l 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 preliminary test was carried out to decide the test dosages (mg/l).

Based on the results from the preliminary test, the following test dosages (nominal whole product) were used for the definitive test: 0.10; 0.25; 0.50 and 1.00 mg/l.

The test dosages were not adjusted for pH.

3. Test period

Exposure was started 08.01.2019 and terminated 11.01.2019.

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 EC_{10^-} , EC_{90^-} , EC_{50^-} , 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 Substance

Effect-dosage curve for the test substance FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate) is presented in Figure 1 and raw data in Figure 2.

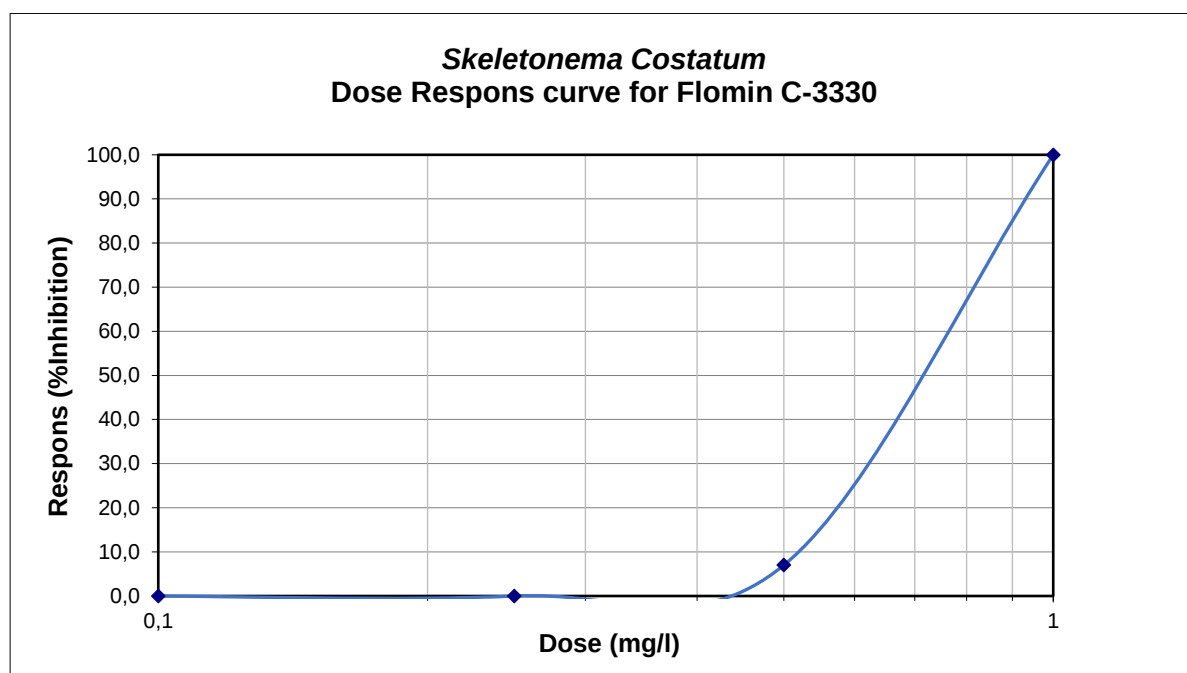


Figure 1. Effect-dosage curve for the test substance FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate). Definitive *Skeletonema costatum* test.

The EC_{50} value for the test substance FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate) was found to be 0.72 mg/l after 72 hours.

The NOEC value was estimated to 0.25 mg/l.

EC_{10^-} and EC_{90} values after 72 hours were 0.52 and 0.93 mg/l, respectively.

Calculation of growth rate			Skeletonema costatum												
Date	11.01.19														
Identification	Flomin C-3330														
Dosage	Fluorescence	Growth rate	Mean value		Confidence limit	%inhibition	Mean value	Confidence limit		Min value	Max value				
0	3100	1,61	1,60	±	0,00		0								
	3100	1,61													
	3050	1,60													
0,1	3100	1,61	1,61	±	0,00	0	-0,1	±	0,0	-0,1	-0,1				
	3100	1,61													
	3100	1,61													
0,25	3100	1,61	1,60	±	0,00	0	0,0	±	0,2	-0,2	0,2				
	3050	1,60													
	3100	1,61													
0,5	2200	1,49	1,49	±	0,00	7	7,0	±	0,0	7,0	7,0				
	2200	1,49													
	2200	1,49													
1	1	-1,07	-1,07	±	0,00	167	166,9	±	0,0	166,9	166,9				
	1	-1,07													
	1	-1,07													
Initial fluorescence (X0)		25	mV			pH test start:		8,3							
Fluorescence in						pH test end:		8,3							
Skeletonema costatum culture:		3150	mV			Amount of compound									
Temperature in culture						in stock solution:		1,0 mg/l							
cabinet:		20±2,4°C	°C												
*Corresponding to 100%. Negative growth rate gives > 100% inhibition of growth rate.															

Figure 2. Raw data and statistics

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 control pH has not varied by more than 1.0 units during the test.
- The temperature has been in the range 20.0 ± 2.4°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 : 1.61 d⁻¹
- pH at the beginning/end of the test : 8.3/8.3
- Temperature (variations during the test) : 20 ± 2.4°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) has been performed on the test substance FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate) based on ISO 10253: "Water Quality Marine Algal Growth Inhibition Test With *Skeletonema costatum* and *Phaeodactylum tri-cornutum*".

The 72 hours EC_{50} value for the test substance FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate) was found to be 0.72 mg/l.

The NOEC value was estimated to 0.25 mg/l.

In this test, all the control parameters were within the recommended ranges. According to the EEC classification system (EEC, 1993), a test substance is classified as very toxic if $EC_{50} < 1$ mg/l, as toxic if $EC_{50} = 1-10$ mg/l, and as harmful if $EC_{50} > 10-100$ mg/l.

Based on this, the test substance FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate) can be classified as very toxic according to the EEC classification system.

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.

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.

EEC (1993): "Commission Directive of 27 April 1993 adapting to technical progress for the 18th time Council Directive 67/548/EEC on the approximation of the laws, regulations and administrative provisions relating to the classification, packaging and labelling of dangerous substances " (The "EU Labelling Guide" i. e. dir. 93/21/EEC, including Annex I to IV, Official Journal of the European Communities, L 110 A, Vol. 36, pp.1-86, 4 May 1993, ISSN 0378-6978).

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.

Naturvårdsverket (Swedish Environmental Protection Agency) Handbok 2010:3 utgåve 2: Kemisk och biologisk karakterisering av punktutsläpp till vatten. (Characterisation of discharge from chemical industry), in Swedish.

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

Miljøstyrelsen, (1994): Industrispildevands miljøfarlighed. Miljøprojekt 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): Økotoksikologisk undersøkelse av industriavløp. Økotoksikologisk risikovurdering – Veiledning Del I: SFT 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

Test Report

Acute toxicity to *Skeletonema costatum*

Toxicity Test Results
for the Test Substance
SIBX
(Sodium isobutyl xanthate)

Aquateam COWI AS

Report No.: 19-004
Project No: A119111

Eilen Arctander Vik, Project Manager
Ocelie Kjønne, Laboratory Manager
Liv Bruås Henninge, Quality Control

Title Test Report - Acute toxicity to <i>Skeletonema costatum</i> for SIBX (Sodium isobutyl xanthate).	Date 24.01.2019
	Number of pages 9
Authors sign. Ocelie Kjønne Eilen Arctander Vik	Responsible sign. Liv Bruås Henninge Liv Bruås Henninge
	Project number A119111

Client and address Nordic Mining AS Munkedamsveien 45A 0250 Oslo	Contact person Kenneth Nakken Angedal
---	--

Summary <i>Skeletonema costatum</i> testing has been performed on the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) based on ISO 10253: "Water Quality Marine Algal Growth Inhibition Test with <u><i>Skeletonema costatum</i></u> and <u><i>Phaeodactylum tricornutum</i></u>". The EC₅₀-value found for the test substance (nominal whole product) after 72 h was 0.72 mg/l. The EC₁₀-value was estimated to 0.53 mg/l, the EC₉₀-value was estimated to 0.92 mg/l and the NOEC-value was estimated to 0.25 mg/l. Based on the mean value, the test substance can be classified as very toxic according to the EEC classification system.
--

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 Substance	4
1.1. Client.....	4
1.2. Information and characterisation	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 Substance	6
5.2. Reference Substance.....	7
6. Validation of Results.....	7
7. Conclusion	8
8. References.....	9

1. Delivery and Identification of the Test Substance

1.1. Client

The tests were performed on behalf of Nordic Mining AS

1.2. Information and characterisation

Name of test substance: SIBX (Sodium isobutyl xanthate)

Date received : 08.01.2019

Storage : Room temperature

CAS number : 25306-75-6 (>90%)
7732-18-5 (<4%)
1310-73-2 (<0.2%)

Appearance : Yellow to green pellets/powder

Solubility : Complete

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 10253: "*Water Quality Marine Algal Growth Inhibition Test With Skeletonema costatum and Phaeodactylum tricornutum*". This procedure is prepared for testing of chemicals.

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 (mg/l 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 mg/l 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 preliminary test was carried out to decide the test dosages (mg/l).

Based on the results from the preliminary test, the following test dosages (nominal whole product) were used for the definitive test: 0.1; 0.25; 0.5 and 1.0 mg/l.

The test dosages were not adjusted for pH.

3. Test period

Exposure was started 08.01.2019 and terminated 11.01.2019.

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 EC_{10^-} , EC_{90^-} , EC_{50^-} , 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 Substance

Effect-dosage curve for the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) is presented in Figure 1 and raw data in Figure 2.

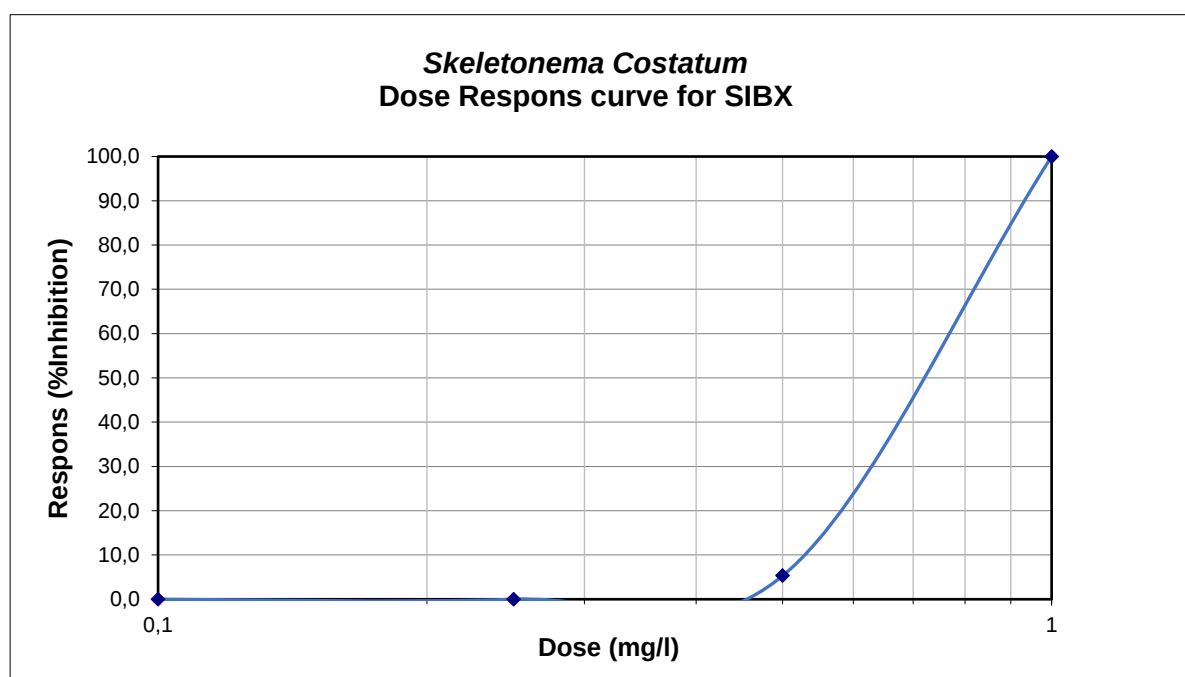


Figure 1. Effect-dosage curve for the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate). Definitive Skeletonema costatum test.

The EC_{50} value for the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) was found to be 0.72 mg/l after 72 hours.

The NOEC value was estimated to 0.25 mg/l.

EC_{10^-} and EC_{90^-} values after 72 hours were 0.53 and 0.92 mg/l, respectively.

Calculation of growth rate		Skeletonema costatum									
Date		11.01.19									
Identification	SIBX										
Dosage	Fluorescence	Growth rate	Mean value		Confidence limit	%inhibition	Mean value		Confidence limit	Min value	Max value
0	3100 3100 3050	1,61 1,61 1,60	1,60	±	0,00		0				
0,1	3150 3100 3100	1,61 1,61 1,61	1,61	±	0,00	0 0	-0,2	±	0,2	-0,4	0,0
0,25	3000 3100 3100	1,60 1,61 1,61	1,60	±	0,01	1 0	0,1	±	0,4	-0,3	0,6
0,5	2350 2400 2400	1,51 1,52 1,52	1,52	±	0,00	6 5	5,3	±	0,3	5,1	5,6
1	1 1 1	-1,07 -1,07 -1,07	-1,07	±	0,00	167 167	166,9	±	0,0	166,9	166,9
Initial fluorescence (X0)			25 mV							8,3	
Fluorescence in										8,3	
Skeletonema costatum culture:			3150 mV								
Temperature in culture cabinet:			20±2,4°C	°C					1.0 mg/l		
*Corresponding to 100%. Negative growth rate gives > 100% inhibition of growth rate.											

Figure 2. Raw data and statistics

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 control pH has not varied by more than 1.0 units during the test.
- The temperature has been in the range 20.0 ± 2.4°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 : 1.61 d⁻¹
- pH at the beginning/end of the test : 8.3/8.3
- Temperature (variations during the test) : 20 ± 2.4°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) has been performed on the test substance SIBX based on ISO 10253: "Water Quality Marine Algal Growth Inhibition Test With *Skeletonema costatum* and *Phaeodactylum tricornutum*".

The 72 hours EC_{50} value for the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) was found to be 0.72 mg/l.

The NOEC value was estimated to 0.25 mg/l.

In this test, all the control parameters were within the recommended ranges. According to the EEC classification system (EEC, 1993), a test substance is classified as very toxic if $EC_{50} < 1$ mg/l, as toxic if $EC_{50} = 1-10$ mg/l, and as harmful if $EC_{50} > 10-100$ mg/l.

Based on this, the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) can be classified as very toxic according to the EEC classification system.

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.

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.

EEC (1993): "Commission Directive of 27 April 1993 adapting to technical progress for the 18th time Council Directive 67/548/EEC on the approximation of the laws, regulations and administrative provisions relating to the classification, packaging and labelling of dangerous substances " (The "EU Labelling Guide" i. e. dir. 93/21/EEC, including Annex I to IV, Official Journal of the European Communities, L 110 A, Vol. 36, pp.1-86, 4 May 1993, ISSN 0378-6978).

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.

Naturvårdsverket (Swedish Environmental Protection Agency) Handbok 2010:3 utgåve 2: Kemisk och biologisk karakterisering av punktutsläpp till vatten. (Characterisation of discharge from chemical industry), in Swedish.

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

Miljøstyrelsen, (1994): Industrispildevands miljøfarlighed. Miljøprojekt 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): Økotoksikologisk undersøkelse av industriavløp. Økotoksikologisk risikovurdering – Veiledning Del I: SFT 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

Test Report

Acute toxicity to *Skeletonema costatum*

Toxicity Test Results
for the Test Substance
PAX
(Potassium amyl xanthate)

Aquateam COWI AS

Report No.: 19-002
Project No: A119111

Eilen Arctander Vik, Project Manager
Ocelie Kjønne, Laboratory Manager
Liv Bruås Henninge, Quality Control

Title Test Report - Acute toxicity to <i>Skeletonema costatum</i> for PAX (Potassium amyl xanthate).	Date 24.01.2019 Number of pages 9
Authors sign. Ocelie Kjønne Eilen Arctander Vik  	Responsible sign. Liv Bruås Henninge Liv Bruås Henninge Project number A119111

Client and address Titania AS 4380 Hauge i Dalane	Contact person Ann Heidi Nilsen
--	---

Summary <i>Skeletonema costatum</i> testing has been performed on the test substance PAX (Potassiumium amyl xanthate) based on ISO 10253: "Water Quality Marine Algal Growth Inhibition Test with <u><i>Skeletonema costatum</i></u> and <u><i>Phaeodactylum tricornutum</i></u>". The EC₅₀-value found for the test substance (nominal whole product) after 72 h was 1.5 mg/l. The EC₁₀-value was estimated to 1.0 mg/l, the EC₉₀-value was estimated to 2.2 mg/l and the NOEC-value was estimated to 0.5 mg/l. Based on the mean value, the test substance can be classified as toxic according to the EEC classification system.
--

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 Substance	4
1.1. Client.....	4
1.2. Information and characterisation	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 Substance	6
5.2. Reference Substance.....	7
6. Validation of Results.....	7
7. Conclusion	8
8. References.....	9

1. Delivery and Identification of the Test Substance

1.1. Client

The tests were performed on behalf of Titania AS

1.2. Information and characterisation

Name of test substance: PAX (Potassium amyl xanthate), 90% pellets

Date received : 04.01.2019

Storage : Room temperature

CAS number : 2720-73-2 (60-100%)
1310-58-3 (<1%)

Appearance : Yellow-green pellets/powder

Solubility : Complete

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 10253: "*Water Quality Marine Algal Growth Inhibition Test With Skeletonema costatum and Phaeodactylum tricornutum*". This procedure is prepared for testing of chemicals.

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 (mg/l 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 mg/ 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 preliminary test was carried out to decide the test dosages (mg/l).

Based on the results from the preliminary test, the following test dosages (nominal whole product) were used for the definitive test: 0.5; 1.0; 2.5 and 5.0 mg/l.

The test dosages were not adjusted for pH.

3. Test period

Exposure was started 08.01.2019 and terminated 11.01.2019.

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 EC_{10^-} , EC_{90^-} , EC_{50^-} , 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 Substance

Effect-dosage curve for the test substance PAX (Potassium amyl xanthate) is presented in Figure 1 and raw data in Figure 2.

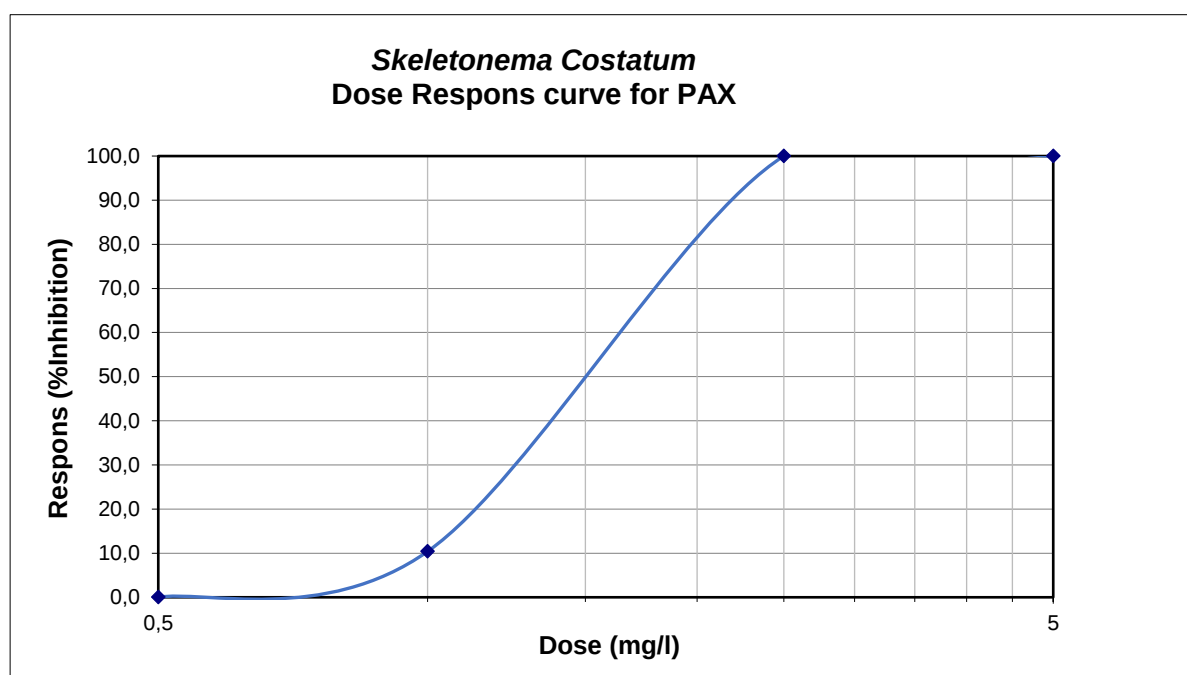


Figure 1. Effect-dosage curve for the test substance PAX (Potassium amyl xanthate). Definitive *Skeletonema costatum* test.

The EC_{50} value for the test substance PAX (Potassium amyl xanthate) was found to be 1.5 mg/l after 72 hours.

The NOEC value was estimated to 0.5 mg/l.

EC_{10^-} and EC_{90^-} values after 72 hours were 1.0 and 2.2 mg/l, respectively.

Calculation of growth rate			Skeletonema costatum								
Date	11.01.19										
Identification	PAX										
Dosage	Fluorescence	Growth rate	Mean value		Confidence limit	%inhibition	Mean value	Confidence limit		Min value	Max value
0	3100	1,61	1,60	±	0,00		0				
	3100	1,61									
	3050	1,60									
0,5	3100	1,61	1,61	±	0,00	0	-0,1	±	0,0	-0,1	-0,1
	3100	1,61									
	3100	1,61									
1	1900	1,44	1,44	±	0,01	10	10,4	±	0,7	9,7	11,2
	1800	1,43									
	1900	1,44									
2,5	1	-1,07	-1,07	±	0,00	167	166,9	±	0,0	166,9	166,9
	1	-1,07									
	1	-1,07									
5	1	-1,07	-1,07	±	0,00	167	166,9	±	0,0	166,9	166,9
	1	-1,07									
	1	-1,07									
Initial fluorescence (X0)			25 mV	pH test start:			8,3				
Fluorescence in				pH test end:			8,3				
Skeletonema costatum culture:			3150 mV	Amount of compound							
Temperature in culture				in stock solution:			5.0 mg/l				
cabinet:			20±2,4°C	°C							
*Corresponding to 100%. Negative growth rate gives > 100% inhibition of growth rate.											

Figure 2. Raw data and statistics

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 control pH has not varied by more than 1.0 units during the test.
- The temperature has been in the range 20.0 ± 2.4°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 : 1.61 d⁻¹
- pH at the beginning/end of the test : 8.3/8.3
- Temperature (variations during the test) : 20 ± 2.4°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) has been performed on the test substance PAX (Potassium amyl xanthate) based on ISO 10253: "Water Quality Marine Algal Growth Inhibition Test With *Skeletonema costatum* and *Phaeodactylum tricornutum*".

The 72 hours EC₅₀ value for the test substance PAX (Potassium amyl xanthate) was found to be 1.5 mg/l.

The NOEC value was estimated to 0.5 mg/l.

In this test, all the control parameters were within the recommended ranges. According to the EEC classification system (EEC, 1993), a test substance is classified as very toxic if EC₅₀ < 1 mg/l, as toxic if EC₅₀ = 1-10 mg/l, and as harmful if EC₅₀ >10-100 mg/l.

Based on this, the test substance PAX (Potassium amyl xanthate) can be classified as toxic according to the EEC classification system.

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.

EEC (1993): "Commission Directive of 27 April 1993 adapting to technical progress for the 18th time Council Directive 67/548/EEC on the approximation of the laws, regulations and administrative provisions relating to the classification, packaging and labelling of dangerous substances " (The "EU Labelling Guide" i. e. dir. 93/21/EEC, including Annex I to IV, Official Journal of the European Communities, L 110 A, Vol. 36, pp.1-86, 4 May 1993, ISSN 0378-6978).

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.

Naturvårdsverket (Swedish Environmental Protection Agency) Handbok 2010:3 utgåve 2: Kemisk och biologisk karakterisering av punktutsläpp till vatten. (Characterisation of discharge from chemical industry), in Swedish.

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

Miljøstyrelsen, (1994): Industrispildevands miljøfarlighed. Miljøprojekt 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): Økotoksikologisk undersøkelse av industriavløp. Økotoksikologisk risikovurdering – Veiledning Del I: SFT 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

Test Report

Acute toxicity to *Acartia tonsa*

Toxicity Test Results
for the Test Substance
FLOMIN C-3330
(Sodium isopropyl xanthate)

Aquateam COWI AS

Report No.: 19-010

Project No: A119111

Eilen Arctander Vik, Project Manager
Ocelie Kjønne, Laboratory Manager
Liv Bruås Henninge, Quality Control

Title Test Report - Acute toxicity to <i>Acartia tonsa</i> for FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate)	Date 28.01.2019 Number of pages 9
Authors sign. Eilen Arctander Vik  Ocelie Kjønne 	Responsible sign. Liv Bruås Henninge  Liv Bruås Henninge Project number A119111

Client and address Nussir ASA Repparfjord, 9620 Kvalsund	Contact person Øystein Rushfeldt
---	--

Summary <i>Acartia tonsa</i> testing has been performed on the test substance FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate) based on ISO/CD 14669: "Determination of Acute Lethal Toxicity to Marine Copepods" and PARCOM Ring Test Protocol: "Acute Toxicity to the Marine Copepod <i>Acartia tonsa</i>." The LC₅₀-value found for the test substance FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate) (nominal whole product) after 48 h was 1,1 mg/l. The NOEC-value was estimated to 0.5 mg/l. Based on the mean value, the test substance can be classified as toxic according to the EEC classification system.
--

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 Substance	4
1.1.	Client.....	4
1.2.	Information and characterisation	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

1. Delivery and Identification of the Test Substance

1.1. Client

The tests were performed on behalf of Nussir ASA

1.2. Information and characterisation

Name of test substance: FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthanate)

Date received : 03.01.2019

Storage : Room temperature

CAS number : 140-93-2 (87-89% Weight)

Appearance : Yellow-green pellets

Solubility : Complete

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 (Bjørnstad *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 48 h is determined. The LC₁₀, LC₅₀, LC₉₀ and NOEC values are calculated. 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 mg/l 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 (mg/l) was decided to: 0.5-5.0 mg/l

The test dosages were not adjusted for pH.

3. Test period

Exposure was started 22.01.2019 and terminated 24.01.2019.

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 LC_{10^-} , LC_{90^-} , LC_{50^-} , 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 curve for the test substance is presented in Figure 1.

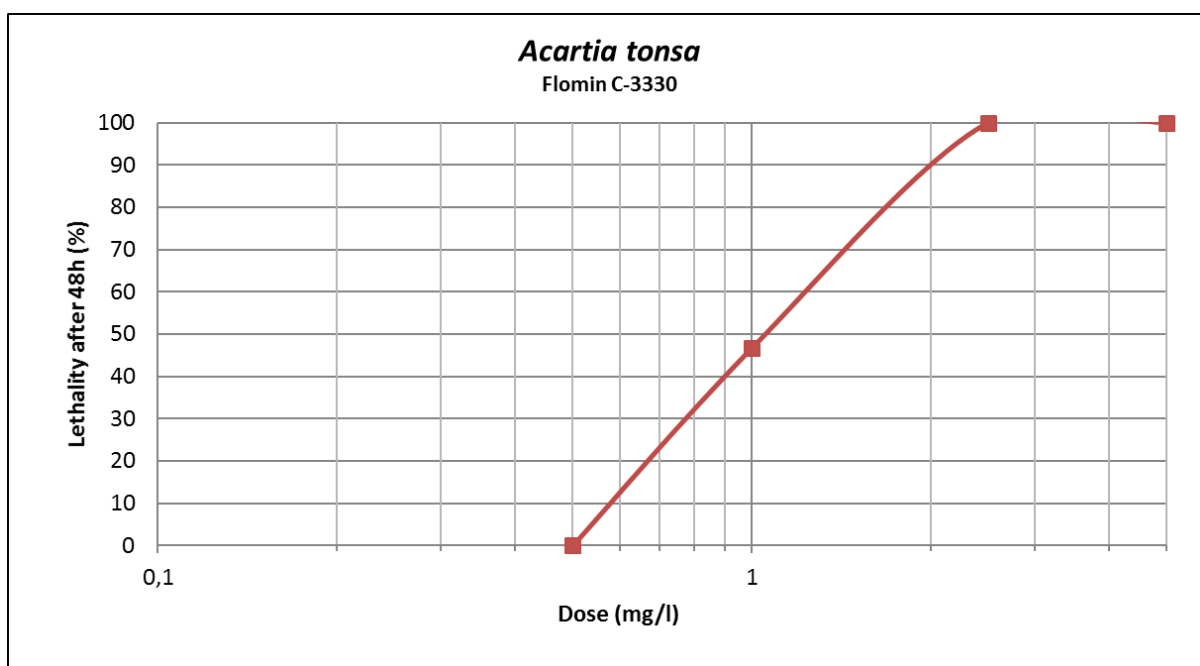


Figure 1. Lethality-dosage curve from testing with *Acartia tonsa* after 48 hours.

The LC_{50^-} -value for the test substance FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthanate) was found to be 1.1 mg/l after 48 hours.

The $NOEC^-$, LC_{10^-} and LC_{90^-} -values after 48 h were 0.5, 0.58 and 2.0 mg/l, respectively.

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 control pH has not varied by more than 1.0 units during the test.
- 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:

- Oxygen concentration in the end of the test : >4 mg/l
- pH at the test start and test end : 8.3 – 8.3
- Temperature (variations during the test) : $20 \pm 2.4^{\circ}\text{C}$
- Lethality in control : 0%
- Lethality of 1.0 mg/l 3,5-dichlorophenol : 53%

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

7. Conclusion

An acute *Acartia tonsa* test (48 hours) has been performed on the test substance FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthanate) based on ISO/CD 14669: "*Determination of Acute Lethal Toxicity to Marine Copepods*" and PARCOM Ring Test Protocol: "*Acute Toxicity to the Marine Copepod Acartia tonsa*."

The 48 hours LC_{50} value for the test substance FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthanate) was found to be 1.1 mg/l.

The NOEC value was estimated to 0.5 mg/l.

In this test, all the control parameters were within the recommended ranges.

According to the EEC classification system (EEC, 1993), a test substance is classified as very toxic if $\text{LC}_{50} < 1$ mg/l, as toxic if $\text{LC}_{50} = 1\text{--}10$ mg/l, and as harmful if $\text{LC}_{50} > 10\text{--}100$ mg/l.

Based on this, the test substance FLOMIN C-3330 (Sodium isopropyl xanthate) can be classified as toxic according to the EEC classification system.

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.

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

EEC (1993): "Commission Directive of 27 April 1993 adapting to technical progress for the 18th time Council Directive 67/548/EEC on the approximation of the laws, regulations and administrative provisions relating to the classification, packaging and labelling of dangerous substances " (The "EU Labelling Guide" i. e. dir. 93/21/EEC, including Annex I to IV, Official Journal of the European Communities, L 110 A, Vol. 36, pp.1-86, 4 May 1993, ISSN 0378-6978).

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. Miljøprojekt nr. 188, in Danish

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

Naturvårdsverket (Swedish Environmental Protection Agency) Handbok 2010:3 utgåve 2: Kemisk och biologisk karakterisering av punktutsläpp till vatten. (Characterisation of discharge from chemical industry), in Swedish.

OSPAR (1999): Ecotoxical 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

Test Report

Acute toxicity to *Acartia tonsa*

Toxicity Test Results
for the Test Substance
SIBX
(Sodium isobutyl xanthate)

Aquateam COWI AS

Report No.: 19-013

Project No: A119111

Eilen Arctander Vik, Project Manager
Ocelie Kjønne, Laboratory Manager
Liv Bruås Henninge, Quality Control

Title Test Report - Acute toxicity to <i>Acartia tonsa</i> for SIBX (Sodium isobutyl xanthate)	Date 28.01.2019 Number of pages 9
Authors sign. Eilen Arctander Vik  Ocelie Kjønne 	Responsible sign. Liv Bruås Henninge  Liv Bruås Henninge Project number A119111

Client and address Nordic Mining AS Munkedamsveien 45A 0250 Oslo	Contact person Kenneth Nakken Angedal
--	---

Summary <i>Acartia tonsa</i> testing has been performed on the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) based on ISO/CD 14669: "Determination of Acute Lethal Toxicity to Marine Copepods" and PARCOM Ring Test Protocol: "Acute Toxicity to the Marine Copepod <u><i>Acartia tonsa</i></u>." The LC₅₀-value found for the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) (nominal whole product) after 48 h was 2.7 mg/l. The NOEC-value was estimated to 0.5 mg/l. Based on the mean value, the test substance can be classified as toxic according to the EEC classification system.

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 Substance	4
1.1.	Client.....	4
1.2.	Information and characterisation	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

1. Delivery and Identification of the Test Substance

1.1. Client

The tests were performed on behalf of Nordic Mining AS

1.2. Information and characterisation

Name of test substance: SIBX (Sodium isobutyl xanthate)

Date received : 08.01.2019

Storage : Room temperature

CAS number : 25306-75-6 (>90%)
7732-18-5 (<4%)
1310-73-2 (<0.2)

Appearance : Yellow to green pellets/powder

Solubility : Complete

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 (Bjørnstad *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 48 h is determined. The LC₁₀, LC₅₀, LC₉₀ and NOEC values are calculated. 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 mg/l 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 (mg/l) was decided to: 0.5-5.0 mg/l

The test dosages were not adjusted for pH.

3. Test period

Exposure was started 22.01.2019 and terminated 24.01.2019.

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 LC_{10^-} , LC_{90^-} , LC_{50^-} , 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 curve for the test substance is presented in Figure 1.



Figure 1. Lethality-dosage curve from testing with *Acartia tonsa* after 48 hours.

The LC_{50} -value for the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) was found to be 2.7 mg/l after 48 hours.

The NOEC-, LC_{10^-} and LC_{90^-} -values after 48 h were 0.5, 0.6 and 4.3 mg/l, respectively.

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 control pH has not varied by more than 1.0 units during the test.
- 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:

- Oxygen concentration in the end of the test : >4 mg/l
- pH at the test start and test end : 8.3 – 8.2
- Temperature (variations during the test) : $20 \pm 2.4^{\circ}\text{C}$
- Lethality in control : 0%
- Lethality of 1.0 mg/l 3,5-dichlorophenol : 53%

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

7. Conclusion

An acute *Acartia tonsa* test (48 hours) has been performed on the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) based on ISO/CD 14669: "*Determination of Acute Lethal Toxicity to Marine Copepods*" and PARCOM Ring Test Protocol: "*Acute Toxicity to the Marine Copepod Acartia tonsa*."

The 48 hours LC_{50} value for the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) was found to be 2.7 mg/l.

The NOEC value was estimated to 0.5 mg/l.

In this test, all the control parameters were within the recommended ranges.

According to the EEC classification system (EEC, 1993), a test substance is classified as very toxic if $\text{LC}_{50} < 1$ mg/l, as toxic if $\text{LC}_{50} = 1\text{-}10$ mg/l, and as harmful if $\text{LC}_{50} > 10\text{-}100$ mg/l.

Based on this, the test substance SIBX (Sodium isobutyl xanthate) can be classified as toxic according to the EEC classification system.

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.

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

EEC (1993): "Commission Directive of 27 April 1993 adapting to technical progress for the 18th time Council Directive 67/548/EEC on the approximation of the laws, regulations and administrative provisions relating to the classification, packaging and labelling of dangerous substances " (The "EU Labelling Guide" i. e. dir. 93/21/EEC, including Annex I to IV, Official Journal of the European Communities, L 110 A, Vol. 36, pp.1-86, 4 May 1993, ISSN 0378-6978).

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. Miljøprojekt nr. 188, in Danish

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

Naturvårdsverket (Swedish Environmental Protection Agency) Handbok 2010:3 utgåve 2: Kemisk och biologisk karakterisering av punktutsläpp till vatten. (Characterisation of discharge from chemical industry), in Swedish.

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

Test Report

Acute toxicity to *Acartia tonsa*

Toxicity Test Results
for the Test Substance
PAX
(Potassium amyl xanthate)

Aquateam COWI AS

Report No.: 19-011

Project No: A119111

Eilen Arctander Vik, Project Manager
Ocelie Kjønne, Laboratory Manager
Liv Bruås Henninge, Quality Control

Title Test Report - Acute toxicity to <i>Acartia tonsa</i> for PAX (Potassium amyl xanthate)	Date 28.01.2019
Authors sign. Eilen Arctander Vik  Ocelie Kjønne 	Number of pages 9 Responsible sign. Liv Bruås Henninge  Liv Bruås Henninge Project number A119111

Client and address Titania AS 4380 Hauge i Dalane	Contact person Ann Heidi Nilsen
---	---

Summary <i>Acartia tonsa</i> testing has been performed on the test substance PAX (Potassium amyl xanthate) based on ISO/CD 14669: "Determination of Acute Lethal Toxicity to Marine Copepods" and PARCOM Ring Test Protocol: "Acute Toxicity to the Marine Copepod <i>Acartia tonsa</i>." The LC₅₀-value found for the test substance PAX (Potassium amyl xanthate) (nominal whole product) after 48 h was 3.2 mg/l. The NOEC-value was estimated to 1.0 mg/l. Based on the mean value, the test substance can be classified as toxic according to the EEC classification system.
--

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 Substance	4
1.1.	Client.....	4
1.2.	Information and characterisation	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

1. Delivery and Identification of the Test Substance

1.1. Client

The tests were performed on behalf of Titania AS.

1.2. Information and characterisation

Name of test substance: PAX (Potassium amyl xanthate)

Date received : 04.01.2019

Storage : Room temperature

CAS number : 2720-73-2 (60-100%)
1310-58-3 (<1%)

Appearance : Yellow-green pellets/powder

Solubility : Complete

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 (Bjørnstad *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 48 h is determined. The LC₁₀, LC₅₀, LC₉₀ and NOEC values are calculated. 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 mg/l 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 (mg/l) was decided to: 0.5-5.0 mg/l

The test dosages were not adjusted for pH.

3. Test period

Exposure was started 22.01.2019 and terminated 24.01.2019.

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 LC_{10^-} , LC_{90^-} , LC_{50^-} , 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 curve for the test substance is presented in Figure 1.

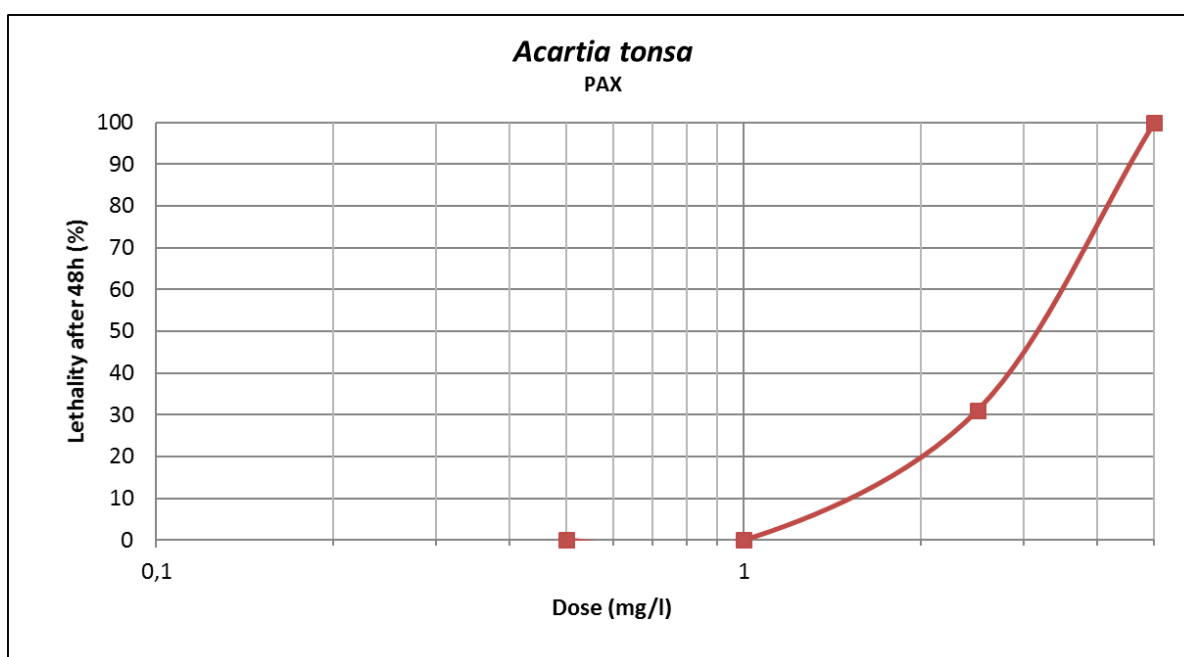


Figure 1. Lethality-dosage curve from testing with *Acartia tonsa* after 48 hours.

The LC_{50} -value for the test substance PAX (Potassium amyl xanthate) was found to be 3.2 mg/l after 48 hours.

The NOEC-, LC_{10^-} and LC_{90^-} -values after 48 h were 1.0, 1.5 and 4.6 mg/l, respectively.

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 control pH has not varied by more than 1.0 units during the test.
- 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:

- Oxygen concentration in the end of the test : >4 mg/l
- pH at the test start and test end : 8.3 – 8.3
- Temperature (variations during the test) : $20 \pm 2.4^{\circ}\text{C}$
- Lethality in control : 0%
- Lethality of 1.0 mg/l 3,5-dichlorophenol : 53%

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

7. Conclusion

An acute *Acartia tonsa* test (48 hours) has been performed on the test substance PAX (Potassium amyl xanthate) based on ISO/CD 14669: "*Determination of Acute Lethal Toxicity to Marine Copepods*" and PARCOM Ring Test Protocol: "*Acute Toxicity to the Marine Copepod Acartia tonsa*."

The 48 hours LC_{50} value for the test substance PAX (Potassium amyl xanthate) was found to be 3.2 mg/l.

The NOEC value was estimated to 1.0 mg/l.

In this test, all the control parameters were within the recommended ranges.

According to the EEC classification system (EEC, 1993), a test substance is classified as very toxic if $\text{LC}_{50} < 1$ mg/l, as toxic if $\text{LC}_{50} = 1\text{-}10$ mg/l, and as harmful if $\text{LC}_{50} > 10\text{-}100$ mg/l.

Based on this, the test substance PAX (Potassium amyl xanthate) can be classified as toxic according to the EEC classification system.

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.

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

EEC (1993): "Commission Directive of 27 April 1993 adapting to technical progress for the 18th time Council Directive 67/548/EEC on the approximation of the laws, regulations and administrative provisions relating to the classification, packaging and labelling of dangerous substances " (The "EU Labelling Guide" i. e. dir. 93/21/EEC, including Annex I to IV, Official Journal of the European Communities, L 110 A, Vol. 36, pp.1-86, 4 May 1993, ISSN 0378-6978).

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. Miljøprojekt nr. 188, in Danish

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

Naturvårdsverket (Swedish Environmental Protection Agency) Handbok 2010:3 utgåve 2: Kemisk och biologisk karakterisering av punktutsläpp till vatten. (Characterisation of discharge from chemical industry), in Swedish.

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 B

Fra: Øystein Rushfeldt [<mailto:oystein@nussir.no>]

Sendt: 17. mars 2015 10:40

Til: 'Kari Kjøningsen'

Emne: SV: Forbruk SIPX

Påsetning antas å starte rundt en million tonn per år for deretter å kunne øke opp mot maksimalt 2 mill tonn per år over en periode på 3-5 år. Det er ikke gitt at en økning opp mot det maksimale vil finne sted som beskrevet da det avhenger av både hvordan gruvedriften vil fungere, hvordan det evt blir supplert med nye malmressurser over tid og hvordan marked og priser utvikler seg. I vår nåværende finansielle modell er det lagt opp til en periode på noen år etter en innkjøring på 2 mill tonn per år for deretter å gå ned til en langsiktig påsetning på rundt 1,5 mill tonn per år.

Erfaringen fra alle bergverk jeg har jobbet med i Norge viser at påsetningen kan svinge mye over tid, og da som regel som følge av forhold man ikke kunne forutse eller kontrollere.

Øystein

Fra: Kari Kjøningsen [<mailto:kari.kjonigsen@miljodir.no>]

Sendt: 16. mars 2015 19:19

Til: Øystein Rushfeldt **Emne:** SV: Forbruk SIPX

Vet du hvor mye som blir påsatt pr år?

Fra: Øystein Rushfeldt

Dato:16.03.2015 19:10 (GMT+01:00)

Til: Kari Kjøningsen **Emne:** SV: Forbruk SIPX

Forbruk vil være 25 tonn ved påsetning på 1 mill tonn malm på verk per år, og 50 tonn ved 2 mill tonn malm per år.

Utslipp av KAX til avgangen vil være under 5 % av dette basert på erfaring fra tilsvarende prosesser, mens det øvrige følger konsentratet til smelteverk. Innholdet av KAX i avgangen i flotasjonsforsøkene ble forsøkt analysert i miljøstudiene, men det var under deteksjonsgrense for analysen.

Øystein

Fra: Kari Kjøningsen [<mailto:kari.kjonigsen@miljodir.no>]

Sendt: 16. mars 2015 08:17

Til: Øystein Rushfeldt **Emne:** SV: Forbruk SIPX

Ja, jeg spurte litt uklart – dette står jo i søknaden – men jeg må i begrunnelse for vedtak si noe om totalt forbruk og hvor mye som forventes å slippes ut. Har du noe tall for det?

Kari

Fra: Øystein Rushfeldt [<mailto:oystein@nussir.no>]

Sendt: 13. mars 2015 16:03

Til: Kari Kjøningsen

Emne: SV: Forbruk SIPX

25 g/t påsatt verk

Fra: Kari Kjøningsen [<mailto:kari.kjonigsen@miljodir.no>]

Sendt: 13. mars 2015 12:42

Til: Øystein Rushfeldt

Emne: Forbruk SIPX

Hei Øystein!

Kan du si noe om hvor mye forbruk dere tenker å ha av Xanthat (SIPX)?

Hilsen Kari

Med hilsen

Kari Kjøningsen

sjefingeniør, industriseksjon 2 - IN2

VEDLEGG C

Sendt: mandag 27. februar 2017 15:11

Til: Håkon Havskjold <haakon@promin.no>; Viklund, Torbjörn <Torbjorn.Viklund@boliden.com>

Kopi: Nilsson, Christine <Christine.Nilsson@boliden.com>; 'Øystein Rushfeldt' <oystein@nussir.no>; 'Helge Rushfeldt' <helge@promin.no>

Emne: RE: VS: Xanthat

Hi

We are using SIBX AND K-iso-amylxanthat at our plants.

We are treating different ore types. The dosage vary with ore type. I don't have the actual dosage figures and the current suppliers.

We have never quantified the actual distribution of the added xanthates to the tailings.

Since xanthates are strong collectors, it is anticipated that most of the added xanthates are adsorbed on the solid surfaces. In our processes we normally produce rougher or bulk concentrates, which are subsequently separated.

In the cleaning stage, minerals such as pyrite depressed by lime addition, but will still have xanthates on the surface.

I guess it is required a rather advance analytical methodology to determine the final distribution of the xanthates between concentrates and the tailings (possible to quantify the total carbon but how to determine the actual species? (might be degradation products such as dixanthogen).

The residual concentration in the discharged process solution is however very low, normally below the detection limits for the UV-methods (See attached paper.)

Yes, there are monitoring programs at our sites. The maximum concentrations in the effluent of e.g. metals are stipulated in the environmental permits.

Regarding, the xanthate chemistry, find enclosed a copy of pages from the book by Leja. You may find some relevant information for your project.

I think you have to do testwork on your own material in order to find out the actual properties regarding xanthate adsorption characteristics etc.

Best regards,

Jan-Eric

VEDLEGG D

Øystein Rushfeldt
Nussir ASA
Box 40
9620 Kvalsund

Hovedkontor
Gaustadalléen 21
NO-0349 Oslo
Telefon: 02348
Fax 22 18 52 00
Bankgiro: 5010 05 91828
SWIFT: DNBANOKK
Foretaksnr.: 855869942
www.niva.no
post@niva.no

Deres referanse
Rushfeldt

Vår referanse
AKV
J.nr. 391/12
S.nr. 12007.nuss1

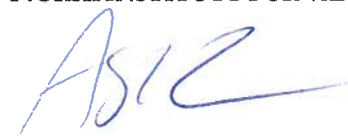
Dato
5. mars 2012

Notat om Natrium isopropyl xantat (SIPX) som brukt i oppredningsprosessen ved Nussir ASA – potensielle toksiske effekter for det marine miljøet

Vennligst finn vedlagt en betenkning om SIPX slik som kjemikaliet er foreslått brukt i gruva Nussir ASA i Repparfjord, Finnmark.

Konklusjonen i notatet er at SIPX vil kunne forekomme i lave men potensielt toksiske konsentrasjoner *utelukkende i avgangsmassene på bunnen av fjorden* da kjemikalet er sterkt bundet til overflaten til partikler og er vannavvisende. Den potensielt toksiske effekten på grunn av SIPX vil avta og være borte i løpet av to til fire måneder for hver enkelt partikkel. Som finstoff i vannmassene vil svevende små SIPX-påvirkede partikler sammen med sjøvann ha en gjennomsnittskonsentrasjon langt under den konsentrasjonen som potensielt kan gi toksiske effekter. SIPX er lite bioakkumulerbar.

Med vennlig hilsen
NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING



Astri JS Kvassnes
PhD

Direktelinje: 982 94 126
e-post: akv@niva.no

NOTAT

24. februar 2012

Til: Nussir ASA ved Øystein Rushfeldt

Fra: Astri Kvassnes

Kopi: Arkiv/NIVA, O-12007.NUSS1

Sak: Sodium isopropyl xantat (SIPX) som brukt i oppredningsprosessen ved Nussir ASA – potensielle toksiske effekter for det marine miljøet

Dette notatet oppsummerer de mest sannsynlige toksiske effektene som kan følge av bruk av Natrium isopropyl xantate (SIPX, CAS No 140-93-2) slik kjemikaliet kan forekomme i fjorden etter utslipp fra Nussir til Repparfjorden i Kvalsund kommune, Finnmark. I notatet vurderes kun kjente effekter i marint miljø. Vi har ikke vurdert HMS, terrestrisk miljø, inkludert. Notatet er basert på tilgjengelig litteratur som vist i referanselisten.

Planlagt bruk av SIPX ved Nussir ASA i Repparfjord Kommune

Etter at en malm er brutt fra en gruve blir malmen normalt malt opp og gjennomgår en *oppredningsprosess*. Prosessen innebærer at man ved hjelp av kjemi og fysikk spalter det verdifulle materialet til et *konsentrat* og det som ikke har verdi for gruva som *avgang*. Avgangen er dermed avfall og vil måtte plasseres et egnet sted. SIPX brukes i oppredningsprosesser for å skumme av (flottene) kobbersulfidmineraler som blir en del av konsentratet fra en oppkust malm. SIPX følger derfor i all hovedsak kobberkonsentratet og bare en liten andel av den totale mengden av brukt kjemikalie blir med avfallet til deponiområdet.

Nussir ASA ønsker å deponere avgangsmassene i et sjødeponi i Repparfjorden. Dette innebærer at en slurry (avgang-vann blanding) skal slippes ut på rundt 50 meters dyp (Christensen m. fl. 2011) og sedimentere i et naturlig fjordbasseng nord for Fæg fjordholmen. Røret skal konstrueres slik at det mikses inn sjøvann i slurrien oppstrøms utslippspunktet.

I rapporten utarbeidet av SGS-Canada (SGS, 2011) er oppredningsprosessen beskrevet i detalj. Rapporten er tilgjengeliggjort på norsk i Kleiv (2011). SIPX skal brukes i råflotasjonen (Rougher flotation) og rensetrinnet (Cleaner flotation). I den metoden som mest sannsynlig vil bli brukt (F12) er forbruket totalt 23,8 mg SIPX /kg malm (?)(SGS, 2011). Hvis det totale forbruket ved gruva blir rundt 48 tonn i året vil en hundredel, ca 480 kilo, følge avgangen.

Vi har i denne betenkningen tatt det for gitt at søl av konsentrat ved oppredningen ikke skal føres inn i avgangsstrømmen eller spyles bort slik det tidligere har vært vanlig i landdeponier.

SIPX og Xantater generelt

Australske myndigheter har fått utarbeidet en litteraturgjennomgang for søster-xantatet Natrium etyl xantat (SEX) (Cas No 140-90-9) med full risikovurdering inklusive nedbrytning, miljøeffekter og HMS (NICNAS (1995 og 2000)). SEX har stått på Australias liste for «Prioriterte stoffer» siden 1993 blant annet på grunn av mangel på informasjon om miljøkonsekvenser. I tillegg hadde det vært episoder med HMS-problemer på grunn av gassdannelse (CS_2). Det må påpekes at den Australske listen over prioriterte stoffer *ikke* har samme formål som Klifs liste over prioriterte kjemikalier som ikke skal slippes ut i naturen. Den australske listen gjelder stoffer de prioriterer å studere nærmere for å risikovurdere dem. Videre presiserer vi at SIPX og Xantater er omtalt i forbindelse med SEX i NICNAS (1995 og 2000) og er ikke hovedtema for risikovurderingen i dokumentene.

NICNAS (1995) og miljødataark fra SIPX-produsenten Flottec, sier følgende om SIPX og xantater:

- SIPX har en molekylvekt på 158,2 g/mol.
- Molekylformel $\text{C}_4\text{H}_7\text{NaOS}_2$ og (CS_2 har CAS No 75-15-0).
- I konsentrert form er det et svært hygroskopisk pulver, og løses lett i vann.
- Xantater brytes ned på tre måter (NICNAS, 1995).
 - I sur løsning brytes xantatene ned til alkalimetall kationer og xantate anioner. Løsningen hydrolyserer videre til xantisk syre som brytes videre ned til CS_2 og alkohol.
 - Xantater kan også oksidere til dixantogen. Reaksjonen går ikke langt og likevekt oppnås etter at 5-10 % av xantatet er oksidert, med den største reaksjonen ved lavest pH.
 - I nøytrale og basiske løsninger brytes xantater ved hydrolytisk nedbrytning til natriumtrithiokarbonat. Videre nedbrytning til natriumkarbonat, hydrogensulfid og hydrogensulfid kan skje.
- SIPX virker ved at det binder seg sterkt til sulfidholdigepartikler i den ene enden og til luftbobler i den andre (et tensid).
- I oppredningsprosessen vil den hydrolytiske nedbrytningen være dominerende, og de øvrige er aktive om man får sure forhold ved lagring.
- Molekylstrukturen til SIPX er slik at det er lite sannsynlig at det vil bioakkumulere og Flottec (2009) rapporterer en biokonsentreringsfaktor (BCF) på 1,95, der tall over 1000 er høye og under 250 er ansett som lave verdier. Konsentrasjonen er ikke oppgitt som en $\log\text{BCF}$ i rapporten.

Xantater har en heteropolar molekylstruktur med en ikkepolar hydrokarbongruppe og en polar sulfidgruppe (NICNAS 1995). En overflatereaksjon skjer mellom sulfidmineralene i malmen og den polare sulfidgruppen. Denne reaksjonen gir en vannavstøtende film på sulfidpartikkelen og dette gir effekten at kornet lar seg løfte med luftbobler som strømmes igjennom oppredningsmassen. NICNAS (1995) viser videre til at xantater generelt ikke er overvåket i avgangsmasser, siden mesteparten er antatt å forekomme i konsentratet der det brytes ned ved tørking eller forbrenning i for eksempel pelletsanlegg.

Sodium etyl xantat brytes ned til halve konsentrasjonen på 500 timer ved romtemperatur og en pH på 8-11. Halveringstiden reduseres til 260 timer ved nøytral pH (NICNAS 1995). Flottec (2009) viser en nedbrytning på bare 1,9 % på 28 dager. Testen ble gjort med rent kjemikalie oppløst i destillert vann (pH 12,5 og 40 % løsning) med tett lokk, dvs. uten tilgang til oksygen/luft. Flottec's test viser dermed holdbarhet i laboratoriet og ikke nedbrytningen i naturlig miljø. NICNAS (1995) viser til at nedbrytning skjer hurtigere i løsning med lavere pH. Det dype sjøvannet i Repparfjorden har generelt en pH på 7,8-8, og en temperatur under 10 °C. Hvis man antar en liknende nedbrytningstid for SIPX som for sodium etyl xantat kan man anta at stoffet halveres på rundt 500 timer eller hurtigere.

Miljøeffekter av SIPX

Iflg. SGS (2011) ble det brukt 23,8mg/kg med SIPX i oppredningsprosess F12. SIPX binder seg sterkt til konsentratet, ikke avfallet. NICNAS (1995) estimerer at 1 % av brukt SIPX går i avgangen. Hvis Nussir ASA benytter en tilsvarende prosess vil de få omtrent 0,24 mg/kg for tørr avgang og rundt 0,15 mg/L (=ppm) for avgangsslurry.. I SGS (2011) ble SIPX analysert med en deteksjonsgrense på 5mg/L i vannfasen som hadde blitt ristet sammen med avgangen. Dermed vil man i avgangsslurry ikke kunne forvente å kunne påvise stoffet med den typen analyse brukt i SGS-rapporten.

Total avgangsmengde ved Nussir ASA kan bli 2 millioner tonn i året. Utslippsmengden totalt av SIPX til fjorden blir da 480kg.

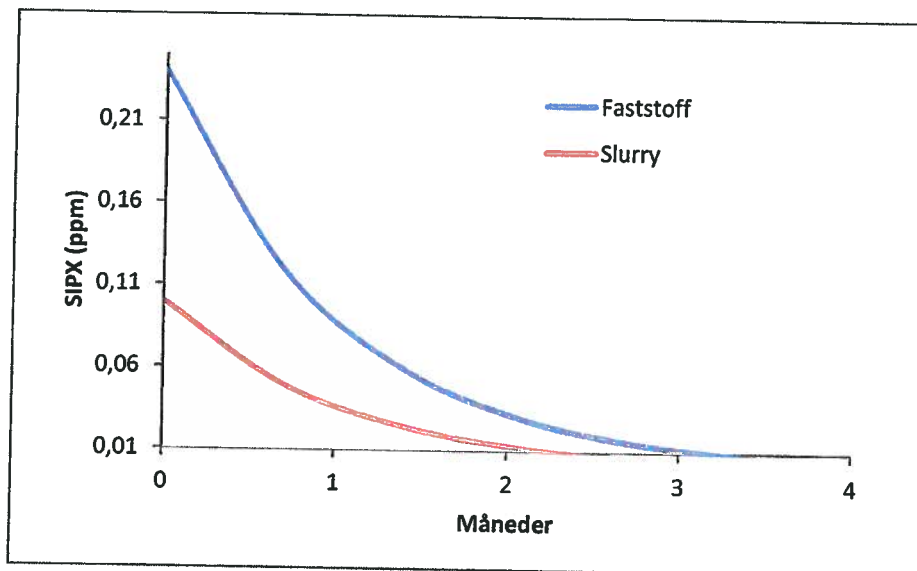
WQG(2000) indikerer at 0,05 mg/L en triggerverdi for påvirkning av akvatiske systemer. Triggerverdier er en grenseverdi og defineres av WQG (2000) som verdier som «representerer konsentrasjonen av kjemikaliene som ikke vil forårsake en betydelig skadelig effekt på et økosystem».

Hvis SIPX ikke overdoseres i oppredningsprosessen vil det aller meste av kjemikaliene være bundet på overflaten til avgangspartiklene som slippes ut i sjø og følge dem til bunnen. Hvis SIPX brytes ned til det halve over 500 timer slik sodium etyl xantat gjør vil man kunne ha en sone i avgangsmassen deponert rundt utslippspunktet, der det er konsentrasjoner i nedre grense av giftighet (toxicity range) innenfor to til fire måneder etter utslipp (Figur 1).

Partikkelkonsentrasjoner på noen milligram vil kunne forekomme i vannmassene nær bunnen i fjorden. Partikler med et innhold på 0,24 mg/kg av SIPX vil i vannmasser med f. eks. et høyt estimat på 100 mg/L ha en konsentrasjon på 0,024 mcg/L (ppb). Dette eksempelet viser at forventet maksimum konsentrasjoner i bunnvannet vil være langt under konsentrasjonene som potensielt kan være toksiske for marine organismer.

NICNAS (1995) viser til at Sodium etyl xantat blir brukt i konsentrasjoner på opp til 300mg/kg. Nussir ASA planlegger å bruke under en tiendedel av denne dosen. (Det bemerkes igjen at dette er SEX og ikke SIPX som Nussir ASA vil bruke.) NICNAS (1995) viser også at utslipp av SEX i australske innlandsresipienter kan ha store effekter. SEX og

SIPX har omtrent like toksiske effekter (NICNAS 1995). I Nussirs ASAs tilfelle er det søkt om å bruke en tidels dose og resipientkapasiteten er mye større enn i australske innsjøer og elver. Derfor vil risikoen for miljøskade på grunn av SIPX være mindre i Repparfjorden enn i det Australske innlandet.



Figur 1: Nedbrytning av SIPX for konsentrasjoner som forventes ved utslippet til Nussir ASA i Repparfjorden. Den blå linjen er for 100% faststoff med SIPX, en med vilje urealistisk høy verdi. Denne fungerer som ytterpunkt.

Nedbrytningsproduktene av SIPX involverer gassen CS_2 , som forbruker oksygen ved videre nedbrytning. Hver mol SIPX produserer $1/2$ mol CS_2 som hver seg igjen forbruker 4 mol O_2 i nedbrytningsprosessen. Denne prosessen skjer i sedimentene. Man kan dermed forvente av avgangen på sjøbunnen får redusert oksygen i overflatelaget som har SIPX. Mens dette ville være et problem i et vanlig levende sediment vil dette føre til at man kan få dannet sulfidmineraler av de frie tungmetallene som eventuelt er til stede i sedimentene. Dette vil dermed redusere eventuell utlekking for avgangen til sjø. Repparfjorden har en svært effektiv vannutskiftning så oksygenforbruket som i er omtrent halvparten kjemikalieforbruket (480kg SIPX vs. rundt 200kg O_2) vil kun påvirke i og under overflaten av deponiet.

Konklusjon

SIPX vil kunne forekomme i potensielt toksiske konsentrasjoner utelukkende i avgangsmassene på bunnen av fjorden da kjemikalet er sterkt bundet til overflaten til partikler og er vannavvisende (et tensid). Den toksiske effekten av SIPX vil avta som følge av nedbrytning som vil gi en halvering i løpet av anslagsvis 20 døgn. SIPX bundet til svevende små partikler vil gi konsentrasjoner langt under konsentrasjonene som kan gi toksiske effekter. SIPX er lite bioakkumulerbar.

Referanser

- Christensen G, Kvassnes, AJS, og 7 andre, 2011: Konsekvenser for det marine miljøet i Repparfjorden ved etablering av sjø eller landdeponi for gruveavgang fra Nussir og Ulveryggen i Kvalsund kommune, Finnmark. Akvaplan-niva AS Rapport 5249-01.
- Flottec Material Safety Data Sheet, versjon 03. 2009.
- Kleiv, RA: Fysiske og kjemiske egenskaper til flotasjonsavgang fra Nussir og Ulveryggenforekomstene. M-RAK 2011:7.
- NICNAS, 1995: Sodium Ethyl Xanthate, Priority Existing Chemical NO. 5. May, 1995. AUSTRALIAN GOVERNMENT PUBLISHING SERVICE CANBERRA
- NICNAS, 2000: Sodium Ethyl Xanthate, Priority Existing Chemical Secondary Notification Assessment Report No.5S. AUSTRALIAN GOVERNMENT PUBLISHING SERVICE CANBERRA
- SGS, 2011:: An investigation into recovery of copper from the Kvalsund Deposit, project 12527-001 – Final report. May 9, 2011. SGS-Canada.
- WQG, 2000: Australian and New Zealand Guidelines for Fresh and Marine Water Quality: Volume 2 - Aquatic Ecosystems - Rationale and Background Information, section 8,3 – Toxicants
http://www.mincos.gov.au/publications/australian_and_new_zealand_guidelines_for_fresh_and_marine_water_quality/volume_2