

Skreddersyning og optimalisering av separasjonsprosedyrer

for isolasjon av kvarts fra bergarter basert på
bergartsdannelse og mineralinnhold

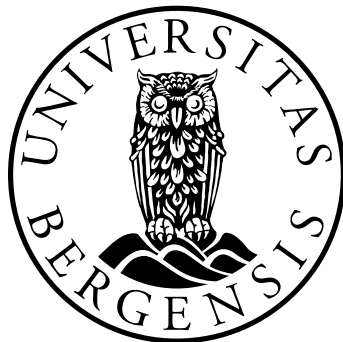
Håvard Grønnevik



Geov399 Masteroppgave i geovitenskap

Institutt for geovitenskap

Kvartærgeologi og Paleoklima



Juni 2017

*"The road goes ever on and on
Down from the door where it began
Now far ahead the Road has gone
And I must follow if I can
Pursuing it with eager feet,
Until it joins some larger way
Where many paths and errands meet.
And wither then? I cannot say"*

J.R.R. Tolkien

Forord

Arbeidet med denne oppgaven har vært langt, hardt og lærerik. Gjennom de siste to årene har jeg fått mye ny kunnskap, og erfaringer jeg ikke forventet skulle bli del av mitt repertoar.

Først og fremst vil jeg takke min hovedveileder, ekte førstestemajones Henriette Linge, for ditt engasjement i prosjektet, svært god veiledning og hjelp når jeg har stått fast. Du har forbedret de siste to årene mine betraktelig, med humoren din og humøret ditt. Jeg setter enorm pris på evnen du har til å hjelpe meg å finne motivasjon, spesielt de dagene den ellers ikke var å finne. Jeg vil også takke Lars Evje for veiledning, konstruktive ideer, kritiske spørsmål og hjelp på laboratoriet. Takk for ditt herlige innskudd av tørr humor i hverdagen min. Ludo takkes for hans tjenester som terapihund!

Familien min, Liv Sigrun, Hogne og Synnøve Grønnevik takkes for bunnløs støtte, oppmuntring og aktive tilstedeværelse i min hverdag. Dere har gjort studietiden min tryggere, med tiltroen dere har til meg og deres ukuelige forsøk på å forstå hva det er jeg faktisk driver med. Mormor- Sigrid Lier, takk for at du er så opptatt av alt jeg gjør! Din fortsatte interesse for geologi har hjulpet meg å finne tilbake til hvorfor jeg valgte denne utdannelsen. Dere har alle inspirert meg til å fortsette å fordype meg i et fagfelt jeg elsker og å følge mine lidenskaper, hvor enn de fører meg.

Jeg vil takke alle mine venner, i Bergen og andre steder, for mange dager med latter, øl og gode stunder. Dere skal også ha takk for flertallige forsøk på å dra meg ut av lesesalen, på tross av mine motsigelser. De siste årene ville vært fattigere uten dere. Takk for kaffepauser, whiskypauser, spillekvelder og faglige, samt særdeles ikke-faglige diskusjoner og samtaler. Dere har alle beriket hverdagen min!

Til slutt vil jeg takke min beste venn Vanja, som har hjulpet meg gjennom mange av de tunge dagene med ubegrenset støtte, forståelse og gode råd. Du holder meg gående! Takk for at du tok deg tid, nå helt på slutten, til å lese gjennom oppgaven min, og for at du alltid er der når jeg trenger hjelp og råd.

Håvard Grønnevik

Bergen, 31.05.17

Håvard Grønnevik

Sammendrag

Preparering for eksponeringsdatering er en prosess som er både tidkrevende og dyr, hvor bergartsprøvene må gjennom mange delprosedyrer før det aktuelle mineralet er isolert for datering. På Kosmolab benyttes en felles prosedyre for alle litologier, der hver bergart bringer egne utfordringer til prepareringsprosedyren. Til nå er forskjellig behandling og litologiske hensyn tatt av den som gjennomfører prosedyren. Det er derfor et ønske om å lage noen generelle retningslinjer for hyppig brukte bergartstyper. Skreddersying er foreslått for et utvalg bergartsgrupper, med påfølgende flytdiagram for gruppene. Diagrammene gir en anbefaling til hvilke delprosedyrer litologien bør behandles med, og hva som bestemmer hvorvidt det aktuelle prøvematerialet skal behandles på denne måten. Skreddersyde prepareringsprosedyrer er ønskelige for å redusere den totale tiden som brukes per prøve. Det er også en faktor at flere separasjonsprosedyrer betyr høyere sjanse for at verdifull ren kvarts går tapt. Om unødvendige delprosedyrer kan utelukkes for enkelte grupper vil dette redusere risikoen for unødvendig tap.

Separasjonsprosedyrer fra andre laboratorier, og lignende prosedyrer fra glass-/keramikk-industrien er studert for å vurdere om det kan dras inspirasjon til prosedyren for Kosmolab. Forsøkene som er utført i dette prosjektet, peker mot at hensyn som tas i prosedyrer fra industrien er overførbare til laboratorieskala. Prosedyrer fra andre prepareringslaboratorier er overførbare, men i mange tilfeller er de ikke like effektive som delprosedyrene ved Kosmolab.

Det er også ønskelig å få en dypere forståelse av prosessene som foregår under prosedyrene. ICP-OES er benyttet for å se på forskjellene i grunnstoffkonsentrasjoner mellom ubehandlet prøvemateriale og materiale som er etset i AqR. Dette har gitt en forståelse av mobiliteten til mineraldannende grunnstoffer som Fe, Mg, K og Al. Analysen gir også en indikator på innhold av mindre viktige grunnstoffer som Cu, V og Ti.

Resultatene fra denne studien gir mer forståelse for hvordan de ulike delprosedyrene kan benyttes for å generere ren kvarts for eksponeringsdatering. Det er ikke tilstrekkelig store forskjeller mellom bergartsgrupper at alle får individuelle separasjonsprosedyrer, men effekten på ulike bergarter er kvantifisert. Bergartsprøvene som benyttes i studien er samlet inn i forbindelse med eksponeringsdatering forbundet med ulike prosjekter. Dette gjør dem godt egnet til å være grunnlag for skreddersying.

Innholdsfortegnelse

1. Introduksjon	1
1.1 Forskningsformål	1
1.2 Eksponeringsdatering	2
1.3 Prosedyren ved Kosmolab	4
2. Prøvebeskrivelse	7
2.1 Lapphullet	7
2.1.1 LAPP-2	7
2.1.2 LAPP-4	9
2.1.3 LAPP-7	10
2.2 Rendalen	11
2.2.1 REN-1509	11
2.2.2 REN-1514	12
2.2.3 REN-1515	13
2.3 Gråsteinsdalen	14
2.3.1 GRÅ-1501	14
2.3.2 GRÅ-1502	15
2.3.3 GRÅ-1503	16
2.4 Tysfjord, TYS-1	17
2.5 Jæren	18
2.5.1 JÆR-1601	18
2.5.2 JÆR-1603	19
2.5.3 JÆR-1605	20
3. Metoder og prosedyre	22
3.1 Forsøk for forbedring av metode	22
3.2 Mekanisk nedbrytning	23
3.2.1 Sag	23
3.2.2 Kjefteknuser	24
3.2.3 Pulverisering	25
3.3 Kjemisk behandling	26
3.3.1 AqR	26
3.3.2 Flotasjon	28
3.4 Magnetseparasjon	31
3.5 ICP-OES	33
3.6 Optisk polariserende mikroskopi	35
4. Resultater	36

Innholdsfortegnelse

4.1 Mekanisk nedbrytning; saging, knusing og pulverisering	36
4.2 Etsing med AqR og NaOH	37
4.2.1 Første forsøk for endring i prosedyre.....	38
4.2.2 Testing med andre bergartsgrupper	41
4.2.3 Testing av realistisk størrelse	42
4.2.4 NaOH-tilsetning uten syrebehandling.....	44
4.3 ICP-OES	45
4.3.1 Analyse og data	45
4.3.2 Tolkning av ICP-OES data.....	47
4.4 Flotasjon	48
4.4.1 Bakgrunn for forsøk.....	48
4.4.2 Effektivisering av flotasjon: Hvordan fremskynde flotasjon.	49
4.4.3 Forsøksserie «Glimrende Flotasjon»	50
«Glimrende Flotasjon» del 1 og 2	51
«Glimrende Flotasjon» del 3-5	52
4.4.4 Flotasjon til AqR.....	54
4.4.5 Påvirker behandling med AqR/NaOH flotasjon på noen måte?.....	55
4.4.6 Flotasjon av granulitter	56
4.4.7 Gamle prøver-forbedret utstyr.....	57
4.4.8 Flotasjon av REN-sparagmittene	58
4.5 Frantz.....	60
4.5.1 Data fra magnetseparasjon	60
4.5.2 Separat forsøk for skreddersyng av prosedyre for granulitter.....	62
5. Tolkning og diskusjon	66
5.1 Mekanisk tap og implikasjoner for henting av prøve i felt.....	66
5.1.1 Tankeeksperiment del 1	67
Bergartsmengde som må prøvetas	67
5.2 Forbedring av prosedyren og spørsmål knyttet til dette.	69
5.2.1 Hovedmål for studien, forbedring av prosedyren.....	69
5.2.2 Hvorfor benytter noen laboratorier HCl i stedet for AqR?.....	69
5.2.3 Magnetbehandling før AqR?	71
5.2.4 Hvilke grunnstoffer mobiliseres og hvorfor?.....	72
5.2.5 Metoden i seg selv- Hva er den basert på og hvorfor er den som den er?.....	74
5.2.6 Feilkilder i de ulike delprosedyrene	76
5.3 AqR	76

5.3.1 Hva er økningen i tilsatt AqR-volum og hvordan påvirker dette kostnad av delprosedyren?	76
5.3.2 Hvilke mineralgrupper angripes mest, og hvorfor? Har silikat-strukturen til de mørke mineralene noe å si for hvordan de reagerer med AqR?	79
5.3.3 Hvorfor er det fremdeles mørke mineraler til stede etter behandling når løsningen er sur?	80
5.3.4 Hva kommer boblene som dannes under AqR av?	80
5.3.5 Innvirkning av temperatur på reaksjonshastighet og syrens løsningssevne	81
Kan løsningsreaksjoner, mellomprodukter og reaksjonshastighet bestemmes for delprosedyren?	81
5.4 AqR og bruk av NaOH i prepareringen	82
5.4.1 Hvilken NaOH metode er best?	82
5.4.2 NaOH tilsatt rett til JÆR-prøver; hva er de brune hydroksidene?	83
5.5 Flotasjon	83
5.5.1 Hva er forutsetningene for god flotasjon?	83
5.5.2 Hvorfor benytter Kosmolab 250-500 µm fraksjon til preparering?	84
5.5.3 Behandlingstid for AqR til flotasjon kontra flotasjon til AqR?	85
5.5.4 Hvorfor reagerer ikke sparagmitter og JÆR-1601 på flotasjon?	86
5.5.5 Hvilken påvirkning har glimmer på flotasjon?	86
5.5.6 Vil Fe påvirke flotasjon av 250-500 µm-fraksjon negativt?	88
5.5.7 Effektivisering av flotasjon: en reise gjennom endringer uten positive resultat	88
5.6 ICP-OES	91
5.6.1 Sammenligning av ICP-OES data for bergartsgrupper	91
5.6.2 Konsentrasjon av aluminium i sparagmitter	94
5.7 Magnetseparasjon	94
5.8 HMS og økonomi:	96
5.8.1 Er mengden syre og base som benyttes forsvarlig i forhold til arbeidet som utføres	96
5.8.2 Hva er kostnadsendringene for endringer med et utvalg eksempler	97
AqR	97
Flotasjon	97
Tankeeksperiment del 2: Kjemisk behandling av de fire prøvene og begrunnelse for behandling	98
Hva er tidsbruken og kostnaden for hver prøve med skreddersydd prosedyre, og hvor lang tid tar det for et sett sammenlignet med den opprinnelige?	99
5.9 Optimalisering av prosedyrer for de enkelte bergartsgrupper	100
Pegmatitt	101
Granitt-granodioritt	103

Innholdsfortegnelse

Gneis.....	105
Granulitt	107
Metasandstein.....	109
Forslag til videre arbeid	112
6. Konklusjon	115
7. Referanser	117
Appendiks A - Data for mekanisk nedbrytning.....	i
Appendiks B - Data for AqR-forsøk.....	ii
Appendiks C - Flotasjonsdata	iii
Appendiks D - ICP-OES data.....	v
Appendiks E - Kjemikalier og utstyr.....	vi

1. Introduksjon

1.1 Forskningsformål

Denne masteroppgaven sikter på å skreddersy og effektivisere prosedyren for mineralseparasjonen ved Kosmolab (UiB). Problemformuleringen skal tilnærmes ved å undersøke hvordan prosessene i de enkelte delprosedyrene fungerer, og hvordan delprosedyrene kan gjøres mer effektive. Samtidig undersøkes det om en annerledes rekkefølge av delprosedyrene kan påvirke effektiviteten for prosedyren som helhet. Det vil også forsøkes å gi anbefalinger for hvor stor prøvemengde som behøves for ulike mineralsammensetninger, basert på kornstørrelse og mineralinnhold.

For å undersøke disse aspektene er det utført forsøk, hvor små endringer innføres i delprosedyrene med mål å gjøre dem mer effektive. Forsøk er utført med å bytte rekkefølgen av delprosedyrer, med formål å redusere den totale tiden som brukes per prøve. For å forstå mobiliseringen av grunnstoffer under én av delprosedyrene er det utført grunnstoffanalyse av materialet.

Det originale målet med prosjektet var å skreddersy separasjonsprosedyren etter bergartsgrupper, ettersom den opprinnelige prosedyren fungerer best på granitter og granittiske bergarter. Et annet aspekt av prosedyren, er at det allerede eksisterer en grad av skreddersying og tilpasning ved preparering, men det er ikke skrevet spesialiserte prosedyrer. Dette betyr at prepareringen må utføres av erfarne teknikere for å utføres optimalt. Ett av målene ble dermed å produsere «oppskrifter» for bergartsgrupper, eller basert på mineralinnhold, slik at teknikere uten mye erfaring med prosedyren skal kunne utføre den. Det andre målet er å finne optimal behandling for de ulike bergartsgruppene, slik at det ikke forsvinner verdifull kvarts på grunn av unødvendige delprosedyrer.

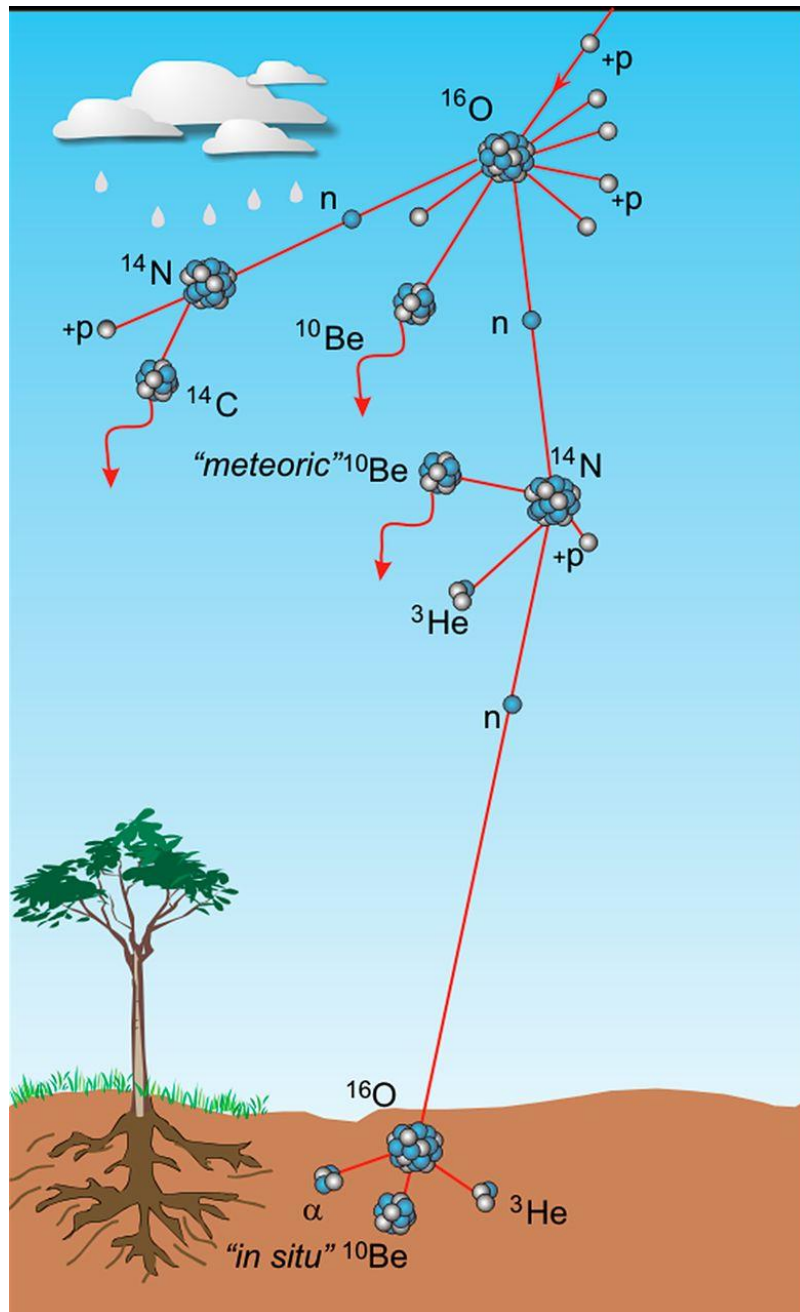
Gjennom prosjektet ble formålet endret til å skreddersy prosedyren etter bergartsgrupper, og etter mineralogi innad i gruppen. Samtidig ble det satt mer søkelys på hvordan delprosedyrene virker, og hvordan ulike bergarter og mineralsammensetninger reagerer på de ulike delprosedyrene. For å gi tall og data på hva effektivisering kan gjøre for prosedyren, ble også det økonomiske aspektet av endringer i prosedyren undersøkt nærmere. Helse, miljø og sikkerhet er tidvis omtalt, men ikke i like stor grad som effektivisering. Det ble produsert flytdiagram av fremgang for de ulike bergartsgruppene, ettersom det var mer variasjon innad i gruppene enn opprinnelig antatt. Denne måten å presentere en prosedyre på, forutsetter at en tekniker som utfører separasjonsprosedyren kan gjennomføre alle trinnene i prosedyren. Kosmolab har en skrevet prosedyre på laboratoriet, som nå muligens kan omskrives.

1. Introduksjon

1.2 Eksponeringsdatering

For å rekonstruere glisjal bevegelse i områder med lite organisk materiale behøves en alternativ teknikk til ^{14}C , for å datere når isen trekker seg fra et område. Om interessante lokaliteter har blokkrike morener, flyttblokker eller tydelig glisjalt eroderte bergflater, kan datering ved kosmogene nuklider være et alternativ. Denne teknikken kalles eksponeringsdatering, og vil datere når den aktuelle bergflaten blir eksponert for kosmisk stråling (Walker, 2005).

Eksponeringsdatering baseres på analyse av en type isotoper som produseres ved kollisjonen mellom kosmisk stråling (høy energi proton og nøytroner fra ytre rom, som dannes i supernovaer) og atomer i atmosfæren og bergartsflater (figur 1.1)(von Blanckenburg og Willenbring, 2014). Denne prosessen kalles spallasjon, og innebærer at den kosmiske strålingen treffer atomene, bryter dem opp i fragmenter og danner nye isotoper. Disse isotopene kalles kosmogene nuklider, og enkelte av disse nuklidene egnes godt for å studere eksponeringstiden for bergartsflater. Kosmogene nuklider brukes i ulike dateringsteknikker, hvor den mest kjente er ^{14}C . For eksponeringsdatering er det et utvalg isotoper som kan benyttes, hvor alle dannes *in situ* i bergartsflaten. Nuklidene dannes ved spallasjon i alle mineraler, men enkelte mineraler er mer anvendelige for eksponeringsdatering (von Blanckenburg og Willenbring, 2014). Eksempelvis benyttes de stabile kosmogene gassene ^3He og ^{21}Ne til eksponeringsdatering av bergarter som inneholder olivin og granat, mens ^{10}Be og ^{26}Al benyttes for eksponeringsdatering av bergartsflater som er rike på kvarts. Eksponeringsdatering ved ^{10}Be og ^{26}Al benyttes mest, da kvarts gjennomsnittlig er rådende i kontinentalskorpen, sammenlignet med for eksempel olivin (Walker, 2005). Kvarts egnes også fordi mineralet i utgangspunktet kun består av grunnstoffer som kan danne ^{10}Be og ^{26}Al ved spallasjon (^{16}O og ^{28}Si). Mineralets krystallform er bygget slik at lite diffusjon vil foregå i mineralet, og det er svært kjemisk stabilt.



Figur 1.1: Konsepttegning over hvordan kosmisk stråling (+p) kolliderer med gassatomer i atmosfæren (^{16}O) og danner meteorisk ^{10}Be og høy energi nøytroner (n), som til slutt produserer in situ kosmogene nuklider i bergartsflater (von Blanckenburg og Willenbring, 2014).

Behandlingsprosedyrene for å preparere prøver til analyse av gass er også svært annerledes enn prosedyrene som benyttes for å preparere prøver mot analyse av ^{10}Be og ^{26}Al . Eksponeringsdatering er også mest brukbart for dateringer innen kvartær på grunn av relativt lave halveringstider, eller potensiale for tap via diffusjon. ^3He , som er en stabil gass, vil ikke brytes ned som de radioaktive kosmogene nuklidene, men potensialet for tap av gass gjennom diffusjon, og muligheten for at det allerede eksisterer He i krystallene gjør at systemet kan være tilregnelig for dateringer mellom 1 ka til omtrent 3 Ma. ^{10}Be er også brukbar i et avgrenset tidsrom, grunnet en halveringstid på $1,5 \pm 0,03$ Ma

1. Introduksjon

(Walker, 2005)(senere revidert til $1,39 \pm 0,01$ Ma, men ikke universelt innført (Dunai, 2010)). Halveringstiden, kombinert med lave konsentrasjoner av ^{10}Be i kvarts, gjør at isotopen må analyseres med AMS. Dette gir teknikken en rekkevidde for dateringsmetoden på 3 ka til 4 Ma. Generelt regnes det konsentrasjoner opp mot 1×10^6 atomer av ^{10}Be per gram bestrålt kvarts (von Blanckenburg et al., 1996).

Produksjon av kosmogene nuklider varierer basert på flere faktorer, som gjør at innhenting av prøver til eksponeringsdatering må vurderes i felt og ut fra hvor på jorden de hentes. Lokalt påvirkes produksjon av skjermingsgrad for flaten (topografi/snø som kan hindre innstråling) og høyde over havet. Ettersom kosmisk stråling treffer jorden fra alle retninger vil fjelltopper og annen skjerming kunne påvirke produksjonen av kosmogene nuklider i bergflatene. Snø virker skjermende, og om området forventes å være snødekket årlig, må dette korrigeres for. Det er dermed optimalt å ta prøver i et område hvor det er liten grad av skjerming, eller der høye fjell er langt unna, og vinterforholdene er anslått. Produksjon av kosmogene nuklider påvirkes av høyde over havet fordi energien til nøytronene tilsier hvor mange spallasjoner som kan foregå. En bergflate 1000 m o.h. vil ha en noe høyere produksjonsrate enn en bergflate rundt havnivå. Dette begrunnes med at høyde over havet gir en kortere luftkolonne som strålene reiser gjennom (Stone, 2000).

Produksjonsrate av kosmogene nuklider påvirkes i større grad av jordens magnetfelt. Ettersom kosmisk stråling i utgangspunktet er høy-energi protoner (positivt ladet), vil de påvirkes av magnetfeltet slik at banen til strålene bøyes mot polene. Strålene med høyest energi vil påvirkes mindre av feltet, og strålene med lavest energi vil avbøyes mer. Statistisk er det et høyere antall stråler med lav energi, som fører til at flere stråler bøyes av, enn de som påvirkes mindre av feltet. Høyere breddegrader vil dermed ha høyere produksjon av kosmogene nuklider, på grunn av flere partikler som kan føre til spallasjoner (Gosse og Phillips, 2001).

1.3 Prosedyren ved Kosmolab

Prosedyren for separasjon av kvarts til eksponeringsdatering ved Kosmolab (UiB) er basert på separasjonsprosedyren fra Kohl og Nishiizumi (1992) og prosedyren fra Scottish Universities Environmental Research Centre (SUERC) sitt prepareringslaboratorium. Prosedyren kan ikke kopieres direkte fra kildene, da tilgjengelig utstyr ved UiB ikke støtter alle delprosedyrene. Hyppig benyttede materialer vil også påvirke hvordan separeringsprosedyren ser ut.

Prosedyren, som den er skrevet, er ikke optimal da den ikke viser hvilke bergarter som trenger hvilken behandling. Forskjellig behandling og bergartsspesifikke prosedyrer utføres ved Kosmolab, men er ikke skrevet ned. Prosedyren utføres som den gjør fordi erfaring tilsier at enkelte bergarter behøver et

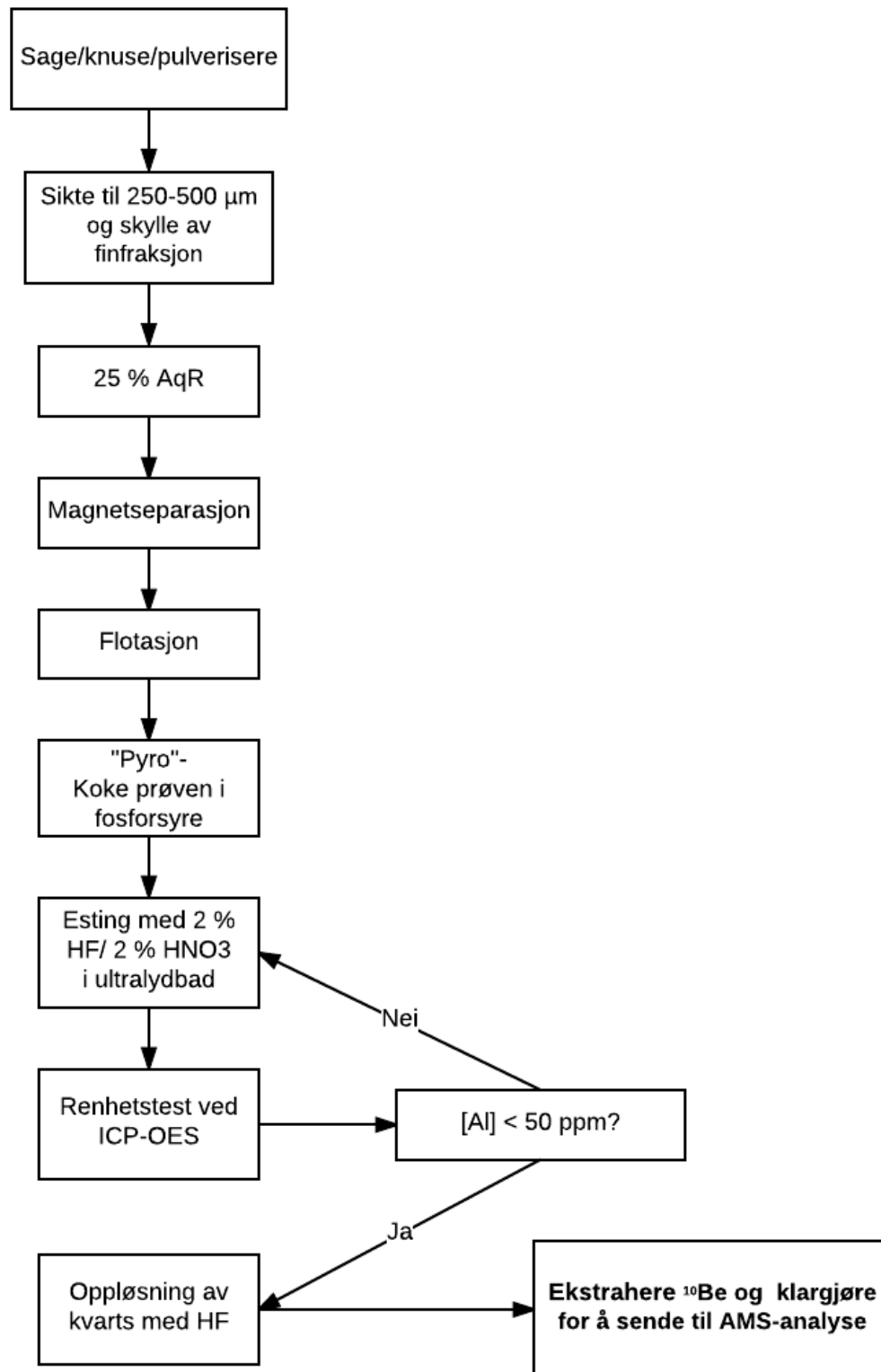
1. Introduksjon

spesifikt oppsett på prosedyren for å generere ren kvarts. Den skrevne prosedyren er heller ikke offisielt oppdatert siden 2013 (prosedyrehefte, sist oppdatert av Henriette Linge). Gjennom dette prosjektet er det utført noen endringer, og disse er foreslått for den nye versjonen.

Mineralseparasjonsprosedyren kan også med fordel undersøkes og skreddersys slik at en tekniker uten tidligere erfaring med delprosedyrene, lettere kan utføre god og tidseffektiv behandling av ulike prøver. Ettersom det også er en tidkrevende prosess, kan en effektivisering i enkelte ledd være fordelaktig. Bare i behandlingstid regnes det over en måned, ikke medregnet nødvendige renhetsanalyser av kvartsen og klargjøring av ^{10}Be , før det sendes til analyse ved et annet laboratorium. Merk at steget som tar lengst tid i separasjonsprosedyren heller ikke kan effektiviseres nevneverdig, da delprosedyren omhandler oppløsning av kvarts. Oppløsningen tar lang tid (opp mot tre uker (personlig diskusjon av prosedyren med Henriette Linge)), på grunn av den kjemiske stabiliteten til mineralet. Det kan dermed virke bortkastet å skreddersy prosedyren for at de tidlige prosedyrene skal bli mer tidseffektive. Et annet aspekt med arbeidet er å kunne lage faktiske oppskrifter for ulike bergartsgrupper og standardisere behandlingen slik at den kan utføres av flere. Dette kan ha verdi for å sikre likere separasjon og samtidig enklere kunne kontrollere økonomiske perspektiver med prosedyren i større grad.

Prosedyren som den står i dag kan illustreres i figur 1.2, hvor hele syv-trinns prosedyren er vist som et flytdiagram. Figuren viser delprosedyrene i rekkefølgen separasjonsprosedyren er skrevet. Ettersom noen bergarter ikke trenger alle behandlingene (kvartsganger trenger for eksempel ikke gå gjennom en prosedyre som sikter på å fjerne feltspat), ville det være fordelaktig å ha noen generelle retningslinjer skrevet i prosedyren for hvordan prøver skal vurderes opp mot separasjonsprosedyren. Dette viser utfordringen med skrevne prosedyrer, da det bare er mulig å skrive én delprosedyre om gangen. Dette er en annen grunn til ønsket om flytdiagram for bergartsgruppene.

1. Introduksjon



Figur 1.2: Flytdiagram for gjennomgang av den etablerte prosedyren slik den er skrevet (prosedyrehefte, sist oppdatert av Henriette Linge). Dette inkluderer alle trinn i prosedyren og er ikke representativ for faktisk utførelse av preparering.

2. Prøvebeskrivelse

Prøvene deles inn etter feltområde, da de hører til et utvalg separate forskningsprosjekt og ikke er samlet inn spesifikt til dette prosjektet. Beskrivelsene av prøver vil omhandle håndstykke til og med mekanisk knusing. Bergartsbeskrivelsen vil i hovedsak omhandle mineralogi og tekstur. Det vil oppgis tapsprosent, der definisjonen av tap gjøres etter hvert ledd i prepareringen. Totalt tap defineres som resterende materiale med kornstørrelse over eller under 250-500 μm etter mekanisk nedbrytning. Det tas også hensyn til at materiale går i støvsuger under preparering, og at finstoff forsvinner under skylling. Vekter etter de enkelte stegene ble dessverre ikke notert for alle bergarter. Gjennomsnittlig tap virker imidlertid å vise lignende mengder for alle litologier, med unntak av de ekstra grovkornede bergartene. I beskrivelsen vil det oppgis anslått mineralinnhold. Anslagene stammer fra tynnslipsanalyse av bergartene, hvor slipet er tatt fra representative områder i prøven. Anslagene vil dermed kunne fravike et avslag gjort av håndstykket, og vil ikke være helt representativt for materialet på grunn av fraksjonering i nedbrytningsprosessen. Mineralmengden er funnet med hjelp av figurer fra Terry og Chilingar (1955). Bergartsnavn blir gitt basert på mineralogien fra tynnslip, kombinert med observert meso- og mikrostruktur.

2.1 Lapphullet

LAPP-prøvene stammer fra grotten Lapphullet, Mo i Rana, og er rullesteiner prøvetatt for datering av kompleks eksponeringshistorie (eksponering for senere tildekking). Fra dette settet er det valgt ut tre prøver til videre arbeid basert på varierende mineralogi. Valget av prøver ble basert på å få et variert utvalg av litologier. Alle LAPP-prøver hadde en hinne av kalsiumkarbonat, ettersom de ble hentet i en karstgrotte. Prøvene ble dermed senket i 1M HCl for å fjerne denne hinnen.

2.1.1 LAPP-2

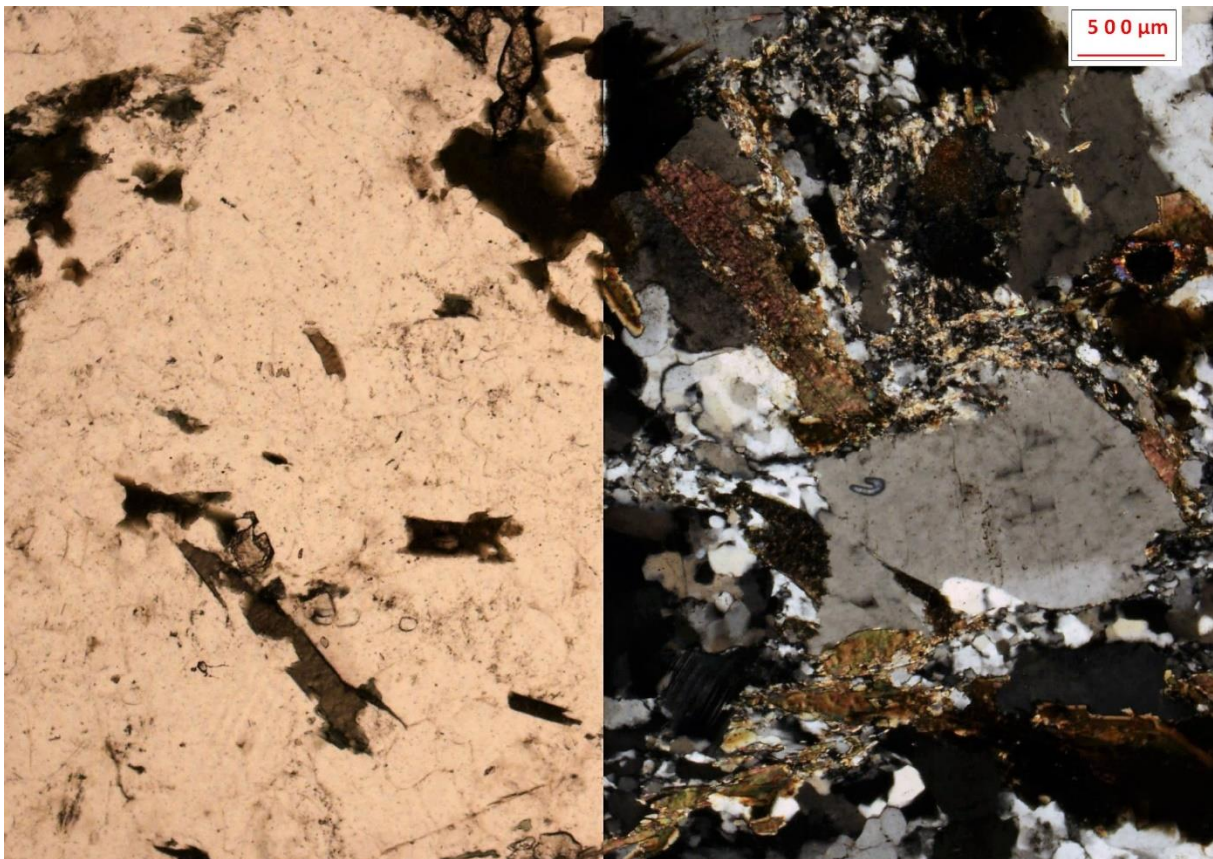
LAPP-2 er en mørk-grå bergart, hvitspettet og med to hvite årer som kutter rullesteinen. Selv om bergarten er tilsynelatende mørk, tilsier tilstedeværelsen av lyse mineraler at den er av felsisk til intermediær mineralsammensetning. Det er ingen klar foliasjon eller andre spor etter betydelig metamorfose. Det antas dermed ut fra at det er en magmatisk bergart.

Prøven består av kvarts, mørk glimmer (biotitt/flogopitt) og feltspat. Det observeres strukturer i mikroskop som ligner smektitt. Denne strukturen indikerer nedbrytning av ustabile faser og at sekundære glimmer/leirmineraler har blitt dannet (snl.no/smektit). Det anslås et innhold på 60 % kvarts, 20 % feltspat og 15-20 % mørk glimmer (figur 2.1).

2. Prøvebeskrivelse

LAPP-2 defineres å være en granodioritt og etter samtaler med Prof. Emeritus Johan Petter Nystuen (høst 2015), er det mulig den stammer fra Tibgranitten (TiB- Transskandinaviske intrusivbeltet (Askheim, 2009)).

Under knusing observeres et støvsugertap på 7 %, og ellers ble ikke fordelingen av prøvevekt notert etter dette steget. Fra pulveriseringen er dataene noe mer detaljerte. Det observeres mye fint støv, og under skylning av prøven etter pulverisering forsvinner mye glimmer sammen med støvet. Det antas at fremover i knusing og videre laboratoriearbeid vil glimmer og mineraler med lignende egenskaper forsvinne mye gjennom skylning for alle bergarter. Totalt regnes et mekanisk tap i LAPP-2 på 42 %



Figur 2.1: LAPP-2 i tynnslip under planpolarisert lys (venstre) og krysspolarisert lys (høyre). Foto: Håvard Grønnevik

2. Prøvebeskrivelse

2.1.2 LAPP-4

LAPP-4 er en homogen bergart, hvit med flekker av et mørkt mineral som gjennomgår hele prøven. Prøven er tydelig ikke metamorf ved studie av håndstykke grunnet manglende foliasjon og andre metamorfe strukturer. Den er tydelig en felsisk til intermediær bergart.

LAPP-4 består av kvarts, feltspat og glimmer. Det anslås et mineralinnhold på 60 % kvarts, 30 % feltspat, 10 % mørk glimmer og rundt 5 % muskovitt. I tynnslip viser kontaktene mellom korn fremdeles ingen tegn til metamorfose (figur 2.2). Det konkluderes at bergarten er magmatisk.

Den defineres som en granodioritt, men med et lavere biotitt-innhold og fra en annen magmatisk kropp enn LAPP-2.

Etter knusing observeres et tap til støvsuger på rundt 5 %. Det antas at ettersom denne bergarten inneholder mindre glimmer, vil mindre forsvinne i skylling sammenlignet med eksempelvis LAPP-2. Det som forsvinner vil derimot ha en større visuell effekt på det pulveriserte materialet. Som forventet blir materialet lysere som et resultat av skyllingen, og det observeres et totalt tap på 42 %.



Figur 2.2: LAPP-4 i tynnslip under planpolarisert lys (venstre) og krysspolarisert lys (høyre). Foto: Håvard Grønnevik

2. Prøvebeskrivelse

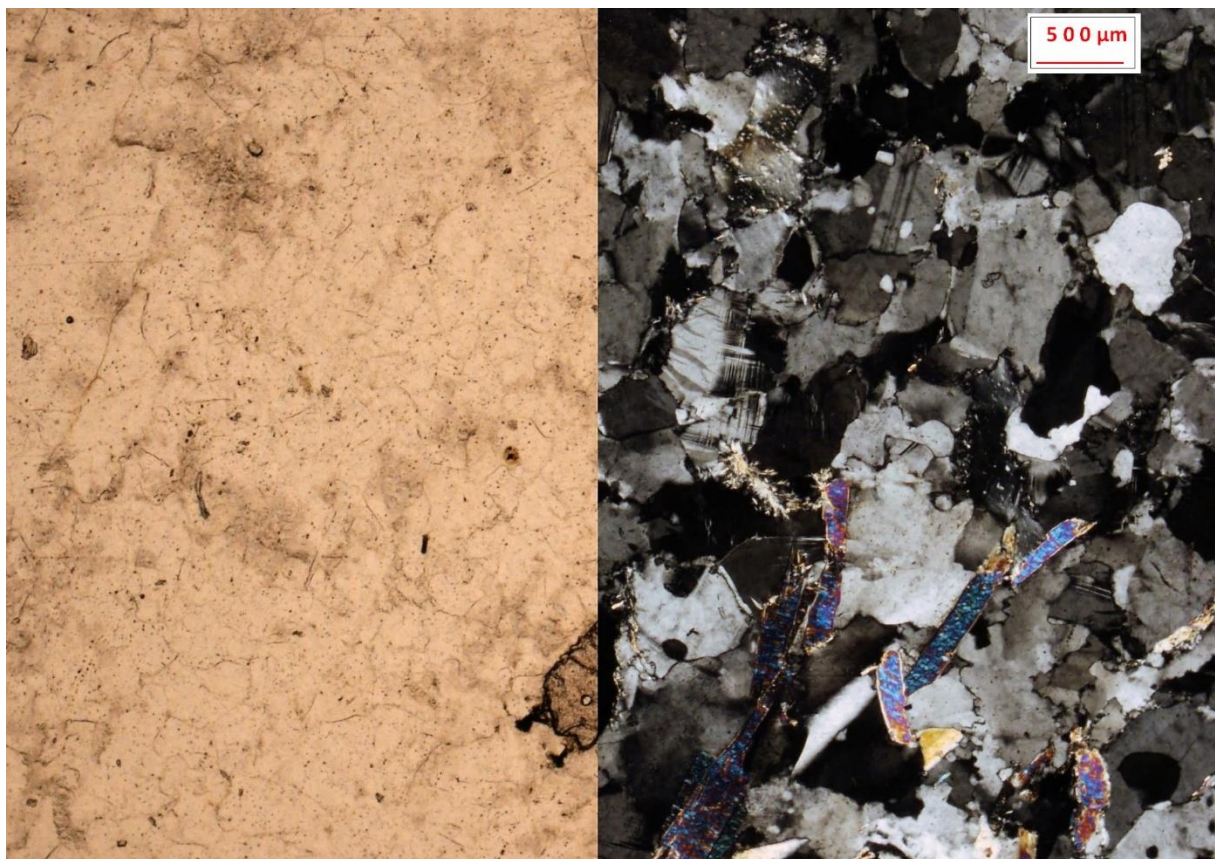
2.1.3 LAPP-7

LAPP-7 er en grovkornet lys bergart som viser spor av metamorfose i form av foliasjon med mye glimmer, og store korn. Det er tydelig fra håndstykket at den er rik på feltspat og muskovitt. Opprinnelig har dette vært en pegmatitt som senere er utsatt for en svak form for deformasjon.

LAPP-7 består som forventet av feltspat, kvarts, muskovitt og mindre mengder biotitt. I tynnslip og i håndstykke observeres også granat. Det anslås et innhold på 40 % feltspat og kvarts, opptil 15 % muskovitt og mindre enn 5 % biotitt og granat (figur 2.3).

Den defineres som en kvarts-feltspat metapegmatitt.

Under den første mekaniske nedbrytingen observeres det at den mer grovkornede pegmatitten produserer noe mer finstoff enn LAPP-2 og LAPP-4. Det observeres nærmere 7 % støvsugertap etter knusing. Under pulverisering observeres samme trend, og LAPP-7 får et totalt tap på 45 %. Det merkes også at prøven er rik i lys glimmer, da mye av dette forsvinner under skylling i (subjektivt) noe større grad enn de tidligere prøvene.



Figur 2.3: LAPP-7 i tynnslip under planpolarisert lys (venstre) og krysspolarisert lys (høyre). Foto: Håvard Grønnevik

2.2 Rendalen

REN-prøvene er hentet i Rendalen, Hedmark Fylke. Her er to av prøvene tatt med meisel av blokker eller fast fjell. Området kjennetegnes av rosa arkose, typisk for sparagmitt-området (Nystuen, 1981). Sparagmitt er et annet ord for arkose, og vil av hensyn til litteratur og kildeområde brukes videre i oppgaven.

2.2.1 REN-1509

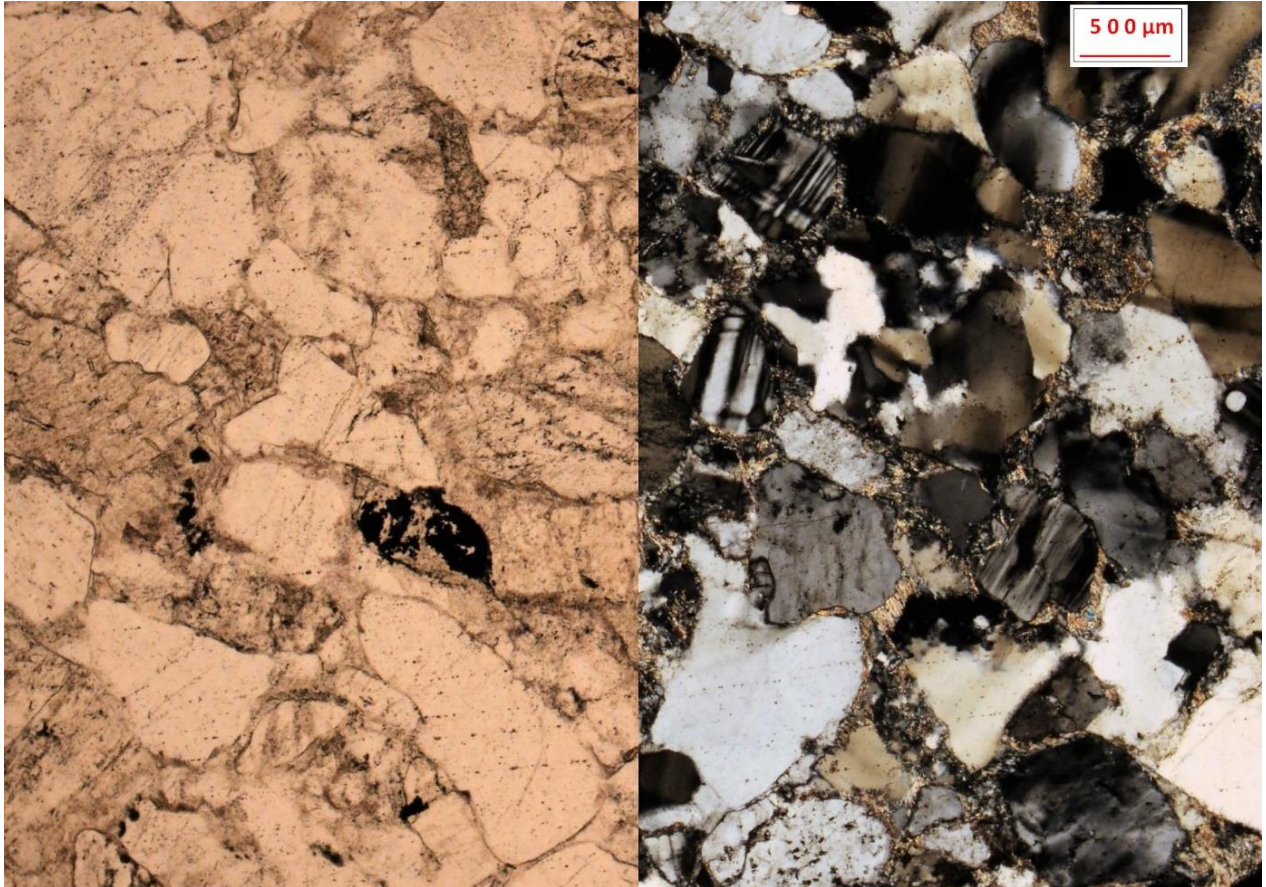
REN-1509 er en mørk rosa sandstein med mindre tydelige lyse mineralkorn. Den er grov til medium kornet med en god sortering. I tynnslip vises spor av metamorfose utover vanlig diagenese og kan dermed også beskrives som en metasandstein.

REN-1509 består av alkalifeltspat og kvarts, med spor av glimmer. Det observeres også opake korn, som antas å være oksider. I tynnslip virker sementen å være basert i glimmerleire. Det observeres noen korn som viser anormale utslokkinger ved at det er avlange lyse områder, mens resten er utslokket. Det overveies om dette er kvartskorn og feltsparkorn som er «bakt» sammen under metamorfose. Det anslås 40 % kvarts, 50 % alkalifeltspat og 10 % anomalikorn, foruten sementen. Relasjonen mellom korn er i stor grad matriksbasert (figur 2.4).

Bergarten defineres mineralogisk som en sparagmitt på grunn av feltspat-innholdet, og vil være representativ som metasandstein i videre eksperimenter.

I knusing observeres det høyere «støvsugertap» enn i LAPP-prøvene, og det kommer på 19 %. Det totale tapet regnes å være 11 % i grovknusing. Det totale tapet etter knusing og pulverisering av REN-1509 er 53 %.

2. Prøvebeskrivelse



Figur 2.4: REN-1509 i tynnslip under planpolarisert lys (venstre) og krysspolarisert lys (høyre). Foto: Håvard Grønnevik

2.2.2 REN-1514

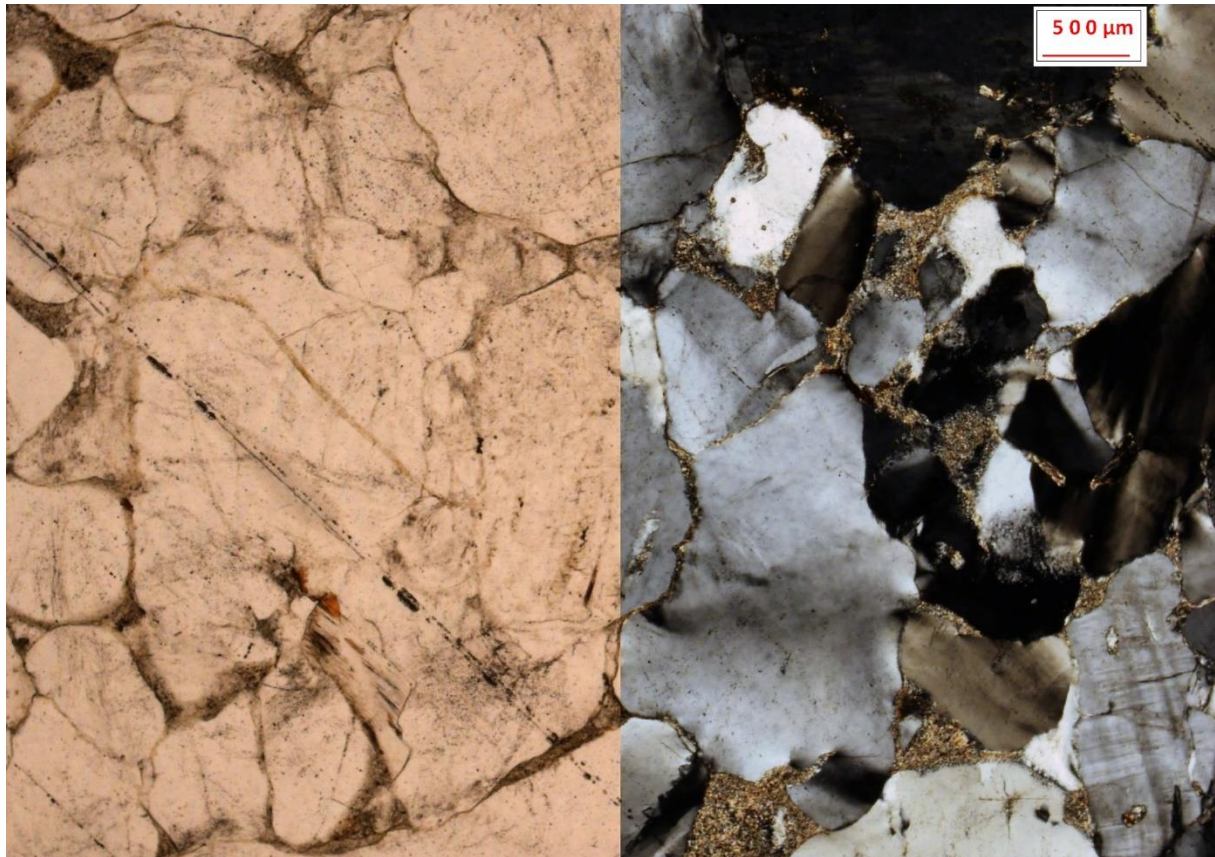
REN-1514 er en hovedsakelig grå sandstein med tydelig lagdeling. Prøven er en blokk på størrelse med en håndball. Lagene gjennom prøven veksler mellom å være finkornede og grovkornede, med hovedvekt på grove korn. Tynnslip er derfor tatt fra et gjennomgående grovkornet område av prøven. Kornene er gjennomgående kantrundet.

I tynnslip observeres det kvarts, alkalifeltspat, plagioklas og noe muskovitt. Det er noen opake mineraler som kan være oksider og ubestemmelige fragmenter. De ubestemmelige kornene antas å være litiske fragmenter. Også her er sementen smektitt-holdig. Det anslås et mineralinnhold på 50 % kvarts, 40 % alkalifeltspat, 5 % plagioklas og 1 % opak (figur 2.5).

REN-1514 bestemmes å være en metasandstein med annen opprinnelse enn de stedege sandsteinene fra Rendalen.

Ved Knusing observeres det en støvsugerandel opp mot 17 %. Tapet fra grovknusingen er 24 %, som må bety at mer finstoff har gått i støvsugeren enn for de andre prøvene. Det totale tapet etter pulverisering er 47,5 %.

2. Prøvebeskrivelse



Figur 2.5: REN-1514 i tynnslip under planpolarisert lys (venstre) og krysspolarisert lys (høyre). Foto: Håvard Grønnevik

2.2.3 REN-1515

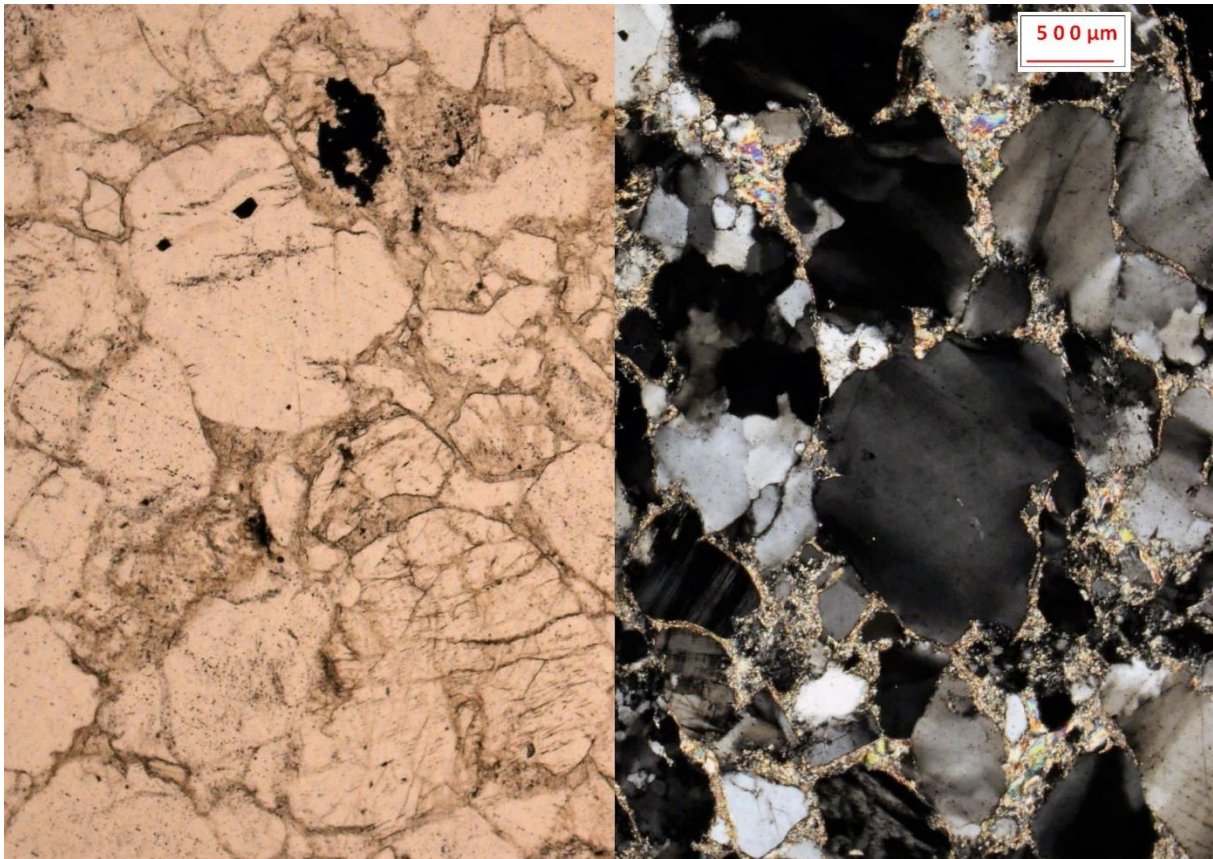
REN-1515 er en rosa og hvitspettet grovkornet sandstein. Den skiller fra REN-1509 ved et høyere innhold hvite korn og en lysere rosa farge. Relasjonen mellom korn virker å være korn kittet sammen med små mengder sement.

I tynnslip observeres kvarts, alkalifeltspat, muskovitt, opake korn og litiske fragmenter. Det anslås et mineralinnhold på 60 % kvarts, 30 % alkalifeltspat, rundt 5 % muskovitt og opp mot 5 % opake korn i prøven (figur 2.6).

Prøven er en metasandstein og mineralogisk bestemt er den en sparagmitt.

Når REN-1515 knuses observeres støvsugertapet å være 7 %, tap etter knusing er 18 % og det totale tapet etter pulverisering regnes å være 49,5 %. Noe glimmer ble med skyllingen, men skylling virker ikke å være en vesentlig fraksjoneringsfaktor for denne prøven.

2. Prøvebeskrivelse



Figur 2.6: REN-1515 i tynnslip under planpolarisert lys (venstre) og krysspolarisert lys (høyre). Foto: Håvard Grønnevik

2.3 Gråsteinsdalen

GRÅ-prøvene stammer fra Gråsteindalen i Geiranger, og samtlige er tatt fra blokker på en Yngre Dryas-rygg.

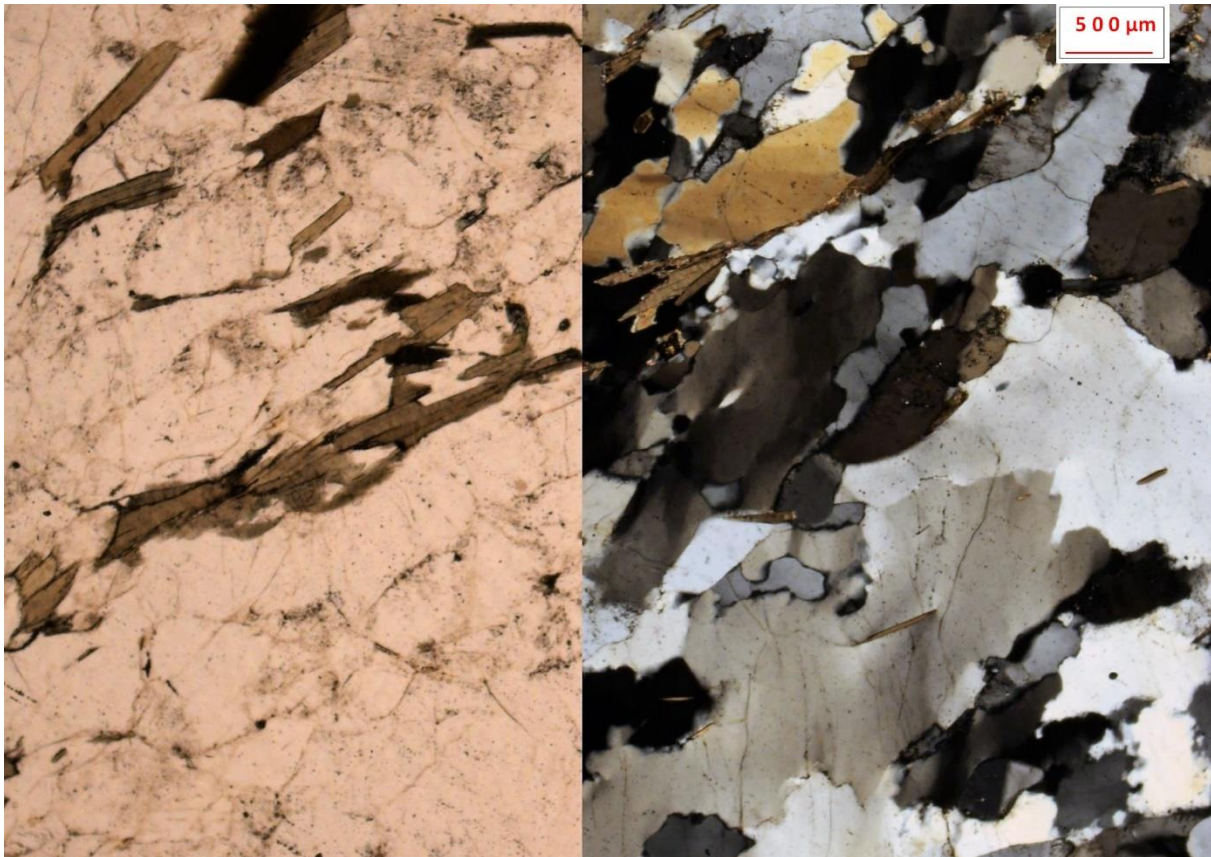
2.3.1 GRÅ-1501

GRÅ-1501 er en foliert bergart med alternerende bånd dominert av biotitt og kvarts. I tverrsnitt observeres kvartskorn som er synlig elongert i båndretningen. Dette tyder på medium til høy grad av metamorfose.

Prøven består av kvarts, plagioklas, biotitt og små mengder muskovitt. Fra tynnslipet anslås et innhold på 60 % kvarts, 20 % plagioklas, 5-10 % biotitt og mindre enn 5 % muskovitt (figur 2.7).

Bergarten defineres som en båndet gneis med felsisk protolitt.

Under knusing observeres et tap på 13 % etter kjefteknusing, og videre et totaltap på 47 %. Det forsvinner noe mørk glimmer under skylling.



Figur 2.7: Grå 1501 i tynnslip under planpolarisert lys (venstre) og krysspolarisert lys (høyre). Foto: Håvard Grønnevik

2.3.2 GRÅ-1502

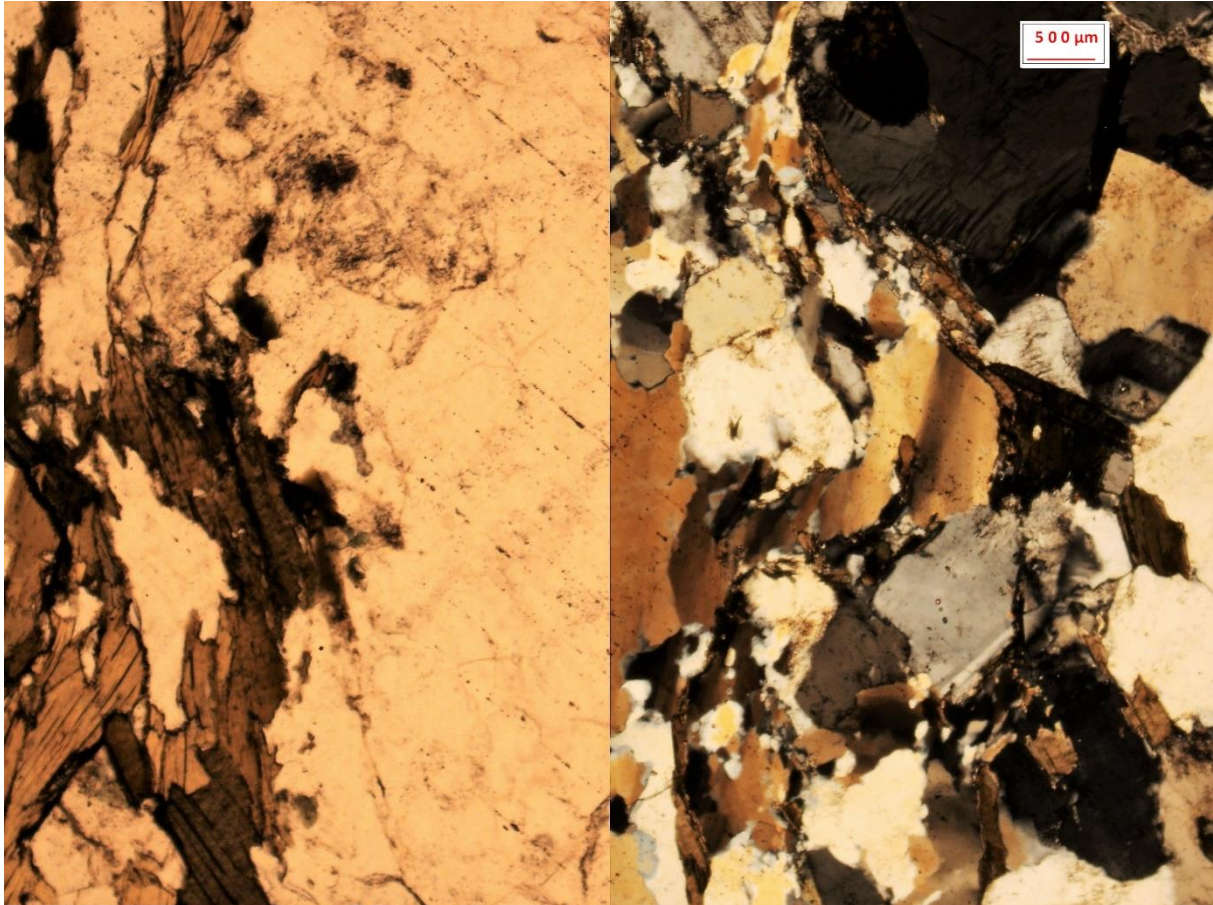
GRÅ-1502 er en bergart med begynnende foliasjon, og de lyse mineralsamlingene opptre som elongerte linser. Bergarten er grovkornet, og den begynnende folieringen indikerer medium til høy grad av metamorfose.

I tynnslip observeres kvarts, feltspat, biotitt og muskovitt. Det anslåtte innholdet av biotitt er på 15-20 %, kvarts rundt 40 % og mindre enn 5 % muskovitt. Feltspaten er hovedsakelig plagioklas med rundt 20 % og 5 % alkalifeltspat (figur 2.8).

Bergarten defineres som en gneis med begynnende bånding, fra en felsisk protolitt.

I knusing observeres tap av finstoff til støvsugeren og knusetap på henholdsvis på 6,5 % og 22 %. Under skylling forsvant mer glimmer enn for GRÅ-1501. Den totale tapsandelen ligger på 46 % etter skylling.

2. Prøvebeskrivelse



Figur 2.8: GRÅ-1502 i tynnslip under planpolarisert lys (venstre) og krysspolarisert lys (høyre). Foto: Håvard Grønnevik

2.3.3 GRÅ-1503

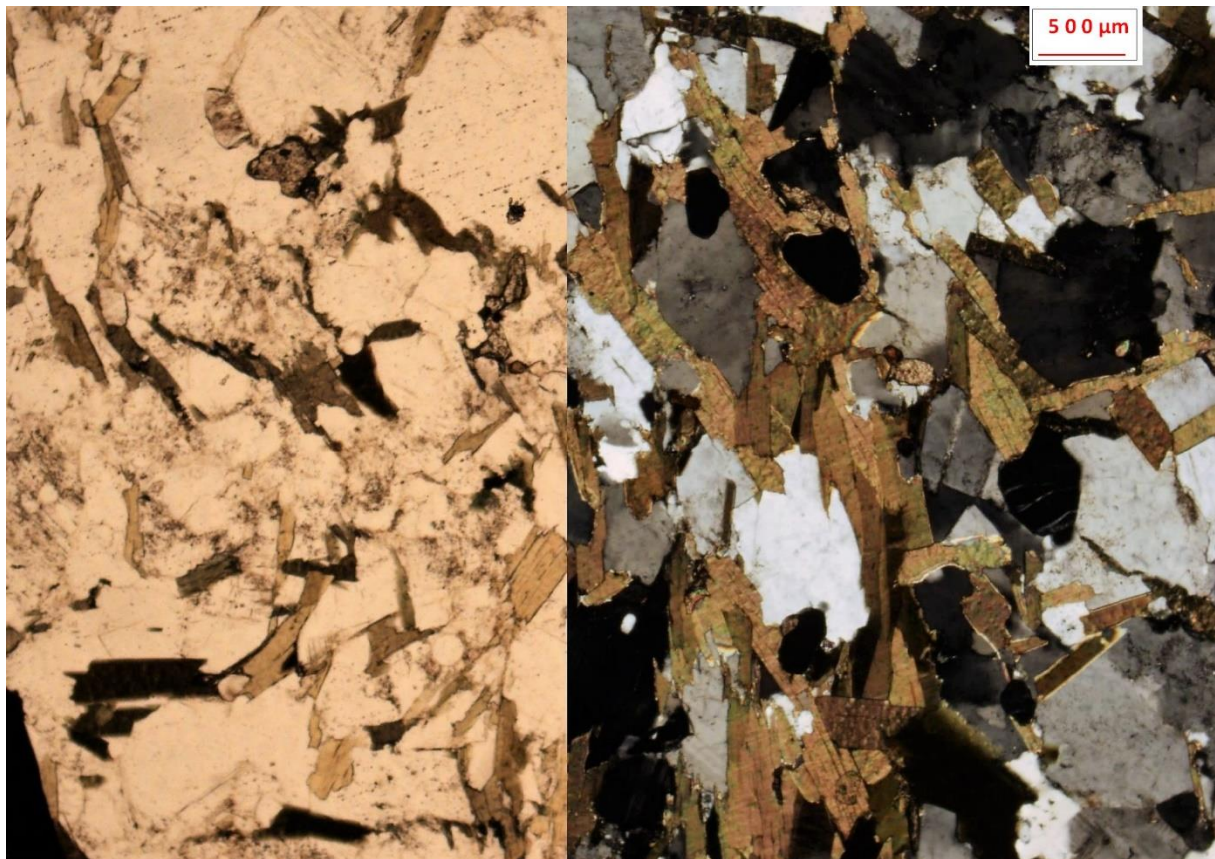
GRÅ-1503 er en bergart med begynnende foliasjon og en struktur lignende ϕ -type porfyroklaster. I mindre skala observeres linser av samme mineral som klastene. Dette er en indikasjon på metamorfose. Klastene er alkalifeltspat og øvrig foliasjon utgjøres av kvarts og biotitt når de studeres i lupe.

Fra tynnslipet anslås et innhold av 40 % biotitt, 10 % plagioklas og 50 % kvarts (figur 2.9).

Bergarten defineres å være en øyegneis.

Støvsugerandelen under grovknusing ligger på 5 % og 22 % av materialet ble mindre enn 250 μm . Etersom dette er en bergart som er svært rik på biotitt forsvinner også noe mer ved skylling. Det ligger mye glimmer i vasken etter skylling. Totalt tap regnes til 48% for denne bergarten.

GRÅ-prøvene viser en utvikling av forskjellige metamorfe teksturer som et resultat av varierende mineralogi da det tenkes at de er utsatt for det samme metamorfe regimet.



Figur 2.9: GRÅ-1503 i tynnslip under planpolarisert lys (venstre) og krysspolarisert lys (høyre). Foto: Håvard Grønnevik

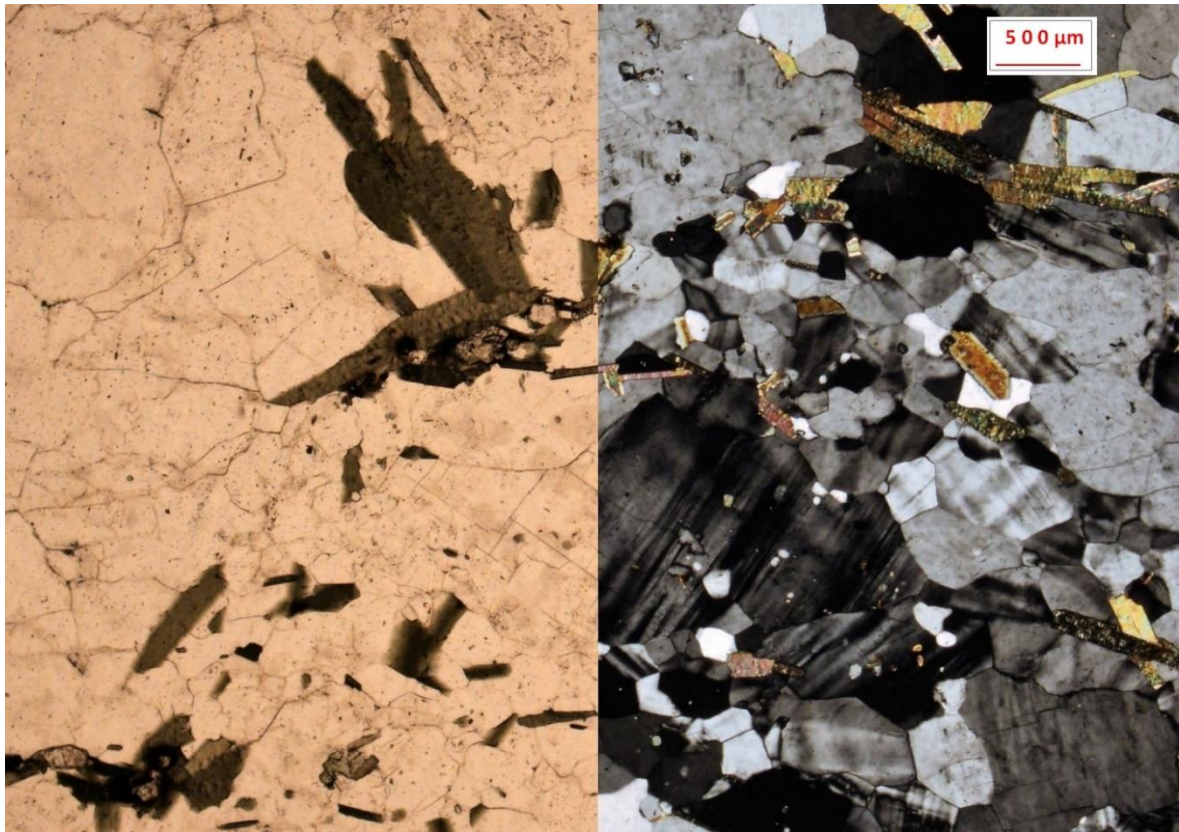
2.4 Tysfjord, TYS-1

TYS-1 er hentet på Sitasjavrre, Tysfjord og er en tydelig plutonisk bergart

Den er fanerittisk og viser ingen spor av metamorfose. Bergarten inneholder kvarts, feltspat og biotitt. Prøvene er borekjerner med en gjennomsnittsdypde på 4 cm. Kjernene ble ikke ytterligere kuttet eller gjort mindre før mekanisk nedbrytning.

Fra tynnslipet anslås det at bergarten inneholder 10 % biotitt, 40 % alkalifeltspat og 50 % kvarts (figur 2.10). TYS-1 er en alkalifeltspat granitt etter klassifisering av bergarten i USGS klassifiseringssystem for plutoniske bergarter. Bergarten blir ellers kalt Tysfjordgranitt, og regnes som representativ for granitt som bergartsgruppe.

Etter prøven har gått gjennom kjefteknuser observeres det at rundt 3,5 % går i støvsugeren. Det er normal dannelse av finstoff, med et knusetap på 21 %. Det totale tapet beregnes til 57 %.



Figur 2.10: TYS-1 i tynnslip under planpolarisert lys (venstre) og krysspolarisert lys (høyre). Foto: Håvard Grønnevik

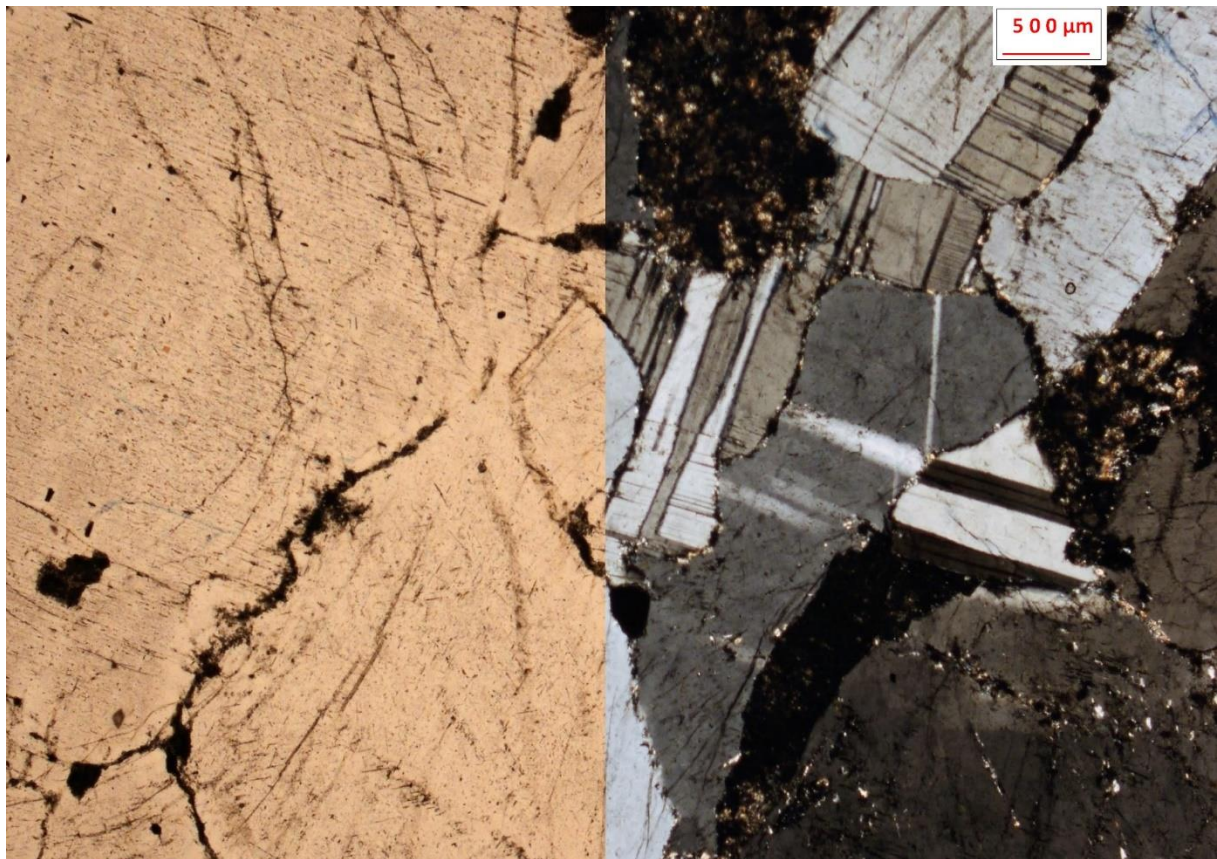
2.5 Jæren

JÆR-prøvene ble hentet inn fra Jæren og samtlige er samlet fra blokker. Prøvene er ikke stedegne, men virker å være mineralogisk lignende. Det antas at de stammer fra samme område og at de er fraktet glasialt. Prøvene skiller til dels av fargeforskjell (mengde av enkeltmineraller) og dels av tekstur. Det mekaniske tapet ble ikke registrert på disse prøvene, da veileder sendte prøvene til videre preparering før de ble veid inn.

2.5.1 JÆR-1601

JÆR-1601 er en grovkornet bergart hovedsakelig bestående av kvarts og feltspat. Det er sporadiske grønne pyroksener i bergarten. Prøven virker mørk lilla, men er hvitspettet og gir dermed et inntrykk av å være grå og lilla samtidig.

I tynnslip observeres mye grovkornet plagioklas og kvarts med en granoblastisk tekstur. Det noteres at kvartskorn viser antydning til lamellær utslokking, som normalt sett er et trekk forbundet med plagioklas. Det observeres også et tredje mineral/fase som bærer preg av metamorfose men er foreløpig ubestemmelig i optisk mikroskop. Bergarten virker å være 60 % plagioklas og 40 % kvarts (figur 2.11). Bergarten defineres å være en granulitt.



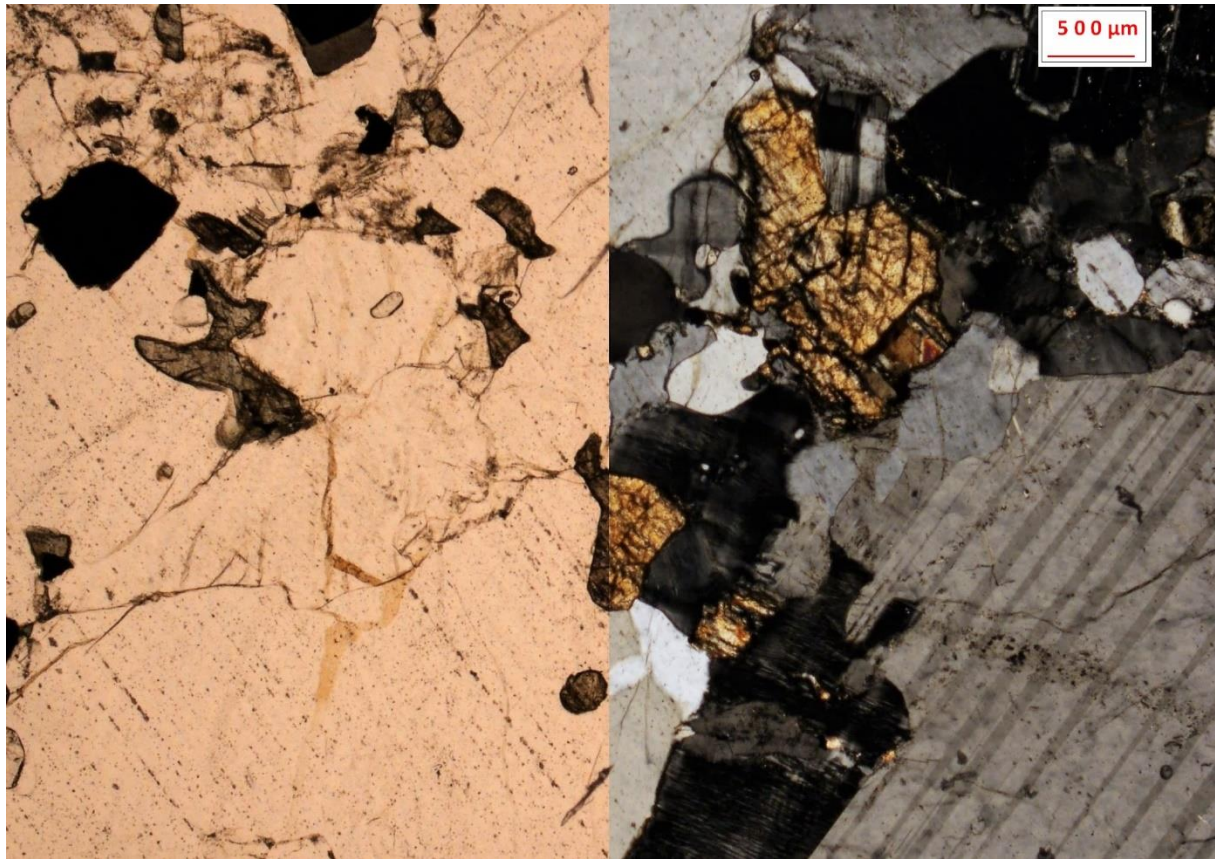
Figur 2.11: JÆR-1601 i tynnslip under planpolarisert lys (venstre) og krysspolarisert lys (høyre). Foto: Håvard Grønnevik

2.5.2 JÆR-1603

JÆR-1603 er av medium kornstørrelse, og er en lys bergart med unntak av noen mørkere bånd gjennom prøven. Den er klart kvarts og feltspatholdig, men de resterende mineralene må undersøkes i mikroskop for å bestemmes.

I tynnslip observeres som forventet kvarts- og feltspat. Utover det er det en betydelig andel ortopyroksen. Det antas at dette er de mørke båndene i bergarten. Videre observeres symplektittstruktur. (Store norske leksikon, 2009) i plagioklasen, trolig etter endring i trykk/temperaturforholdene. Kvartskornene er større enn kornene av plagioklas og pyroksen i hele tynnslipet. Det anslås rundt 10-15 % pyroksen, 30 % plagioklas og 55-60 % kvarts (figur 2.12).

Prøven defineres også i dette tilfellet som granulitt.



Figur 2.12: JÆR-1603 i tynnslip under planpolarisert lys (venstre) og krysspolarisert lys (høyre). Foto: Håvard Grønnevik

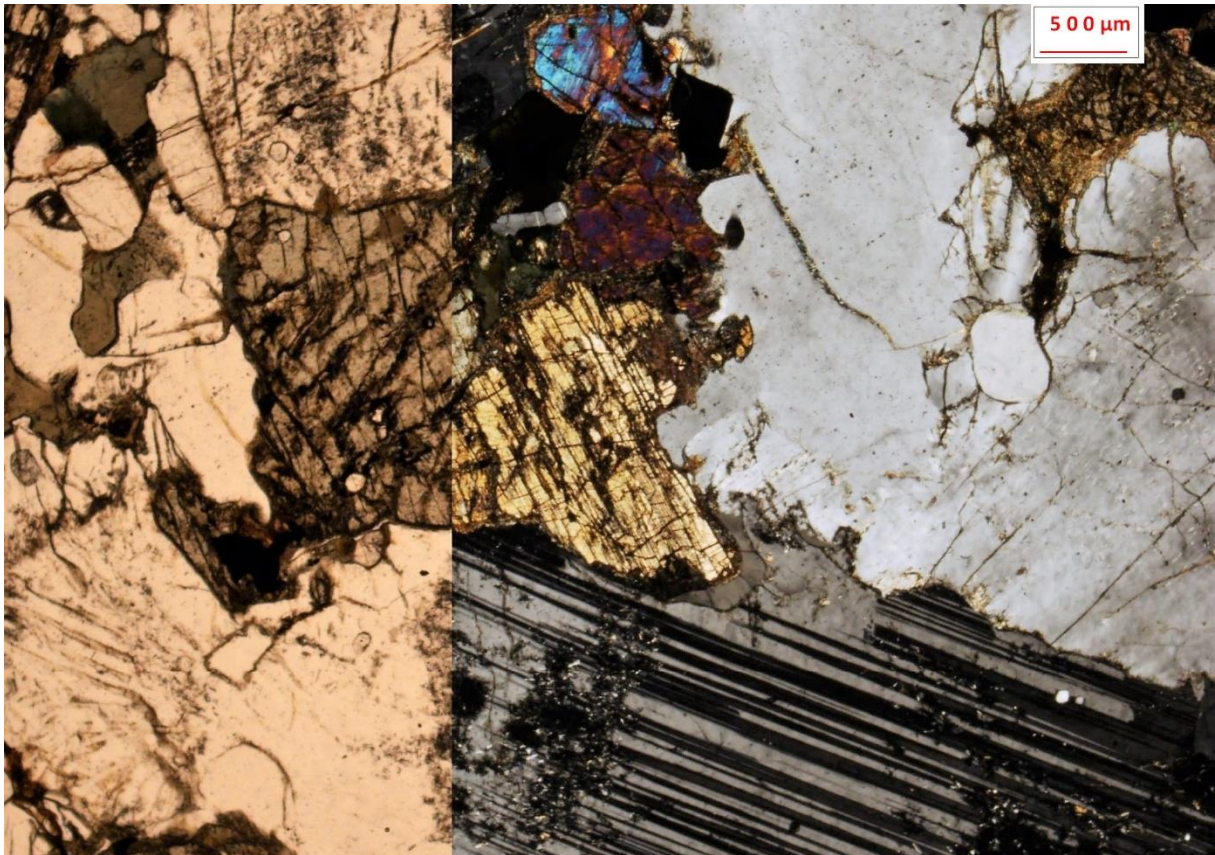
2.5.3 JÆR-1605

JÆR-1605 er en mørk, grovkornet bergart med innslag av lysere mineraler. I håndstykke observeres kvarts, feltspat og svart pyroksen. Bergarten inneholder et brunt mineral som er vanskelig å bestemme, mineraler med mer metallisk glans og korn som minner om glimmer.

I tynnslip observeres først og fremst at mineralene som er fargeløse i planpolarisert lys fremstår som «skitne». Dette er et trekk ofte forbundet med feltspatene, men i dette tilfellet fremstår også kvartskorn som urene. Det noteres at bergarten er så grovkornet at på utvalgte områder kan bare 3-4 korn observeres med 4X10 forstørrelse. Videre i krysspolarisert lys observeres symplektitt-strukturer i enkelte plagioklaser. Det observeres nå at det er tilfeller av både orto- og klinopyroksen i bergarten, samt plagioklas og kvarts. Det er noen isotrope mineraler som antas å være mineralene med metallisk glans. Det anslås at bergarten inneholder 20 % plagioklas, 35 % pyroksen og 45 % kvarts (Figur 2.13).

Også denne bergarten defineres som granulitt.

2. Prøvebeskrivelse



Figur 2.13: JÆR-1605 i tynnslip under planpolarisert lys (venstre) og krysspolarisert lys (høyre). Foto: Håvard Grønnevik

For et forsøk og for øvelse på flotasjonsteknikk, ble en granitt fra Sverige (SVE-0838) brukt. Prøven tilhører et annet prosjekt, så materialet ble kun benyttet til flotasjon og testing av industriteknikker.

Granitten er rik på alkalifeltspat og er dermed svært rosa. Den har et moderat innhold av biotitt og mer kvarts. Det er ikke gjort noe estimat, da tynnslip ikke er tilgjengelig.

3. Metoder og prosedyre

Instrumenter og delprosedyre som er grunnlaget for skreddersyningen av behandlingsløpet i prepareringen beskrives her. Dette er separasjonsprosedyren ved Kosmolab (UiB), som er basert på prosedyren fra Kohl og Nishiizumi (1992). Analytiske metoder og annet som er benyttet for å fastslå endringer i materialet mellom delprosedyrer beskrives også i dette kapittelet. Instrumentnavn og detaljer for kjemikalier som er benyttet under prosjektet kan finnes i appendiks E.

3.1 Forsøk for forbedring av metode

Gjennom laboratoriearbeidet har variasjoner i aktuelle delprosedyrer blitt testet for å finne det optimale behandlingsløpet for ulike bergartsgrupper. Variasjonene er basert på litteratur fra relevant industri og studier av blant annet forvittringsmønstre for mineraler og bergarter. Videre er mange egne ideer testet for enkelte av delprosedyrene, uten at inspirasjonen er hentet fra spesifikk litteratur. Forsøkene har foregått på følgende måte:

En begrunnelse er satt for hvorfor forsøket gjøres og det oppgis en hypotese for hvert enkelt forsøk. Det er deretter valgt passende materiale etter hva de enkelte forsøk skal teste, hvor mye materiale som er tilgjengelig og hva som er praktisk med tanke på å generere kvarts for alle de tilgjengelige prøvene. Endringer i variabler har blitt testet to ganger per prøve, for å vise at resultatene kan gjentas. Det noteres at forsøkene burde gjentas tre ganger for å lage et standard avvik, men av hensyn til tilgjengelig utstyr, tidsbruk og tilgjengelig materiale har det konsekvent blitt utført to. Forutsetninger, formål, hypotese og gjennomføring vil bli oppgis for hvert forsøk.

Inspeksjon av prøvemateriale etter de kjemiske behandlingene ble utført med en Leica-lupe (figur 3.1), for å kunne studere representative utvalg av kornene på nært hold. Lupen gir muligheten til å studere en mengde korn og enkelt-korn. Dette verktøyet har vært viktig for å vurdere resultatene av AqR, flotasjon og magnetseparasjon. Denne metoden for å studere effekt på korn er begrenset av hvor representativt materialet som studeres i lupen er. Ettersom prøven er tatt til lupen fra prøvepose med en spiseskje, er det en viss usikkerhet for om det inspiserte materialet er representativt for fraksjonen. Under overføring ble det gjort et bevisst forsøk på å hente ut materiale som er så representativt som mulig.

3. Metoder og prosedyre

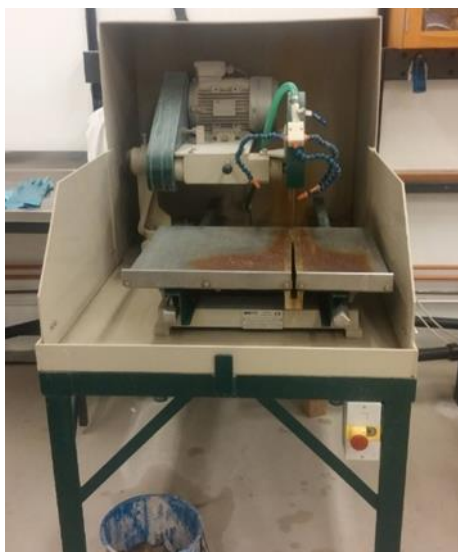


Figur 3.1: Lupe med lys, forstørring og fokus. Foto: Håvard Grønnevik

3.2 Mekanisk nedbrytning

3.2.1 Sag

Prøven blir klargjort for mekanisk nedbrytning i dette steget. Sagen er plassert i kjelleren («Grovknuserommet») og er en stasjonær sag med diamantegg (figur 3.2). Prøvene kuttes til passende stykker, slik at de går gjennom trakten til kjefteknuseren (avsnitt 3.2.2). Dersom det skal lages tynnslip, tas det ut en bit som leveres til ansvarlig tekniker. Om bergarten er spesielt hard må stykkene kuttes i mindre stykker (opp til 5 cm lengde og 1-2 cm bredde/høyde, eller på størrelse med en standard fyrstikkeske). Stykkene tørkes med trykkluftpistol, og bør deretter lufttørkes over natten før de føres til knusing.

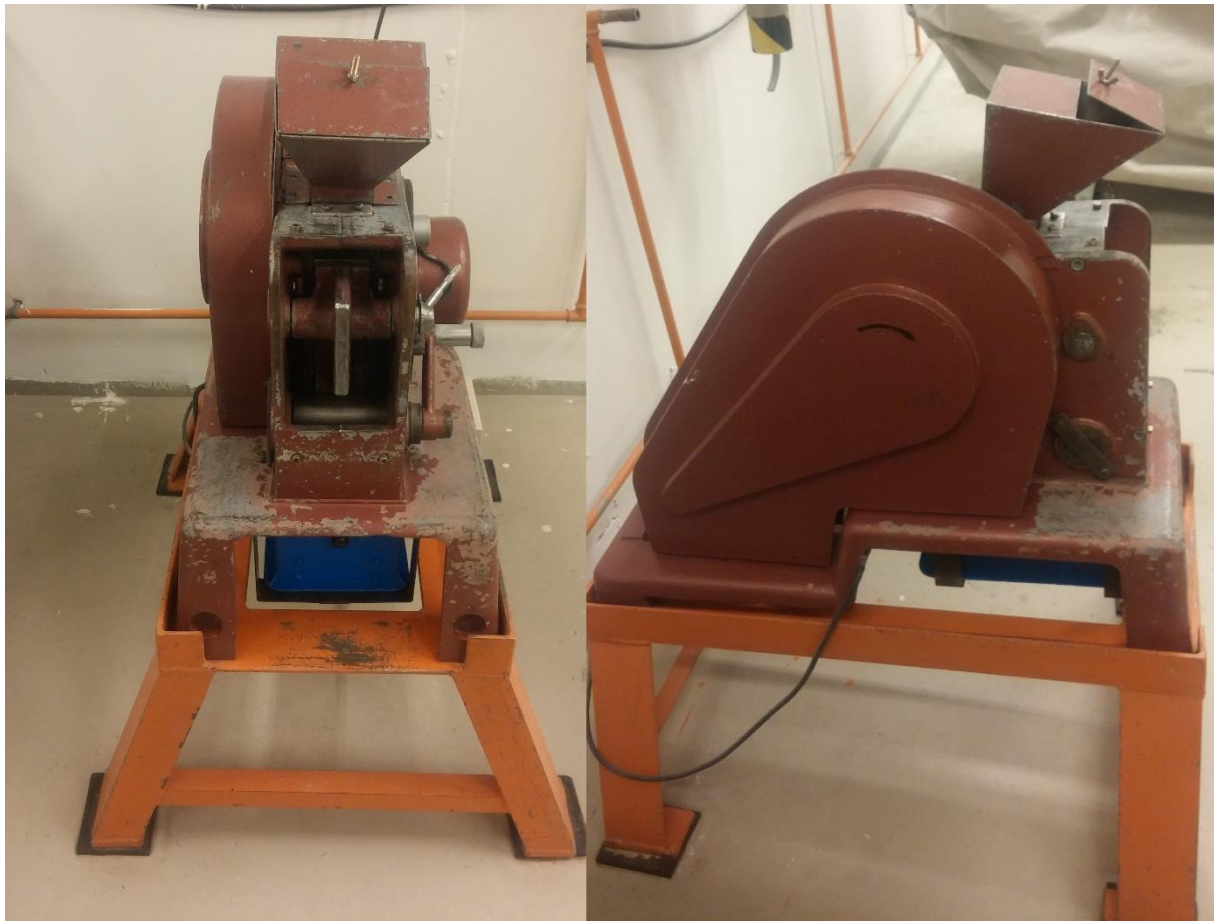


Figur 3.2: Steinsag i kjelleren på Realfagsbygget, UiB. Foto: Håvard Grønnevik

3. Metoder og prosedyre

3.2.2 Kjefteknuser

Kjefteknuseren (figur 3.3) brukes for å knuse prøven ned til passende størrelse (< 1 cm diameter) for pulverisering i skivemøllen. Åpningen mellom platene bestemmer hvilke kornstørrelser som går gjennom og har flere nivåer. Generelt er det anbefalt å knuse i én til to omganger. Første omgang går gjennom den største åpningen, andre runde gjennom nest minste åpning. Dersom materialet ikke er rett størrelse knuses det en gang til på nest minste åpning. Merk at flere knusinger fører til dannelse av mer finfraksjon. Mellom hver knusing skal materialet siktes i et tre-dels sett med maskevidder på 500 µm og 250 µm, og en oppsamlingspanne. Videre vil 250-500 µm fraksjonen benyttes. Fraksjonene skal videre separeres i prøveposer merket med prøvenavn og fraksjonsstørrelse. Materiale med høyere kornstørrelse enn 500 µm videreføres til pulverisering. Det er viktig å rengjøre kjefteknuseren grundig mellom prøver og etter bruk for å unngå kontaminering. Instruksjon for foretrukket rengjøringsmetode gis fra romansvarlig.

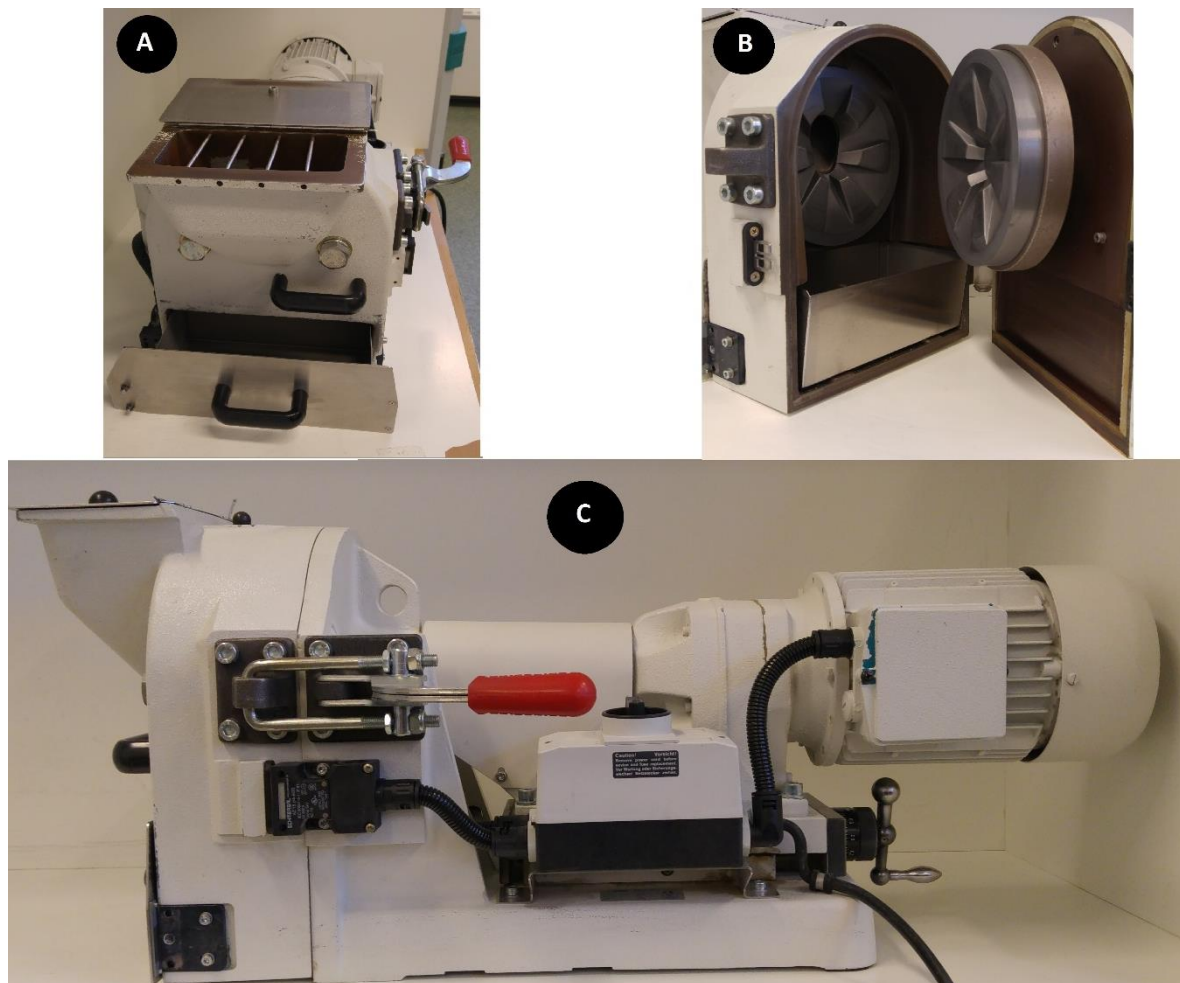


Figur 3.3: Kjefteknuser i kjelleren på Realfagsbygget, UiB. Foto: Håvard Grønnevik

3. Metoder og prosedyre

3.2.3 Pulverisering

Materialet som er større enn 500 μm , bringes til «Finknuserommet» (kjelleren på realfagsbygget, UiB) for å pulveriseres i en skivemølle (figur 3.4), for å separere ønsket fraksjon. Maskinen er konstruert med en trakt ned til to motstående skiver. Under pulveriseringen står én skive stille, mens den andre blir drevet av motoren (venstre i figur 3.4 C) for å kverne materialet til lavere kornstørrelser. Avstanden mellom skivene justeres manuelt av bruker (figur 3.4 B). Når materialet går gjennom samles den i en skuff under skivene (figur 3.4 A).



Figur 3.4: Skivemølle som benyttes for pulverisering. Foto: Håvard Grønnevik
A: Øverst er inntaket og nederst viser skuffen hvor ferdig pulverisert materiale ender.
B: De to motstående skivene hvor materialet pulveriseres.
C: Skivemøllen som helhet.

Materialet siktes mellom hver runde og det som er større enn 500 μm pulveriseres igjen. Dette utføres til det ikke er noe igjen av 500 μm -fraksjonen. Åpningen mellom skivene justeres ettersom det er mindre materiale som skal gjennom. Det er viktig å kjenne på skivene mellom hver runde for å oppdage og unngå overoppheting som resultat av friksjonen mellom pulverisert materiale og skivene. Om de er

3. Metoder og prosedyre

for varme til å holde på, bør videre pulverisering utsettes noen minutter, for å ikke slite ut instrumentet. Etter pulverisering skal materialet være fordelt mellom <250 µm og 250-500 µm fraksjonene. Før det går videre til kjemisk behandling skylles 250-500 µm fraksjonen med vann for å fjerne finstoff. Materialet merkes så tydelig med prøvenavn, før det settes i tørkeskap til det er tørt igjen. For best mulig datasamling til prosjektet er materialet veid før saging, etter knusing og etter skyl/tørk av ønsket fraksjon. Alt som ikke er i 250-500 µm-fraksjonen regnes som tap, da disse kornstørrelsene ikke med sikkerhet kan brukes i videre preparering.

For knusing og pulverisering vil den største usikkerheten og faren for kontaminering være menneskelige feil. For eksempel dårlig skylning eller sikting, eller for dårlig rengjøring av sikten mellom prøver. En annen usikkerhet kan være feil innstilling på skivemøllen, som vil produsere unødvendig finstoff. Dette aspektet av metoden kan i hovedsak kun motvirkes med erfaring, og det antas at noe mindre finstoff ble produsert etter hvert som flere bergarter ble behandlet.

3.3 Kjemisk behandling

3.3.1 AqR

Kongevannstrinnet (videre AqR) er den første kjemiske behandlingen i prosedyren. Trinnet skal fjerne oksider, karbonat og bryte opp uønskede mineraler (eksempelvis biotitt-flogopitt). AqR lages ved å blande én del salpetersyre (HNO_3) og tre deler saltsyre (HCl). I dette steget brukes 25 % AqR, som betyr én del AqR og tre deler springvann. Før syren tilsettes, vil konsentrasjonene være 1,2 M HNO_3 og 3 M HCl som gir en $[\text{H}^+]$ på 4,2M. Kombinasjonen av en oksiderende syre, i dette tilfelle salpetersyre, og en kompleksende syre (saltsyre) blir svært korroderende. Dette trinnet fjerner også eventuelt organisk materiale som er til stede.

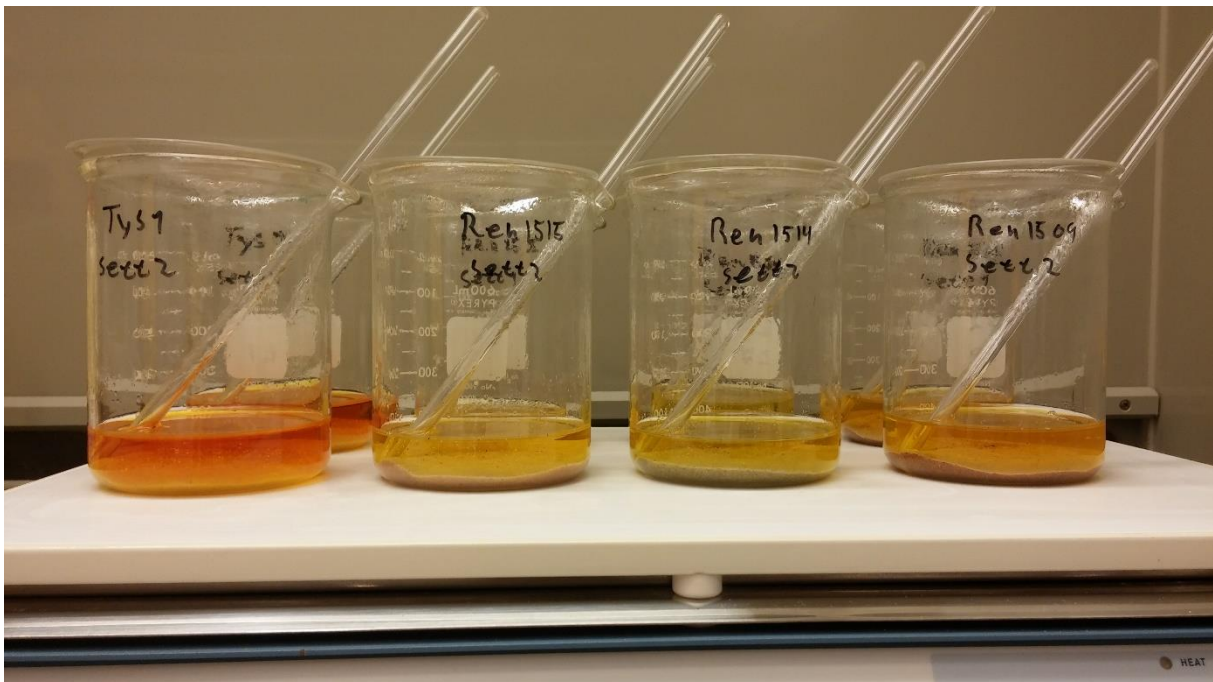
Et eksempel på blanding av AqR til dette trinnet kan gis ved et volum på 3 L 25 % AqR. Det måles opp 2250 mL kaldt springvann i beholderen merket AqR. I to separate beger måles det opp 187,5 mL (188 mL) HNO_3 og 562,5 mL (563 mL) HCl . Disse tilsettes separat og under omrøring til vannet. All blanding og oppmåling av syre foregår i avtrekksskap. Merk at total volum etter blanding blir mindre enn de tre volumene til sammen.

I den opprinnelige metoden måles omtrent 100 mL prøvemateriale opp i et 500 mL begerglass. Foreligger det mistanke om høyt innhold av karbonat skal dette testes ved å tilsette noen dråper 10 % HCl før AqR tilsettes. Ved reaksjon (brusing, gassdannelse) tilsettes mer 10 % HCl , typisk 100 mL. Syren skal reagere med prøven til det slutter å bruse. Når dette er utført, eller det er testet at

3. Metoder og prosedyre

karbonatinnholdet ikke er betydelig, fortsetter delprosedyren. Det tilsettes AqR til 300 mL merket i begeret. Dette vil i mange tilfeller tilsvare rundt 200 mL AqR, men vil variere for hver enkelt bergart på grunn av mineraltetthet og gjennomsnittlig porøsitet av materialet. Etter tilsetning røres materialet godt med en glass-stav, og begrene settes på varmeplate (innstilling $2\frac{1}{2}$ altså 70-75°C) mellom 18-24 timer. Svært glimmerrikt materiale er ekstra utsatt de første timene av behandling da mineralet kan svulle opp og få syren til å renne over. Etablert prosedyre er å sette i gang etsingen på formiddagen, røre noen ganger i materialet gjennom dagen og avslutte behandlingen morgenen etter. Det er en fordel å dokumentere endringer underveis, for eksempel å notere ned utvikling i farge (på løsning og materiale) med tidspunkt. Figur 3.5 viser hvordan et utvalg av forskjellige prøvematerialer kan se ut etter endt AqR behandling.

Når etsingen avsluttes røres det en siste gang før løsningen helles av. Løsningen er på dette punktet fremdeles svært sur, og helles dermed i egnet dunk for syreavfall. Deretter skylles materialet til den er ved nøytral pH. De tre første skyllingene (eller til løsningen ikke lenger er farget) dekanteres i avfallsdunken. Etter dette er pH høy nok til at skyllevannet kan gå i vasken, mål løsningens pH før dette gjøres. I disse skyllingene er det anbefalt å fjerne så mye glimmer som mulig for videre steg. Etter skyllingen settes materialet i tørkeskap, som oftest i 8-12 timer, til det er helt tørt. Etter tørk skal materialet hvile utenfor tørkeskap før veiing. Dette skyldes at varme forårsaker tetthetsendring, og all veiing skal utføres på materiale ved romtemperatur.



Figur 3.5: Eksempelbile for AqR-behandling (her rett før skylling) for (fra venstre) TYS-1, REN-1515, REN-1514 og REN-1509. Foto: Håvard Grønnevik

3. Metoder og prosedyre

Denne delprosedyren er i seg selv et verktøy for å fjerne mineraler, men kan også brukes til å undersøke mobilisering/innhold av grunnstoff. Om det undersøkes hvilke grunnstoffer som går i løsning under etsing, kan syreløsningen analyseres etter endt behandling. Denne analysen vil vise hvilke grunnstoffer som løsner fra hver enkelt bergart under etsing ved AqR. Det er viktig å presisere at ikke alle komponentene går i løsning. Om formålet er å se på mengden grunnstoff som forsvinner fra en bergart under etsing, kan analyse av det etsede produktet sammenlignet med ubehandlet materiale, indikere hvilke grunnstoff som forsvinner. Det er usikkerheter i forhold til fraksjonering av materiale i posen ved uttak til analyser. En analyse vil bare fortelle hva som forsvinner, relativt i forhold til en antatt representativ del av materialet. AqR-trinnet innebærer også å skylle prøven, og mye glimmer fjernes på denne måten. En analyse av det ferdig etsede og skylte materialet vil derfor gi en indikasjon for tap av grunnstoff under hele trinnet, ikke kun det som går i løsning.

3.3.2 Flotasjon

Metoden som delprosedyren baseres på ble utviklet på 1940-tallet, deriblant med funnene fra Dean og Ambrose (1944). Teknikkene derfra har blitt utviklet til industriell bruk og vitenskapelig bruk. Delprosedyren ved Kosmolab er basert på Kohl og Nishiizumi (1992). Det er forskjell mellom laboratorier hvordan prosedyren utføres, som er et resultat av tilpassing etter laboratorienes forutsetninger. Det er antatt at HF fungerer som en aktivator for feltspat ved å danne fluoraluminatkomplekser som gjør overflatene mottagelige for absorbering av agens-kationer (Heyes et al., 2012).

Dette steget er spesialisert for å skille feltspatmineraler fra kvarts og er basert på stålbolleflotasjonen fra Purdue University sitt PRIME laboratorie (Purdue University, 2007). Prøvematerialet forbehandles med 1 % HF-løsning på flaskerulle (figur 3.6) før prosessen begynner. 80 gram (tørr) prøve tilsettes 750 mL springvann i en 1000 mL HDPE-flaske. Deretter tilsettes 7,5 mL konsentrert flussyre (HF), som gir 1 % løsning. Prøvenavn skrives på korken, og den må skrues godt igjen. Prøveflaskene ligger på flaskerullen i omtrent 1 time, før flotasjon igangsettes. Sjekk flaskene for lekkasje etter omtrent 15 minutter, og stram korken ekstra ved drypp. Eventuelt søl fjernes på en forsvarlig måte.

3. Metoder og prosedyre



Figur 3.6: Flaskerullen ved Kosmolab, UiB. Foto: Håvard Grønnevik

Det blandes en flotasjonsagens som tilsettes materialet via en karbonator. Denne metoden benytter en floteringsagens som lages ved å blande 1 g 1-dodecylamin, 1 L vann og 1 mL eddiksyre (konsentrert CH_3COOH). Blandingen legges på flaskerullen før, eller sammen med prøveflaskene for å fullstendig løse opp det faste stoffet. Når løsningen er klar må den blandes ut i en dunk tilkoblet karbonatoren. Det tilsettes 9 L vann for å blande ferdig 10 L agens.

Til flotasjon trengs en stålbolle, en plastboks, eukalyptusolje, en dunk med utblandet flotasjonsagens og en karbonator (figur 3.7). Eukalyptusoljen som ble benyttet ved starten av denne studien var av typen Mi-Aroma 99 % ren olje. Gjennom studien ble oljen byttet til en variant levert av Sigma-Aldrich.

3. Metoder og prosedyre

Det trengs en avfallsdunk spesielt egnet for flotasjonsavfall. Én flaske floter om gangen for å unngå sammenblanding. Først helles den fortynnede HF-syren fra flasken i avfallsdunken. Det bør være litt igjen i flasken for å overføre den våte prøven til stålbollen. Dette gjøres ved å virvle prøven i den gjenværende væsken, for så å raskt vende flasken i bollen. Materialet overføres til stålbollen og resterende syre helles i avfallsdunken. Det tilsettes så 4-6 dråper konsentrert eukalyptusolje og karbonert flotasjonsagens. Materialet må deretter virvles for at alt skal blandes. Fra dette punktet vil boblene fra karbonatoren festes til feltspaten og flyte opp med dem. Kvartsen reagerer i utgangspunktet ikke med boblene, og blir igjen på bunn. Det flytende materialet dekanteres til plastboksen, og det resterende materialet tilsettes en ny runde karbonert 1-dodecylamin. Dette gjentas til materialet i stålbollen er homogent.

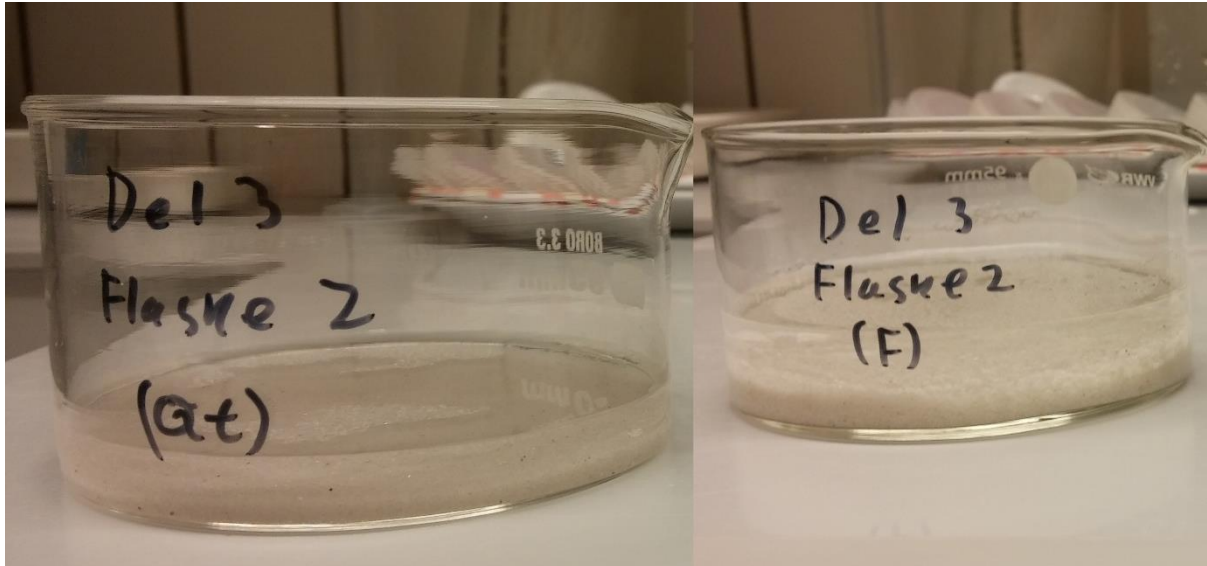


Figur 3.7: Nødvendig utstyr for stålbolle-flotasjon. Fra høyre: CO₂-tank, karbonator med tilsetter, stålbolle for flotasjon, plastboks for F-fraksjon og Sigma-Aldrich eukalyptusolje Foto: Håvard Grønnevik.

Den (tilsynelatende) homogene kvartsen overføres nå til et krystallasjonsbeger merket «prøvenavn (Qt)». Materialet i plastbeholderen overføres til et separat krystallasjonsbeger merket «prøvenavn (F)» (figur 3.8). Det viktigste for prosedyren er å generere en forhåndsbestemt målmengde ren kvarts. Hvor mye materiale som må floter for å få den ønskede mengden K-fraksjon vil variere mellom bergarter. Krystallasjonsbegrene settes i tørkeskap og veies etterpå.

3. Metoder og prosedyre

Feilkilder som er forbundet med denne delprosedyren forbindes hovedsakelig til heterogene K-fraksjoner. Dette inkluderer at det fremdeles er feltspat igjen i fraksjon etter behandling, eller at andre mineraler som ikke reagerer på denne flotasjonsprosedyren er til stede. Feltspat i K-fraksjonen kan motvirkes ved å behandle prøven med flere runder karbonert agens enn det som virker nødvendig. Om prøven inneholder mørke mineraler motvirkes dette ved å magnetseparere prøven etter tørk.



Figur 3.8: Eksempel på K-fraksjon og F-fraksjon etter en gjennomført flotasjon. Foto: Håvard Grønnevik

3.4 Magnetseparasjon

Ved institutt for geovitenskap er det tilgjengelige instrumentet en Frantz Modell LB-1, som vist i figur 3.9. Den har et ristetrau som ender i to separerte beholdere, og en elektromagnet med justerbar styrke. Ved bruk av Frantz er det lurt å legge telefon, klokke og andre metallgjenstander utenfor rommet, ettersom det sterke magnetfeltet potensielt kan påvirke funksjonaliteten deres.

Før start må materialet som kommer fra flotasjon være helt tørt. Før prøveposene åpnes sjekkes det at utstyr er der det skal, og arbeidsbordet vaskes/rengjøres. Trykkluft kan med fordel benyttes på overflater og Frantz for å være på den sikre siden. Instruksjon i hvordan bruke og rengjøre Frantz gis ved tilgang til rommet. Prøvematerialet kan behandles med håndmagnet før separasjon, for å få bort det mest magnetiske. Dette legges i en pose merket «prøvenavn MAG».

3. Metoder og prosedyre

Videre justeres vinkelen på magneten til 10°-15° på siden og 20° bak. Det er rom for endring basert på aktuelle materialers magnetiske egenskaper og størrelse. Fallvinkel påvirker fallhastighet, som bestemmer magnetens effektivitet. Det samme gjelder grad av risting, da den også bestemmer hvor fort prøven går gjennom. Her er det ofte prøving, feiling og erfaring som må til for å få en god rutine. Magnetstyrken må variere etter litologi, og prøver som er rike på magnetiske mineraler trenger ofte flere runder på ulik (økende) styrke for å fjerne alt magnetisk materiale. Magnetten vil også kunne tettes av materiale om det ikke tas gradvis. Tommefingerregelen for en prøve med mineralogi bestående av eksempelvis kvarts, feltspat og mørk glimmer burde begynne på 0,3 A for så å øke til 0,8-1 A på andre runde.



Figur 3.9: Magnetseparatoren Frantz® Model LB-1. Foto: Håvard Grønnevik

Etter fullført separering overføres prøvematerialet til poser. Den magnetiske fraksjonen skal i tidligere nevnte «prøvenavn mag (0,X A)» hvor prøven som skal videre puttes i en pose merket «prøvenavn non-mag (0,X A)». 0,X tilsvarer den sist brukte magnetstyrken på instrumentet. Rommet og instrumentet skal rengjøres etter bruk, og etter romansvarliges instruks.

3.5 ICP-OES

Instrumentet ble brukt for å analysere konsentrasjon av grunnstoffer i ubehandlet prøvemateriale og sammenligne det med konsentrasjonene av grunnstoff funnet i samme materiale etter etsing i AqR .

For å forberede analysen ble det tatt ut 2-4 g materiale med en spiseskje fra hver prøvepose, som ble overført til agatmorter. Deretter ble de enkelte prøvematerialene pulverisert til finfraksjon. De ble så satt over på glass og levert til lab-tekniker for HF-oppløsning. Etter oppløsning ble løsningen holdt stabil med HNO₃. Den ble så behandlet videre av laboratorietekniker.

ICP-OES/ Induktivt koplet plasma-optisk emisjonsspektrometri, er en multi-element analysemetode der bestemmelse av grunnstoffer gjøres ved registrering av emitterte bølgelengder fra løsningen. Bølgelengdene som brukes er valgt med bakgrunn i hvilke grunnstoffer som blir analysert, for å forhindre interferens. Det er også planlagt hvilke bølgelengder som skal registreres basert på forventet konsentrasjon av enkelte grunnstoff, og hvor sensitiv bølgelengdene er (personlig diskusjon med Lars Evje, mars 2016).

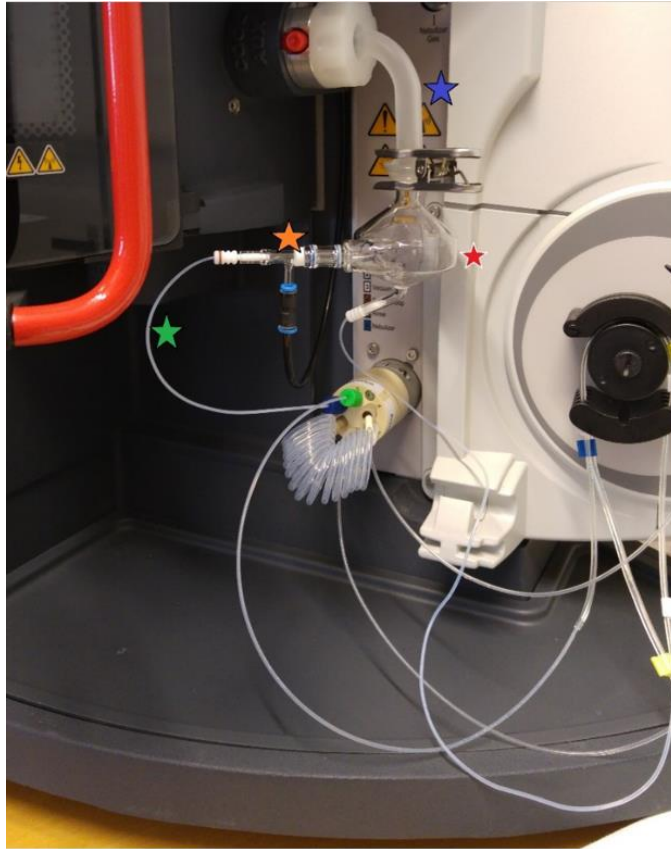
Løsningene føres inn i en forstøver, sammen med argongass, hvor forstøveren produserer en væskesky av det oppløste materialet. Dråpene i skyen fraksjonerer basert på størrelse i spraykammeret (figur 3.10) slik at de som videreføres er av samme størrelse. Herfra føres skyen inn i et plasma, som holder rundt 6800°K (Boss og Fredeen, 2004). Plasmaet fordamper umiddelbart vannet i løsningen og bryter opp eventuelle molekyler. Atomene og ionene som gjenstår, tilføres energi og eksiteres. Ved relaxering sendes det ut fotoner med sett av bølgelengder assosiert med de enkelte grunnstoffene. Disse bølgelengdene registreres av detektorer utenfor plasmaet (figur 3.11).

Konsentrasjon beregnes fra intensiteten av hver enkelt bølgelengde. En programvare tilhørende instrumentet konverterer signalene ved å plote intensitet (telling per sekund) i en kalibreringskurve beregnet fra en kommersiell standard. Kalibreringskurven plotter intensitet mot konsentrasjon. Hver enkelt bølgelengde får en kurve som leses av bruker.

Konsentrasjonene må regnes om fra µg/L til µg/g og operatør må velge riktige bølgelengder å bruke videre fra dette punktet. Valget baseres på relativt standardavvik og deteksjonsgrense. De typiske feilkildene som forekommer med denne analysemetoden utover kontaminering av prøvemateriale, er valg av bølgelengde. Dette påvirker mest der grunnstoffer har sammenfallende bølgelengder og kan gi falske konsentrasjoner. Dette utføres av tekniker og er del av forarbeidet til analysen. Videre kan instrumentet ikke vaskes godt nok under analyse. Vaskingen er en automatisk prosess, men kan gjenkjennes ved analyse av blankprøver mellom de faktiske prøvene. Til sist er det en fare for

3. Metoder og prosedyre

problemer med programvare for behandling av dataene. Typisk benyttes Microsoft Excel til konvertering fra $\mu\text{g/L}$ til μg , og inkluderer steg som kan blande konsentrasjoner.



Figur 3.10: Prøvetilførsel for ICP-OES. Grønn stjerne=fører materiale mot forstøver. Oransje stjerne= forstøver og argontilførsel. Rød stjerne=spraykammeret hvor dråpene fraksjonerer etter størrelse. Blå stjerne=rør opp mot plasma. Foto: Håvard Grønnevik



Figur 3.11: «Kammeret» der prøven varmes opp i et plasma som drives av en RF (radio-frekvens)-generator. Blå stjerne= aksial avlesning, rød stjerne= radial avlesning. Foto: Håvard Grønnevik

3.6 Optisk polariserende mikroskopi

Før mikroskopet kan brukes må det lages ett tynnslip av prøvene. Dette starter ved sagen der et stykke med passe størrelse og representativ mineralogi, blir tatt ut. Stykker blir så levert til tynnslipslabben der ansvarlig tekniker sliper den ned til 30-40 μm tykkelse og preparerer det for mikroskopi.

Mikroskopet som brukes er et Nikon Eclipse E200 optisk mikroskop med polariseringslinser (figur 3.12). Det ble brukt til å utføre en visuell analyse av prøvene. Her brukes en kombinasjon av vanlig polarisert og krysspolarisert lys for å fremheve enkeltmineralers egenskaper, og derfra gjenkjenne dem. Egenskaper som farge i planpolarisert lys, pleokroisme, relieff og interferensfarger i krysspolarisert lys har blitt benyttet. Tynnslipene ble fotografert i mikroskop på RAMAN-laben på Realfagsbygget, UiB. Dette mikroskopet er tilkoblet en pc og utstyrt med programvare for å ta bilde av tynnslip. Foruten å finne ut hva bergarten inneholder, har tynnslipet blitt brukt som et representativt utsnitt og dermed har alle estimater for mineralinnhold (Prøvebeskrivelse) blitt gjort fra disse slipene. Dette estimatet baseres i all hovedsak på de bergartsdannende mineralene og i mindre grad på de aksessoriske mineralene, om de ikke skiller seg tydelig ut. Observasjonene vil også tas i bruk ved diskusjon av hvordan mineralogien, teksturen og tilstedeværelse av sement påvirker prepareringsprosedyren.



Figur 3.12: Nikon Eclipse E200 forfra og fra siden. Foto: Håvard Grønnevik

4. Resultater

Resultatene for denne studien presenteres under delprosedyrene de tilhører, og listes opp etter rekkefølgen til en standard utførelse. Under delprosedyrene vil forsøkene, med hypotese, formål for forsøket og observasjoner presenteres. Disse forsøkene utføres for å teste optimalisering for de enkelte delprosedyrene og å rettfærdiggjøre videre forsøk. Beslutninger som er tatt for videre forsøk vil tas opp igjen i diskusjonskapittelet.

4.1 Mekanisk nedbrytning; saging, knusing og pulverisering

For de mekaniske behandlingstrinnene observeres det at omtrent like mye materiale går tapt uavhengig av bergartstype. I noen tilfeller er disse dataene upålitelige. Dette kommer av at det ikke er observert totalt tap for granulittene, og granitt/pegmatitt kun er representert med én prøve hver. Ved sammenligning av totalt materialtap, er det likevel greit å anta at rundt 50 % tap forekommer i alle bergarter. Prøvene regnes som representative for bergartsgruppene de tilhører, men med forbehold om at det kan være variasjon innenfor disse. Tabell 1 viser angitte bergartsnavn, sammen med tilgjengelig 250-500 µm fraksjon og utregnet mekanisk tap etter saging, knusing og pulverisering.

Tabell 4.1: Prøvenavn med tilhørende bergartsnavn for videre bruk i oppgaven, tilgjengelig prøvemateriale til bruk etter mekanisk preparering og totalt materialtap. Mekanisk tap er basert på opprinnelig innveid materiale og 250-500 µm fraksjonen etter skylling med vann og tørk.

Prøve	Bergartsnavn	Tilgjengelig materiale	
		250-500 µm	Mekanisk tap
LAPP-2	Granodioritt	1315 g	43 %
LAPP-4	Granodioritt	1420 g	42 %
LAPP-7	Pegmatitt	1940 g	44 %
REN-1509	Sparagmitt	720 g	53 %
REN-1514	Metasandstein	610 g	48 %
REN-1515	Sparagmitt	1150 g	50 %
Grå-1501	Gneis	600 g	47 %
Grå-1502	Gneis	830 g	46 %
Grå-1503	Gneis	1790 g	49 %
TYS-1	Granitt	720 g	57 %
JÆR-1601	Granulitt		
JÆR-1603	Granulitt		
JÆR-1605	Granulitt		

Typisk tap for bergarter bør tas i betraktning ved innsamling av prøve i felt. Tabell 4.1 viser gjennomsnittlig forskjell på 5 % mellom høyeste og laveste tap for de enkelte bergartsgruppene, med et totalt spenn på 15 % over de forskjellige prøvematerialene. Dette betyr at prøvemengden som

4. Resultater

samles inn i felt kan variere med bergartstype, med base i mekanisk og kjemisk tap. Hensyn til nødvendig innsamling vil også variere med mineralogi, og forventet konsentrasjon av ^{10}Be . Faktorer som kontrollerer konsentrasjon foruten eksponeringstid, er høyde over havet og skjerming. Alt dette tas i betraktning, og innsamlingsvariabler diskuteres videre etter at flere forsøk er gjennomgått.

Tabell 4.1 viser at granodioritter har lavest tap. Den høyeste tapsprosenten observeres for TYS-1. Granitten (TYS-1) er mer grovkornet enn for eksempel granodiorittene, men består av en lignende mineralsammensetning. Det observeres et høyere tap i gneisene, som er mer finkornet. Gneisen er metamorf og er sammensatt på en annen måte enn magmatiske størkningsbergarter, der relasjonen mellom korn er primær. Metamorfe bergarter vil i tillegg kunne ha båndinger og mineralkorn som er bakt sammen, i tillegg til finkornet matriks/ement mellom kornene i større grad enn de magmatiske. Dette observeres tydelig i tynnslip for metasandsteinene/sparagmittene. Matriksen i sandsteinene er så finkornet at den bør gå til finfraksjon under knusing og pulverisering. Det forekommer også enkeltkorn i målfraksjonen som består av mineral og matriks. Dette kan være blant grunnene til det høye observerte tapet for metasandsteinene/sparagmittene. Det merkes at totalt tap er i samme størrelsesorden for bergartsgruppene, med 55 % som høyeste tapsverdi.

4.2 Etsing med AqR og NaOH

Bakgrunnen for å utføre etsing med AqR er blant annet å delvis løse opp mineraler med mye Fe og andre mørke mineraler (som er rike på Mg, Ca og Na). Bergartene som benyttes er ofte ikke rike på kalsitt, slik at hovedmålet er å fjerne mineral som ikke er kvarts.

For delprosedyren er det gjennom studien innført et omtrentlig forhold mellom materiale og volum AqR som tilsettes. Dette ble innført da de første forsøkene ble utført med 50 gram prøve per beger, mens den faktiske delprosedyren blir utført med rundt tre ganger så mye. Til forskjell fra den eksisterende delprosedyren der det fylles syreløsning opp til 300 mL-merket i begeret (tilsvarende omtrent 200 mL), foreslås et 1:2 forhold mellom materiale (g) og volum (mL) syreløsning. Dette virket effektivt ved den nedskalerte prøvemengden, og gjør tillagingen for blandingen mer forutsigbar i denne størrelsesskalaen. I noen tilfeller fører dette til at prøvematerialet tilsettes mer syreløsning enn før, men det blir aldri tilsatt mindre enn i den eksisterende delprosedyren. At tilsatt mengde blir ulik begrunnes med varierende tetthet for bergartene, og varierende porøsitet for prøvematerialet.

Som eksempel vil en prøve på omtrent 100 mL av en gjennomsnittlig gneis kunne veie omtrent 150 g. Denne prøven vil dermed tilsettes akkurat 300 mL AqR, hvor det normalt ville tilsettes AqR opp til 300 mL merket i begeret. Dette fører til at mer AqR tilsettes prøvematerialet.

4. Resultater

4.2.1 Første forsøk for endring i prosedyre

Det ble utført et forsøk med fjerning av magnetisk materiale med en håndmagnet før AqR. Formålet var å sjekke om dette gjør AqR-prosedyren mer effektiv. Hypotesen er at om det fjernes magnetisk materiale (inkludert metallspen fra skivemøllen), vil AqR kunne virke mer effektivt, altså at mer av det gjenværende mørke materialet kan løses.

Et forsøk med etterbehandling ved tilsetning av 10 % NaOH (1:1 forhold mellom utgangsvekt for prøve og volum NaOH) til prøvematerialet ble også utført. Bakgrunnen var at Mifsud et al. (2013) beskriver at NaOH nøytraliserer resterende syre, løser opp organisk materiale og feller ut kationer som fremdeles er fanget i løsning mellom korn.

Oppsettet for forsøkene er vist i tabell 4.2. Samtlige forsøk ble skalert ned til 50 gram prøvemateriale. Dette ble gjort slik at det skulle være igjen nok materiale til videre eksperimenter. Forsøkene ble utført på LAPP-2, LAPP-4 og LAPP-7 og delt inn i tre serier. Serie 1 representerer opprinnelig AqR-behandling, i serie 2 tilsettes 10 % NaOH etter hver AqR-behandling og i serie 3 forbehandles med håndmagnet og tilsettes 10 % NaOH etter syrebehandling.

Det ble utført et forsøk der to AqR-etsinger og to AqR/NaOH behandlinger ble utført etter hverandre. To behandlinger med AqR ble utført for å lage en basislinje for behandlingen. De to AqR/NaOH behandlingene var sammenligningsgrunnlag med AqR-serien, og gav dermed muligheten til å undersøke om to behandlinger var effektivt for de ulike materialene.

Tabell 4.2: Oversikt for serienavn, hvilke prøver som er del av serien og hvilken behandling som inngår i behandling.

	Forbehandling	Behandling 1	Behandling 1
Serie 1 (LAPP-2, LAPP-4, LAPP-7)	Ingen	AqR	AqR
Serie 2 (LAPP 2, LAPP-4, LAPP-7)	Ingen	AqR/NaOH	AqR/NaOH
Serie 3 (LAPP-2, LAPP-4, LAPP-7)	Håndmagnet	AqR/NaOH	AqR/NaOH
Serie 4 (GRÅ, REN, TYS-1)	Ingen	AqR	AqR
Serie 5 (GRÅ, REN, TYS-1)	Ingen	AqR/NaOH	AqR/NaOH

De visuelle endringene var synlige allerede ved håndmagnetmetoden. Den magnetiske fraksjonen ble separert, overført til en egen pose og veid (tabell 4.3). LAPP-2 har den største magnetiske fraksjonen, hvorav det meste er mørk glimmer. Det ble også fjernet en god del mørkt materiale i LAPP-4. Behandlingen er visuelt mer effektiv for LAPP-4 etter tilsvarende tid som LAPP-2. Dette begrunnes i den høye andelen mørk glimmer i LAPP-2. Det ble også fjernet noe materiale fra LAPP-7. Ettersom LAPP-7 ikke inneholder noen mørke mineraler, består den magnetiske fraksjonen i stor grad av

4. Resultater

mikrogranater og kvarts/feltspat. Det antas at den lille mengden kvarts og feltspat som går i magnetisk fraksjon skyldes at mineralene er diamagnetiske. Det betyr at mineralene ikke er magnetiske i utgangspunktet, men ved påvirkning fra et ytre magnetfelt kan de vise svak bevegelse (Nesse, 2009). Selv om det kan fjernes en del uønsket materiale med håndmagnet, var prosessen tidkrevende. Dersom denne behandlingen skal utføres på vanlig prøvemengde bør en sterkere magnet eller en mobil elektromagnet benyttes.

Tabell 4.3: Magnetisk prøvefraksjon fra forbehandlingen i serie 3.

Prøve	Opprinnelig materialvekt	Magnetisk fraksjon	Magnetisk Tap
LAPP-2	52 g	1.2 g	2.3 %
LAPP-4	52 g	0.5 g	1.0 %
LAPP-7	51 g	0.1 g	0.2 %

Etter dette forsøket ble serie 1-3 ført videre til første behandling med AqR eller AqR/NaOH. Visuelt er forandringen stor for alt materiale. Det antas at kongevannet har delvis korrodert de mørke mineralene og løst opp oksider. Fargen på løsningene etter endt behandling varierer fra mørk oransje til gul. Fargene tyder på at det kan være Fe^{3+} og $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ i løsning (Kofstad, 1992). Materialet opptrer mye renere etter skylling, da mye glimmer fjernes. Etter skylling settes prøvematerialene til tork og veies. Serie 2 og 3 ble etter tork og veiing tilsatt 50 mL 10 % NaOH og satt på varmeplate (innstilling 2 $\frac{1}{2}$ = ca. 75°C) i to timer. Det observeres hvite utfellinger i løsningen etter endt behandling. Utfellingene kan være $\text{Mg}(\text{OH})_2$ (s) eller $\text{Al}(\text{OH})_3$ (Kofstad, 1992). Det vil dannes $\text{Mg}^{2+}_{(\text{aq})}$ og $\text{Al}^{3+}_{(\text{aq})}$ i AqR, som bindes med OH^- når NaOH tilsettes materialet. Dette vil felles ut til et fast stoff, som sett i reaksjonen fra Kofstad (1992).

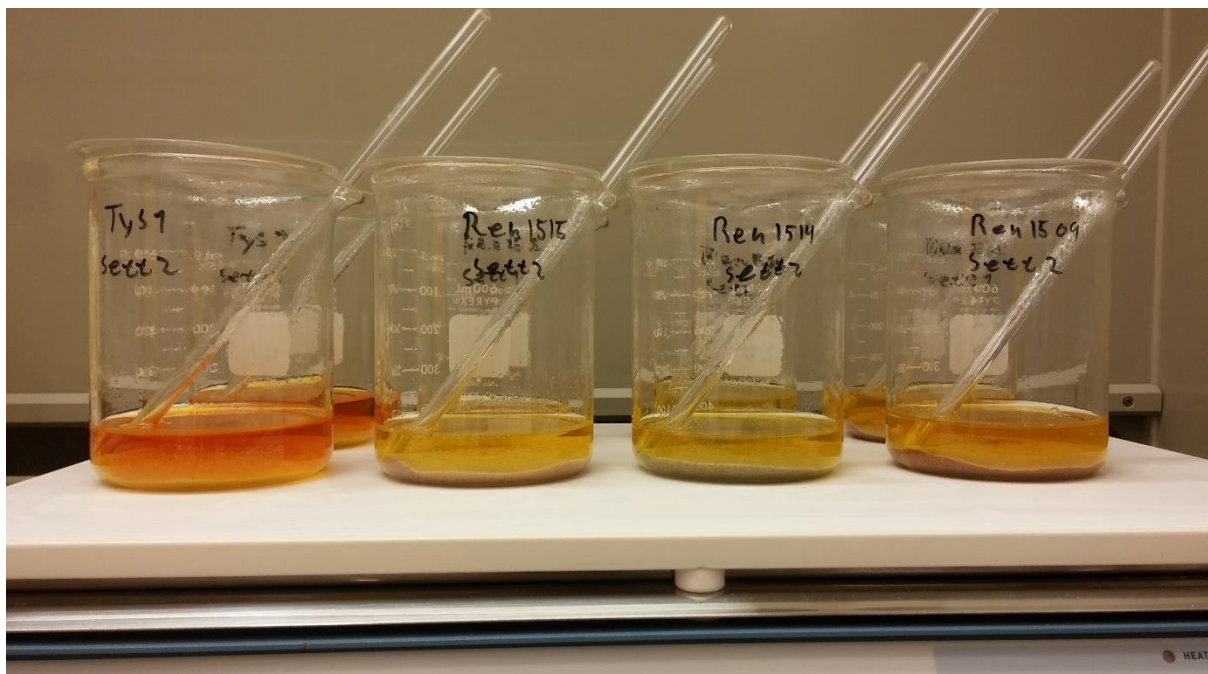
Tapet ved første etsing for serie 2 og 3 er høyere enn for serie 1 (tabell 4.4). Det er usannsynlig at kun utfellinger utgjør denne forskjellen. Bruk av NaOH medfører flere skyllinger, og mye materiale fjernes i skylling. Etter tørking og veiing blir prøvene behandlet med de samme metodene som den første behandlingen. Etter andre runde AqR observeres de samme fargene på løsningene som etter første behandling. Det er også klart mindre mørke korn i materialet. NaOH-behandlingen gir også denne gangen hvite utfellinger. Tabell 4.4 viser at tapet er lavere etter andre behandling sammenlignet med første. Visuelt er materialet renere enn utgangspunktet. Prøvemateriale som er forbehandlet med håndmagnet viser noe høyere tap enn serie 1 og 2. Endringen i tap er ikke like stor som differansen mellom serie 1 og serie 2, som gjør at nytteeffekten kan diskuteres, da mer tid er brukt på serie 3.

4. Resultater

Tabell 4.4: Tabellen viser sammenligning av tap for prøvematerialet ved de tre behandlingene. Serie 2 og sett 3 er behandlet med AqR og NaOH ved begge behandlingene. Serie 3 benytter opprinnelig vekt før håndmagnetseparering. Verdier er rundet til nærmeste hele tall, fullstendig oversikt i appendiks B.

Serie 1	Opprinnelig materialvekt	Tap behandling 1	Rest-materiale	Tap Behandling 2	Tap Totalt
LAPP-2	50 g	20 %	40 g	5 %	25 %
LAPP-4	50 g	7 %	47 g	3 %	10 %
LAPP-7	50 g	6 %	47 g	7 %	13 %
Serie 2					
LAPP-2	51 g	24 %	38 g	3 %	28 %
LAPP-4	50 g	13 %	44 g	2 %	15 %
LAPP-7	51 g	9 %	46 g	4 %	13 %
Serie 3					
LAPP-2	51 g	25 %	38 g	3 %	30 %
LAPP-4	52 g	9 %	47 g	3 %	13 %
LAPP-7	51 g	10 %	46 g	8 %	17 %

Forsøket viser at det er lite forskjell i volumetrisk tap etter AqR for prøvene som ble behandlet med håndmagnet på forhånd, sammenlignet med de andre. Samtidig er prøvebehandlingen til serie 3 for tidkrevende til å gi en netto positiv effekt. Håndmagnettrinnet ble derfor droppet på de resterende prøvene (GRÅ, REN og TYS-1). Disse prøvene ble behandlet med AqR og AqR/NaOH i serie 4 og serie 5 (tabell 4.2).



Figur 4.1: Eksempel på AqR med små prøver. Fra venstre: TYS-1, REN-1515, REN-1514 og REN-1509. Det illustrerer mengde materiale og hvordan ulike bergarter gir forskjellige farger på løsningene basert på oppløste ioner. Foto: Håvard Grønnevik

4. Resultater

4.2.2 Testing med andre bergartsgrupper

Tabell 5 viser et større tap for GRÅ-prøvematerialet i serie 5 enn i serie 4. Bergartene er glimmerholdige og det observeres at glimmer flyter bedre under skylling etter behandling med NaOH. Dette gjør det lettere å fjerne resterende glimmer (etter AqR) fra materialet. Det er mulig et høyere antall skyllinger i serie 4 ville resultert med like mengder tap. Tabell 4.5 viser at én runde AqR/NaOH-behandling gir omtrent samme resultat for materialene med mest glimmer (GRÅ-1502 og GRÅ-1503) som to runder med AqR. Dette er ikke like tydelig for prøver med lavere glimmerinnhold. For eksempel er forskjellen i tap mellom serie 4 og 5 rundt 2-4 % for prøvemateriale med lavere glimmerinnhold (GRÅ-1501 og TYS-1). Dette indikerer en sammenheng mellom NaOH og glimmer, hvor glimmer tydelig reagerer på tilsetningen. Det ble også observert hvite utfellinger i TYS-1 og GRÅ-prøvene etter 2 timer NaOH. De hvite utfellingene viser at oppløste kationer, blant annet Mg, ikke fjernes fullstendig ved skylling.

Tabell 4.5: Tabellen viser tap av materiale over to behandlinger for de resterende serie. Serie 4 tilsvarer den eksisterende prosedyren og serie 5 tilsvarer to behandlinger med AqR/NaOH. Verdier er rundet til nærmeste hele tall. Fullstendige tabeller fins i appendiks B.

Serie 4	Opprinnelig materialvekt	Tap behandling 1	Rest-materiale	Tap behandling 2	Tap totalt
GRÅ-1501	51 g	9 %	46 g	2 %	11 %
GRÅ-1502	51 g	17 %	42 g	5 %	23 %
GRÅ-1503	51 g	23 %	39 g	6 %	29 %
REN-1509	50 g	7 %	47 g	2 %	8 %
REN-1514	51 g	3 %	49 g	1 %	4 %
REN-1515	50 g	3 %	49 g	2 %	4 %
TYS-1	50 g	13 %	44 g	1 %	15 %
Serie 5					
GRÅ-1501	50 g	11 %	45 g	4 %	15 %
GRÅ-1502	51 g	22 %	40 g	3 %	25 %
GRÅ-1503	51 g	27 %	38 g	4 %	30 %
REN-1509	50 g	6 %	47 g	2 %	9 %
REN-1514	51 g	5 %	48 g	3 %	8 %
REN-1515	50 g	4 %	48 g	2 %	6 %
TYS-1	51 g	12 %	45 g	2 %	13 %

Sammenlignet med GRÅ-prøvene observeres det ingen store endringer i materialet fra REN-prøvene, med eller uten NaOH. Dette begrunnes med fraværet av mineralgrupper som ville forsvunnet i denne delprosedyren. Sparagmittene (tabell 4.1) består hovedsakelig av kvarts, feltspat, en sement med ukjent innhold og oksider (Prøvebeskrivelse side 11 og 13). Det er mulig at tapet kun omfatter oksidene og rester av matriksen som løses opp. REN-1514 regnes å være en ordinær metasandstein (prøvebeskrivelse side 12), og det observeres omtrent dobbelt tap i serie 5 for REN-1514 sammenlignet med serie 4. Det er ikke klart hva som mobiliseres i denne bergarten, men høyere andel mørke mineraler i bergarten betyr mer materiale som påvirkes av denne delprosedyren.

4. Resultater

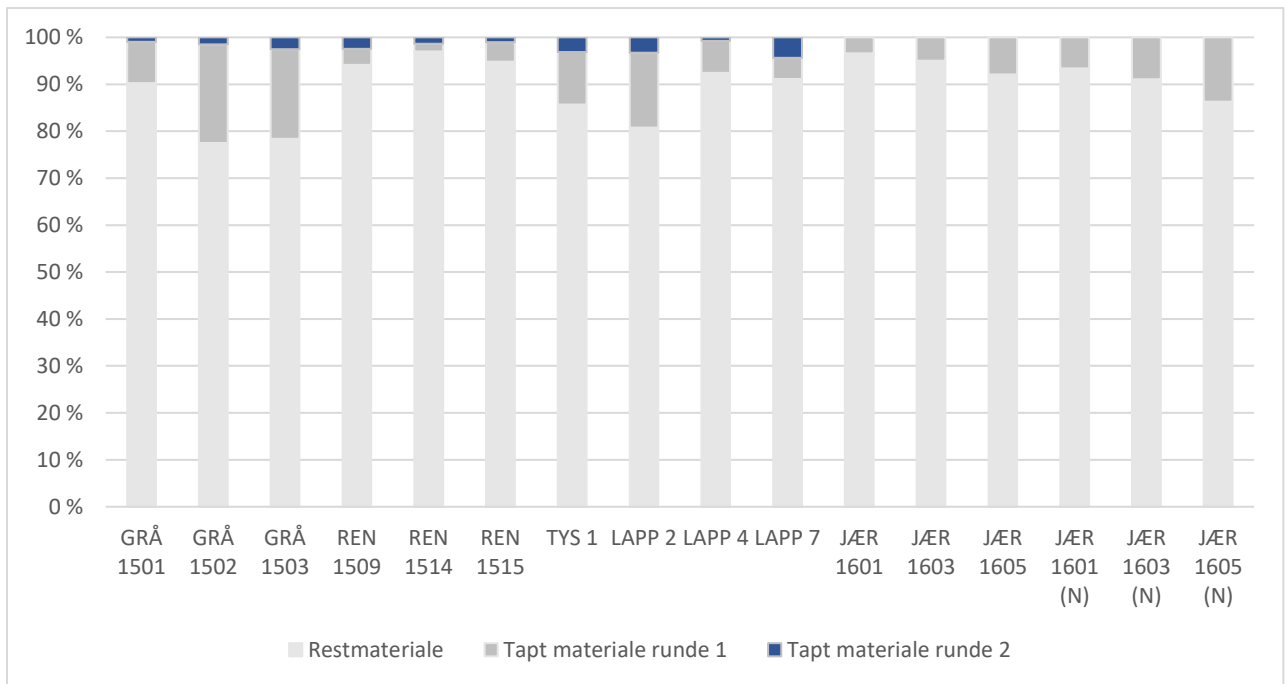
4.2.3 Testing av realistisk størrelse

Forsøkene ovenfor gir en indikasjon på hvordan de enkelte prøvematerialene bør behandles for mest effektiv mineralseparasjon. Den nedsatte materialmengden kan derimot gi falske utslag. De ulike prøvematerialene ble dermed testet i realistisk størrelse, med kombinasjonen av metoder som virket effektiv i nedskalert versjon. Dette betyr at noen prøver tilsettes NaOH, mens andre prøver kun behandles med AqR. Behandling av prøvemateriale med realistisk størrelse noteres som serie 6 i AqR-forsøkene. Etter den eksisterende metoden benyttes 100 mL pulverisert prøvemateriale. Materialet blir målt og innveid slik at passende mengde AqR kan tilsettes.

Tabell 4.6: Tabell som viser endringene i vekt gjennom de to behandlingene, og totalt tap. Merk at GRÅ-prøvene og JÆR(NaOH)-prøvene er blitt behandlet med AqR/NaOH. JÆR-prøvene har bare hatt én behandlingsrunde. Verdiene er rundet til nærmeste hele tall. Fullstendig oversikt i appendiks B.

	Opprinnelig materialvekt	Tap behandling 1	Rest materiale	Tap behandling 2	Totalt Tap
GRÅ-1501	153 g	9 %	140 g	1 %	10 %
GRÅ-1502	143 g	21 %	113 g	2 %	23 %
GRÅ-1503	155 g	19 %	125 g	3 %	22 %
REN-1509	149 g	3 %	144 g	2 %	6 %
REN-1514	149 g	2 %	147 g	1 %	3 %
REN-1515	143 g	4 %	137 g	1 %	5 %
TYS-1	134 g	11 %	119 g	3 %	15 %
LAPP-2	146 g	16 %	123 g	3 %	19 %
LAPP-4	162 g	7 %	151 g	1 %	8 %
LAPP-7	147 g	5 %	140 g	4 %	9 %
JÆR-1601	177 g	3 %	171 g	-	3 %
JÆR-1603	160 g	5 %	152 g	-	5 %
JÆR-1605	159 g	8 %	146 g	-	8 %
JÆR-1601 (NaOH)	152 g	7 %	132 g	-	7 %
JÆR-1603 (NaOH)	157 g	9 %	129 g	-	9 %
JÆR-1605 (NaOH)	175 g	14 %	127 g	-	14 %

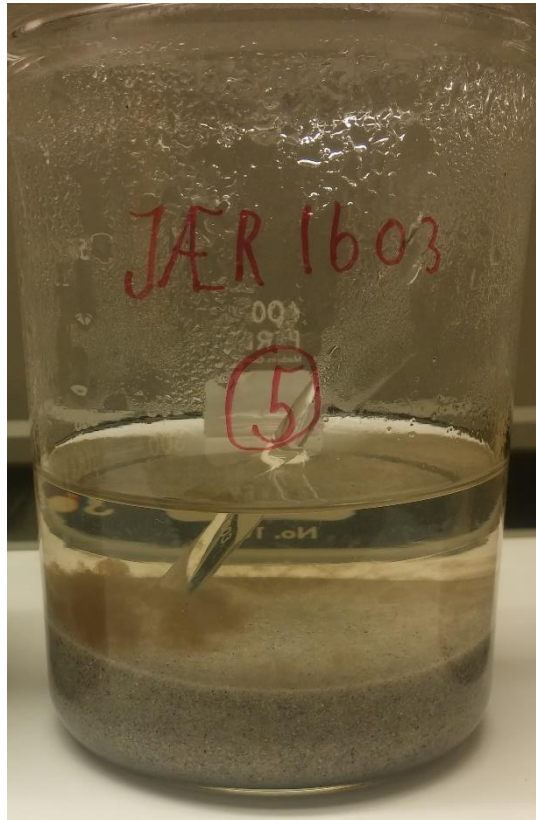
4. Resultater



Figur 4.2: Diagrammet viser hvor stor del av materialet som fjernes under AqR-prosedyren. Merk at alle JÆR-prøvene ble behandlet én gang. JÆR #(N) er prøvene som ble behandlet med NaOH.

Figur 4.2 illustrerer dataene fra tabell 4.6, og viser tydelig at det er mest tap av materiale i den første behandlingen. Den gir også en god oversikt over hvilke materialtyper som responderer best på behandlingen i forhold til vekttap. Det er tydelig at bergarter med høyt innhold av glimmer mister mye materiale i denne delprosedyren, eksempelvis GRÅ-1503 og LAPP-2. Videre illustrerer figur 4.3 utfelling av hydroksider, som forekommer ved AqR/NaOH-behandling. Det observeres mer utfellinger for JÆR-materialet enn mange av de andre prøvene, og en økning i tap ved AqR/NaOH-behandling. Ellers virker det som at behandling nummer to viser liten effekt på de fleste av prøvene. Visuelle observasjoner indikerer at det er færre mørke mineraler etter andre behandling. Etter første runde med AqR/NaOH-behandling er det tydelig at det meste av gjenværende mørke mineraler er enkeltstående korn. Slike enkeltstående korn kan separeres fra materialet i senere delprosedyrer.

4. Resultater



Figur 4.3: JÆR-1603 på slutten av NaOH behandling. Merk de brune «skyene» over prøvematerialet. Dette er utfellinger av tidligere løst materiale Foto: Håvard Grønnevik.

En generell anbefaling basert på forsøkene gjort i denne studien er å innføre NaOH-behandling til denne delprosedyren for prøver med over 15 % innhold av mørke mineraler (biotitt, amfiboler og pyroksen). Volumgrensen er satt på bakgrunn av det anslåtte mineralinnholdet i materialet hvor AqR/NaOH-behandling viser størst effekt sammenlignet med kun AqR. Er det usikkerhet om hvorvidt metoden skal benyttes kan materialet vurderes etter endt AqR-behandling. Behandling med NaOH vil ikke øke tidsbruken signifikant, da behandlingen tar 2 timer, i tillegg til skylling.

4.2.4 NaOH-tilsetning uten syrebehandling.

Det ble utført et forsøk hvor JÆR-prøvene ble behandlet med 10 % NaOH uten annen forbehandling. Forsøket ble gjort med bakgrunn i at NaOH feller ut jernhydroksid når restene etter AqR behandling nøytraliseres. Ideen er at materialet ikke trenger å være etsset på forhånd, for at det skulle ha samme effekt. Forsøket ble utført på ca. 50 gram av hver prøve, og ble tilsatt 50 mL 10 % NaOH. Da det ble utført AqR samtidig, sto disse begrene på varmeinnstilling 2 ½ i 6 timer for å registrere mulig effekt.

Det observeres umiddelbar reaksjon ved tilsetning av luten. Alle tre løsninger viser forskjellige nyanser av brun, med sterkest reaksjon for JÆR-1605, hvor løsningen ble mørk brun ved tilsetning. Det observeres en liten endring i farge gjennom behandlingstiden, hvor løsningene ble mørkere. Ved skyll

4. Resultater

av materialet forsvinner noe finstoff, men det observeres ingen stor endring i farge eller fremtoning. Tabell 4.7 viser en svak endring i materialmengde, hvor størst tapsandel finnes for-JÆR 1605.

Tabell 4.7: Resultat av forsøk på direkte tilsetning av NaOH til granulitter (rik i jern/pyroksener).

	Utgangsvekt	Tilsatt NaOH (mL)	Restprøve	Tap	Kommentar
JÆR-1601	50	50	48.9	2 %	Svakt brun til lys brun løsning
JÆR-1603	50.5	50	48.5	4 %	lys brun løsning, blir mørkere
JÆR-1605	51.4	50	47.5	8 %	mørk brun løsning med en gang

4.3 ICP-OES

4.3.1 Analyse og data

ICP-OES ble benyttet for å se på forskjellene i grunnstoffkonsentrasjoner før og etter AqR. Hver analyserte prøve ble prøvetatt med en spiseskje fra posen i et forsøk på å få et representativt utvalg. Materialet ble pulverisert i agatmorter og overlevert til laboratoriet for oppløsning og analyse. Resten av metoden er beskrevet på side 33.

For sammenligningen ble 20 grunnstoffer valgt til analyse. Fullstendige data finnes i appendiks D, og dataene for de viktigste grunnstoffene vil omtales her. Konsentrasjonene som vises representerer verdiene fra et antatt representativt utvalg av prøvematerialet, og anses som veiledende for prøvematerialets innhold. JÆR-prøvene er ikke med i denne sammenligningen da de ikke var samlet inn ved tidspunktet for analysen. Tabell 4.8 viser konsentrasjonene for mineraldannende grunnstoffer, og grunnstoffer som er forbundet med observerte farger i løsning.

4. Resultater

Tabell 4.8: Konsentrasjon (i ppm) av et utvalg grunnstoffer for de ulike prøvene, før og etter AqR. AqR-konsentrasjonene er korrigert for massetap. Konsentrasjonene er rundet til nærmeste hele tall, med unntak av Cr og V. Fullstendige data finnes i appendiks D. N.D. viser hvor grunnstoffer ikke registreres, og kan dermed vise hvor grunnstoffet ikke lenger er til stede.

	Al	Ca	Cr	Fe	K	Mg	Na	Ti	V
GRÅ-1501	56.898	16.362	1,8	4.532	3.746	1.504	26.763	976	11,1
GRÅ-1501 AqR	50.506	15.035	0,4	586	1.548	53	24.255	455	1,5
Tap	11 %	8 %	80 %	87 %	59 %	96 %	9 %	53 %	87 %
GRÅ-1502	83.016	22.445	12,6	18.437	19.197	6.682	29.852	2.419	39,5
GRÅ-1502 AqR	66.781	20.235	0,4	199	9.514	21	27.495	181	N.D.
Tap	20 %	10 %	97 %	99 %	50 %	100 %	8 %	93 %	-
GRÅ-1503	74.249	11.999	7,1	32.540	45.268	6.901	22.724	4.073	65,7
GRÅ-1503 AqR	59245	9.974	0,6	5.805	32.495	24	21.218	2.523	17,8
Tap	20 %	17 %	92 %	82 %	28 %	100 %	7 %	38 %	73 %
TYS-1	73.881	8.110	2,2	12.129	51.921	1.624	26.818	1.814	10,4
TYS-1 AqR	63.519	5.433	N.D.	570	43.714	23	24.623	707	1
Tap	14 %	33 %	-	95 %	16 %	99 %	8 %	61 %	91 %
REN-1509	42.578	241	4,9	11.668	36.398	1.354	6.912	2.192	20,4
REN-1509 AqR	39.494	230	4,2	9.218	34.521	1.147	6.390	2.047	17,7
Tap	7 %	5 %	10 %	21 %	5 %	15 %	8 %	7 %	13,2 %
REN-1514	25.118	202	2,5	2.363	25.541	583	1.534	898	6,1
Ren-1514 AqR	22.118	194	1,7	1.576	23.080	436	1.420	929	4,5
Tap	12 %	4 %	33 %	33 %	10 %	25 %	7 %	-3 %	26 %
REN-1515	21.675	113	2,5	3.867	17.812	441	263	350	5,3
REN-1515 AqR	19.356	74	1,4	3.079	16.267	363	268	362	4,3
Tap	11 %	35 %	43 %	20 %	9 %	18 %	-2 %	-3 %	19 %
LAPP-2	83.433	16.973	25,2	14.463	26.293	5.785	34.041	1.750	30,1
LAPP-2 AqR	70462	15.171	1,3	242	17.281	57	32.013	110	1,2
Tap	16 %	11 %	95 %	98 %	34 %	99 %	6 %	94 %	96 %
LAPP-4	76.147	11.321	0,6	5.116	28.130	1.140	33.779	541	5,0
LAPP 4 AqR	68829	10.236	LOD	144	24.994	34	31.451	27	N.D.
Tap	10 %	10 %	100 %	97 %	11 %	97 %	7 %	95 %	-
LAPP-7	76.342	5.614	0,4	2.490	37.119	211	29.023	87	LOD
LAPP-7 AqR	66.303	5.101	0,1	2091	31.105	153	26.160	61	LOD
Tap	13 %	9 %	73 %	16 %	16 %	28 %	10 %	30 %	-

4. Resultater

4.3.2 Tolkning av ICP-OES data

Det er tydelig hvilke grunnstoffer som i størst grad mobiliseres under AqR-behandlingen. Tabell 4.8 viser at for enkelte prøver forsvinner over 80 % av Fe, Mg og K. Disse grunnstoffene forbindes blant annet med mineralgruppene glimmer (muskovitt: $KAl_2(AlSi_3O_{10})(OH)_2$; biotitt: $K(Mg,Fe)_{2-3}Al_{1-2}Si_{2-3}O_{10}(OH)_2$) og amfibol ($(Ca,Na)_{2-3}(Mg,Fe,Al)_5(Al,Si)_8O_{22}(OH)_2$). Kalium forbindes også med alkalifeltspat ($KAlSi_3O_8$), som ikke reagerer i AqR-behandlingen. Fe og Mg er grunnstoffer som lett går i løsning under etseprosessen ved korroderende syrer som HCl og HNO_3 . Et annet fellestrekk for mineralgruppene, er et høyt innhold av aluminium. Grunnstoffet løses i både HCl og HNO_3 (inorganicventures.com, 2017), og det forventes dermed et tap som ligner Fe og Mg. Tabell 4.8 viser at dette ikke er tilfellet, som begrunnes med at Al også sitter i feltspatmineral. Konsentrasjonen av Al er dermed høyere, som fører til at det prosentvis er lavere tap, selv om det faktiske tapet i ppm er av samme størrelsesorden.

Tapet av disse grunnstoffene under delprosedyren indikerer to ting. AqR er svært effektiv for oppløsning av mørke mineraler, og å løse Fe, Mg og lignende grunnstoffer. Da glimmer og amfibol er fellesnevner for disse grunnstoffene, kan registrert reduksjon i konsentrasjon korrelere til hvilke mineraler som forsvinner fra prøvematerialene. Noen mineraler vil også forsvinne i skylling. Tabell 4.8 viser dermed også et tap av grunnstoffer som burde være stabile.

Tap av titan observeres for mange av prøvene. Det er usikkert hva som er kilden til Ti for de ulike bergartene. Mulige kilder er mineralene ilmenitt ($FeTiO_3$), rutil (TiO_2), titanitt ($CaTiOSiO_4$) og som forurensing eller i fri form. Disse finnes som aksessoriske mineral og vil ikke nødvendigvis observeres i tynnslip. Det har ved flere anledninger i prøvebeskrivelsen blitt observert svarte/opake korn. Dette blir ofte forbundet med blandinger av oksider med innhold av ilmenitt og er derfor en naturlig forklaring på tilstedeværelsen av grunnstoffet. I den utvidede tynnslipsanalysen er det beskrevet mineraler som sammenfaller med egenskapene til rutil i enkelte bergarter. Tabell 4.8 viser at GRÅ 1503 har den høyeste konsentrasjonen av Ti. Bergarten inneholder både opake korn og antatt rutil. Det foreligger ikke data som kan forklare hvorfor Ti viser varierende tap.

Tabell 4.8 viser et lavt tap (opp mot 10 %) for Na i materialene. Na er et grunnstoff som gjerne går ut i, og holder seg stabil i ioneform. Det antas at grunnen til det lave tapet på tross av den høye konsentrasjonen, er at Na finnes i både amfiboler og albittrike feltspater. Amfibol som inneholder Na vil korroderes/delvis løses slik at Na kan gå i løsning, men feltspat er mer stabil under korroderende forhold og vil dermed i lav grad løse ut ioner. Det antas dermed at tapet av Na kommer av oppløst amfibol, mulig tapping av ustabile feltspatkorn og tap av feltspat under skylling. Grunnen til at dette står for lavt tap, er at det antatte innholdet av amfiboler er lavt til ikke-eksisterende i samtlige analyserte prøver.

4. Resultater

Tap av Ca fra materialet gjenspeiler den samme oppførselen som Na. Det er et jevnt lavt tap (4-10 %) for de fleste prøvene, med unntak av GRÅ 1503 og TYS-1. Det er uklart hva som er grunnen til at disse prøvene viser høyere prosentvis tap. Tabell 4.8 viser at innholdet av Ca i REN-1515 er lavt, men det observeres høyt tap sammenlignet med de andre REN-prøvene. Det høye tapet må vurderes annerledes, da differansen er lavere enn det som observeres blant de resterende prøver. Ca forbindes mineralogisk med plagioklas og kalkspat for bergartene som benyttes i studien. Plagioklas observeres i REN-1515 (prøvebeskrivelse side 13) og er den sannsynlige kilden til grunnstoffet.

Det er også tydelig av Cr og V mobiliseres i AqR, men konsentrasjonene er svært lave i det ubehandlede materialet. Dette betyr at det ikke legges mye vekt på forskjellene. De er allikevel interessante da ioner og klorkomplekser av grunnstoffene er forbundet med farger observert i løsningen (Kofstad, 1992).

Det bør igjen merkes at enkelte bergarter viser en økning i konsentrasjon av enkelte grunnstoff. Dette skjer hovedsakelig der konsentrasjonene er svært lave, slik at enhver usikkerhet kan tolkes som en stor prosentvis endring. For eksempel øker konsentrasjonen av Na i REN-1515 fra 263 ppm til 268 ppm, som tilsvarer en økning på 2 %. Til sammenligning observeres det en differanse på 2028 ppm (34.041 ppm til 32.013 ppm) i LAPP-2, som tilsvarer en endring på 6 %. Prosentvis tap av grunnstoffer blir kunstig å sammenligne når konsentrasjonene er så forskjellige. For økningen i konsentrasjon for REN-1515 noteres det at konsentrasjonene for det behandlede prøvematerialet er korrigert for vekttap. Denne økningen alene vil kunne gi små endringer, samtidig som fraksjonering av materiale ved prøvetakning er en faktor.

4.4 Flotasjon

4.4.1 Bakgrunn for forsøk

Flotasjon er delprosedyren der feltspat separeres fra kvarts ved å få feltspaten til å flyte. Prosedyren er beskrevet i detalj i metodekapittelet (side 28).

Før forsøkene startet ble det diskutert et utvalg faktorer som kunne endres for denne delprosedyren. Det største problemet med prosessen virket å være at feltspaten ikke begynte å flyte effektivt før tredje tilsetning av karbonert flotasjonsagens. Litteratur forbundet med glass og keramikk-industrien (Dean og Ambrose, 1944; Pundareekakshudu, 1967; Karaguzel et al., 2006; Burat et al., 2007; Heyes et al., 2012) ble studert og enkelte prosedyrer derfra ble forsøkt tilpasset til den eksisterende delprosedyren. Felles for mange av ideene fra industrien er å holde pH konstant på ca. 2 og å tilsette kjemikalier for å motvirke at kvarts flyter. I tillegg var det ønskelig å teste om prøvemateriale kunne gå direkte i flotasjon etter mekanisk preparering. Det er derfor utført flere forsøk for å teste ut disse ideene.

4. Resultater

4.4.2 Effektivisering av flotasjon: Hvordan fremskynde flotasjon.

Ideer for å fremskynde flotasjon ble først testet på prøvemateriale som ellers ikke inngår i studien. Forsøkene er gjort på SVE-0838 (side 21), en bergart som ved vanlige forhold reagerer godt på flotasjon.

pH-kontroll som hentet fra Burat et al. (2007) blir oftest gjennomført ved å tilsette H_2SO_4 til blandingen. For å opprettholde pH 2 ble derfor 10 % H_2SO_4 (1,8 M) tilsatt materialet før tilsetning av karbonert 1-dodecylamin. Målingene av pH ble gjort med pH-papir.

Forsøket viser at det er krevende å opprettholde pH = 2 da minst 10 dråper 10 % H_2SO_4 må tilsettes bollen for å oppnå rett pH. Når korrekt pH er oppnådd starter flotasjon på andre tilsetning av flotasjonsagens, men den lave pH-en virker å motvirke flotasjon senere i prosedyren. Det stilles derfor spørsmålsteget med hvor effektivt det er å tilsette ekstra syre for å fremskynde flotasjon ved denne delprosedyren.

En annen idé for å fremskynde flotasjon var å forbehandle prøven med 1-dodecylamin samtidig med HF. Tanken var at lengre kontakt med agensen vil føre til at feltspat fløt bedre. Dette forsøket ble også utført på SVE-0838.

Etter en time på flaskerulleren ble det observert at noe fløt i flaskene. Dette virket lovende for tidlig flotasjon. Etter tilsetning av karbonert 1-dodecylamin ble fremdeles ikke reaksjonen fremskyndet. Det viser seg at heller ikke lengre eksponering for flotasjonsagens fremskynder flyteevnen.

Disse forsøkene ble utført samtidig med en referanse kun forbehandlet med AqR. Fra tabell 4.9 er det tydelig at kvartsutbyttet ikke endres gjennom noen av forsøkene. Kombinert med at serien for pH-kontroll startet kun én runde tidligere, vil ikke disse variablene egne seg for typiske mengder prøvemateriale.

4. Resultater

Tabell 4.9: Oversikt over forsøk for å oppnå tidligere flotasjon med vekter før og etter utførelsen av forsøket. pH (1) og (2) er forsøkene hvor 10 % H₂SO₄ er tilsatt materialet. 1-dodecylamin (1) og (2) er forsøkene hvor materialet var forbehandlet med flotasjonsagens. Verdiene er rundet opp til nærmeste hele tall. Fullstendig tabell i appendiks C.

SVE-0838	Utgangsvekt	K-fraksjon	Tap	Kommentar
Ordinær (1)	80 g	19 g	77 %	Fløt på 3. runde
Ordinær (2)	81 g	20 g	76 %	Fint materiale
pH (1)	81 g	19 g	76 %	Flotasjon på 2. runde tilsetning av syre er ikke ideelt for utførelse
pH (2)	81 g	20 g	76 %	
1-Dodecylamin (1)	80 g	20 g	76 %	Ingen forskjell fra
1-Dodecylamin (2)	80 g	19 g	77 %	Ordinær forbehandling

4.4.3 Forsøksserie «Glimrende Flotasjon»

Tidligere er spørsmålet stilt om prøvemateriale kan gå rett til flotasjon uten forbehandling med AqR. Problemstillingen ble basert på observasjoner under flotasjonstrening, hvor glimmer i stor grad påvirket hvor lett det var å gjøre flotasjon. Tidligere erfaringer (egne erfaringer og diskusjoner med Lars Evje) viser at å ta en prøve direkte til flotasjon kan være problematisk ved høyt glimmerinnhold og til dels ved mye jernholdige mineraler. Heyes et al. (2012) henviser til Rao og Forsberg (1994) og sier at jern er med å forhindre effektiv flotasjon, slik at jernholdige mineraler bør fjernes før flotasjon. Egen erfaring tilsier at glimmer flyter lett, og derfor lett kan ta med kvarts når de går sammen i sjikt på vei opp. Samtidig er det vanskeligere å se når kvarts-fraksjonen nærmer seg kanten ved dekantering og blir helt av med de store mengdene glimmer. Ideen er da at dette ikke spiller like stor rolle for prøvemateriale med lavt innhold av mørk glimmer. For å undersøke dette ble en serie av forsøk utført for å avgrense hvor mye (mørk) glimmer en prøve kan inneholde før det gir lavere kvartsutbytte. Målmengden for delprosedyren er minst 40 gram ren kvarts. Målet er å oppnå denne mengden på en måte som er mer effektiv enn den eksisterende delprosedyren. Hver prøve har blitt sammenlignet med referansemateriale (etsset med AqR). Materialet er undersøkt med lupe for å vurdere effekten av flotasjon og om K-fraksjonen er homogen. Et veiledende mål for homogent materiale (med monomineralske korn) er anslått til >90 % kvartskorn

4. Resultater

Tabell 4.10: Data og kommentarer fra alle forsøk i «Glimrende Flotasjon»-serien. Del 1 = LAPP-2, Del 2 = LAPP-7, Del 3 = TYS-1, Del 4 = LAPP-4, Del 5 = GRÅ-1501. Vekter er rundet til nærmeste hele tall. Fullstendige data finnes i appendiks C.

LAPP-2	Utgangsvekt	K-fraksjon	Tap	Kommentar
Forbehandlet 1	80 g	12 g	85 %	
Forbehandlet 2	80 g	13 g	84 %	
Ubehandlet 1	80 g	7 g	91 %	Mye kvarts i «skummet»
Ubehandlet 2	81 g	9 g	89 %	K-fraksjon har mørke korn
LAPP-7				
Forbehandlet 1	80 g	18 g	76 %	Lett å flotere.
Forbehandlet 2	80 g	19 g	76 %	
Ubehandlet 1	80 g	14 g	82 %	Like lett å flotere som-
Ubehandlet 2	80 g	15 g	81 %	forbehandlet materiale
TYS-1				
Forbehandlet 1	81 g	30 g	63 %	Optimal for flotasjon
Forbehandlet 2	76 g	22 g	71 %	
Ubehandlet 1	83 g	30 g	64 %	Lik flotasjon som behandlet,-
Ubehandlet 2	81 g	23 g	72 %	enkelte svarte korn
LAPP-4				
Forbehandlet 1	82 g	20 g	76 %	God flotasjon
Forbehandlet 2	80 g	18 g	77 %	
Ubehandlet 1	81 g	18 g	78 %	Tidlig flotasjon
Ubehandlet 2	81 g	18 g	77 %	Enkelte svarte korn
GRÅ-1501				
Forbehandlet 1	80 g	34 g	57 %	Fin flotasjon
Forbehandlet 2	81 g	35 g	58 %	
Ubehandlet 1	81 g	29 g	64 %	Endeprodukt noe-
Ubehandlet 2	81 g	33 g	59 %	«forurenset» av mørke korn

«Glimrende Flotasjon» del 1 og 2

Del 1 var flotasjon av LAPP-2, en granodioritt anslått å inneholde 15-20 % mørk glimmer. Delhypotesen for forsøket var at flotasjon ville fjerne både feltspat og glimmer, og være mer tidseffektivt enn AqR og flotasjon, selv om flere flasker må benyttes. Resultatene peker dessverre en annen retning. Tabell 4.10 viser at K-fraksjonen er betydelig mindre ved flotasjon av en ubehandlet prøve og det antas å skyldes glimmeren. Materialet som gjenstår er også visuelt mindre ren enn prøven behandlet med AqR. Disse resultatene tilsier at andelen mørk glimmer må være lavere for at delhypotesen skal bli bekreftet.

K-fraksjonen for ubehandlet materiale inneholder sporadisk biotitt og feltspat. Etter undersøkelse av F-fraksjonen (representativt utvalg) observeres en del kvarts, som underbygger observasjonene gjort

4. Resultater

under forsøket. Dette viser også at prøver må ha mindre enn 15 – 20 % mørke mineraler for å kunne floter direkte etter mekanisk behandling.

Del 2 er flotasjon av LAPP-7, som beskrives å være fri for mørk glimmer (side 10). På lik linje med forrige forsøk, ble to flasker AqR-forbehandlet materiale og to flasker ubehandlet materiale, flotert og sammenlignet.

Under flotasjon observeres den forbehandlede prøven som lett å arbeide med, på tross av noen vanskeligheter med å fjerne de siste feltspatkornene. Som forventet fra en AqR-forbehandlet pegmatitt er kvartsfraksjonen tilsynelatende ren. Det er ikke forskjell på reaksjonen til ubehandlet materiale kontra behandlet materiale. For det ubehandlede materialet er det derimot en høyere andel lys glimmer i F-fraksjonen og K-fraksjonen er mindre. Etter utregning av flotasjonsutbytte (tabell 4.10) er forskjellen i utbytte mindre enn 5 %. Dette resultatet underbygger den opprinnelige delhypotesen, som videre skal utvides for å finne det høyeste innholdet av mørke mineraler som kan benyttes.

Prøvematerialene ble undersøkt i lupe for å anslå om de var homogene nok til å gå videre i prosedyren. K-fraksjonene fra det ubehandlede materialet blir beskrevet nedenfor. Videre ble K-fraksjonen av det AqR-behandlede materialet undersøkt og godkjent for å videreføres i prosedyren. F-fraksjonen ble undersøkt for å estimere hvor mye kvarts som går tapt.

Undersøkelse i lupe bekrefter observasjonene under forsøket med LAPP-7. Det er sporadiske feltspatkorn i K-fraksjonen, men materialet er rent nok til å gå videre. F-fraksjonen inneholder sporadiske kvartskorn, men mengde er tilsvarende det som finnes i F-fraksjon til AqR-behandlet prøve.

«Glimrende Flotasjon» del 3-5

LAPP-2 og LAPP-7 representerer ytterpunktene for denne forsøksserien. Videre skal prøvemateriale som representerer intervallene mellom dem testes. Det ble besluttet å benytte GRÅ-1501, LAPP-4 og TYS-1, som anslås å ha delvis overlappende estimat for mørk glimmer. Videre forsøk vil bli presentert i rekkefølge fra høyest til lavest innhold av mørk glimmer. Utførelsen er den samme som for Del 1 og Del 2. Kriteriet for å godta prøven etter flotasjon uten forbehandling, er at prøven skal være tilnærmet ren (>90 % kvarts) og gjennomsnittlig forskjell i kvartsutbytte skal ikke overskride 5 %.

Del 3 omhandler TYS-1, med et anslått innhold av mørk glimmer på omtrent 10 %. Prøven er bestemt å være granitt (side 17), og har «nåler» av mørk glimmer gjennom bergarten. Det forbehandlede materialet er lett å flotere og K-fraksjonen virker homogen. Det ubehandlede materialet er ikke like lett å flotere. I tillegg observeres det at K-fraksjonen inneholder svarte korn/flekker. Tabell 4.10 viser at kvartsutbyttet er tilnærmet likt, slik at ett av to kriterier er oppfylt. Umiddelbar tolkning er at det viktigste kriteriet er oppfylt, da urenheter på korn og enkeltstående mørke korn kan fjernes i etterkant.

4. Resultater

I lupe observeres det at K-fraksjonen av ubehandlet materiale ikke er homogen, og det anslås et innhold på 85-90 % kvarts. K-fraksjonen inneholder svarte/mørke korn, men lite feltspat. Det observeres også svart belegg på enkelte kvartskorn. På bakgrunn av dette vil en ny metode foreslås til delprosedyren, hvor direkte flotert materiale etses med AqR en kort stund (rundt 4 timer), for å fjerne blant annet oksider.

Del 4 blir utført med LAPP-4, som anslås å inneholde 5-10 % mørk glimmer. Bergarten er en lys granodioritt med mørk glimmer jevnt spredt i bergarten (side 17). Den er også rik i feltspat på lik linje med TYS-1. Under flotasjon observeres den ubehandlede LAPP-4 å være forholdsvis god å flotere, men resulterer i en K-fraksjon som tydelig har enkelte mørke korn. Tallene fra tabell 10 viser at utbyttet kun varierer med 2 % fra forbehandlet til ubehandlet materiale.

Når LAPP-4 studeres med lupe viser det at K-fraksjonen inneholder korn av biotitt, og kvartskorn med svart belegg. På tross av dette anslås K-fraksjonen å inneholde over 90 % rent kvarts. Dette materialet blir vurdert for testing av det nye metodeforslaget.

Forsøksserie «Glimrende Flotasjon» del 5 utføres med GRÅ-1501, som anslås å inneholde <5 % mørk glimmer. Bergarten har blitt beskrevet som en båndet gneis (side 14). Det forhandlede materialet har vært gjennom AqR/NaOH-behandling. På grunn av lite tilgjengelig materiale vil vektene for det forhandlede materialet hentes fra et annet forsøk (side 55).

Flotasjonen av det forhandlede materialet var uproblematisk, med unntak av at flotasjon ikke starter før tredje tilsetning av karbonert 1-dodecylamin. Samme problem oppleves når det ubehandlede materialet floter, i tillegg til at K-fraksjonen består av noen mørke korn. Med verdiene fra tabell 10 konkluderes det at dette prøvematerialet ikke trenger forbehandling. Urenhetene i K-fraksjonen kan også her fjernes med en kort AqR-etsing eller magnetseparasjon.

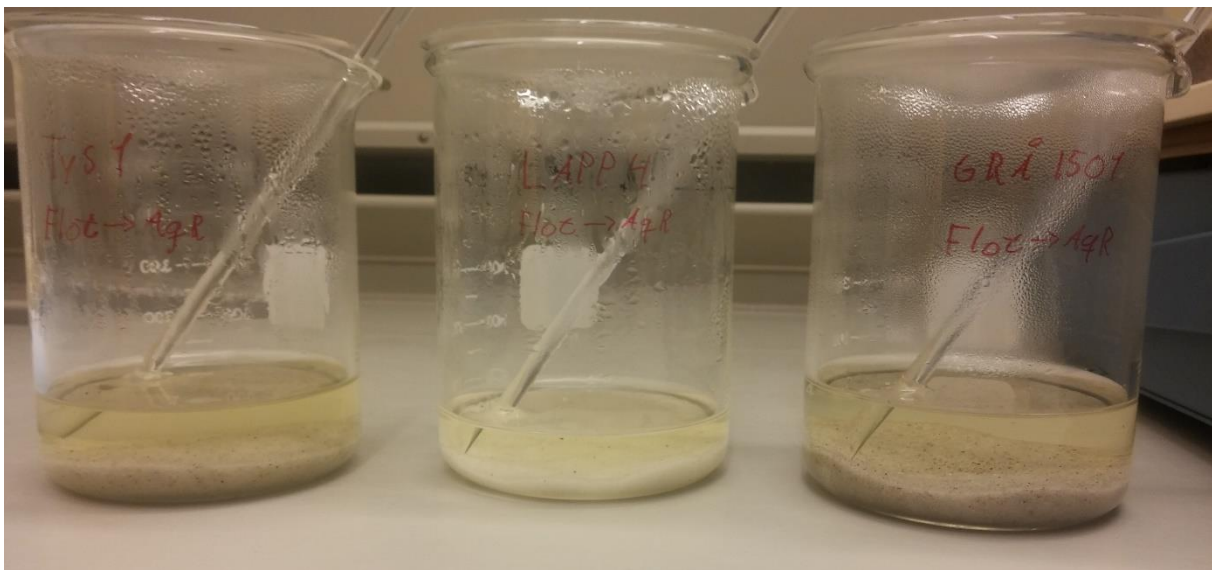
Når K-fraksjonen studeres med lupe, anslås innholdet å være over 90 % kvarts, med noen svarte korn og et mørkt belegg på enkelte kvartskorn. Dersom materiale med oksider og mørke mineraler skal gå rett i flotasjon, bør de kanskje etterbehandles med AqR.

4. Resultater

4.4.4 Flotasjon til AqR

Det er etablert at prøvemateriale kan gå direkte til flotasjon etter mekanisk preparering. Dette gir en K-fraksjon som bør behandles med en kort AqR-etsing før det videreføres i prosedyren. Etsetid på 4 timer foreslås for å løse opp de mørke beleggene og bryte opp eventuelle mørke mineraler. Dette testes med de tre bergartene som er omtalt i Glimrende Flotasjon del 3-5.

Materialet legges i 25 % AqR på ca. 75°C (innstilling 2 ½), i 4 timer. I løpet av etseperioden skal materialet røres og observasjoner noteres etter én time og tre timer. Som tidligere etablert brukes et 1:2 forhold mellom vekt materiale og AqR-blanding. Alternativt kan det tilsettes 50 mL in fraksjonene ikke tørkes mellom behandlinger.



Figur 4.4.: Flotert materiale som blir behandlet med AqR. Bildet er tatt ved etter ca. 1 av 4 timer etsing. Foto: Håvard Grønnevik

Rett etter tilsetting av AqR observeres det ingen reaksjon eller fargeendring. Etter én time er løsningen gul, som indikerer oppløst Fe^{2+} og dannelse av jern-klor komplekser (Kofstad, 1992). Det samme er tilfellet etter tre timer og materialet er tydelig mer homogent ved dette tidspunktet. Observasjonene tyder på at tre timer burde være tilstrekkelig for å løse belegg og oksider. Etter etsing og skylling observeres en vektreduksjon på 1,4 % i TYS-1 og GRÅ-1501, og 0,8 % for LAPP-4. Alle fraksjonene er renere, men med noen resterende svarte korn. De svarte kornene vil forsvinne i magnetseparasjon. Nødvendigheten av denne metoden vil diskuteres senere.

4. Resultater

4.4.5 Påvirker behandling med AqR/NaOH flotasjon på noen måte?

Det var på forhånd uvisst hvorvidt innføring av behandling med NaOH ville påvirke flotasjon, da det ikke er del av den eksisterende prosedyren. Dette testes ved å flotere materialet fra GRÅ-prøvene.

Forsøket ble gjort ved å flotere én flaske per prøve som kun var behandlet med AqR, for så å flotere to flasker per prøve som var behandlet med AqR/NaOH. Forsøket ble utført på denne måten fordi det ikke var nok AqR-behandlet materiale til å flotere to flasker. De innveide vektene står i tabell 4.11. Alt ble skalert ned når utgangsvektene var mindre enn 80 gram. Dette ble gjort med en faktor 9,4 mL 1 % HF pr gram materiale.

Tabell 4.11: Utgangsvekt, vekt av K-fraksjonen og tap i delprosedyren for floterings av GRÅ-prøvene.

GRÅ-1501	Utgangsvekt	K-fraksjon	Tap	Kommentar
AqR	40 g	15 g	62 %	Flotering gikk fint
AqR/NaOH 1	80 g	34 g	57 %	Ingen problemer
AqR/NaOH 2	80 g	35 g	56 %	
GRÅ-1502				
AqR	38 g	8 g	79 %	
AqR/NaOH 1	70 g	17 g	76 %	Prøvene oppfører seg likt
AqR/NaOH 2	71 g	18 g	74 %	
GRÅ-1503				
AqR	35 g	5 g	86 %	
AqR/NaOH 1	75 g	13 g	83 %	Ingen problemer
AqR/NaOH 2	75 g	14 g	81 %	

Tabell 4.11 viser at kvartsutbyttet systematisk er høyere i alle prøvene som er forbehandlet med AqR/NaOH. Dette betyr ikke nødvendigvis at prøver som blir behandlet med NaOH gir et høyere utbytte. Prøvene ble flotert i rekkefølgen listet i tabellen, og viser en tydelig utvikling, hvor flotasjon blir mer effektiv over tid. Dette kan være et resultat av at når en person utfører flere flotasjoner etter hverandre, blir flotasjon mer effektiv etter hvert. En annen faktor er at endringer i mindre materialmengder vises tydeligere når det regnes til prosentvis tap.

Resultatet av forsøket viser at NaOH i AqR-trinnet ikke har noen negativ innvirkning på flotasjon.

4. Resultater

4.4.6 Flotasjon av granulitter

Flotasjonsforsøk av granulitter ble utført for å se om disse bergartene kan floterer uten forbehandling, da det ikke er biotitt til stede. Samtidig skulle forsøket undersøke om høyt innhold av pyroksener har samme effekt som mørk glimmer på flotasjon. Det forbehandlede materialet er tatt fra AqR og AqR/NaOH forsøkene, fordi det ikke var nok tilgjengelig materiale som kun ble etset i AqR. JÆR-1603 Forbehandlet (2) inneholder 15 g AqR/NaOH-behandlet materiale, og JÆR-1605 Forbehandling (2) inneholder 20 g AqR/NaOH-behandlet materiale.

Tabell 4.12 viser forskjellene mellom K-fraksjonen for de ulike prøvene. Det er stor forskjell mellom K-fraksjonen fra JÆR-1601 og de to andre prøvene. K-fraksjonen er også mye lavere for JÆR enn den anslåtte mengden kvarts prøvebeskrivelsen tilsier (side 18). Det lave kvartsutbyttet for denne prøven finnes i både ubehandlet og forbehandlet materiale. JÆR-1603 og JÆR-1605 viser akseptable «kvartsutbytter», men med høyt innhold av mørke/magnetiske mineraler. Dette gjelder både de forbehandlede prøvene, men i større grad for de ubehandlede prøvene. Prøvematerialet responderer godt på flotasjon, men må behandles ytterligere før det kan gå videre i prosedyren.

Tabell 4.12: Utbytte, tap og kommentarer for flotasjon av granulitter.

JÆR-1601	Utgangsvekt	K-fraksjon	Tap	Kommentar
Forbehandlet 1	81 g	2 g	98 %	Tidlig flotering
Forbehandlet 2	82 g	3 g	96 %	Overaskende lite i K-fraksjon
Ubehandlet 1	81 g	2 g	97 %	Samme som forbehandlet
Ubehandlet 2	81 g	3 g	97 %	Vurder tidlig Frantz
JÆR-1603				
Forbehandlet 1	82 g	17 g	79 %	Floterer bra
Forbehandlet 2	83 g	20 g	76 %	Mye mørkt
Ubehandlet 1	80 g	24 g	70 %	Merkbart mer mørkt
Ubehandlet 2	84 g	24 g	72 %	Dårligere flotering
JÆR-1605				
Forbehandlet 1	80 g	13 g	84 %	Floterer godt
Forbehandlet 2	85 g	17 g	80 %	kunne trengt magnet
Ubehandlet 1	80 g	21 g	73 %	Brun løsning, ok flotering
Ubehandlet 2	81 g	18 g	78 %	<u>Mye</u> svarte korn

Når materialet er undersøkt med lupe er det tydelig en stor andel pyroksener og mulig hvit kvarts i K-fraksjonen av den ubehandlede JÆR-1601. Det forbehandlede materialet har også denne fordelingen, men de mørke mineralene henger ikke sammen med kvartsen i dette materialet. Det gjør at magnetseparasjon kan gjennomføres mer effektivt. Det observeres at både JÆR-1603 og JÆR-1605 har behov for magnetseparasjon etter flotasjon. Kvartsutbyttet i tabell 4.12 er også misvisende i forhold til faktisk kvartsutbytte. K-fraksjonen inneholder mye pyroksen, spesielt for de ubehandlede

4. Resultater

materialene. Pyroksen har høyere tetthet enn kvarts og en stor andel av disse mineralene vil øke vekten til K-fraksjonen. Det virker fordelaktig å behandle granulitter med AqR og NaOH før flotasjon. Alternativt kan det være mer effektivt med en form for magnetseparasjon før AqR eller før flotasjon.

4.4.7 Gamle prøver-forbedret utstyr

Tidligere har mange av forsøkene omhandlet måter å få til tidligere flotasjon. Dette ble oppnådd da Lars Evje benyttet en annen eukalyptusolje og økte CO₂-trykket (email 25. mai 2016). Begge disse endringene ble gjort samtidig, og flotasjon startet allerede på første runde. Hypotesen er at CO₂-trykket er den viktigste variabelen for dette. Et lite forsøk ble utført for å teste dette. Tidligere har eukalyptusoljen som benyttes vært av typen «Mi aroma 100 % Eucalyptus» og CO₂-trykket har ligget på omtrent 1 bar. Eukalyptusoljen ble byttet til «Sigma-Aldrich 80-85 % Eucalyptus» og CO₂-trykket ble økt til rundt 2 bar. Ytterligere detaljer for eukalyptusoljene finnes i appendiks E.

For å avgrense hvilken variabel som var den viktigste ble det bestemt å benytte materiale som er blitt flotert tidligere. Forsøket vil derfor bestå av materiale som floterer med nytt CO₂-trykk og Mi aroma-oljen, sammenlignet med nytt trykk og Sigma-olje. Dette skal igjen sammenlignes med de gamle dataene for prøvematerialet (tabell 4.10). Spørsmålet er hvor mye raskere flotasjon skjer, og om det er en synlig renhetsendring for K-fraksjonen. Til dette forsøket benyttes to prøver (LAPP-7 og LAPP-4) som kan floterer uten AqR, for å kutte tidsbruken på laboratoriet.

Ved å sammenligne kvartsutbytte fra tabell 4.10 og tabell 4.12 er det ingen forskjell i utbytte eller kvalitet av K-fraksjonen. Det noteres at materiale behandlet med Sigma-Aldrich oljen ser ut til å ha mindre svarte korn. Det er lite som tilsier at olje skal ha innvirkning på materiale som ikke aktiveres i flotasjon i utgangspunktet. Den største forskjellen mellom det tidligere forsøket og dette, er hvor tidlig flotasjon starter. Før trykket ble satt opp ble det registrert flotasjon fra tredje tilsetning av karbonert 1-dodecylamin. Etter økning av trykk reagerer alle prøver ved første tilsetning, som peker mot at CO₂-trykket er den viktigste variablene for å sikre tidlig og effektiv flotasjon.

4. Resultater

Tabell 4.13: Sammenligning av dataene med nytt CO₂-trykk og endring av eukalyptusolje. For å sammenligne dataene med gammelt CO₂-trykk og Mi aroma-oljen, se tabell 10.

Prøve	Forsøk	Utgangsvekt	K-fraksjon	Tap	Kommentar
LAPP-4	Mi aroma 1	81 g	17 g	79 %	Flotasjon starter tidligere
	Mi aroma 2	80 g	18 g	77 %	
	Sigma-Aldrich 1	80 g	18 g	77 %	ser liten forskjell, kanskje litt mindre mørkt.
	Sigma-Aldrich 2	82 g	18 g	78 %	
LAPP-7	Mi aroma 1	81 g	16 g	81 %	umiddelbar reaksjon
	Mi aroma 2	83 g	14 g	83 %	
	Sigma-Aldrich 1	82 g	15 g	81 %	ingen stor forskjell
	Sigma-Aldrich 2	80 g	13 g	84 %	

4.4.8 Flotasjon av REN-sparagmittene

Sparagmittene vises å være utfordrende å flotere. Selv om lite er annerledes under AqR-delprosedyren, observeres det at flotasjon har liten effekt på materialet. Det er tydelig at K-fraksjonene ikke er homogene, både ved en blanding av mineraler og at korn ikke er monomineralske.

Det er utført to forsøk som skal se på mulige metoder for at delprosedyren kan benyttes for disse bergartene. Prøvematerialet består hovedsakelig av kvarts og feltspat. Tidligere forsøk foreslår at også disse materialene skal kunne gå i flotasjon uten AqR-forbehandling. Materialet burde da også flotere godt med AqR-forbehandling. Forsøkene skal se om andre forbehandling kan øke materialets flyteevne.

Det første forsøket ble utført på materialet behandlet med AqR to ganger i stedet for én gang. Dette forsøket ble gjort med halvert materialemengde, da det trengtes materiale til utføring av andre forsøk. Målet med dette forsøket var å undersøke om flotasjonsproblemet kunne løses uten å endre delprosedyren. Erfaring (diskusjoner med Henriette Linge), tilsier at det ikke er så enkelt, men forsøket vil også produsere data for senere sammenligning. Tallene i tabell 4.14 gir kvartsutbytte for sparagmittene som ligner andre forsøk. Notatene fra forsøket sier at K-fraksjonen ikke er homogen. Fraksjonen ble studert med i lupe (representativt utvalg). Det er da klart at to runder med AqR ikke forbedrer flotasjonsresultatene.

4. Resultater

Tabell 4.14: Forsøk med flotering av REN-materiale etter 2xAqR og med økt konsentrasjon HF i flaskene. 2*AqR ble utført med halvert materiemengde og tilsatt halve mengden 1 % HF. 5 % HF ble utført i to serier.

	Forsøk	Utgangsvekt	K-fraksjon	Tap	Kommentar
REN-1509		40 g	8 g	81 %	Grei flotasjon, mye feltspat
REN-1514	2*AqR	40 g	28 g	31 %	Lite feltspat eller dårlig flotering
REN-1515		40 g	11 g	84 %	Lite kvarts eller dårlig flotering
REN-1509		80 g	49 g	39 %	5. runde tilsatt mer eukalyptus.
REN-1514	5 % HF 1	80 g	62 g	22 %	Sparsommelig med feltspat
REN-1515		80 g	69 g	14 %	Ingen respons heterogent
REN-1509		80 g	52 g	36 %	Heterogent materiale
REN-1514	5 % HF 2	81g	64 g	21 %	Sparsommelig med feltspat
REN-1515		81 g	75 g	7 %	Ingen respons, heterogent materiale

Det andre forsøket skulle teste hvorvidt mer oppløsning av silikatene før flotering kunne hjelpe. Det ble derfor foreslått å øke konsentrasjonen av HF i flaskene. For at økningen skulle være signifikant, men for å fremdeles kunne flotere uten avtrekksskap ble konsentrasjonen satt til 5% HF. Etsetiden ble også øket fra én til to timer, for å se på effekten av mer etsing. Hypotesen har grunnlag i at kornene ikke er mono-mineraler, ved å være mineralkorn som er bakt sammen eller en kombinasjon av matriks og mineralkorn. Høyere konsentrasjon kan løse opp noe av dette, slik at en bedring i flotasjon kan forekomme.

Forsøkene gav de forventede resultater for sparagmittene, da de enten ble aktivert i stor eller liten grad, men uten homogen K-fraksjon. Dette viser seg å ikke være tilfelle for REN-1514, som resulterte i tilnærmet homogene K-fraksjoner. Ettersom REN-1514 ikke er en sparagmitt var også dette forventet. Problemet ligger ved sparagmittene, som ikke gir homogene K-fraksjoner. Som sett i prøvebeskrivelsen (side 11 og 13) virker disse bergartene å hovedsakelig bestå av kvarts og feltspat som er «bakt sammen». Det er da ikke realistisk å tenke at mer oppløsning vil få materialet til å flotere noe bedre. Vektene fra tabell 4.14 viser til gode kvartsutbytter for sparagmittene, men observasjonene viser lite innholdsmessig forskjell fra ubehandlet materiale. Det virker å være lite å gjøre med denne bergartstypen for å forbedre separasjon i flotasjon. REN-1514 viser nær homogen K-fraksjon og er klar for å videreføres i prosedyren.

4. Resultater

4.5 Frantz

4.5.1 Data fra magnetseparasjon

Magnetseparasjon utføres med en Frantz LB-1, og gjøres for å fjerne de magnetiske mineralene fra materialet. Delprosedyren kan i teorien utføres når som helst i prosedyren, så lenge den utføres før HF-etsingssteget.

I denne studien har prøvematerialet blitt magnetseparert etter flotasjon for å fjerne gjenværende biotitt, granat og annet. Delprosedyren har blitt benyttet så sent, delvis på grunn av et ønske om å arbeide mer med flotasjonsforsøkene, og delvis på grunn av materialspesifikke begrensninger. Den største grunnen er tidsbruk, da magnetseparasjon tar lang tid når mye materiale behandles. Det er dermed ønskelig å først fjerne så mye uønsket materiale som mulig med mindre «aktive» delprosedyrer.

Dataene for magnetseparasjon deles etter de ulike forsøkene som er blitt beskrevet tidligere. De ulike forsøkene er magnetseparert hver for seg for å fullstendig teste behandlingsprosedyrene forbundet med dem. Det observeres at 11 av 31 prøvematerialer har for lite magnetisk materiale til å kunne legges i pose. De resterende 20 materialene fra tabellen har jevnt lave magnetiske fraksjoner. Tabell 4.15 viser lavt tap av materiale, så effektiviteten vil i stor grad vurderes fra visuelle observasjoner. I samtlige prøvematerialer er enderesultatet «tilsynelatende» rent, i den forstand at materialet virker homogent.

4. Resultater

Tabell 4.15: Oversikt over resultatene fra magnetseparasjon for prøvene med ulike forbehandlinger. Vektene er rundet til nærmeste tierdesimal. Enkelte prøver viser ikke magnetisk tap, hvor noen hadde en magnetisk fraksjon som var for liten til å benytte prøvepose. For disse er det skrevet hva som var i fraksjonen.

Prøve med forbehandling	Magnetisk (g)	Umagnetisk (g)	Tap
GRÅ-1501 (AqR*2 og flotasjon)	10 mørke korn	14.9	
GRÅ-1501 (AqR/NaOH til flotasjon)	-	68.2	
GRÅ-1501 (flotasjon til AqR)	0.1	60.1	0.1 %
GRÅ-1502 (AqR*2 og flotasjon)	-	8.3	
GRÅ-1502 (AqR/NaOH og flotasjon)	-	34.6	
GRÅ-1503 (AqR*2 og flotasjon)	-	5.1	
GRÅ-1503 (AqR/NaOH og flotasjon)	Noen mørke korn	27.5	
JÆR-1601 (AqR til flotasjon)	-	4.7	
JÆR-1601 (flotasjon)	0.2	3.9	4.9 %
JÆR-1603 (AqR til flotasjon)	5	31.7	13.6 %
JÆR-1603 (flotasjon)	10.6	36.3	22.6 %
JÆR-1605 (AqR til flotasjon)	16.8	12.3	57.7 %
JÆR-1605 (flotasjon)	26.9	11.1	70.8 %
LAPP-2 (AqR til flotasjon)	-	25.3	
LAPP-2 (flotasjon)	0.1	14.6	0.7 %
LAPP-4 (flotasjon til AqR)	0.1	34.4	0.3 %
LAPP-4 (flotasjon del 4)	0.8	36.3	2.2 %
LAPP-4 ("ny CO ₂ gammel olje")	-	34.4	
LAPP-4 ("ny CO ₂ ny olje")	litt biotitt	34.4	
LAPP-7 (AqR og flotasjon)	0.04	36.8	0.1 %
LAPP-7 (flotasjon)	0.1	28.6	0.3 %
LAPP-7 ("ny CO ₂ , gammel olje")	0.3	28.6	1.0 %
LAPP-7 ("ny CO ₂ , ny olje")	0.1	27.7	0.4 %
TYS-1 (flotasjon til AqR)	-	51.9	
TYS-1 (flotasjon del 3)	0.1	51.1	0.2 %
REN-1509 (2*AqR og flotasjon)	0.3	7.3	3.9 %
REN-1509 (AqR og 5 % flotasjon)	10.4	90.4	10.3 %
REN-1514 (AqR og 5 % flotasjon)	0.25	125.1	0.2 %
REN-1514 (2*AqR og flotasjon)	0.1	27.8	0.4 %
REN-1515 (2*AqR og flotasjon)	-	27.3	
REN-1515 (AqR og 5 % flotasjon)	0.3	135.3	0.2 %

Tabell 4.15 viser også mye høyere tap for JÆR-materialene. Dette viser tilbake til flotasjonsforsøkene der K-fraksjonen ikke var homogen. Resultatet av magnetseparasjonen gir tilsynelatende homogene prøver, som er klar for HF/HNO₃ etsing i ultralydbad.

4. Resultater

4.5.2 Separat forsøk for skreddersying av prosedyre for granulitter

Med tanke på heterogene K-fraksjoner og mulige problemer med Fe og flotasjon ble det utført et forsøk med granulittene. Det noteres at to av dem ikke gir rett utbyttevekt på grunn av de mørke mineralene som i ettertid fjernes. Dette er beskrevet i flotasjon av JÆR-prøvene på side 56. Dette forsøket bringer tilbake metoden fra AqR serie 3 (side 38), med bruk av magnet før kjemisk behandling. Behandlingsmetoden ble brakt tilbake på grunn av at de mørke mineralene skal kunne fjernes med magnetseparasjon, og dermed forbedre videre separasjon. Det forventes også mye metallspen fra skivemøllen i granulittene, da disse bergartene er svært harde (hardhet: pyroksen-5, feltspat-6 og kvarts-7). For en utvidet test ble forsøket utført ved å behandle én serie med håndmagnet og én serie med håndmagnet/Frantz før AqR. Det ble også besluttet å behandle med AqR/NaOH, ettersom det virket å løse opp og fjerne mer pyroksen enn kun AqR-behandling. En alternativ metode for NaOH ble anvendt i dette forsøket (samtale med Henriette Linge mars 2017), der basen tilsettes prøvematerialet etter kun tre skyllinger, post-AqR. Endringen korter ned på tidsbruken og det nøytraliserer syren fortere, samtidig som oppløste kationer felles ut.

Tabell 4.16: Resultatene for magnetbehandlingen av granulitter. Serie 7 er behandling med håndmagnet, serie 8 er behandlet med håndmagnet og Frantz.

		Utgangsvekt	Rest	Magnetisk	Tap	Kommentar
Serie 7: Hånd	JÆR-1601	200	199.4	0.6	0 %	Lite respons, unødvendig steg
	JÆR-1603	204	185	18.7	9 %	God respons, bør ha en "mellomstasjon" for å hindre mye kvartstap
	JÆR-1605	201	152	48.7	24 %	Enorm respons
Serie 8: Frantz	JÆR-1601	207	203	2.6	1 %	Lik respons som med håndmagnet
	JÆR-1603	201	176	24.7	12 %	«Mellomstasjon» innført. Forsvinner like mye med Frantz som med håndmagnet
	JÆR-1605	201	123	78.1	39 %	Håndmagnet tar de mørkeste mineralene, Frantz tar mørkt materiale

Under forsøket ble det observert at materiale som reagerte sterkt på håndmagnet også tok med mye lyse mineraler i «dragsuget». Det ble innført en «mellomstasjon» for håndmagnetseparasjon, der materialet blir forsøkt tatt opp med håndmagnet igjen for å fjerne det mest magnetiske. Dette bør gjøres dersom lite materiale er tilgjengelig, men er unødvendig om mengde materiale ikke er problematisk. Videre viser tabell 4.16 at det er klart høyere tap av materiale for prøvene som går

4. Resultater

gjennom Frantz. JÆR-1603 og JÆR-1605 ble separert med 0,4 A spenning, hvorpå JÆR-1601 reagerte mest ved 1,0 A. Tapet av magnetisk materiale er størst for JÆR-1605, som også er den mørkeste prøven og med høyest innhold av pyroksener. Håndmagnet og Frantz virker å fjerne dobbelt så mye materiale som 5–10 minutter med kun håndmagnet. Dette fører til større tap for bergartene med høyt innhold av pyroksener i serie 8. Videre skal det vurderes hvordan seriene reagerer på AqR/NaOH.

Tabell 4.17: AqR/NaOH-behandling for magnetbehandlede granulitter. Serie 7 er forbehandlet med håndmagnet, serie 8 er forbehandlet med håndmagnet og Frantz.

Serie 7	Utgangsvekt	Tilsatt AqR (mL)	Tilsatt NaOH (mL)	Restprøve	Tap	kommentar
JÆR-1601	155	300	150	145	6 %	Ser ikke stor endring.
JÆR-1603	149	300	150	141	5 %	Materiale er ikke lenger gult. Mindre mørke korn
JÆR-1605	152	300	150	136	11 %	Klart lysere materiale, akseptabel mengde mørke korn
Serie 8						
JÆR-1601	149	300	150	143	4 %	Ingen store endringer
JÆR-1603	150	300	150	140	6 %	Nesten ingen mørke korn, ikke lenger gult
JÆR-1605	123	250	125	110	11 %	Nesten ingen mørke korn, forholdsvis lyst

Tabell 4.17 viser at tapene er omtrent like store for de to seriene. Deler av tapet knyttes til materiale som forsvant under skylling. En del materiale virket å være delvis løst opp til mindre kornstørrelser (<250 µm) og forsvant dermed med aktiv skylling. Det er synlig forskjell på seriene for de pyroksenholdige prøvene, da materiale behandlet med Frantz før kongevann inneholder mindre mørke mineraler. Forskjellen er allikevel ikke stor, selv med flere mørke korn i materialet fra serie 1. Sammenlignet med innholdet av biotitt for de fungerende materialene fra «Glimrende flotasjon» (side 50-52) er ikke innholdet av mørke korn problematisk.

Hypotesen omhandler til sist hvorvidt dette forbedrer flotasjon, sammenlignet med flotasjon av granulitter kun etset på forhånd. Det antas også at K-fraksjonen skal inneholde mindre mørke mineraler, som gjør sluttvekten likere den faktiske kvartsmengden. Resultatene vil vurderes opp mot verdier og observasjoner fra tabell 4.12.

Det ble det utført flotasjon av to flasker for hver prøve, i både serie 7 og serie 8. Det observeres med en gang at JÆR-1601 ikke reagerer fordelaktig på flotasjon. Som tidligere sett virker ikke kvartsen fra bergarten å bli igjen i K-fraksjonen, på tross av det anslåtte innholdet på 40 % (side 18). F-fraksjonen

4. Resultater

ble undersøkt med lupe, og det kan observeres at den inneholder mye kvarts. JÆR-1601 viser da den samme karakteristikken som sparagmittene, i det at både kvarts og feltspat flyter. Dette observeres i begge F-fraksjoner, og sikter mot at magnetseparasjon ikke har noen innvirkning på denne bergartens flyteevne.

Tabell 4.18: Resultater fra flotasjon av JÆR-prøvene etter forskjellig magnetbehandling. Verdiene er rundet til nærmeste hele tall.

	Utgang	K-fraksjon	Tap %	Kommentar
JÆR-1601 Hånd				
Flaske 1	71	2	88 %	Dårlig flotasjon
Flaske 2	74	3	85 %	
JÆR-1601 Frantz				
Flaske 1	71	2	90 %	Dårlig flotasjon
Flaske 2	71	3	88 %	
JÆR-1603 Hånd				
Flaske 1	71	16	68 %	God flotasjon
Flaske 2	70	18	65 %	trenger Frantz
JÆR-1603 Frantz				
Flaske 1	70	16	68 %	God flotasjon
Flaske 2	70	15	70 %	trenger ikke frantz
JÆR-1605 Hånd				
Flaske 1	71	13	71 %	God flotasjon
Flaske 2	65	10	75 %	mye mørkt
JÆR-1605 Frantz				
Flaske 1	55	8	72 %	God flotasjon
Flaske 2	55	9	76 %	lite/ikke mørkt

Videre sammenlignes flotasjonen av serie 7 og 8 for JÆR-1603. For begge serier observeres fungerende flotasjon, med nær homogen K-fraksjon etter 3-4 tilsettinger. Kvartutbyttet ligger på 16-18 g (65 - 70 %, tabell 4.18) sammenlignet med 17-20 g (20 – 24 %, tabell 4.12) fra flotasjon av forbehandlet JÆR-1603. Det er verdt å merke at det er mindre mørkt materiale i K-fraksjonen til begge serier. Det vurderes at serie 7 må magnetsepareres etter flotasjon, men nødvendigheten er ikke like stor som for JÆR-prøvene fra tabell 4.12. Videre vurderes det at K-fraksjonen fra serie 8 også trenger magnetseparering. Dette underbygger at det er mest effektivt å bruke håndmagnet, da to runder med Frantz tar lenger tid.

4. Resultater

JÆR-1605 vurderes på samme måte, med lignende resultat. Det vises at serie 7 fremdeles har enkelte mørke korn, men færre enn det som ble observert for den samme bergarten ved tidligere forsøk (tabell 4.12). Ved sammenligning av K-fraksjonene observeres lignende kvartsutbytte: 16-20 % tabell 4.12 og 16-18 % tabell 4.18. Dette viser lignende utbytter, der serie 7 og 8 fra dette forsøket er renere enn tidligere utførte forsøk.

Det antas at den mest effektive behandlingen for mørke granulitter (og andre bergarter som er rike på magnetisk materiale) er å benytte håndmagnetseparasjon før etsing. Denne metoden virker å være mest praktisk på prøvemateriale som enten er mørkt av amfiboler/pyroksener eller som er så harde at det inneholder metallspen etter pulverisering.

5. Tolkning og diskusjon

Dette kapittelet sikter på å diskutere resultatene fra laboratoriearbeidet, og sammenligne dem med funn fra andre laboratorier og relevant industri. Hver enkelt bergartsgruppe skal drøftes med målet at de skal få en egnet prosedyre. Om en bergart reagerer spesielt mye eller lite i de ulike delprosedyrene, vil dette gjenspeiles i de generelle anbefalingene for bergartsgruppen. Prosedyrene vil vurderes mot tidsbruk, kostnad og potensiell miljøpåvirkning.

Det ble antatt på forhånd, og underbygges av forsøkene, at AqR og flotasjon er delprosedyrene som har størst forbedringspotensial og størst innflytelse på effektivitet i prosedyren. Det noteres samtidig at for enkelte bergartsgrupper har rekkefølgen delprosedyrene utføres, noe å si for effektivitet i separasjonen. Gjennom prosjektet ble endringer prøvd ut og/eller innført for effektivisering av prosedyren. Mineralseparasjonsprosedyren er i utgangspunktet laget for granitter, men andre kvartsholdige bergarter anvendes hyppig og kan kreve en annen tilnærming. I kapittelet vil det diskuteres hvorvidt disse endringene har fungert og om de utgjør en forskjell for prosedyren. Videre vil prosessene som inngår i prosedyrene (kjemiske reaksjoner, implikasjoner av grunnstoffmobilisering og lignende) bli tatt opp hvor det er nødvendig.

5.1 Mekanisk tap og implikasjoner for henting av prøve i felt

Tapsprosentene fra knusing og pulverisering kan brukes til å anslå hvor mye materiale som bør prøvetas i felt for å kunne generere tilstrekkelig ren kvarts. Poenget med denne sammenligningen er et forsøk på å forhindre at unødvendig mye prøve hentes inn, spesielt med tanke på feltarbeid som ikke har lett tilgang på transport. Ved mekanisk nedbrytning observeres materialtapet å være i samme størrelsesorden for alle bergartsgruppene. Da materialtap ikke ble registrert for LAPP-prøvene, antas det at disse prøvene viser samme mengde tap. Etter utført mekanisk nedbrytning ble vektene sammenlignet (side 36) og det merkes en variasjon i tapsprosent. Variasjonene peker mot at magmatiske bergarter viser mindre enn 50 % tap. Unntaket er TYS-1, som viser det høyeste mekaniske tapet av alle prøvene, med 57 %. Sammenlignet med de andre magmatiske bergartene som viser et generelt massetap på 42-44 %, er dette svært høyt. Det antas at grunnen til høyt massetap for TYS-1 skyldes den sylindriske formen på prøvene. Der de fleste prøvene er tatt med meisel, og dermed i større grad følger korngrenser, ble TYS-1 tatt som borekjerne. Det er dermed mulig at ekstra tap kommer fra dette. Videre observeres det høyere tap av de metamorfe bergartene enn de magmatiske. Dette kan skyldes at metamorfe bergarter består av mindre korn, og at de i større grad er sementert og presset sammen. Sement vil kunne resultere i finstoff ved knusing, og vil dermed øke massetapet i forhold til bergarter uten sement. I gjennomsnitt vil halvparten av materialet (50 %) forsvinne under knusing og pulverisering. For å ha en sikkerhetsmargin kan da 1-1,5 kg materiale være en pekepinn på

5. Tolkning og diskusjon

hva som prøvetas for eksponeringsdatering. Dette forutsetter også at prøven tas et sted som ikke har for høy skjerming. Ved prøvetaking av glasialt eroderte flater ($\geq 60^\circ$) er dette mer enn tilstrekkelig, men prøvetaking i områder ved lavere breddegrader/andre typer flater kan behøve større mengder kvarts for å få presise AMS-målinger (Kohl og Nishiizumi, 1992)

5.1.1 Tankeeksperiment del 1

Bergartsmengde som må prøvetas

Prøvene som brukes i studien omfatter i stor grad alle bergarter som kan benyttes til ^{10}Be -eksponeringsdatering av flater. For å illustrere dette, tenkes det at prøvematerialet hentes fra omtrent samme område, men prøvematerialet har ulik sammensetning. Et eksempel kan være et feltområde hvor flatene som er interessante å eksponeringsdatere består av ulike kvartsrike bergarter. I dette tankeeksperimentet benyttes fire forskjellige bergarter fra ulike lokaliteter i studieområdet. Prøvene vurderes i felt til å inneholde nok kvarts til at flatene kan dateres. De tolkes å være en pegmatitt, en syenogranitt, en middels mørk gneis og en mørk grovkornet granulitt. Ut fra tabell 4.1 kan det for tre av fire bergarter estimeres hvor mye materiale som bør hentes for å generere tilstrekkelig ren kvarts. Dette forutsetter kunnskap nok til å estimere mineralinnhold for prøvene i felt samtidig som høyde over havet og skjermingsgrad vurderes. Som en tommelfingerregel forsvinner 50 % i mekanisk preparering. Sett at prøven tas på et relativt åpent område eller på en topp kan 40 gram kvarts fungere som målmengde. Mengden prøvemateriale som må samles inn avhenger dermed av bergartens mineralsammensetning. Om syenogranitten inneholder omtrent 20 % kvarts, vil utbyttet være rundt 100 gram kvarts per kilo materiale (antar 50 % tap i mekanisk bearbeiding), selv når mye materiale tapes som finfraksjon. Å opparbeide 40 g kvarts vil da kreve omtrent 300 gram materiale før kongevann. AqR-behandlingen medfører omtrent 11 % tap og i flotasjon forventes det rundt 18 g i K-fraksjonen. Det trengs da to flotasjoner for denne bergarten, og det er dermed ikke nødvendig å ta med mer enn 600-700 g prøve fra felt.

Ved prøvetaking av pegmatitt er det realistisk å forvente et innhold opp mot 40 % kvarts. Videre regnes det rundt 40 % mekanisk tap, 10 % tap i AqR og kvartsutbytte fra flotasjon på 20-25 %. Det kan forventes å få omtrent 20 g kvarts (per flaske) i flotasjon ved AqR-behandlet materiale og 13-15 g (per flaske) fra ubehandlet materiale. Ved optimalisert prosedyre bør det dermed gjøres tre flotasjoner for å oppnå målmengde. Ved normale forhold for produksjon av ^{10}Be i kvarts, behøves dermed kun 500 g materiale. Det kan allikevel være nyttig å hente opp mot 800 g dersom det planlegges å ha noe restmateriale, eller om det skal produseres tynnslip.

5. Tolkning og diskusjon

Gneis har en stor variasjon i mineralsammensetning, da spesielt med tanke på biotitt og andre mørke mineraler. Et godt eksempel på dette vises i forskjellene mellom GRÅ-1501 og GRÅ-1503. Variasjonen vil dermed ha stor innvirkning på mengden materiale som må samles i felt. Eksempelet er dermed en middels mørk gneis, tilsvarende GRÅ-1502. Det antas et biotittinnhold rundt 15 % og kvartsinnhold rundt 40 %. På grunn av glimmerinnholdet må det regnes med ekstra massetap i de tidlige delprosedyrene. Det forventes 45-50 % massetap gjennom knusing og pulverisering. På grunn av biotittinnholdet anbefales det å benytte NaOH i AqR-steget, som vil føre til høyere tap (ca. 20 %, se tabell 4.6) i denne delprosedyren. Videre forventes et kvartsutbytte på 25 % eller rundt 18-20 gram kvarts per flotasjon. Det skal dermed være mulig å gjennomføre flotasjon og oppnå målmengde kvarts med to flasker. Tap av materiale ved knusing og pulverisering er av samme størrelse som pegmatitter, men det forventes et større tap i kjemisk behandling. Det bør samles inn 600-800 gram gneis, medregnet sikkerhetsmarginen.

Siste del av tankeeksperimentet omhandler den mørke grovkornete granulitten. Den er problematisk å vurdere ettersom det ikke fins fullstendige data på mekanisk tap i denne bergartstypen. For å være på den sikre siden antas et mekanisk tap på 50 % for bergarten. Videre vil dette modelleres etter JÆR-1605, en grovkornet mørk granulitt. Prøven vurderes å inneholde 40-45 % kvarts, på tross av det svært mørke utseende. Videre forventes 100 mL av dette materialet å veie rundt 165-170 g, som antas å komme av det høye pyrokseninnholdet. Av dette forventes et tap i AqR på 14 %. Alternativt bør denne bergarten behandles med håndmagnet før AqR. Foreslått prosedyre tilsier da å måle opp omtrent 200 g materiale og gå over det i fem minutter med en sterk håndmagnet. Magneten som benyttes ved UiB skal holde 50 kg og er laget av en Nb-legering. Denne typen magnet benyttes også ved andre laboratorier som UWM (Reusche, 2017). Forsøk viser at rundt 50 g materiale kan fjernes med håndmagnet for de mørkeste granulittene. Dette fjerner mye materiale som ellers angripes av AqR, og det antas at AqR-behandlingen av det gjenværende materialet blir mer effektiv som et resultat av dette. Denne fremgangsmåten gir 150 g materiale per beger for AqR-behandling. Antall beger som er nødvendig for å forberede nok materiale til flotasjon for denne bergarten baseres på dataene for JÆR-1605. Denne prøven gir K-fraksjoner som veier mellom 13 og 17 g, men denne verdien tilsvarer ikke kvartsmengden som er til stede. Ved magnetseparasjon etter flotasjon veier den homogene K-fraksjonen omtrent 12 g, som gjør det nødvendig med fire flotasjoner for å oppnå en målmengde på 40 g til oppløsning. For å produsere 500 g 250-500 µm materiale, bør det dermed hentes 1-1,5 kg forutsatt optimale produksjonsforhold for ¹⁰Be.

Det bør for øvrig nevnes at de fleste geologer ikke har med vekt i felt når prøven skal tas, slik at det ofte er enklere å ta sikte på omtrent 1 kg prøve. Et alternativ er å ha en digital koffertvekt/fiskevekt, eller et stykke utstyr (f. eks. hammer) med kjent vekt og vurdere relativ forskjell. Det bør også nevnes

5. Tolkning og diskusjon

at typisk målmengde for ren kvarts til eksponeringsdatering ved Kosmolab er 20 g, men det settes en høyere målmengde i eksemplene for at prosedyren skal kunne gjelde ved lavere breddegrader.

5.2 Forbedring av prosedyren og spørsmål knyttet til dette.

5.2.1 Hovedmål for studien, forbedring av prosedyren

Prosedypren kan forbedres ved å øke utbytte av delprosedyrene og/eller redusere tidsbruken. Økonomisk kan prosedyren forbedres ved å kutte tidsbruken, spesielt i aktive timer for teknikere. Det neste punktet som kan redusere kostnadene er kutt i bruk av kjemikalier. Kutt i kjemikalier viser seg å ikke være en like stor faktor for økonomi sammenlignet med aktive arbeidstimer. Økning i bruk av kjemikalier kan kutte ned aktive arbeidstimer, men det økonomiske aspektet av kjemikalier omfatter også håndtering av avfallsprodukter.

For AqR-steget er ikke miljø-aspektet mulig å forbedre, da den potensielt skadelige delen av avfallet er hydroksidene som felles ut fra de oppløste kationene ved nøytralisering. Dette må håndteres på en forsvarlig måte, som påløper en ekstra kostnad. I tillegg til syrerestene vil avfallet også kunne inneholde tungmetaller, som igjen trenger spesiell håndtering. Avfallshåndtering utføres eksternt, og nøytralisering av syreavfallet og sikker deponering av utfellinger er pålagt. Kostnadene her kunne blitt kuttet noe ved å nøytralisere avfallet, men deponering må fremdeles utføres eksternt. Den eneste faktoren som kan påvirke avfallsmengden er antall AqR-behandlinger og grunnstoffinnholdet til de behandlede bergartene. Ettersom vanlig praksis er én behandling/etsing med AqR, er det ikke et stort potensiale for forbedring av dette. Søkelyst rettes dermed mot å hindre unødvendig AqR-behandling og effektivisere prosedyren som en helhet.

5.2.2 Hvorfor benytter noen laboratorier HCl i stedet for AqR?

Andre laboratorier (f. eks. University of Wisconsin-Madison (UWM)- 2016, og Oregon State University (OSU) (Reusche, 2017 og (Licciardi, 2000)) benytter kun HCl i ultralydbad, som det første kjemiske behandlingstrinnet for prøvemateriale, hvor UiB benytter AqR. Fordelene med AqR er tidligere forklart i metode og resultatkapitlene, og det stilles dermed spørsmålstegn ved bakgrunnen for å benytte kun HCl. Saltsyre er en komplekserende syre og har et stort oppløsningspotensiale, hovedsakelig ved behandling av materiale som består av oksider og karbonat. Det bemerkes at både OSU og UWM benytter magnetseparasjon før kjemisk behandling (Licciardi (2000), Reusche, 2017). Det gir dem muligheten til å fjerne de største andelene av mørke mineraler som biotitt og amfibol. Som nevnt i resultatkapittelet (side 38 og side 60) vil enhver reduksjon av disse magnetiske, mørke mineralene kunne forbedre etsekapasiteten til den kjemiske behandlingen. Det tenkes at AqR-behandlingen har mer nytteverdi ved UiB enn ved de overnevnte laboratorier, da magnetseparasjon ikke er effektivt

5. Tolkning og diskusjon

med den tilgjengelige magnetseparatoren (Frantz LB-1). Det fører dermed til en større mengde mørke mineraler som bør fjernes kjemisk. Ettersom de andre laboratoriene kan gjøre dette før kjemisk behandling, gir det mer mening at de velger å benytte HCl. Samtidig må det nevnes at de andre laboratoriene virker å anvende en noe ineffektiv delprosedyre. Prosedyrebeskrivelsene fra University of Wisconsin-Madison viser at den kjemiske behandling også foregår i 24 timer med 6M HCl-løsning (Reusche, 2017). Ved OSU benyttes 10 % HCl/0,03 % H₂O₂ (anslås til 1,2 M HCl). Behandlingen foregår i ultralydbad, til forskjell fra delprosedyren ved UiB som benytter 25 % (4,3 M H⁺, 3 M HCl og 1,2 M HNO₃) på varmeplaten, i 18-24 timer. Prosedyren fra UWM benytter også mer tid for den første kjemiske behandlingen, da det regnes mellom to og tre behandlinger med HCl. Til sammenligning benytter Kosmolab som regel én behandling. På bakgrunn av dette stilles det igjen spørsmål med hvor effektivt HCl egentlig er for denne behandlingen, selv med høye konsentrasjoner av H⁺. Etsing med AqR skal i teorien være mer effektiv, da kombinasjonen av oksiderende- og kompleksende syrer skal øke syrens evne til å løse opp faste stoffer. Hvilke grunnstoffer som vil gå i løsning avhenger av bergartsinnholdet. Av denne grunn vil HCl være tilstrekkelig i mange tilfeller, spesielt for materiale som er behandlet med magnet på forhånd. Det kan allikevel argumenteres mot UWM-prosedyren fra et økonomisk perspektiv. Det bemerkes i prosedyrebeskrivelsen at de benytter relativt billig HCl av ACS-kvalitet (Teknisk kvalitet) til denne behandlingen. Med konsentrasjon på 6M HCl (tilsvarende 50 % HCl) benyttes sannsynligvis mer syre enn nødvendig. Det antas at det benyttes for mye HCl, da AqR, med lavere konsentrasjoner fremdeles viser syreoverskudd etter endt behandling. AqR vil allikevel kunne være mer effektiv ved lavere konsentrasjoner. Det er derimot ikke mulig å bare bytte ut syrene, da AqR ikke kan benyttes i ultralydbad med mindre det står i avtrekksskap. Det kommer av gassene (Cl_{2(g)}, NO_{x(g)} og eventuelle andre gassforbindelser) som dannes ved nedbryting av AqR. Dette er et annet eksempel på at prosedyrer tilpasses tilgjengelig utstyr og vanlige materialtyper. Det merkes at UWM-prosedyren er spesialisert for behandling av pegmatitter og sandsteiner, hvor det ikke er mye mørke mineraler og mer karbonat. For fjerning av karbonat vil en svak (10 %) HCl-løsning være fordelaktig å benytte, da AqR (25 %) vil gi kraftige reaksjoner. Forbehandling av prøvemateriale med 10 % HCl er med i prosedyren fra Kosmolab, om karbonat er til stede. Merk at UWM benytter 50 % HCl uten å nevne sakte tilsetning i tilfelle det er karbonat til stede. Det kan tenkes UWM ikke har tilgang på varmeplate som kan stå i avtrekksskap, eller at ingen har tenkt at andre kjemikalier kan være like gode med mindre konsentrasjoner. Det er også mulig at syremengde og konsentrasjon er bestemt ved forsøk og sammenligning på de vanligste materialtypene. Med AqR som sammenligningsgrunnlag virker allikevel det å benytte store mengder HCl å være lite effektiv. Det vurderes dermed at delprosedyren ved UiB for første kjemisk behandling i all sannsynlighet er best tilpasset for tilgjengelig utstyr og vanlig prøvemateriale. Dette prosjektet skal ikke jobbe for optimalisering av andre

5. Tolkning og diskusjon

institusjoners prosedyrer, men det noteres at eksempelvis UWM og OSU kunne prøvd AqR for å effektivisere sin prosedyre.

Det kan også merkes at PRIME lab (www.purdue.edu) sin versjon av AqR-behandling utføres annerledes enn prosedyren ved UiB. Behandlingsmetoden er lignende, da det foregår i beger og legger til rette for tilstedeværelse av karbonat ved tilsetning. Den største forskjellen er hvordan blandingen av syre foregår, og i hovedsak i blandingsforholdet. Som kjent er AqR 1 del HNO_3 og 3 deler HCl, hvor Kosmolab benytter en 25 % løsning. Ved PRIME lab blandes syren på følgende måte: materiale overføres til beger og tilsettes nok DI-vann til å akkurat dekke materialet. Videre tilsettes HNO_3 tilsvarende halvparten av volumet til vann og materiale, og en lik mengde HCl tilsettes. For den observante er ikke dette blandingsforholdet som forbindes med AqR, og gir en 50 % HNO_3/HCl løsning. Dette er klart en svært korroderende syreblanding, men dannelse av klor-komplekser vil påvirkes av at mer HNO_3 er til stede i løsningen.

5.2.3 Magnetbehandling før AqR?

Det er som nevnt fordeler ved å gjøre magnetseparasjon av materialet før AqR-behandling eller flotasjon. Forsøk er utført for å undersøke om magnetseparasjon før AqR-behandling kan effektivisere AqR-prosessen. Som vist i resultatene (side 62) er det mulig å gjennomføre magnetseparasjon for bergarter rike på magnetisk materiale. Det vises også at materialet er tilnærmet fritt for mørke korn etter «Frantz og AqR», hvor materialet som ble behandlet med håndmagnet på forhånd ikke var helt uten mørke korn. Sammenlignet med materialet som ble behandlet med kun AqR/NaOH er de magnetbehandlede materialene visuelt lysere etter kjemisk behandling. Dette gjelder i hovedsak JÆR-1603 og JÆR-1605, da disse prøvene er rike på magnetiske mineraler. Etter de utførte forsøkene er det tydelig at en form for magnetseparasjon er nødvendig for bergarter som inneholder mye magnetisk materiale. Det som kan undersøkes er hvorvidt håndmagnet er tilstrekkelig effektiv eller om det er nødvendig å bruke Frantz. De viktigste variablene for skreddersying som må vurderes her er da: aktiv tid kontra passiv tid, og hvordan det påvirker prosedyren totalt. Behandling med magnetseparator tar mye mer aktiv tid for store mengder materiale, enn det tar for materiale etter det er ferdig med AqR og flotasjon. Å benytte Frantz før AqR-behandling er en dårlig idé for alle prøver om smart tidsbruk skal være en faktor. At store mengder magnetisk materiale er til stede, medfører et potensiale for at de kan tette gjennomgangen for umagnetisk materiale. Dette vil kunne føre til mer ineffektiv arbeidstid, da Frantz må slås av og rengjøres. Mye magnetisk materiale fører til at mer tid brukes på rengjøring av instrumentet, i tillegg til den ekstra tiden som brukes for å separere den store mengden materiale. Alternativet er å bruke kun håndmagnet før AqR-behandling, som tar mindre tid og samtidig kan effektivisere AqR-steget. Dette underbygges av visuell sammenligning på de ulike materialene (post AqR/NaOH-behandling for materiale med og uten håndmagnet). Det er uansett ikke effektivt å

5. Tolkning og diskusjon

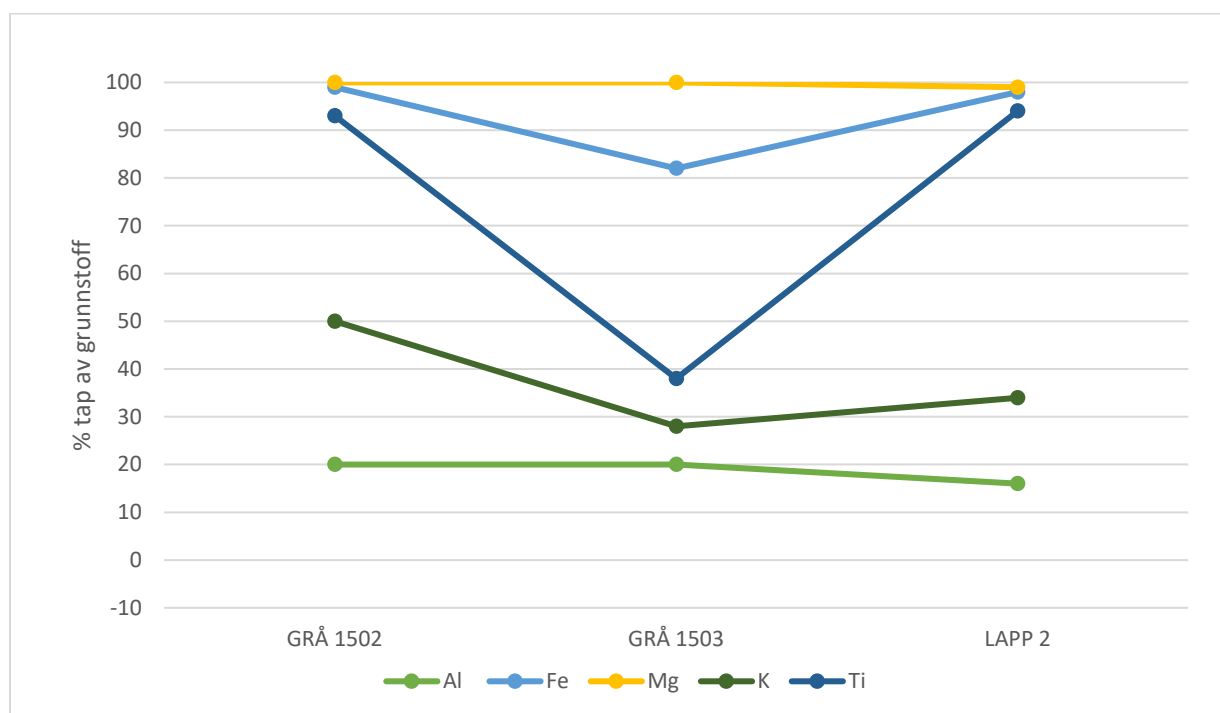
benytte Frantz på materiale før kjemisk behandling. For bergarter som er rike på magnetisk materiale er dermed forbehandling med håndmagnet, en mulighet for å effektivisere delprosedyren. Håndmagnetmetoden før AqR tar 5-10 minutter per prøve/beger. Det er en klar visuell forskjell etter AqR på forbeholdt materiale (håndmagnet) og ikke forbeholdt materiale. Det er klart mindre mørke mineraler i det magnetbehandlede materialet etter etsing. Det stilles spørsmålsteget ved om det er nødvendig, da disse mineralene vil forsvinne i Frantz etter flotasjon. Det største argumentet for tidlig håndmagnet er at flotasjon blir lettere å gjennomføre med materiale som hovedsakelig består av kvarts og feltspat, sammenlignet med materiale som består av tunge mørke mineraler. Det kan rettferdiggjøres å bruke tid på magnetbehandling for eksempelvis pyroksenrike bergarter før flotasjon, da en K-fraksjon med mye mørke mineraler også vil vise for høye materialvekter. Om materialet er behandlet med håndmagnet før AqR vil differanse i vekt etter flotasjon være mindre problematisk.

5.2.4 Hvilke grunnstoffer mobiliseres og hvorfor?

Choquette et al. (1991) utførte en studie på sterkt basiske løsningsprosesser sin påvirkning av bergartsdannende mineraler over tid. Studien ble gjort over ulike varigheter og konsentrasjoner av base, og det ble undersøkt hvilke mineraler som var mest stabile og hvilke grunnstoffer som ble mobilisert. Et annet mål var å finne ut når i oppløsningsprosessen grunnstoffene ble mobilisert, og når prosessen sluttet. Studien er interessant på grunn av prosessene som blir observert når NaOH tilsettes bergarter som er rike på biotitt eller andre mørke mineraler. Som nevnt i resultatene (side 41) flyter glimmer lettere og kan mer effektivt helles av i skylling etter NaOH-behandling. En tidlig hypotese var at glimmeret kunne ta til seg en ekstra OH⁻ gruppe eller danne mineralfaser med lavere tetthet. Etersom Fe, Mg og sannsynligvis Al har gått i løsning etter AqR-behandling skal det være ledige plasser i krystallstrukturen. Med observasjonene til Choquette et al. (1991) går tolkningene i motsatt retning. Da de undersøkte biotitten etter én ukes oppløsning i varm NaOH, ble det observert at flere lag var helt oppløst og at mye Al og Si var forsvunnet fra strukturen. Mest oppsiktsvekkende er det tilsynelatende fullstendige fraværet av K i glimmerstrukturen. Etersom behandlingen på Kosmolab ikke varer like lenge, men foregår med lignende temperatur, kan forsøkene bare delvis sammenlignes. Den viser at NaOH-behandling ved temperatur 70 - 80° C kan mobilisere K, Al og Si fra glimmer. Det bemerkes at lite Fe fra biotitt forsvinner i forhold til disse grunnstoffene (Choquette et al., 1991). Dette stiller spørsmålet om mobiliseringen av K og Al fra biotitt er mer effektiv i AqR/NaOH-behandling, da Fe, Mg og Al i stor grad fjernes ved AqR (figur 5.1). Det kan dermed antas at grunnen til glimmerets endrede flyteegenskaper ikke kommer fra nye lettere bindinger, men på grunn av mer oppløsning som fører til flere korn med redusert størrelse. Mindre korn holder seg lengre i suspensjon, og vil dermed lettere kunne helles av i skylling. Dette sammenfaller med observasjonene gjort under skylling etter NaOH behandling av glimmerrike bergarter som GRÅ-1502 og GRÅ-1503. Det er lite sannsynlig at den

5. Tolkning og diskusjon

korte behandlingen påvirker feltspat eller kvarts slik som vises av Choquette et al. (1991). Kort etsingstid favoriserer enkle reaksjoner med lav aktiveringsenergi. Ettersom glimmeret er (billedlig) delvis revet opp allerede, er det enklere for NaOH å reagere med de allerede korroderte bindingene.



Figur 5.1: Tap av grunnstoff ved AqR-behandling for et utvalg biotittrike bergarter. Det er tydelig at Mg og mye Fe forsvinner under behandlingen, mens Al viser et lavere tap.

Det ble også observert et dobbelt tap av uønsket materiale i granulittene etter NaOH behandling sammenlignet med materiale kun behandlet med AqR. Den mest sannsynlige grunnen er fremdeles mer skylling som aktivt går inn for å fjerne mørkt materiale. Det sammenfaller også med observasjonene gjort av Choquette et al. (1991), som påpeker at Fe-Mg silikatene i lav grad reagerer med basen. Det observeres likevel ved AqR/NaOH-behandlingen at det er mer utfellinger for granulittene enn for noen andre bergarter. Dette kan da indikere at noe av motstanden amfiboler og pyroksener har mot å avgi Si og Al, senkes av den korroderende effekten fra AqR.

Det er også gjort studier om forvitring av bergartsdannende mineraler ved sure forhold (Schweda, 1994; Kuwahara og Aoki, 1995). Disse studiene ser i hovedsak på langsiktig oppløsning av glimmer ved pH mellom 1 og 4, ved ulike temperaturer. Studiene undersøker også hvilke grunnstoffer som går lettest i løsning og hvor fort de gjør det. Enkelte av studiene har også undersøkt visuelle forandringer på krystallflatene og mellom sjiktene, samtidig som de ser etter dannelse av vermikulitt og andre sekundære faser av oppbrutt glimmer, som smektitt og leirmineraler. Kuwahara og Aoki (1995) undersøkte oppløsningsprosessen til flogopitt i syre. Her ble det klart at grunnstoffene løses opp i

5. Tolkning og diskusjon

rekkefølgen $K > Fe > Mg, Al > Si$, som begrunnes med at oppløsningen er begrenset av mineralstrukturen. Det observeres at grunnstoffene mobiliseres i en rekkefølge som ligner hvor i den kjemiske formelen grunnstoffene forekommer for disse mineralene.

De nevnte studiene er ikke direkte sammenlignbare med AqR-steget, men ICP-OES dataene viser tap av de samme grunnstoffene fra bergarter som inneholder mineralene som studiene omhandler. Det noteres at behandlingstiden er kortere for AqR-steget enn for forvitningsstudiene. Der de benytter enkle sterke syrer som HCl eller H_2SO_4 , vil AqR sine kompleksende egenskaper binde opp grunnstoffene i komplekser. Ifølge Kuwahara og Aoki (1995) er de faste fasene det uunngåelige enderesultatet for oppløsning kun ved lav pH. Disse faste stoffene (vermikulitt, smektitt og oksider) ser ut til å dannes mellom flakene til glimmermineralene og motvirker derfor oppløsning. AqR vil i mindre grad la disse mineralene dannes og fører dermed til mer effektiv oppløsning. Med bakgrunn i funnene til blant annet Kuwahara og Aoki (1995) er det grunn for å anta at rekkefølgen kan sammenlignes. K, Al, Fe og Mg vil gå i løsningsreaksjoner som ødelegger den strukturelle integriteten til mineralet. Det antas derfor at glimmeret brytes ned til mindre mineralkorn eller omdannes til leirmineraler. Det er sannsynlig at i prøvemateriale med små eller moderate mengder mørk glimmer, kan AqR helt eller nesten fjerne disse grunnstoffene fra glimmeret. For materiale med større mengder mørk glimmer er det tydelig at ikke alt løses opp. Disse prøvene tilsettes NaOH etter endt AqR-etsing og det observeres antatt mer oppløsning og påvirkning av glimmerkornene. Som forventet etter Choquette et al. (1991) vil NaOH mobilisere Al og Si, kanskje i større grad for etset glimmer, enn ved ubehandlet glimmer. Som tidligere fremsatt kan ytterligere oppløsning føre til mindre korn, som er lettere å helle av. Dette passer med observasjonene fra glimmerrike bergarter som er behandlet med AqR/NaOH.

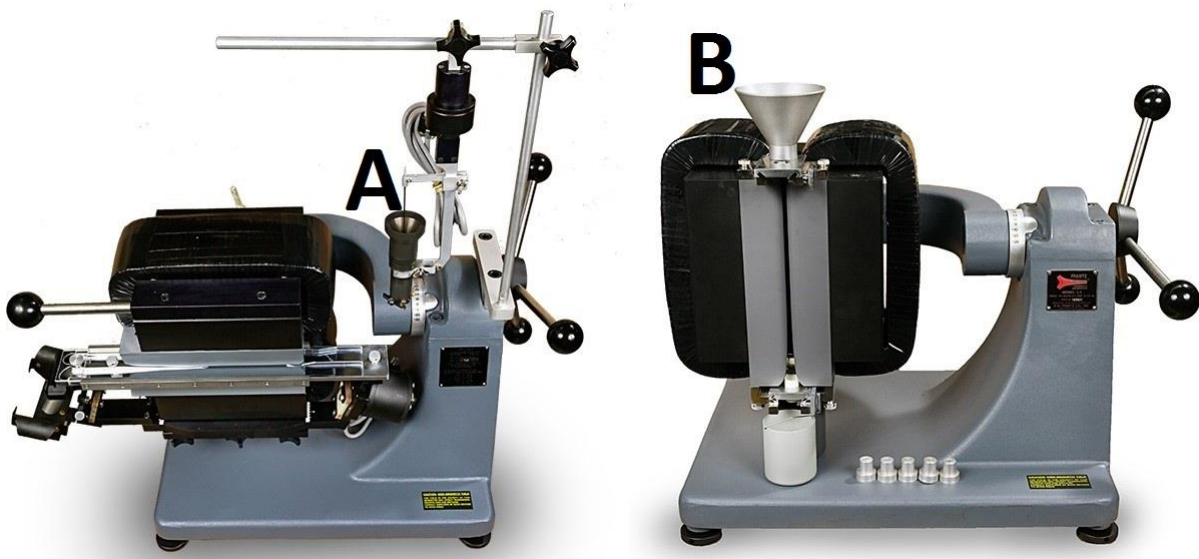
5.2.5 Metoden i seg selv- Hva er den basert på og hvorfor er den som den er?

Den opprinnelige mineralseparasjonen ved UiB er adoptert fra mineralseparasjonen som ble benyttet ved Glasgow University sitt prepareringslaboratorium på SUERC (Scottish Universities Environmental Research Centre), som igjen er basert på Kohl og Nishiizumi (1992). Prosedyren er videre tilpasset laboratoriet og typiske kildematerialer. Dette er bare én prosedyre, og det finnes flere lignende prosedyrer ved andre laboratorier. Den som benyttes ved universitetet i Wisconsin-Madison (UWM) er for eksempel annerledes satt opp i forhold til UiB. Noen av de kjemiske delprosedyrene benytter andre kjemikalier eller er helt utelatt. Den nåværende UWM-prosedyren er basert på Oregon State University, Universitetet i Vermont og en tidligere etablert metode fra UWM (Reusche, 2017). På lik linje er prosedyren fra UiB basert på SUERC, men tilpasset de tilgjengelige instrumentene på instituttet (personlig diskusjon av prosedyren med Henriette Linge), kombinert med forbedring etter behov. For eksempel benyttes ikke tungvæskeseparasjon i prosedyren til UiB, grunnet kostnad, miljøfare,

5. Tolkning og diskusjon

helsefare og tidsbruk. Å ta i bruk skumflotasjon gjorde denne delprosedyren tryggere og billigere, og samtidig mer effektiv i forhold til tidsbruk per prøve. På grunn av denne forbedringen benytter mange laboratorier en form for flotasjon.

Et annet eksempel ved at mange av de andre laboratoriene introduserer magnetseparasjon for alle prøver direkte etter pulverisering. Ved UiB er det ikke praktisk å gjennomføre for mange og/eller store prøver. Det er spesielt problematisk å magnetseparere store prøvevolum, med høyt innhold av mørke mineraler, da spesielt mørk glimmer. Glimmeren og mengder mørke mineraler kan fort tette til skinnen om det er mye til stede ved separasjon. Om magnetseparasjon kan gjennomføres tidlig avhenger av hva prøvematerialet inneholder og hvilken modell/type separator som er tilgjengelig. Eksempelvis er det spesifisert bruk av en Frantz Isodynamisk separator (modell L-1) for delprosedyren ved Oregon State University. Forskjellen mellom den og Frantz LB-1 som benyttes her, er hvordan magnetfeltet settes opp og hvordan separasjon foregår. Ifølge produsentens nettside er den isodynamiske separatoren (modell L-1) satt opp slik at tyngdekraften styrer fallhastighet for materialer, og de magnetiske/paramagnetiske mineralene vil beveges mot en side og falle i en oppsamler. De kornene som ikke er magnetiske vil fortsette å «falle» nedover. Kun mot slutten er det en barriere som skiller skinnen opp i to kanaler som leder til oppsamlerne (sgfrantz.com). Det er dermed ikke et ristetrau, og avstanden mellom skinne og magnet er større. Eksempelbilder for separatorene ses i figur 5.2. Dette skiller seg fra modell LB-1, også kalt en magnetisk barriere separator. Hvordan mineralseparasjonsprosedyren ser ut vil også variere med hvilken type materiale som oftest skal prepareres.



Figur 5.2: Til venstre er Frantz LB-1 magnetseparator, til høyre er Frantz L-1. Foto modifisert fra sgfrantz.com. A viser foringsreservoaret i LB-1 og B viser foringstrakten for L-1. Merk forskjellen i størrelse, der L-1 er konstruert for å tilføre større mengder materiale. (redigert fra www.sgfrantz.com)

5.2.6 Feilkilder i de ulike delprosedyrene

Massetap som ikke er del av prosedyren (les: tap av materiale ved overføring til eller fra beholdere og prøveposer) er den største potensielle feilkilden i disse forsøkene. Ved kjemisk analyse og behandling er det én feilkilde som potensielt kan påvirke AqR-løsningen og forbehandlingen til flotasjon. «Feilkilden» kommer fra at blanding av syreløsninger ikke på noe tidspunkt har innbefattet destillert vann, for delprosedyrene som er undersøkt i prosjektet. Springvann kommer med en viss konsentrasjon av oppløste ioner som vil kunne påvirke effekten av syre, base og potensielt gi gale konsentrasjoner i ICP-OES analysen. Det kan være problematisk fordi det ble analysert grunnstoffer som i all sannsynlighet var til stede i springvannet, deriblant Ca, Na og potensielt K. Det har allikevel ikke stor påvirkning for analysen, da alle disse grunnstoffene er til stede i store mengder, og tilførelsen av springvann ikke har stor innvirkning på differansen i konsentrasjon. Det kan derimot være et større problem om det er oppløst Cr, V eller Mn i vannet, da konsentrasjonene av disse grunnstoffene i prøvene er mindre og påvirkelige. Det kunne blitt gjort grep for å motvirke effekten av springvann i analysen. Materialet kunne blant annet ha blitt skylt med deionisert vann før agatmorter. Det er blitt besluttet at det ikke har mye å si for analysen ettersom grunnstoffer som forventes i springvann oftest innbefatter Ca, Na og lignende. Det vil heller ikke utgjøre forskjell mellom prøvene ettersom springvannet i stor grad er det samme. Det vil si at springvannet som ble brukt til skylling av ubehandlet materiale var fra samme vannkran i kjelleren, og vannet som skylte det behandlede materialet kom fra samme vannkran på laboratoriet. En eventuell differanse mellom grunnstoffkonsentrasjonene i disse vannkildene kommer fra vannrørene. Dette åpner muligheten for mer oppløst Cu for vannet til Kosmolab (flere etasjer med rør), men antas fra dataene å ikke være et stort problem da det ikke vises «merkelige» tall eller differanser (full datatabell fra ICP-OES analysen i appendiks D).

5.3 AqR

Spørsmål som hører til temaet er knyttet til hvordan prosedyren fungerer, hva som kan senke/øke effektivitet og hvordan skreddersying for ulike litologier bør fremgå.

5.3.1 Hva er økningen i tilsatt AqR-volum og hvordan påvirker dette kostnad av delprosedyren?

AqR-behandlingen er som tidligere kjent, det første kjemiske steget i den mineralseparasjonsprosedyren som brukes av Kosmolab. Delprosedyren benyttes for å fjerne oksider, karbonater, organisk materiale og for å løse så mye mørke mineraler som mulig. Delprosedyren er dermed nødvendig når disse komponentene er til stede. Det er en tidkrevende prosess, da det regnes opp mot 24 timer (hovedsakelig passiv) behandlingstid, medregnet skylling og rengjøring av laboratorieutstyr. I tillegg regnes en tørketid på ytterligere 12+ timer. Som vist i resultatkapittelet (side

5. Tolkning og diskusjon

37) virker det som et 1:2 (g:mL) forhold mellom prøve og tilsatt syre å være effektivt. Dette forholdet gjør at mer syre blir benyttet enn tidligere, som på sikt, kan bli en økt økonomisk utgift. Det regnes en ekstra tilsetning på 75 - 100 mL AqR per beger, som tilsvarer omtrent 1,3 kr per beger. Det er altså ikke en stor utgift i kjemikalier å gjøre denne økningen.

Økningen av ressurser som benyttes ved det 1:2-forholdet vises ved følgende eksempel: Det skal prepareres seks prøver til eksponeringsdatering, hvor bergarten inneholder omtrent 15 % mørk glimmer, noe amfibol, kvarts og feltspat. Det besluttes at fra hver prøve prepareres to beger for å generere nok kvarts. Hvert beger veies til omtrent 150 g per 100 mL. Dette gir 300 mL AqR per beger, og totalt 12 beger. Det må da blandes minst 3600 mL 25 % AqR, og medregnet litt sikkerhetsmargin blandes det 3700 mL. Marginen legges til fordi volumet ferdigblandet AqR ofte er lavere enn volumet til de tre ingrediensene lagt sammen. Det kommer av tetthetsforskjeller i syrer sammenlignet med vann. For å blande 3700 mL 25 % AqR trengs 2775 mL vann, 231 mL HNO₃ og 694 mL HCl.

Ved den eksisterende delprosedyren regnes det omtrent 2400 mL AqR for 12 beger. Dette tilsvarer 1800 mL vann, 150 mL HNO₃ og 450 mL HCl. Den nye delprosedyren tilsvarer i dette tilfellet en økning på 50 % av kjemikalier. Det er ikke gjort noen forsøk i realistisk størrelse for hvordan mer syre påvirker effektiviteten. Det antas at høyere syrevolum (med to-tre omrøringer i løpet av behandlingstiden) ikke gjør delprosedyren mindre effektiv, og at mer materiale kan løses/korroderes, da mer H⁺ og kompleksdannende komponenter er tilgjengelig. En økning i 50 % av syrebruk tilsvarer dermed også en økning i 50 % av syrekostnad, som tilsvarer omtrent 16 kr.

Ved en annen innfallsvinkel gjør denne endringen forberedelse til delprosedyren mer forutsigbar. Den eksisterende delprosedyren gir en viss mengde 25 % AqR å blande, som avhengig av materialets egenvekt og porøsitet blir for mye eller lite. Om det ikke blandes nok syre må det blandes mer, men mengden er usikker. Ved å blande på denne måten vil det ikke kunne registreres gode data om hvor mye syre som går til spille. Forskjellene er dermed vanskeligere å sammenligne fra et økonomisk standpunkt. Et 1:2 forhold (1 g materiale = 2 mL AqR) kan sikre lignende behandling og forutsigbare data for både bruk, svinn og økonomiske hensyn.

For å unngå for mye unødvendige utgifter, men likevel gi en større kontinuitet i tilsetningen av syre, fins et tredje utestet alternativ. Alternativet kan være mer effektivt enn den eksisterende prosedyren, men å bruke mindre syre enn et 1:2 forhold tilsvarer. Bakgrunnen er at det tar tid å blande ekstra syre, men det tar også tid å veie inn materiale, regne ut nødvendig syremengde og blande syren. Samtidig peker forsøkene mot at det kan være mer effektivt å tilsette mer AqR, slik at den eksisterende delprosedyren fremdeles lett kan forbedres med enkle grep. For den eksisterende prosedyren regnes tilsetning av AqR til omtrent 200 mL. Syren skal blandes og etseprosessen skal igangsettes, som også

5. Tolkning og diskusjon

tar tid. Det kan dermed argumenteres at en fast tilsetning av AqR til prøvemateriale uansett vekt per 100 mL, kan være minst like effektiv. Spørsmålet om hva den faste tilsetningen skal være er da neste trinn. Tabell 5.1 viser generell fordeling av tetthet for 100 mL 250-500 µm materiale. Fra den går det frem at 100 mL materiale veier mellom 140 og 160 gram. Dette vil variere også fordi materialet ikke blir nøyaktig 100 mL hver gang. Ved å øke tilsetningen av AqR, men ikke helt til et 1:2 forhold kan materialet bli tilsatt mer syre, samtidig som det gir mindre utgifter enn det første forslaget. Ved samme tankegang som den eksisterende prosedyren, vil materialet tilsettes samme volum AqR uavhengig av vekt, men volumet kan med fordel økes noe. Det foreslås da å måle opp (omtrent) 100 mL pulverisert prøve, for så å tilsette 250 mL AqR til hvert beger uavhengig av sammensetning. Dette gir en økning i syretilsetning på omtrent 25 %, og en potensiell forbedring av delprosedyren, samtidig som det eliminerer behovet for ytterligere blanding.

Tabell 5.1: Vekt for 100 mL pulverisert materiale med følgende tetthet. Vektene er basert på gjennomsnitt av vektene som er registrert ved utførte forsøk. Tettheten vil også påvirkes av kornstørrelsen til materialet, da det kan være ulike mengder av små og større kornstørrelser i prøvematerialet. Bergartsnavn er også tatt med for referanse

Prøve	Vekt (g) per 100 mL	Omtrentlig tetthet (g/mL)	Bergart
LAPP-2	146	1.46	Granodioritt
LAPP-4	162	1.62	Granodioritt
LAPP-7	147	1.47	Pegmatitt
TYS-1	134	1.34	Granitt
GRÅ-1501	153	1.53	Gneis
GRÅ-1502	143	1.43	Gneis
GRÅ-1503	155	1.55	Gneis
REN-1509	149	1.49	Metasandstein
REN-1514	149	1.49	Metasandstein
REN-1515	143	1.43	Metasandstein
JÆR-1601	164	1.64	Granulitt
JÆR-1603	159	1.59	Granulitt
JÆR-1605	166	1.66	Granulitt

Alternativt kan materiale med høyere innhold av mørke mineraler (20 %?) tilsettes 250 mL AqR, og prøvene som har mindre mørke mineraler kan tilsettes 200 mL, og mindre enn 10 % mørke mineraler behandles for flotasjon.

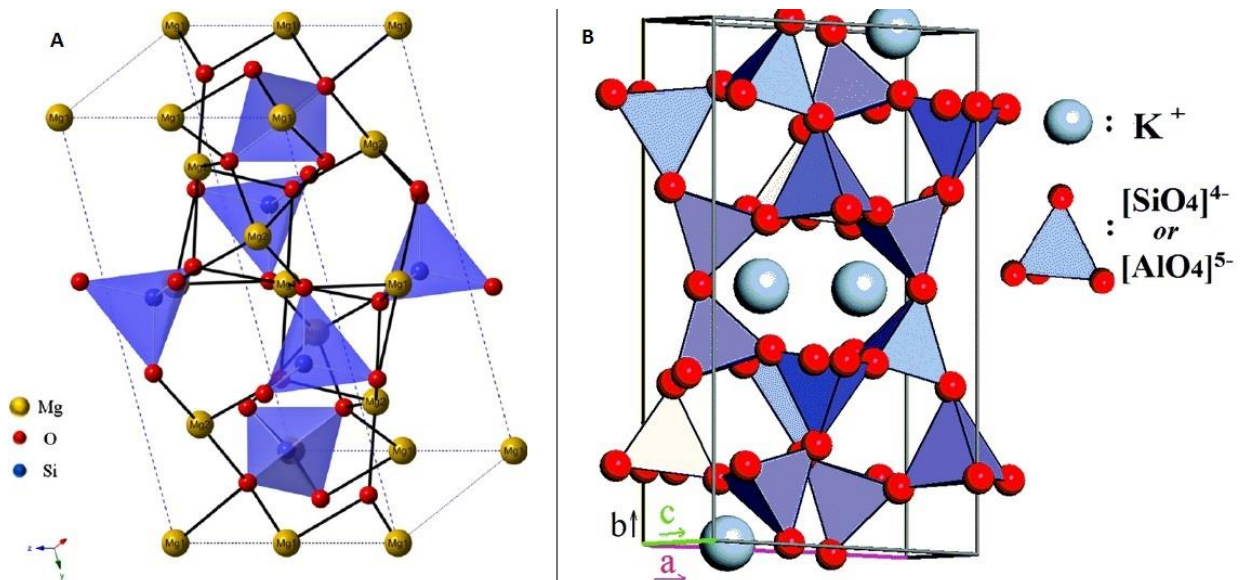
Eksempel: pegmatitter er lette å vurdere og behandle, da det lave glimmerinnholdet og mangelen på mørke mineraler tilsier at prøven kan gå rett til flotasjon, så til magnetseparasjon og HF/HNO₃-etsing. Metasandsteiner, gneis og granitter med middels innhold av mørk glimmer kan bli behandlet med 200

5. Tolkning og diskusjon

mL AqR og 100 mL NaOH. De glimmerrike bergartene (granodioritt og gneis), hvor innholdet av mørk glimmer overgår 20 volum % bør behandles med 250 mL AqR og 100 mL NaOH. Det samme gjelder granulitter, hvor innholdet av pyroksener er høyt, som også bør behandles med 250 mL AqR og 100 mL NaOH eller et 1:2 forhold mellom gram materiale og volum AqR.

5.3.2 Hvilke mineralgrupper angripes mest, og hvorfor? Har silikat-strukturen til de mørke mineralene noe å si for hvordan de reagerer med AqR?

Under etsing med AqR er det noen mineraler som angripes mer enn andre. Dette baseres på ulike egenskaper, som krystallform, grunnstoffinnhold og mangel av stabilitet under korroderende forhold. Deler av grunnen til at denne metoden kan benyttes for å isolere kvarts er at nettverkssilikater som feltspat og kvarts er svært stabile ved kjemisk nedbrytning/ved lav pH. Den svært sammensatte krystallstrukturen brytes altså ikke opp ved syrer/syreblandinger som HCl, AqR eller H₂SO₄. Mineraler med høyt innhold av alkalimetaller og jordalkaliene, plassert «lettere tilgjengelig» i krystallstrukturen, korroderes raskere. Pyroksener er bygget opp av enkeltkjeder, hvor kationene i stor grad ligger i mellomrommene mellom kjedene. Tetraedrene er stabile, men kationer frigjøres lett ut på grunn av lett tilgang og svakere bindinger (figur 5.3). Nettverkssilikater som feltspatene inneholder også jordalkalier, men på grunn av den «luftige» og sammensatte strukturen er grunnstoffene ikke mobile på samme måte da grunnstoffene er mer innestengt (figur 5.3). I bergartene som brukes i denne studien er det pyroksener, amfiboler og glimmer som reagerer mest med AqR.



Figur 5.3: Krystallstruktur for pyroksen enstatitt (A) og kalifeltspat (B). Merk at Mg i enstatitten er «lett tilgjengelig» i strukturen for forvitring og etsing, mens K i feltspat er mer pakket inn av Si-tetraedere. Modifisert fra Michel et al. (2012) og Skorina og Allanore (2015)

5. Tolkning og diskusjon

5.3.3 Hvorfor er det fremdeles mørke mineraler til stede etter behandling når løsningen er sur?

Ved endt AqR-behandling med mellom 18 og 24 timers behandlingstid, er løsningen fremdeles svært sur. Dette er forståelig for materialer der det ikke er mer å reagere med (materiale med lite mørke korn og generelt monomineralske korn), men det forekommer også for materialer hvor det etter endt behandling fremdeles er mørke korn til stede. At det er mørke korn i materialet etter en slik behandlingstid kan bety at reaksjonshastigheten til oppløsningen av disse mineralene er lavere enn for de mineralene som er helt eller delvis løst opp. En annen mulighet er at det ikke er tilstrekkelig H^+ eller kapasitet for oksidasjon til stede for å løse mineralene. Et tredje alternativ kan være at løsningen har oppnådd en likevekt og dermed ikke kan løse opp mer grunnstoffer.

Ettersom løsningen er sur ved endt behandling, er det fremdeles et overskudd H^+ i løsningen, men på grunn av nedbrytningen til AqR, forsvinner oksidasjonsevnen og noe av den kompleksende kapasiteten ($Cl_{2(g)}$ og $NO_{x(g)}$) ut av systemet. Da oksidering og kompleksing er en viktig del av AqR sin evne til å løse opp mineraler på kort tid, kan det dermed tenkes at en manglende evne til å gjøre dette vil føre til at enkelte mørke mineraler gjenstår etter endt behandling. Forvitningsstudier som omhandler nedbryting av mineraler påpeker at tid er en viktig faktor for oppløsning (Choquette et al., 1991; Schweda, 1994; Kuwahara og Aoki, 1995), slik at lengre behandlingstid potensielt kunne fjernet disse mineralene. Det er derimot vanskelig å forsvare økt behandling med lavere effektivitet, sammenlignet med for eksempel en ny runde AqR. Det er også vanskelig å forsvare den ekstra tiden som ville bli brukt på AqR, da mange av de mørke mineralene kan fjernes ved andre metoder, som totalt bruker mindre tid. Det kan også stilles spørsmålstegn ved når oppløsning/behandling med AqR blir ineffektivt.

5.3.4 Hva kommer boblene som dannes under AqR av?

Under AqR-behandlingen dannes det ofte bobler og luftlommer i materialet, uten noen tilsynelatende kilde. Det kan være to årsaker til luftlommene under delprosedyren. Den første årsaken kan være at på samme måte som i rent oppvarmet vann, vil det dannes små bobler i væsken. Boblene samles opp der den pulveriserte prøven er mer kompakt. Dette er en sannsynlig bidragsyter ettersom løsningen er omtrent 75 % vann. Den andre muligheten er frigjøring av for eksempel klorgass, nitrosylklorid ($NOCl$), nitrogenoksid (NO) eller kloramin ($NHCl_2$) ved nedbrytning av syren. Samtidig er det mulig å produsere gasser ved korrosjon av mineraler av AqR. I de vanligste litologiene er amfibol og de mørke glimmermineralene som angripes av AqR. Felles for disse mineralene er OH^- -grupper i strukturen, som potensielt kan produsere ekstra gass. Om oppløsningen er effektiv kan dette være bidragsyter til dannelse av bobler. Den mest sannsynlige grunnen til dannelse av bobler er en kombinasjon gassdannelse ved nedbryting av syren, med et lite bidrag fra bobler som dannes på grunn av det

5. Tolkning og diskusjon

oppvarmede vannet i løsningen. Alternativt kan oksygen fra vannkomponenten forbrukes i produksjonen av oksider, som kan frigjøre H^+ . I komplekse systemer som «bergart i AqR» er det usikkert hvordan reaksjonene ser ut, men ekstra H^+ kan enten reagere som syre eller i spesielle tilfeller danne H_2 -gass. Tilstrekkelig oppløsning av glimmer og amfibol vil også tilføre ekstra OH^- til løsningen, som kan reagere med H^+ og danne nye vannmolekyler, og reagere med for eksempel nitrogen fra HNO_3 for å danne NO_x -gass.

Det observeres større innhold av luftlommer ved høyere innhold av mørk glimmer, som underbygger hypotesen om at gassen i hovedsak frigjøres i reaksjon med disse mineralene.

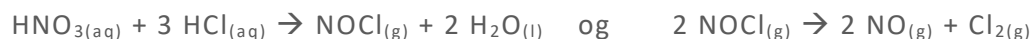
5.3.5 Innvirkning av temperatur på reaksjonshastighet og syrens løsningssevne

Kan løsningsreaksjoner, mellomprodukter og reaksjonshastighet bestemmes for delprosedyren?

Ved utføring av delprosedyren AqR (AqR/NaOH) er det ingen analyser som gjøres underveis. Det nærmeste som er gjort er analyse av det ferdigbehandlede materialet sammenlignet med originalt materiale. Ved denne typen analyse er det flere feilkilder, samtidig som det ikke tas høyde for prosessene som skjer underveis. Det er mulig en analyse av løsningen kunne gitt svar på mellomprodukter og løsningsreaksjoner, men det er ikke direkte interessant for delprosedyren som eksisterer for å fjerne uønsket materiale. Samtidig vil ikke kinetikk eller løsningsreaksjoner kunne bestemmes, da forsøkene ikke er utført i lukkede systemer. Det er heller ikke mulig å si noe om mellomstadier, da påvirkning av AqR spesifikt på mørke mineraler ikke er et mye studert emne. Av disse grunnene er det lite sannsynlig å kunne bestemme reaksjonshastigheten, ettersom det ikke foreligger nødvendige data for disse utregningene.

Hvor stor innvirkning har temperaturen for oppløsning av mineraler? Kan den økes for å øke oppløsningen?

Temperatur har en innvirkning på hastigheten til løsningsreaksjoner i vandige løsninger. For AqR må ikke temperaturen bli for høy, da syren ved romtemperatur brytes ned til flyktige produkter og gassmolekyler, som fører til at den mister effekt over tid. Dette vises med reaksjonene:



Ettersom prosedyren spesifiserer et varmeintervall er det grunn til å tro at 70 - 80°C intervallet, er der AqR er mest effektiv over lengre tid, uten at produksjonen av nitrogenmonoksid og klorgass ($NO_{(g)}$ og $Cl_{2(g)}$) blir for stor. Oppfølgingsspørsmålet er da om AqR-behandlingen kan utføres på kortere tid ved å øke temperaturen. Dette vil kunne øke reaksjonshastigheten til oppløsningen, men også øke produksjonen av de flyktige produktene av AqR. Systemet komplekseres av at AqR løser opp kationer fra materialet, som danner mindre flyktige klorkomplekser. Disse kompleksene vil ikke splittes og

5. Tolkning og diskusjon

danne gass på samme måte, og det er mulig at høyere temperaturer kan øke løsningen av kationer, og med det dannelse av klorkomplekser. Sammenligning med andre separasjonsprosesser viser at standard prosedyre er etsing (enten med HCl eller AqR) over natten mellom én og tre omganger. Studier av oppløsning av mineraler legger vekt på at etsetid har større virkning enn konsentrasjon av syren og temperaturen i systemet. Det kan dermed antas at langvarig etsing er bedre enn kortere etsetid med høyere intensitet. AqR-steget er det viktigste steget for å fjerne uønsket materiale, og det er dermed lettere å rettferdiggjøre at det varer et døgn. Lite aktivt arbeid i delprosedyren (igangsetting av delprosedyren, noen røringer og skylldagen etterpå), hjelper også å forsvare tiden som brukes på behandlingen.

5.4 AqR og bruk av NaOH i prepareringen

5.4.1 Hvilken NaOH metode er best?

Tilsetting av NaOH til glimmerrikt materiale har tidligere blitt omtalt. SiO₂ og nettverkssilikater løses raskere opp ved høyere pH (Faure, 1998). På grunn av dette burde det observeres større effekt på alle prøvematerialer ettersom materialet inneholder mest Si. Som nevnt tidligere er det også tid brukt på etsing som har størst effekt for oppløsning. Dermed burde ikke NaOH behandling i 2 timer (eller 10 minutter på høy varme, alt etter foretrukket metode) vise stor oppløsning av Si fra silikatene. Det er også verdt å merke at glassbeger hadde vært tilnærmet ubrukelige for all basisk behandling om dette var tilfelle. OH⁻ kan løse (amorf) silika i høyere grad enn H⁺ (Faure, 1998), men reaksjonshastigheten for denne oppløsningen er lav. Bruk av glassbeger til denne typen behandling er altså ikke problematisk.

For de glimmerrike bergartene er allerede mineralstrukturen delvis ødelagt etter AqR-etsing, og det er lettere for NaOH å reagere raskt med strukturen. Utfelling av hydroksider er også en hurtig prosess når det er mye kationer tilgjengelig. Det vurderes dermed at den korte NaOH-behandlingen (side 62) er like effektiv for fjerning av mineraler som det opprinnelig foreslåtte tillegget til AqR-delprosedyren (side 37). Etter NaOH må materialet skylles til nøytral pH, som regel med rundt fem skyllinger. Total tid som brukes på den første metoden er klart mindre, og den ønskede effekten på glimmer, nøytralisering av materialet og utfelling av løse kationer virker å være like god. Det merkes at aktiv arbeidstid går noe opp, men til sammen reduseres prøvebehandlingstiden. Av disse grunnene antas det at NaOH-behandling på høy varme i kort tid er den foretrukne behandlingsteknikken for glimmerrikt materiale etter endt etsing med AqR.

5. Tolkning og diskusjon

5.4.2 NaOH tilsatt rett til JÆR-prøver; hva er de brune hydroksidene?

Ved tilsetning av NaOH til ubehandlede JÆR-prøver ble det observert brune utfellinger (side 44). Det stilles spørsmål ved om NaOH begynner å løse pyroksener eller om det er rester og jernholdige små partikler som ikke har forsvunnet i tidligere skylling. Som tidligere konstatert synes ikke varm NaOH å påvirke pyroksener, selv over lang tid. Etersom JÆR-prøvene i stor grad består av pyroksen taler resultatene fra Choquette et al. (1991) mot dette. Denne studien benyttet i det første forsøket mineralkorn med 5 mm diameter, og i et senere forsøk kornstørrelser mellom 150 og 300 µm. Kornstørrelsene som benyttes er dermed i tilnærmet samme størrelsesorden som fraksjonene som benyttes i prosedyren ved Kosmolab. Det er allikevel mulig at den tilsatte NaOH i prosedyren kan påvirke mineralene, da prosedyren benytter 2,5 M NaOH sammenlignet med Choquette et al. (1991), som benytter 1 M. På den annen side benytter de lengre behandlingstid, der metoden i denne prosedyren kun utføres i to timer. Alle argumenter taler derfor mot oppløsning (med påfølgende utfelling av jern) ved tilsetning. De brune utfellingene oppsto også umiddelbart etter tilsetning, som peker på allerede løse kationer og jern som var tilgjengelig ved tilsetning. Forsøket som tilsatte NaOH rett til ubehandlet prøve ble utført i seks timer, uten merkbar endring i vekt sammenlignet med de andre forsøkene som ble utført i to timer. Det er heller ikke en merkbar forskjell i materialet fra 1 time behandling til 6 timer behandling.

5.5 Flotasjon

Flotasjon ble tatt i bruk for feltspat-separasjon som alternativ til tungvæskeseparasjon etter at Dean og Ambrose (1944) oppdaget hvordan HF-etsett feltspat flyter kombinert med kation-aminer, samtidig som det samme ikke skjer med kvarts. Metoden er mer miljøvennlig, billigere og raskere enn tungvæskeseparasjon. Den ble tatt i bruk i glass-/keramikk-industrien av disse grunnene, og har senere blitt utviklet videre for store mengder materiale. Metoden ble også tatt i bruk i vitenskapelige miljøer for å separere kvarts fra feltspat for analyser av mineralene separat. Delprosedyren har ikke så mye som kan forandres, men det er utført forsøk for å forstå mer om hva som påvirker delprosedyren, og hvordan rekkefølge av delprosedyrer påvirker hvor godt flotasjon vil fungere.

5.5.1 Hva er forutsetningene for god flotasjon?

Ved prosedyren som benyttes ved Kosmolab er det visse forutsetninger for å utføre god flotasjon. Det viktigste er at materialet er brutt ned til monomineralske korn. Om dette ikke er tilfellet er det sannsynlig å få høyere tap av kvarts til F-fraksjonen, eller at K-fraksjonen er heterogen. Dette er ikke noe som kan påvirkes i stor grad på forhånd, da pulverisering også må avbrytes på et punkt for å hindre for høy produksjon av finstoff.

5. Tolkning og diskusjon

Videre må det utføres tilstrekkelig forbehandling for å preparere feltspatflatene slik at flotasjon fungerer optimalt. Forsøkene har vist at enkelte prøver, som sparagmittene og den feltspatrike granulitten, ikke reagerer optimalt på flotasjon selv med forlenget behandlingstid. Det er da lite som kan forandres med disse for å forbedre flotasjon, og videre behandling må involvere koking med ortofosforsyre. Det trengs også et passende CO₂-trykk. Dette skal være fast innstilt ved oppsettet, men et trykk på 2 bar er ønskelig for å sikre tidlig og fungerende flotasjon. Til sist er det ønskelig med så lite glimmer som mulig, slik at prøvematerialet er tilstrekkelig «anriket» og det er lavere sannsynlighet for at glimmer tar med kvartskorn i flotasjonsprosessen.

5.5.2 Hvorfor benytter Kosmolab 250-500 µm fraksjon til preparering?

Flotasjonsprosesser for glass og keramikkindustrien benytter i stor grad en lavere kornstørrelse, enn det som blir benyttet for datering av bergartsflater (Burat et al., 2007). Ved andre laboratorier blir ofte 250-710 µm benyttet til samme type preparering (Reusche, 2017). Kornstørrelser som er mindre enn 250 µm benyttes ikke, da mindre korn er upraktisk i forhold til dannelsen av «slam». Dette er kornstørrelser som i større grad vil forsvinne ved skylling. Den øvre grensen er satt fordi det er større sannsynlighet for monomineralske korn når mineralkornene er mindre enn 500 µm. 500-710 µm fraksjonen vil kunne gi monomineralske korn om prøven er en pegmatitt, kvartsgang eller grovkornet granitt. Ved mer finkornede bergarter (båndet gneis, dioritter og lignende) er det mindre sikkert, da mineralkorn kan henge sammen og ikke skilles i pulverisering.

I industrisammenheng viser store deler av litteraturen til bruk av 150 ±38 µm (Burat et al., 2007; Vidyadhar og Hanumantha Rao, 2007). Dette er den samme litteraturen som argumenterer for pH-kontroll og bruk av for eksempel H₂SO₄. På grunn av miljøhensyn er det utviklet flere alternative flotasjonsprosesser, selv om HF-basert flotasjon gir svært gode resultater (Burat et al., 2007). Det typiske oppsettet for industriell flotasjon av kvarts/jern- og titanholdige mineraler fra feltspat baseres på: liten kornstørrelse, pH mellom 2 og 2,5, tilsetning av dodecylaminer og sulfanater, samt en flotasjonscelle. De ulike teknikkene baseres enten på å flotere feltspat bort fra det uønskede materialet, eller å flotere det uønskede materialet fra feltspaten/kvartsen for så i neste runde å fjerne feltspaten fra kvarts. Dette skjer ofte i mer enn én runde, der ulike reagenser tilsettes for å aktivere mineraler med ulike egenskaper. Vanligvis gjøres det først flotasjon av titan/jernholdige oksider og silikater, for så i neste kammer å flotere feltspaten bort fra kvarts.

5.5.3 Behandlingstid for AqR til flotasjon kontra flotasjon til AqR?

Det anslås at et sett (seks individuelle prøver) som går fra flotasjon til AqR resulterer i to dager behandlingstid (rundt 10 aktive arbeidstimer), før den er klar for magnetseparasjon. Til sammenligning vil den etablerte prosedyren for et slikt sett bruke 4 dager (anslås 9 aktive arbeidstimer), forutsatt at materialet tørkes mellom delprosedyrer, for å komme til det samme punktet. Flotasjon før AqR er da den mest effektive ruten å gå for mange bergarter, i den forstand at det tar kortere tid før materialet er klart for HF-etsing. Det er som kjent noen krav som må oppfylles for at delprosedyrene skal kunne utføres i denne rekkefølgen. Videre kan AqR droppes for svært kvartsrike prøver, dersom det er synlig ren kvarts med enkelte svarte korn/korn med belegg. Men når skal AqR benyttes, og hvorfor?

For denne sammenligningen benyttes LAPP-7 (pegmatitt) og GRÅ-1501 (gneis), som begge skal kunne behandles med den foreslåtte prosedyren. Pegmatitten viser i praksis et ikke-eksisterende innhold av mørke korn, mens gneisen har en andel biotitt i tillegg til mørke oksider. Fra AqR-etsing av begge prøvene ble det observert at Fe går i løsning (tabell 4.8), hvor det er klart større andel (10 ganger mer) som forsvinner fra gneisen. I gneis fjernes Fe hovedsakelig fra biotitt og andre mørke mineraler, men den visuelle forandringen for kornene til pegmatitten peker mot misfarging av kvarts/feltspat med for eksempel utfellinger av jern. Råmaterialet til pegmatitten kan beskrives som lys oransje, som i starten ble antatt å skyldes varianten av feltspat. Misfargingen antas nå å komme av at kornene er dekket av oksidert jern. Etter AqR-etsing av råmaterialet observeres det at fargen forsvinner og det som gjenstår er en blanding av bleket feltspat og kvarts. Løsningen hadde en tydelig sitrongul farge, og er mye lysere enn løsningen fra GRÅ-1501 hvor løsningen hadde en dus oransje farge. Etter endt behandling er også GRÅ-1501 nesten lyst, med kun enkelte mørke korn. Disse observasjonene kombinert med forskjellen i jernkonsentrasjon peker mot at pegmatitten, som tross mineralogisk mangel på jernrike mineraler med fordel kan syrebehandles før HF-etsing. Dette virker også å være tilfellet for gneisen, da enkelte misfarginger forsvinner og kvartskorn med mørke lag ikke er like hyppig forekommende i materialet etter AqR-behandling. Dette steget er viktigere for materiale med misfarging og situasjoner hvor det er lite tilgjengelig materiale. Alternativet for materiale der enkelte kvartskorn er delvis dekket av mørkt materiale er å la disse forsvinne i magnetseparasjon. Dette forutsetter at det er rikelig materiale til stede. Når materialet vurderes å være monomineralsk er det klart for HF/HNO₃-etsing i ultralydbad før renhetsanalyse. Det tar derfor færre dager å preparere prøver slik at de er klar til ultralydbad, om AqR-trinnet droppes.

5.5.4 Hvorfor reagerer ikke sparagmitter og JÆR-1601 på flotasjon?

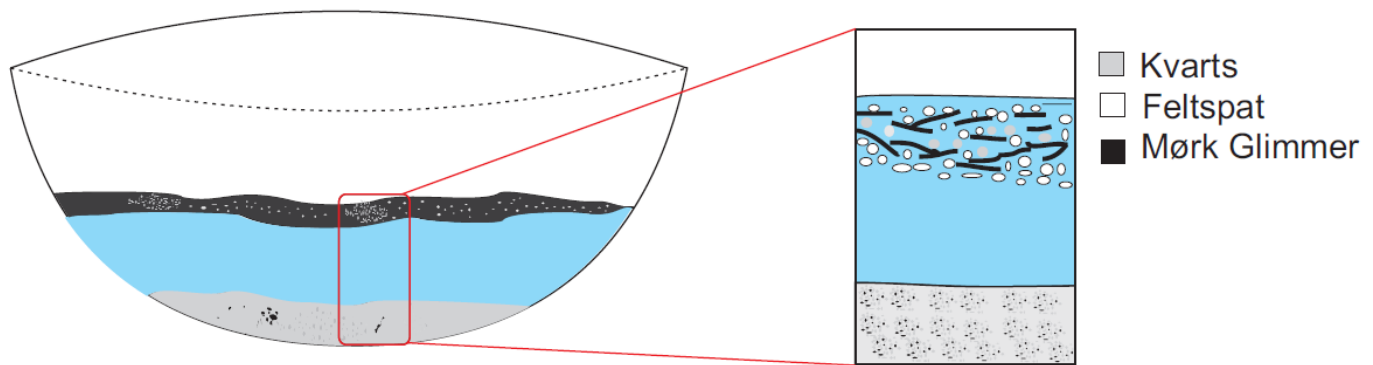
Det er usikkert hvorfor sparagmitter ikke reagerer på samme måte i flotasjon som andre bergarter. Sett i tynnslip er det tydelig at hoveddelen av kvartskornene ikke opptrer sammenbakte, i den forstand at matriks, feltspat og kvarts går inn i hverandre uten klare korngrenser. Hypotesen for sparagmittproblemet er dermed at kornene er for sammensatte og at metamorfose/diffusjon har forurenset kornene. Av den grunn vil ikke ytterligere etsing eller mer konsentrert syre forbedre flotasjon for disse bergartene, da mer etsing bare frigjør en ny flate med samme sammensetning.

Det er tydelig fra flotasjon av granulittene at JÆR-1601 er like problematisk som sparagmittene. Flotasjonen gir en liten heterogen K-fraksjon og mye kvarts i F-fraksjon, på tross av en sammensetning som i teorien skal gi monomineralske korn og uproblematisk flotasjon. Ved å se på tynnslipet av JÆR-1601 er det tydelig høyt innhold av feltspat, og kvartskornene er tilsynelatende ikke monomineralske. Enkelte steder er det usikkert hvor plagioklasen begynner og kvartsen slutter. Samtidig observeres det mye sprekker i kvartsen, og enkelte sprekker viser tilsynelatende innfylling av plagioklas. Dette viser delvis den samme problematikken som fra sparagmittene, hvor kvartsen virker feltspatifikert. Det er usikkert på hvilket stadium i metamorfosen blandingen forekommer, men det er spor av trykkavlastning i mineralene, deriblant parallelle sprekker. Det er dermed mulig at blanding forekommer i både metamorfose og trykkavlastning. Problemet er ikke observert for de andre granulittene eller i metasandsteinen. Uten historien fra kildeområdet til disse bergartene er det vanskelig å vise til en konkret grunn for blandingen. Sparagmittene er del av Hedmark gruppen, og er hovedsakelig representert av Røa skyvedekket og Osen skyvedekket, med en transportavstand mellom 200 og 400 km (Nystuen, 1981). Sparagmittbassenget regnes å være pre-kambrisk og tektonisk bevegelse er forbundet med den kaledonske fjellkjededannelsen. Granulittene tar navn fra granulitt-fascies som blant annet forbindes med høy grad av metamorfose i regionalmetamorfose. Det er dermed mer grunnlag for metamorf sammenbaking for JÆR-1601 enn for sparagmittene.

5.5.5 Hvilken påvirkning har glimmer på flotasjon?

Under flotasjon av materiale rikt på biotitt (for eksempel LAPP-2), ble det observert at mye kvarts forsvinner til F-fraksjonen. K-fraksjonen var ikke homogen på tross av at mye av biotitten blir med i F-fraksjonen (resultat side 51). Den store mengden mørk glimmer virker derfor å aktivt motvirke god flotasjon. Dette kan forklares på flere måter. Den mest innlysende grunnen for at store mengder glimmer er problematisk for flotasjon, er mineralformen. Flakstrukturen til glimmer vil i flotasjon kunne danne større sjikt og kan dra med kvarts og feltspatkorn på veien opp (figur 5.4). Sjiktene kombineres med at det ubehandlede materialet ikke er «anriktet» i kvarts slik som behandlet materiale vil være.

5. Tolkning og diskusjon



Figur 5.4: Illustrasjon som viser hvordan glimmer kan ta med kvartskorn opp under flotasjon om det er nok glimmer i materialet til å danne sjikt. Feltspat fanges også av sjiktene, men disse kornene skal flyte, slik at glimmeret ikke gjør en forskjell.

Tilstedeværelsen av oksider og mørke silikater ser ikke ut til å ha noen særlig effekt på kvarts og feltspat sine egenskaper til å flyte. Dette vises for granulittene der feltspaten flyter godt på tross av oksider og mørke silikater.

Hvorfor er det anbefalt en øvre glimmergrense?

Den øvre glimmergrensen fungerer som et av flere verktøy for å kunne skreddersy prepareringsprosedyrer for bergarter med enkle variabler. Dersom enkelte av prøvene kvalifiserer for å gå rett til flotasjon, vil dette redusere bruk av syre og gjøre prosedyren mer tidseffektiv og billigere.

I noen tilfeller må det utføres flere omganger med flotasjon, enn om materialer er behandlet med AqR. Det kan argumenteres å være mer tidseffektivt, da prøvene kan være klare for HF/HNO₃-etsing tidligere, med sammenlignbare resultater. Totalt er det brukt mindre tid per prøve, men et høyere antall aktive timer benyttes, da AqR ikke kan regnes som en svært aktiv delprosedyre. Til sammenligning benyttes mellom 1-2 timer på forarbeid for AqR, og samme mengde tid for skylling og vask av utstyr etter behandling. For flotasjon vil forbehandling ta omtrent én time, og rundt 15 minutter per flotasjon. Disse tidene baseres på 12 beger i AqR og 10 flasker i flotasjon (personlig kommunikasjon med Lars Evje). AqR summeres dermed opp til 3-4 timer aktivt arbeid og 18 timer passivt arbeid. Flotasjon kan summeres til 1 time passivt arbeid, og for et sett på 10 flasker brukes rundt 4 timer aktivt arbeid. Det er dermed en besparelse i antall aktive timer for et sett som kvalifiserer for direkte flotasjon. Glimmergrensen vil dermed kunne føre til tidsbesparing og et lavere antall aktive timer som benyttes for aktuelle bergartsgrupper.

5.5.6 Vil Fe påvirke flotasjon av 250-500 µm-fraksjon negativt?

I kvarts-feltspat industrien er det flere grunner til å fjerne Fe-holdige mineraler før flotasjon. Den viktigste grunnen er at etter flotasjon skal materialet være homogent nok til å gå til produksjon. Jernholdige mineraler kan føre til misfarging på glass/keramikk-produktene (Burat et al., 2007; Heyes et al., 2012). Å fjerne dem før smelting er dermed svært viktig for å få rene produkter. En annen grunn er at i systemene som industrien benytter vil Fe kunne «aktivere» kvarts (gjøre at kvartsen flyter) ved tilsetning av kjemikaliene som skal separere kvarts fra feltspat (Heyes et al., 2012). Den vanligste metoden er først å flotere bort jern- og titanholdige mineraler, for deretter å utføre kvarts-feltspat flotasjon. Dette kommer også etter en magnetseparasjon av sanden som skal separeres (Burat et al., 2007).

Hvorvidt Fe påvirker flotasjon i kornfraksjonen som benyttes for prosedyren ved UiB kan det derimot stilles spørsmålsteget med. I industrien benyttes 150 µm-fraksjonen og den størrelsen krever andre forhold for å igangsette og gjennomføre god flotasjon. Forsøkene i optimaliseringsprosjektet viser at Fe ikke har noen nevneverdig innvirkning på flotasjonsforholdene for delprosedyren som benyttes. Stålbolleprosedyren har helt andre forutsetninger enn flotasjonscelleprosedyrene, da det ikke er de samme forbehandlingsmetodene eller utførelsene av flotasjon. Det største problemet med jernholdige mineraler i 250-500 µm fraksjonen, er forskjellen i vekt for flotert materiale i forhold til vekten etter magnetseparasjon. Forskjellen etter magnetseparasjon for JÆR-1603 og JÆR-1605 viser tap mellom 14 % og 58 %. Granulitter trenger dermed tidlig behandling med håndmagnet og flere flotasjoner for å generere tilstrekkelig mengde kvarts.

5.5.7 Effektivisering av flotasjon: en reise gjennom endringer uten positive resultat

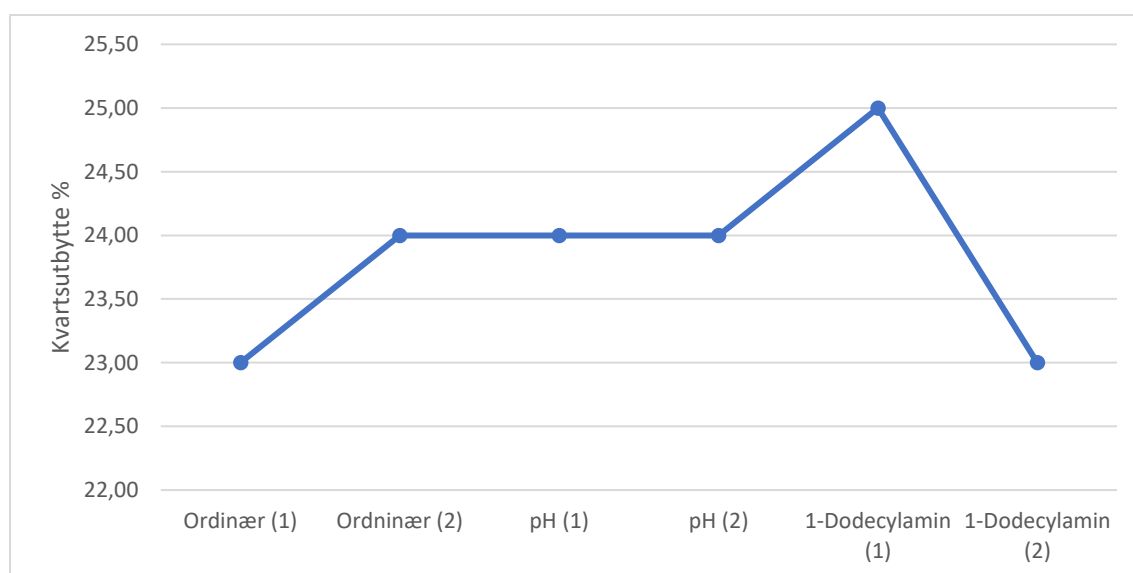
Flotasjonsprosedyren var svært lite effektiv i starten av prosjektet, da den ikke kom skikkelig i gang før tredje runde med tilsatt karbonert flotasjonsagens. I resultatkapittelet omtales forsøkene som ble gjort for å finne en endring til delprosedyrene. Disse ble utført for at flotasjonsprosessen skulle kunne starte tidligere. Kvartsutbyttene viser (figur 5.5) at det ikke er noen reell forskjell på utbyttet ved de ulike forsøkene. pH ansees som en svært viktig variabel for effektiv flotasjon i industrisammenheng (Heyes et al., 2012). Å ha tilstrekkelig lav pH (rundt 2), gjør at kornstørrelsene som forbindes med industri, aktiveres for flotasjon. Men da hypotesen om hvorvidt pH påvirket flotasjon for 250-500 µm-fraksjonen, var det tvil om hvorvidt en senkning ville forbedre delprosedyren.

Som beskrevet av Burat et al. (2007) ble H₂SO₄ benyttet i forsøkene, for å senke pH til rundt 2. Det var en liten forbedring, da flotasjon begynte ved andre tilsetning av karbonert 1-dodecylamin. Det å opprettholde lav pH i et manuelt flotasjonssystem krever mye ekstraarbeid. I og med at pH-justering ikke førte til merkbart bedre flotasjon, bør ikke dette videreføres.

5. Tolkning og diskusjon

Som vist i resultatene (side 49) ble det observert flytende materiale i flaskene som ble tilsatt 1-dodecylamin i forbehandlingen til flotasjon. Forsøket ble utført før gasstrykket ble satt opp, og det ble forsøkt å gjøre endringer for å forbedre og fremskynde flotasjon. Det ble ikke noen tydelig endring i flotasjonsmønster for materialet hvor agensen var tilsatt på forhånd. Det ble heller ikke et høyere kvartsutbytte for prøvematerialet (figur 5.5), som peker mot at det ikke har noen effekt

Dette forklares med at reaksjonene mellom 1-dodecylamin og de ferdig etsete strukturerne er raske. HF-etsing gjør overflatene til feltspatkorn mottakelig for å reagere med agensløsninger, og frigjør strukturer som flotasjonsagensen kan reagere med, som så kobles til boblene. Det vil dermed ikke være noen effekt i å ha lenger reaksjonstid med flotasjonsagensen. Det er dermed bare etsingen av flatene som krever tid.

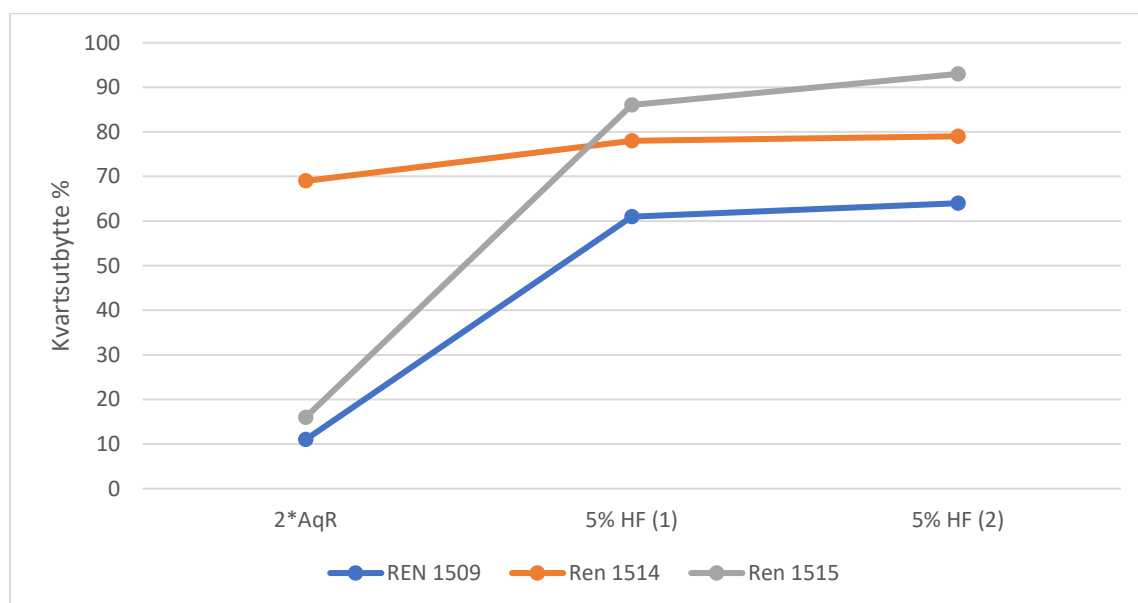


Figur 5.5: Kvartsutbytte for flotasjon i forsøkene som hadde som mål å forbedre og effektivisere flotasjonsmetoden. Prøven som benyttes er SVE-0838. «Ordinær» 1 og 2 ble forbehandlet med to omganger AqR, pH 1 og 2 ble tilsatt H_2SO_4 gjennom flotasjon for å holde pH rundt 2 og 1-Dodecylamin ble forbehandlet med AqR to ganger og springvann i HF-etsing ble erstattet med flotasjonsagens.

Delprosedyren ble forsøkt skreddersydd for sparagmittene, da de gir heterogene K-fraksjoner. K-fraksjonens homogenitet ble derimot ikke forbedret da CO_2 -trykket ble hevet. Ettersom homogenitet i K-fraksjonen er den viktigste egenskapen etter flotasjon, ble det forsøkt å endre forbehandlingen for å oppnå dette. Materiale som forbehandles to ganger med AqR og behandles som normalt ved flotasjon, er referansemateriale for testingen. Det ble ikke observert noe tidligere flotasjon i noen av disse prøvene, men figur 5.6 viser at den registrerte vekten av K-fraksjonen øker for prøvene som ble forbehandlet med høyere konsentrasjon av HF, i dobbelt så lang tid. Ved å kun studere figur 5.6, peker dataene mot at endringen i delprosedyren kan forbedre flotasjonsevnen til disse bergartene.

5. Tolkning og diskusjon

Dessverre er K-fraksjonen ikke homogen, og det er usikkert hva den faktiske kvartsmengden som kan hentes fra prøvene er. REN-1514 viser like høyt utbytte for alle behandlinger og viser en homogen K-fraksjon. Det kan tenkes at det høye utbyttet for 5 % HF betyr at det er en øvre grense for hvor lenge materiale kan forbehandles før etsingen mister sin virkning. Det er usikkert hvilken konsentrasjon HF som benyttes ved automatiserte flotasjonsprosedyrer, da de kun oppgis i kg per tonn sand. Larsen og Kleiv (2016) har videreutviklet flotasjonsprosedyrer for industribruk (med simulerte automatiske systemer). Her benyttes det konsentrert HF (40 %) til preparering, og behandlingen varer i fem minutter. Denne prosedyren benytter en polyoksyethyl-eter, som skum-danner og trykkluft tilføres for å lage bobler. En tydelig forskjell mellom laboratorieprosedyren og industriprosedyren, er forskjellen i forbehandling og at karbonert væske benyttes på laboratoriet. I laboratorieflotasjon er det ikke økonomisk fordelaktig, trygt eller lovlig å benytte 40 % HF ettersom delprosedyren foregår utenfor avtrekksskap. En slik konsentrasjon av HF vil også begynne å (sakke) angripe kvartsen, og det er ikke klart om høyere konsentrasjon ville forbedret delprosedyren. Reaksjonene på flotasjon for prøvematerialet som ble forbehandlet med 5 % HF indikerer at høyere konsentrasjon ikke forbedrer delprosedyren.

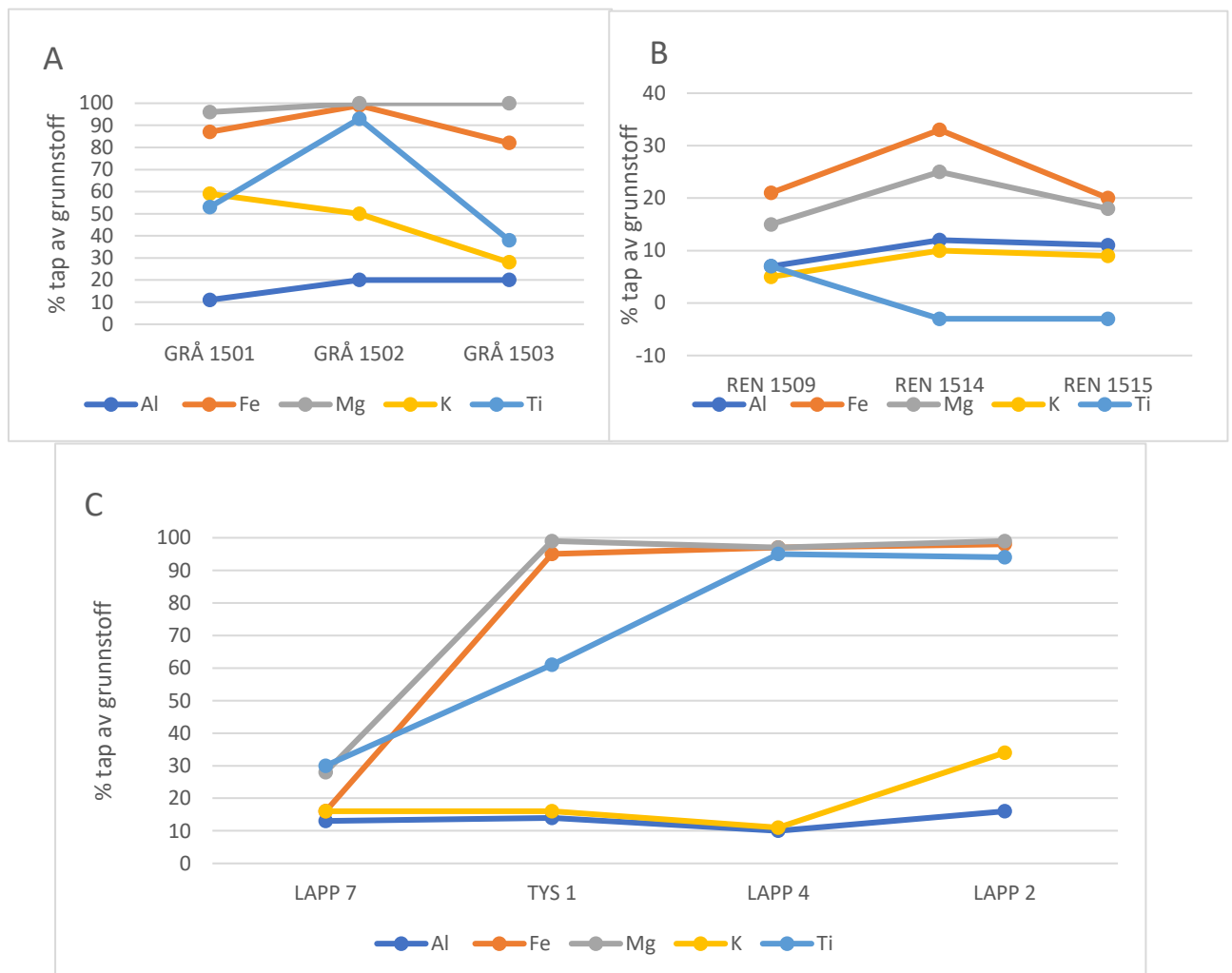


Figur 5.6: Kvartsutbytte for flotasjon av REN-prøvene, med varierende forbehandling i et forsøk på å forbedre flotasjon av sparagmitter.

5.6 ICP-OES

5.6.1 Sammenligning av ICP-OES data for bergartsgrupper

Figur 5.7 viser tap av grunnstoffer for de analyserte bergartene. De fleste av grunnstoffene forbindes med viktige bergartsdannende mineraler, som gjør at disse dataene kan indikere tap av mineraler i AqR-steget. Dataene gir også en pekepinn mot hvilke grunnstoffer som mobiliseres, og gjør sammenligning innad i bergartsgrupper mulig. Der bergartene innenfor gruppen oppfører seg likt kan dataene underbygge observasjonene fra AqR-steget.



Figur 5.7: Sammenligning av tap av et utvalg grunnstoffer for de ulike bergartsgruppene basert på dataene fra tabell 4.8. A viser tap av grunnstoffene gjennom AqR for gneis. B viser tapet av grunnstoff for sparagmitt og metasandsteiner. C viser tap av grunnstoffer i granitt, granodioritt og pegmatitt. For C sorteres bergartene etter gruppering, slik at granodiorittene kan direkte sammenlignes.

Gneis viser noen overraskende trender, med tanke på tap av K, som er forbundet hovedsakelig med glimmer og kalifeltspat. Tap av K fra gneisene reduseres med økende biotitt-innhold. Det er tydelig at

5. Tolkning og diskusjon

tilnærmet all Fe og Mg fjernes fra gneisene, som indikerer at all biotitt fjernes fra materialene. Tynnsliipsanalysen av GRÅ-1503 viser at den dominerende feltspattypen er en form for plagioklas. Dette peker mot et lavere innhold av alkalifeltspat, slik at hovedkilden til K i bergarten bør være glimmer. Ved et tilsynelatende tap av glimmer i GRÅ-1503 som overskrider 30 %, stilles det spørsmål med hvor den resterende konsentrasjonen av K er bundet opp. I tillegg er disse prøvene behandlet med NaOH for maksimal fjerning av glimmer og er utsatt for et høyere antall skyllinger. Det lave tapet i K kan begrunnes på to måter. Alternativ én er at andelen av alkalifeltspat, som ikke løses i AqR eller NaOH, er mye høyere enn opprinnelig antatt. Alternativ to er at glimmeret brytes ned til en form for leirmineral som binder opp K. Etersom K er et mobilt grunnstoff ved lave pH-forhold er det usikkert hvilke mineralfaser som skal kunne binde opp K i et slikt korroderende miljø. Merk også at analyser er gjort etter skyll, slik at all K i mobil fase skulle være borte. Det mest sannsynlige alternativet er dermed et høyere innhold av K i feltspatene for alle gneiser enn tidligere antatt. Forklaringen underbygges av den nærmest totale mangelen av Fe og Mg etter behandling. Dette underbygges også av at registrert tap av Al stiger med økende glimmerinnhold. Om en fase av leirmineral ble dannet under delprosedyren ville konsentrasjonen av Al være mer stabil enn den allerede er. I de andre gneisene er det sannsynlig at tap av K kan indikere glimmertap, ettersom innholdet er lavere og det vises et høyere tap av grunnstoffet. Et annet aspekt av dette er at innholdet av mineraler er basert på tynnsliip fra originalprøven, som allerede har blitt utsatt for fraksjonering etter knusing, pulverisering og påfølgende skylling. Det betyr at glimmerinnholdet allerede er lavere i materialet som behandles med AqR enn det antatte innholdet for bergartene. At albittkomponentene i plagioklas potensielt kan inneholde opp mot 10 % K og fremdeles være stabile, underbygger hypotesen om kilden til K. Når GRÅ-1501 viser et 60 % tap av K indikerer dette at glimmer utgjør den mengden, og at den resterende konsentrasjonen av grunnstoffet kommer fra en alkalifeltspatkomponent i plagioklas (antatt 20 % innhold plagioklas for bergarten).

Figur 5.7 B viser at tap av grunnstoff i metasandsteinene følger de samme trendene for alle de illustrerte mineraldannende grunnstoffene. Det stilles spørsmål ved hvorfor Mg og Fe ikke viser høyere tap, da bergartene i stor grad består av mineraler som ikke inneholder disse grunnstoffene. Det antas at innholdet av disse grunnstoffene kommer fra utfellinger, opake korn (som antas å være blandinger av Fe-holdige oksider) og andre mineralfaser i sementen til metasandsteinene. Disse fasene burde i stor grad ha blitt fjernet gjennom etsing og skyllingsprosesser, men kan være et resultat av at mineralkornene enda ikke er monomineralske. Det gjør at fasene fremdeles er en kilde til grunnstoffene fra sement som gjenstår i fraksjonen etter endt behandling. Dette kan også påvirke hvordan bergartene reagerer på flotasjon. Det måles høye konsentrasjoner av Fe i samtlige metasandsteiner, hvor sparagmittene viser mellom 4.000 og 12.000 ppm i ubehandlet materiale, og

5. Tolkning og diskusjon

mellom 400 og 1300 ppm Mg (tabell 4.8). Det er fremdeles usikkert hva som er kilden til disse grunnstoffene, da ingen av de observerte mineralene inneholder dem i utgangspunktet.

Videre er det forventet tap av Al og K, da det er lite glimmer til stede og det ble observert tap av feltspat i skyllingsprosessen. At tapet av disse grunnstoffene følger samme mønster for bergartene er dermed ikke overaskende.

Figur 5.7 C viser at granitter og granodioritter reagerer tilnærmet likt på AqR-behandling. Dette er ikke overaskende med tanke på at det mineralogiske innholdet er lignende, og de har samme dannelsesforhold. Bergartene med et høyt biotitt-innhold viser den samme trenden i tap av Mg og Fe som observeres i figur 5.7 A. Tap av Mg og Fe kan benyttes som indikator for tap av mørk glimmer. Figuren viser også et tap i K og Al som underbygger fullstendig fjerning av glimmer (mindre enn 20 % tap av grunnstoffene, som sammenfaller med mindre enn 20 % glimmer). Dette underbygges også med økningen i tap av K (fra under 20 % til nær 100 %) for LAPP-7 sammenlignet med LAPP-2. Det er interessant å se at TYS-1 og LAPP-4 følger samme tapsmønster for K og Al som LAPP-7, som inneholder en stor mengde lys glimmer, men ikke biotitt. Det observeres også at selv om LAPP-7 ikke skal bestå av mineraler som inneholder Fe og Mg, observeres et forholdsvis lavt tap av disse grunnstoffene. Tabell 4.8 viser et Fe innhold på nesten 2500 ppm for LAPP-7, men et svært lavt tap. Dette indikerer at Fe i pegmatitt er del av en mineralfase som ikke reagerer like mye med AqR. Dette kan være mineraler som jerngranaten almandin. Det samme gjelder Mg-innholdet som er klart lavere enn Fe, men som også kan kobles mot granaten pyrop. Det er klart at granater ikke reagerer i AqR eller flotasjon ettersom den magnetiske fraksjonen fra LAPP-7 kun består av granater.

Tap av Ti i bergarter er også interessant, da grunnstoffet ikke går inn i bergartsdannende mineralfaser. Ti er i større grad forbeholdt aksessoriske mineraler som titanitt, rutil og ilmenitt, og disse mineralene forbindes blant annet med felsiske bergartsgrupper. Blant annet på grunn av dette brukes tilstedeværelse av Ti i XRF-skanninger av sedimentkjerner for å finne lagene som er rike på silt og glasialt erosjonsmateriale (Croudace et al., 2006). Ti burde løses i AqR (løses i både HCl og HNO₃) (www.inorganicventures.com) og det stilles spørsmål med hvorfor Ti ikke viser høyere tap for de fleste bergartene, slik som Mg og Fe.

Figur 5.7 A viser en stor variasjon i tap av Ti for gneisene, hvor GRÅ-1502 har det største tapet for bergartsgruppen. Ettersom Ti skal kunne mobiliseres, begrunnes lavt tap med at mineralfasene grunnstoffet sitter i, ikke reagerer med AqR slik som eksempelvis granat. Som tidligere nevnt (side 47) forbindes opake korn i tynnslip med oksider som er blandet med ilmenitt. Det er derfor tenkelig at mye av mobiliserbar Ti kommer fra slike opake korn som har blitt observert i alle gneisene. Denne observasjonen er også gjort for mange av de andre bergartene, med unntak av pegmatitt. De

5. Tolkning og diskusjon

analyserte bergartene viser svært varierende tap av Ti, fra ingen i REN-1514 og REN-1515, til fullstendig tap i LAPP-4 og LAPP-2. Det kan dermed tenkes at bergartene som viser fullstendig tap har Ti konsentrert i ilmenitt og opake korn som kan løses opp i AqR. Med samme logikk kan det tenkes at LAPP-7, GRÅ-1502 og GRÅ-1501 har et større innhold av Ti-faser som ikke er like lettløselige i AqR.

5.6.2 Konsentrasjon av aluminium i sparagmitter

REN-prøvene viser generelt høye Al-konsentrasjoner etter fullført preparering. Al forbindes med glimmer og feltspat, men glimmer er lite til stede i bergartene. Det regnes at Al i disse bergartene kommer fra feltspatmineralene. Rosa kvarts er forbundet med mikronåler og nano-inkludjoner av Al-B-silikatet dumortieritt ($\text{Al}_7(\text{BU}_3)(\text{SiO}_4)_3\text{O}_3$). Det spørres om dette kan være grunnen til at K-fraksjonen ikke får $[\text{Al}] < 50$ ppm?

Før kvartsprøvene kan løses opp for ekstraksjon av Al/Be må de analyseres med hensyn til renhet. Prøvene skal ideelt sett ha lavere konsentrasjon enn 50 ppm Al for å være klar til oppløsning. Konsentrasjonen bør med det opprinnelige arbeidet være under denne grensen, blant annet for å kunne måle ^{26}Al i tillegg til ^{10}Be (Kohl og Nishiizumi, 1992). Nyere arbeid med optimalisering av ^{10}Be jobber ut fra at den laveste $[\text{Al}]$ er 150 ppm (Corbett et al., 2016). Prosedyren ved Kosmolab bygger fremdeles på Kohl og Nishiizumi (1992), samtidig er det greit å fjerne Al som ikke er til stede i kvartsen. Dette er problematisk for enkelte prøver, spesielt for prøver som REN-1509 og REN-1515 som viser svært høye Al-konsentrasjoner selv når prøvene visuelt skal bestå av bare kvarts (samtaler med Henriette Linge). Dette er den rosa kvartsen, som viser til at det må være forurensinger til stede. Applin og Hicks (1987) undersøkte rosenkvarts i et forsøk på å beskrive fibre som ble observert i kornene. Disse fibre ble beskrevet som grunnen til fargen på rosenkvarts. Etter undersøkelse med elektronmikroskop og røntgendiffraksjonsanalyse, er det klart at mikrofibre tilsvarer mineralet dumortieritt. Dette mineralet har den ideelle formelen $(\text{Al}, \text{Fe}^{3+})_7\text{O}_3(\text{BO}_3)(\text{SiO}_4)_3$, og kan være med å forklare det ekstra innholdet av Al i prøver med rosa kvarts. Alternativt kan den rosa kvartsen, som tidligere nevnt, være korn som består av både alkalifeltspat og kvarts. Observasjonene fra optisk mikroskopi peker mot at en blanding er mulig, men det er uklart hvordan den skal kunne utføres.

5.7 Magnetseparasjon

Magnetseparasjon er som tidligere nevnt en viktig del av prosedyren, da det fjerner resterende uønsket magnetisk materiale fra prøvematerialet før HF/ HNO_3 -etsing. Det er tydelig fra egne forsøk (resultat side 62) at tidlig magnetseparasjon er ideelt for senere kjemiske behandlingsprosedyrer. Dette kan ikke effektivt innføres ved Kosmolab, ettersom magnetseparatoren som er tilgjengelig ikke egnes for slik behandling. For videre diskusjon av dette emnet vil dermed tidlig magnetseparasjon med Frantz utelukkes som en mulighet. Det begrunnes i at mange av prøvene vil være relativt rike på mørk

5. Tolkning og diskusjon

glimmer og eller amfiboler. I store mengder vil dette kunne tette til skinnen på Frantz, hvor det magnetiske materialet skal gå. I første omgang vil det senke effektiviteten ytterligere da instrumentet må slås av og rengjøres. Det må da også gjennomføres flere magnetseparasjoner på ulik styrke og sannsynligheten for at kvarts går i MAG-fraksjonen vil også økes med slik behandling. Magnetbehandling vil ikke fjerne behovet for AqR-behandling etterpå. Ettersom det er konstatert at flotasjonsprosedyren ikke påvirkes av at jernholdige mineraler er til stede, er det ikke noe poeng å bruke mye tid på magnetseparasjon før AqR. All magnetbehandling før kjemisk behandling vil allikevel kunne forbedre prosedyren, men håndmagnet er fremdeles å foretrekke til dette formålet.

En form for magnetseparasjon kan også utføres etter AqR, om det fremdeles er mye mørke mineraler til stede etter endt behandling. Om det skal rettfærdiggjøres å bruke Frantz, må behandlingen begrunnes med et ønske om å få reelle vekter for K-fraksjonen etter flotasjon. Dette vil i størst grad være overførbart til materiale som allerede er rikt på magnetiske, jernholdige mineraler med høy tetthet. Denne typen materiale anbefales allerede å forbehandles med håndmagnet før AqR. Tabell 4.15 viser at de pyroksenrike bergartene har merkbart høyere tapsprosent enn de andre prøvene. Referansematerialet her kjennetegnes ved at de mørke mineralene i stor grad er biotitt og flogopitt. De har også vært gjennom AqR, NaOH og flotasjon, altså delprosedyrer som lett fjerner glimmer. Til sammenligning viser tabell 4.16 høyt tap ved bruk av håndmagnet og Frantz for ubehandlede prøvematerialer. Tapsprosentene fra tabell 4.16 omhandler også tap fra større mengder materiale, slik at korn som spretter av ristebordet ikke er like signifikante for «umag»-fraksjonen. Om tapene for ubehandlede prøver (tabell 4.16) sammenlignes innad, er det klart at den mest effektive forbehandlingen i forhold til tidsbruk er håndmagnet, da MAG-fraksjonen fra håndmagnet er over halvparten av fraksjonen som oppnås med håndmagnet og Frantz. Det kan antas at magnetseparasjon etter flotasjon er det beste alternativet, da det er mindre materiale å behandle enn etter tidligere delprosedyrer. Dette gjør magnetseparasjon mest effektiv, og vil kun brukes for å fjerne den siste resten av magnetiske materialer. Håndmagnet kan også benyttes etter AqR, men før flotasjon, for å forbedre flotasjonsprosessen på denne måten.

Usikkerheter som kommer med bruk av Frantz inkluderer tap av materiale ved overføring og klargjøring til behandling. Utover den fins det én feilkilde som er eksklusiv for instrumentet. Dette er effekten av ristetrauet som er vist til tidligere i delkapittelet. På grunn av varierende grad av risting og fallhastigheten vil korn sprette av skinnen. Dette gir et ekstra tap av materiale som ikke er problematisk med en stor prøve, men kan ha en svak innvirkning på mindre prøver som ved magnetseparasjon av enkelte prøver sett i tabell 4.15. Dette kan motvirkes ved å legge et ark under Frantz for å samle opp kornene som faller av, for å tilbakeføre disse til prøven.

5. Tolkning og diskusjon

Innstillingene på instrumentet har ikke blitt variert i stor grad. Standard innstilling fra den eksisterende prosedyren tilsier 20° bak, og 10-20 ° på siden. I alle magnetseparasjoner som er utført for dette prosjektet er vinklingen på siden satt til 15°. Variablene som endres gjennom behandlingen er dermed styrken på magnetfeltet, hvor mye skinnen og reservoaret rister og foringshastighet. Foringshastigheten vil påvirke effektiviteten til magnetseparasjon, da en raskere foring vil gjøre magneten mindre effektiv. Videre har ikke ristingen nøyaktige tall og innstillinger og må dermed vurderes under bruk. Magnetstyrken kan derimot justeres. For en kvartsrisk prøve med noen mørke korn, kan spenningen stilles inn til mellom 0,8 og 1,2 A. Denne styrken vil separere ut korn som enda er litt magnetiske og sikrer at prøven er så homogen som mulig før etsing. Prøver som er rike på mørke mineraler etter AqR-behandling og flotasjon bør begynne med en lavere magnetstyrke. 0,4 A fjerner mye magnetisk materiale, og andre runde med Frantz kan da utføres med magnetstyrke 0,8 for å sikre en K-fraksjon fri for magnetiske mineraler.

5.8 HMS og økonomi:

5.8.1 Er mengden syre og base som benyttes forsvarlig i forhold til arbeidet som utføres

Mye av arbeidet med syrer og baser foregår i avtrekksskap. Det er derfor ikke stor forskjell i sikkerhetshensyn om noe større volum av kjemikalier benyttes. Dette forutsetter at sikkerhetshensyn forbundet med laboratoriearbeid (verneutstyr, sikkerhetsprosedyrer og avfallshåndtering) gjennomføres som de skal. De laboratorieprosedyrene som foregår utenfor avtrekksskap blir gjort med lave syrekonsentrasjoner, slik at det ikke utgjør stor risiko. Det er ikke noen helsefarer ved delprosedyrene, om prosedyrene utføres forsvarlig i avtrekksskap og med nødvendig verneutstyr.

Tidligere har økonomiaspektet av økt mengde syre i de ulike delprosedyrene blitt omtalt. Her vil det sammenlignes med hva en økning i kostnad for syre kan gjøre for tidsbruk, og hvordan et økt eller redusert antall aktive teknikertimer påvirker regnestykket. Før sammenligningen nevnes det at økt syrebruk fører til mer syreavfall som må håndteres, og dette gjøres eksternt. Avfallet må dermed også lagres et sted frem til det blir hentet. Lagring tar opp mye plass og krever at laboratoriet har flere avfallsdunker tilgjengelig, slik at arbeid fremdeles kan utføres. Med volumet av avfall som genereres av AqR, NaOH og flotasjon er dette en potensiell begrensning. Håndtering av syreavfall er dermed en ekstra kostnad, som øker med ekstra bruk av syre.

5.8.2 Hva er kostnadsendringene for endringer med et utvalg eksempler

AqR

Med rammeavtalene Universitetet i Bergen har nå, er kostnaden per beger AqR 1,9 kr. Den foreslåtte endringen til AqR-steget tilsvarer en kostnadsøkning 2,79 kr, en økning på 45 %. Dette er ikke en stor økning, spesielt om det sammenlignes med å redusere aktiv teknikertid. En kunde må dekke aktiv teknikertid og andre utgifter med prepareringen, som gjennomsnittlig blir omtrent 400 kr per aktiv time. Dette fører til at for eksempel én dags kutt i aktive arbeidstimer tilsvarer omtrent 2800 kr for kunden. Prisene per beger må oppdateres fra skrivende stund, da nye innkjøpspriser for syrene blir innført etter oppkjøp av firmaer (samtale med Lars Evje, 17. mars 2017). De nye prisene per beger for 200 mL 25 % AqR er nå 2,8 kroner, hvor 250 mL koster 3,5 kroner. Å innføre en fast tilsetning av 250 mL per prøve vil dermed medføre en økning i 25 % fra å fortsette prosedyren som den er skrevet. For eksempel sammenlignes preparering av et tenkt sett på 6 prøver, med et innhold av mørke mineraler som tilsier 250 mL tilsetning. Dette arbeidet tar ca. fire timer aktiv arbeidstid, inkludert blanding av syre, skylling og klargjøring av prøvematerialet til neste delprosedyre. Når dette settet skal prepareres vil dermed kostnaden for AqR-behandlingen være rundt 1600 kr i aktive timer, slik at økningen i syrekostnad fra de nye rammeavtalene ikke er merkbare.

Flotasjon

Kostnaden for flotasjons-steget vil variere med antall flotasjoner, altså hvor mange flasker per prøve som benyttes. Dette vil variere mellom bergartsgrupper og det er ikke relevant å vurdere det her. Det er derimot en økning i pris per flotasjon etter de nye rammeavtalene kom i effekt. For å regne prisøkningen vises det at det benyttes 7,5 mL HF per flaske. Ved de gamle avtalene kostet én flaske flotasjon 0,8 kroner. Ved et hypotetisk sett på seks prøver med en sammensetning som gjør at det trengs tre flotasjoner per prøve for å oppnå målvekt (18 flasker), ser regnestykket slik ut: Gammel pris per 18 flotasjoner gir 14,4 kroner i kjemikalier. Da det benyttes 1 g 1-dodecylamin og 1 mL eddiksyre per 10 L flotasjonsagens er denne kostnaden neglisjerbar. Til sammenligning observeres en økning i pris på 128 % av HF ved de nye rammeavtalene. Det betyr at pris per flotasjon øker til 1,8 kroner som tilsvarer 49 kroner for et 18 flaskers sett. Ved sammenligning er det klart at den største utgiften ved flotasjonsarbeid er dekningen av teknikers arbeidstid. I gjennomsnitt regnes det 15-20 minutter per flaske og et 18 flaskers sett tilsvarer da omtrent fire timer arbeidstid og 1 time for klargjøring/opprydning. Kostnad for kunde blir dermed 2000 kroner for aktiv arbeidstid og 50 kroner i kjemikalier. Det estimeres dermed at om prøvemateriale sendes direkte til flotasjon uten AqR, og trenger en ekstra flotasjon på grunn av dette, øker kostnaden for delprosedyren med omtrent 130 kr.

Tankeeksperiment del 2: Kjemisk behandling av de fire prøvene og begrunnelse for behandling

Den neste delen av tankeeksperiment omhandler den kjemiske behandlingen av prøvene fra side 67. Behandling for pegmatitten er svært enkel å bestemme, da bergartsgruppen har blitt grundig diskutert tidligere. Etter mekanisk nedbrytning og skylling vil materialet kunne gå rett i flotasjonsprosedyren, med én ekstra flotasjon for å opprede rundt 40 g kvarts. Videre går prøven gjennom magnetseparasjon for å fjerne de mest magnetiske komponentene (eksempelvis jernholdige granater), før den går til HF/HNO₃-etsing. Alternativt kan prøvematerialet behandles med AqR etter flotasjon, men dette er ikke praktisk å gjøre uten at flere prøver skal gjennom samme delprosedyre.

Syenogranitten baseres på SVE-0838, som viser et relativt lavt biotittinnhold og høyt innhold av alkalifeltspat. Under flotasjon uten forbehandling ved flotasjonstrening ble det notert at den responderte bedre på prosedyren etter AqR (diskusjon med Lars Evje under flotasjonsbehandling, høst 2015). Den er ikke testet med høyere CO₂-trykk, men det er grunn til å tro at den responderer bedre på flotasjon etter endringen i gasstrykk. Den vil derfor kunne gå rett til flotasjon på lik linje med pegmatitten. Her er det større sannsynlighet for at K-fraksjonen behøver en kort AqR-behandling før magnetseparasjon.

Middels mørk gneis bør behandles med 250 mL 25 % AqR og 100 mL 10 % NaOH, for å fjerne det meste av den mørke glimmeren før flotasjon. NaOH-behandlingen bør gjøres i 10-15 minutter på varmeinnstilling 3,5 (100-120° C). Det må derfor regnes noe ekstra behandlingstid for denne bergartsprøven sammenlignet med pegmatitt og syenogranitt. Det utføres to flotasjoner, forutsatt tilstrekkelig kvartsinnhold. Etter flotasjon går prøven til magnetseparasjon og videre til HF/HNO₃-etsing.

Mørk grovkornet granulitt bør i likhet med gneisen behandles med AqR og NaOH. På grunn av det høye innholdet pyroksener anbefales det å benytte to beger á 200 g materiale, og forbehandle det med håndmagnet. Videre anbefales det å benytte 1:2 forhold mellom prøve og syre, igjen på grunn av det høye innholdet av mørke mineraler. Fra dette estimeres det at det er nødvendig å benytte 300 mL AqR til behandling. Det tilsettes så 150 mL 10 % NaOH og behandles i 10-15 minutter på innstilling 3,5 (omtrent 100-120 °C). Dette burde gi nok reaksjonstid til å nøytralisere, felle ut ioner og kanskje gjøre noe ytterligere oppløsning som beskrevet av Choquette et al. (1991). Det utføres tre-fire flotasjoner for å oppnå målvekten av kvarts (anslått fra kvartsmengde etter Frantz, tabell 4.18). Magnetseparasjon er høyst nødvendig for denne prøven ettersom alle forsøk, med unntak av magnetseparasjon før kjemisk behandling, viser at K-fraksjonen vil inneholde magnetiske korn. HF/HNO₃-etsing blir som for alle de andre prøvene steget etter magnetseparasjon.

5. Tolkning og diskusjon

Hva er tidsbruken og kostnaden for hver prøve med skreddersydd prosedyre, og hvor lang tid tar det for et sett sammenlignet med den opprinnelige?

Den opprinnelige prosedyren ville behandle alle prøver på samme måte, forutsatt at teknikeren ikke er erfaren nok til å gjøre forskjell på prøven. Skreddersyningen tar utgangspunkt i den opprinnelige prosedyren og eksemplene baseres på den. Basert på dette vil et sett på 8 prøver bli behandlet med 200 mL AqR per beger. De ville så gått til flotasjon, videre til magnetseparasjon og til slutt i HF/HNO₃-etsing. Et konservativt estimat for tidsbruk å gjøre prøvene klar til HF/HNO₃ etsing er fire dager (morgenen dag 5). Dette forutsetter at alt går som det skal, og at delprosedyrene utføres rett etter hverandre. I realiteten ville ikke prosedyren utføres likt for alle bergarter, men endres etter behov. Dette omhandler for eksempel flere behandlinger med AqR eller lignende. Om prøven er en kvartsgang vil eksempelvis flotasjon være et unødvendig steg. Dette forutsetter da erfaring med prosedyren, og kunnskap om prøvene.

Om behandlingsløpene sammenlignes er den totale tiden som benyttes den samme. Forskjellen mellom disse løpene er at den skreddersynte prosedyren brukes mindre syre, og fordeles arbeidet utover lenger tid. Fordelingen av arbeid over to dager fører til at det er mindre hektisk å få materialet klart til etsing enn med den opprinnelige prosedyren. Det spesialiserte opplegget vil anbefales å legges opp slik:

Dag 1: Prøvemateriale er klart fra pulverisering og klargjøres for behandling. Granulitten og gneisen klargjøres for AqR-behandling, pegmatitten og granitten klargjøres for flotasjon. Forbehandling til flotasjon bør gjøres først, og etsing i AqR settes i gang den timen forbehandlingen foregår. Forbehandling før AqR inkluderer håndmagnet før syretilsetning. Når etsingen er igangsatt vil den foregå til neste morgen. Flotasjon av granitt og pegmatitt kan da utføres i mellomtiden. Flotasjonstiden regnes å ta rundt to til 2,5 timer, opp mot tre timer medregnet opprydning. Forutsatt tilgang til laboratoriene vil det være mulig å sette i gang fire timer AqR om K-fraksjonene trenger dette. Alternativt kan prøvene settes til tork, og eventuell videre kjemisk behandling kan skje dagen etter.

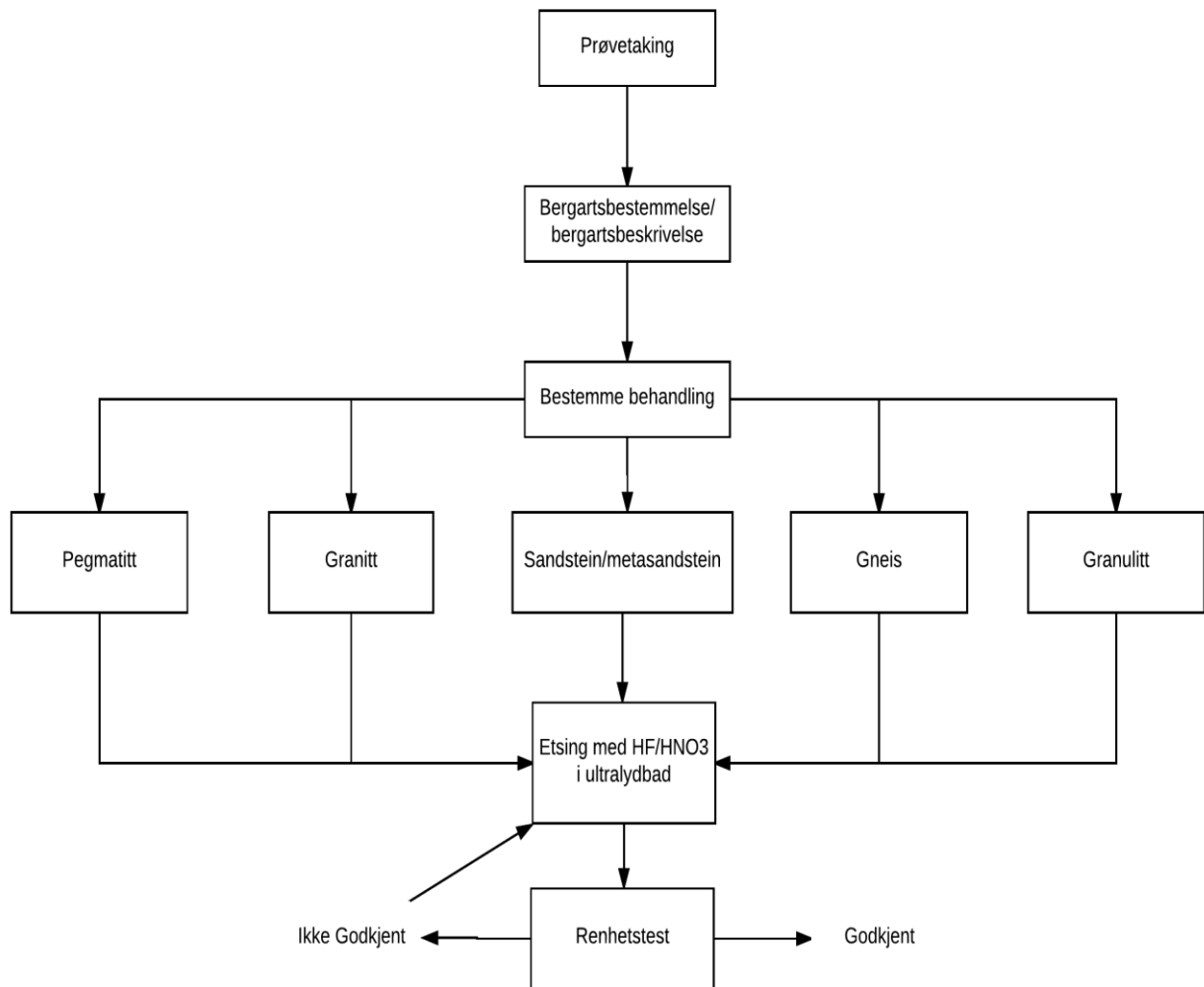
Dag 2: Nå må prøvene som er etset med AqR skylles, behandles med NaOH, skylles og settes til tork. Etter skylling og klargjøring av granulitten og gneisen, kan prøvene fra flotasjon dagen før behandles med AqR om det er behov for dette (forutsatt at AqR ikke ble utført på dag 1). Om ikke kan K-fraksjonen veies og gå til magnetseparasjon.

Dag 3: Granulitten og gneisen går til flotasjon, og det forventes 5 flotasjoner fra disse bergartene. Det regnes dermed 90 minutter flotasjon i tillegg til forbehandling. Dermed kan pegmatitt og granitt magnetsepareres denne dagen, om de ble behandlet med AqR på dag 2.

Dag 4: Granulitt og gneis magnetsepareres, og alle prøvene er klar for HF/HNO₃-etsing.

5.9 Optimalisering av prosedyrer for de enkelte bergartsgrupper

Etter studien er det foreslått «oppskrifter» for fem bergartsgrupper. Gruppene som benyttes vises i figur 5.8, og omfatter prosedyren frem til kvartsen er klar for oppløsning.

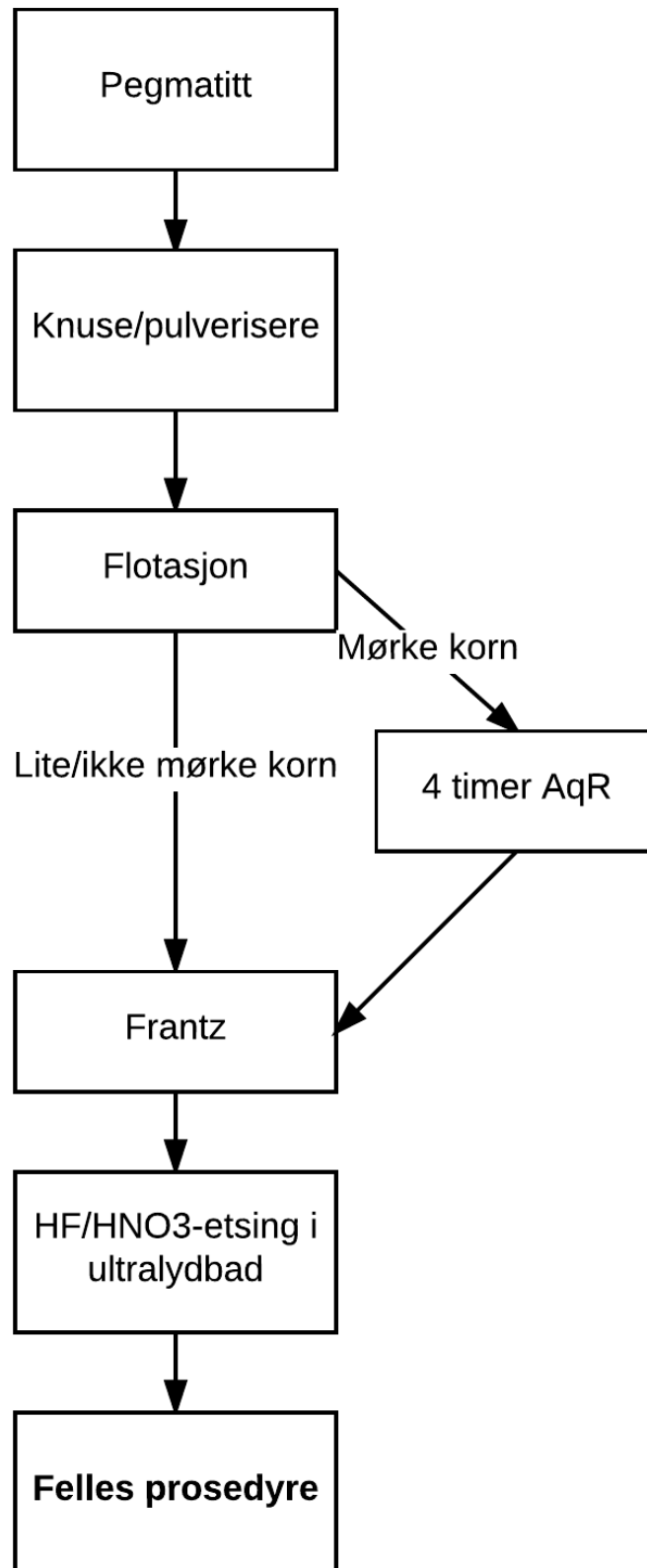


Figur 5.8: Flytdiagram til generell fremgang for preparering av bergarter til ^{10}Be -analyse. Der det står bergartsnavn viser det til kommende figurer for de enkelte bergartsgruppene.

Pegmatitt

Pegmatitt beskriver svært grovkornede felsiske bergarter, med et dominant innhold av kvarts og feltspat. Det største problemet som kan oppstå med pegmatitter som bergartsgruppe er et potensielt høyt innhold av metaller. Dette kommer av hvordan magmareservoarer fraksjonerer innholdet i smelte, slik at enkelte metaller (gull, molybden og lignende) blir med ut i siste del av krystallisering. Dette er grunnen til at pegmatitter og kvartsårer ofte benyttes som indikator og kilde til gull og lignende metaller, og at industrier som driver feltspat og kvartsutvinning har egne prosedyrer for å fjerne metallfaser før kvarts-feltspat separasjon (Burat et al., 2007; Heyes et al., 2012). For prosedyren betyr dette at det kan være pegmatitter med større innhold av metaller enn det som observeres i LAPP-7. Dersom det er mye lav eller mistanke om høyt metallinnhold, anbefales det dermed å behandle pegmatitter med AqR (4 timer). Om det ikke er mye av dette til stede kan preparering utføres som vist i figur 5.9. Flotasjon påvirkes ikke nevneverdig av slikt innhold, slik at delprosedyren kan utføres før annen kjemisk behandling.

Om LAPP-7 er representativ kan alle pegmatitter gå rett i flotasjon etter mekanisk separasjon, ettersom det er få eller ingen mørke mineraler eller oksider til stede. Dette underbygges også av at pegmatittsand til feltspatproduksjon ikke etses med annet enn HF før flotasjonsprosessen (Burat et al., 2007; Heyes et al., 2012; Larsen og Kleiv, 2016). Dette vil spare noe av tiden som benyttes for å behandle prøven, selv om flere flasker bør benyttes i flotasjon. Videre vil enten fire timer AqR fjerne resterende uønskede mineraler, eller K-fraksjonen kan videreføres til Frantz. Det er opp til den som utfører behandlingen å vurdere hvorvidt det er nok kvarts uten mørke oksider til at det ikke vil gi problematiske tap i magnetseparasjonen. I de fleste tilfeller for pegmatitter vil ikke dette være problematisk. Om materialet ikke har blitt behandlet med AqR før, vil HF/HNO₃-etsing i ultralydbad fjerne de fleste uønskede grunnstoffene.



Figur 5.9: Anbefalt prosedyrefremgang for pegmatitter. Dette er en enkel fremgangsmåte sammenlignet med andre bergartsgrupper, da mindre mineralogisk variasjon er vanlig for pegmatitter.

Granitt-granodioritt

Granitt-granodioritter viser et mer komplekst bilde enn pegmatittene. Dette begrunnes i at mineralinnholdet, med tanke på innhold av amfiboler, biotitt, kvarts og feltspat, er svært varierende. Det er i hovedsak innholdet av mørk glimmer som varierer, og kan være mellom 5 % og 20 %. Det er derfor først med denne bergartsgruppen at glimmergrensen betyr noe. Øvrig forskjell mellom granitter og granodioritter er variasjon i kornstørrelse, da granodioritter forbindes med noe høyere størkningstemperaturer. De kan fremdeles beskrives som samme gruppe, ettersom grensene er svært flytende. Spesielt granittene har potensiale for å vise de samme problemene som pegmatitter i forhold til metall/oksid innhold. I tillegg kommer glimmergrensene fra «Glimrende Flotasjon» (side 50-52), som dikterer hvor mye AqR og NaOH det anbefales å tilsette prøvene. Det er derfor nødvendig å utføre bergartsbestemmelse og mineralbeskrivelse for å utføre best mulig separasjonsprosedyre. I stedet for å beskrive glimmerinnholdet med volumprosent, kan det også beskrives som lite/ingenting, middels mengde og mye mørk glimmer. Eksempler på de ulike rangeringene rent visuelt kan ses i figur 5.10.



Figur 5.10: eksempler på bergarter med varierende innhold av mørke mineraler. A har en bergart med mye mørk glimmer, B har middels til lavt innhold av mørk glimmer og C har lite mørk glimmer. Foto: Håvard Grønnevik

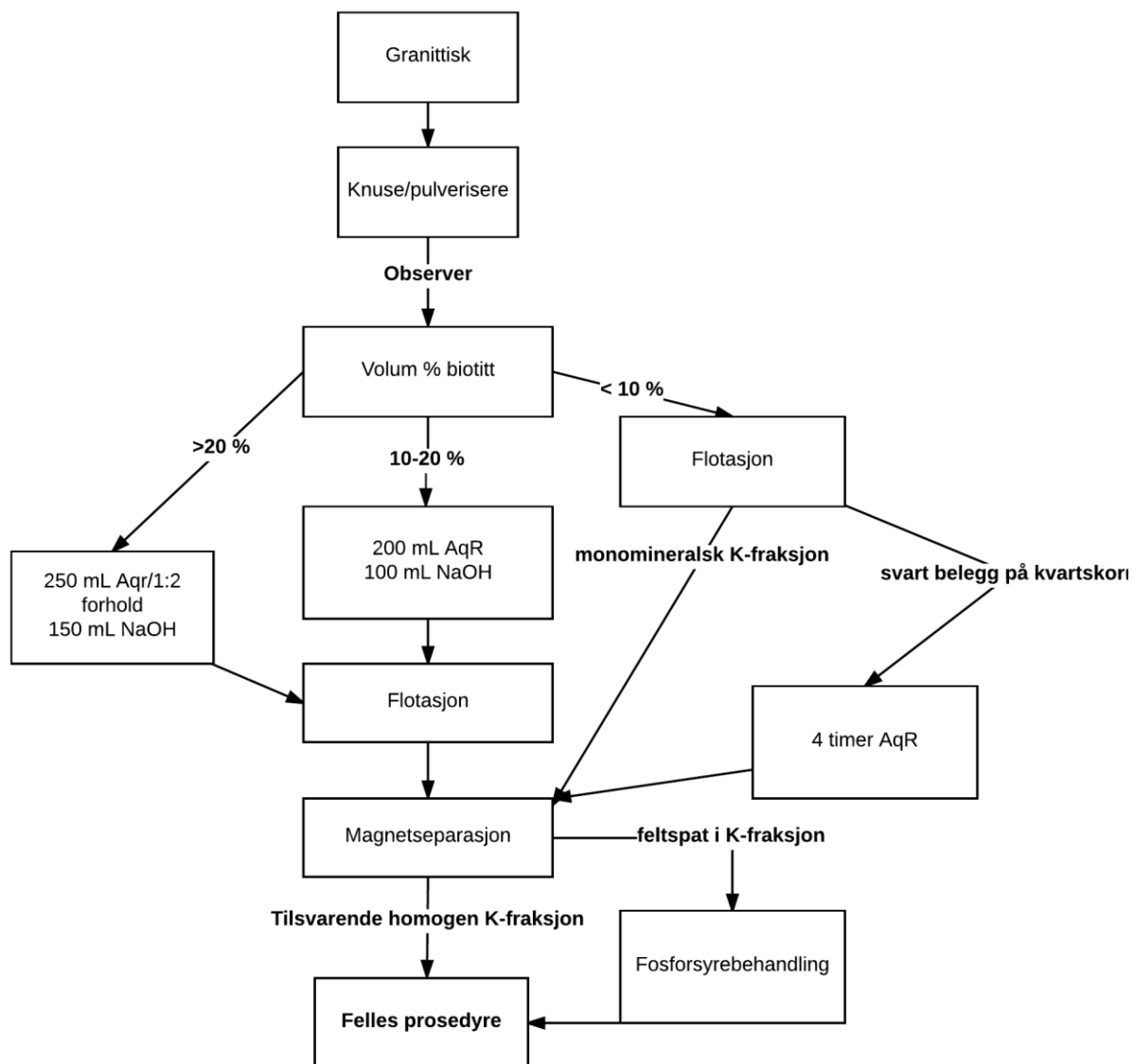
5. Tolkning og diskusjon

Bergartene i figur 5.10 behandles dermed på følgende måte. A er en bergart som inneholder mye mørkt glimmer. Det anbefales dermed å behandle med 250 mL AqR og 100 mL NaOH. I de utførte forsøkene på bergarten ble det benyttet AqR i 1:2 forholdet. Da mørk glimmer forsvinner med skylling og NaOH, kan mengden AqR reduseres. Foreslått fremgangsmåte for denne type bergart tilsvarer figur 5.11 med >20 % biotitt.

B er en grovkornet bergart med områder som viser høyere konsentrasjon av mørke mineral. I tillegg er det bånd av jernoksid. Forsøk utført på bergarten («Glimrende Flotasjon» Del 3, side 52) viste at den kan gå til flotasjon uten AqR-behandling, men bør etses i etterkant på grunn av mørke oksider på kvartskornene. Hvorvidt en lignende prøve får full AqR-etsing eller fire timer etter flotasjon avhenger dermed av de andre prøvene som behandles og hva som er praktisk/tilgjengelig. Bergarten ligger dermed på grensen mellom den midtre behandlingen og behandling til høyre fra figur 5.11. Det er også valgfritt å benytte NaOH for bergartene som behandles med den midtre delprosedyren i flytdiagrammet. Data fra magnetseparasjon av denne bergarten (se tabell 4.15) viser at lite til ingen magnetiske mineraler vil være til stede etter full kjemisk behandling. Den må fremdeles utføres for å sikre at prøven er homogen for etsing.

C er en bergart som inneholder lite mørk glimmer. Denne bergarten består i hovedsak av kvarts og feltspat med små glimmerkorn jevnt spredt i bergartsmassen. Det meste av disse fjernes allerede i skylling etter pulverisering. Bergarten kan gå direkte i flotasjon (se figur 5.11). Det er også mulig den bør ha en kort AqR-behandling etter flotasjon. Også i likhet med B viste forsøk (side 52) og videre magnetseparasjon at det var lite til stede etter flotasjon til AqR behandling.

5. Tolkning og diskusjon



Figur 5.11: Flytdiagram med anbefalt prosedyre og viktige observasjoner for granittiske bergarter. Dette gjelder granitter og granodioritter.

Gneis

Gneis er på samme måte som granitter og granittiske bergarter en stor gruppe hvor hver prøve må vurderes individuelt på forhånd. Tidlig identifisering og vurdering gjør at tekniker kan følge prosedyren som passer til sammensetningen. Det er variasjon i mørk glimmer, og amfibol er en viktig del av bergartsbetegnelsen. Kornstørrelsen spiller også en rolle i hvordan gneis responderer på behandling. Gneis kan for eksempel ha store feltspatkorn og små kvartskorn, samtidig som den er preget av biotittbånd. Båndene, som ofte skiller de mørke mineralene fra de lysere, gjør det lettere å vurdere innhold av de ulike mineralene. Det er i større grad sement og andre komponenter til stede i bergartene der korn-relasjonene ikke er primære. Dette kan påvirke i hvilken grad kornene i 250-500

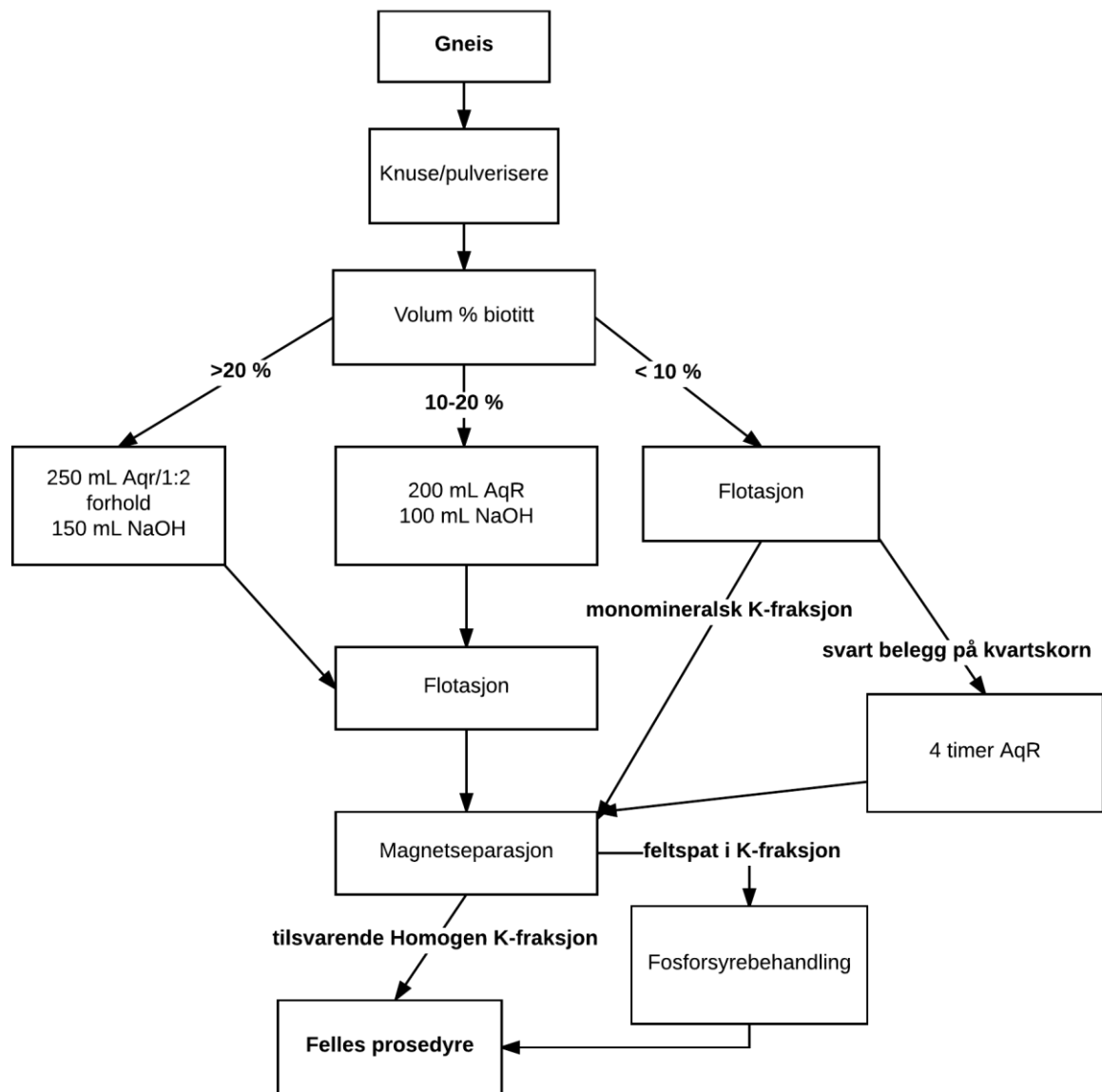
5. Tolkning og diskusjon

μm fraksjonene er monomineralske. Prosedyrediagrammet for gneis er i utgangspunktet det samme som for granittiske bergarter som sett i figur 5.11.



Figur 5.12: Eksempler på ulike innhold av mørk glimmer i gneis. A er GRÅ-1501 med et relativt lavt innhold av glimmer, der det også er samlet i bånd. B er GRÅ-1502, som har et middels innhold av glimmer og virker mer kaotisk i fordelingen. C er GRÅ-1503 som har et høyt innhold av mørk glimmer. De lysere båndene er kvarts og feltspat.. Foto: Håvard Grønnevik

Gneis deles også inn etter om det er mye, middels eller lite mørk glimmer til stede når behandling skal bestemmes. Eksempler på variasjon i innhold av mørk glimmer vises i figur 5.12, hvor A-C viser ulike mengder mørk glimmer. Det kan være fordelaktig å benytte NaOH til alle gneiser som etses med AqR. Dette begrunnes med at NaOH kan reagere med stoffer i sementen, slik at det potensielt kan løses opp flere grunnstoffer. På lik linje med de granittiske bergartene kan gneis med lavt innhold av mørk glimmer føres rett til flotasjon. Gneis bør med andre ord benytte de samme variablene som granitter for bestemmelse av behandling.



Figur 5.13: Flytdiagram for prepareringen av for gneis

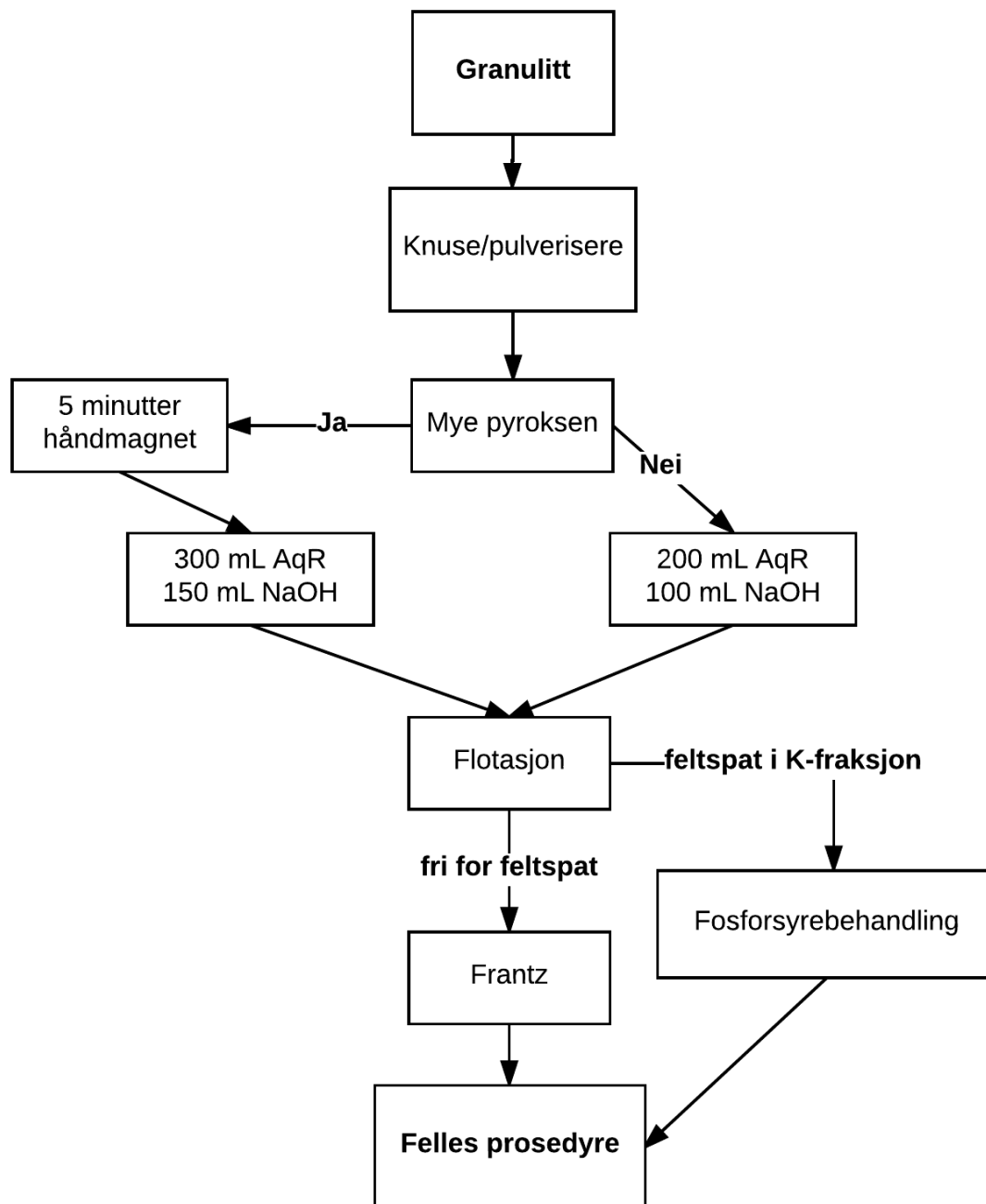
Granulitt

Granulitter viser en uvanlig mineralsammensetning, med søkelys på albitt, kalifeltspat, kvarts og pyroksen (figur 5.14). Pyroksenet dannes ved HT-HP metamorfose (granulittfacies (Sigmond et al., 2013)), fra amfiboler og i enkelte tilfeller glimmer. Kvartsmengden er fremdeles stor nok til at granulitter kan brukes til datering ved kosmogene nuklider. Pyroksen og bergartens generelle hardhet gir de største problemene for separasjon. Det ofte høye innholdet av magnetiske og mørke mineraler gjør AqR-behandling og magnetseparasjon til svært viktige prosesser som bør benyttes på strategiske steder i behandlingen (figur 5.15). Som nevnt flere ganger er håndmagnet før syrebehandling et alternativ for granulitter med høyt innhold av mørke mineraler.



Figur 5.14: Eksempel på forskjeller i granulitter. A er JÆR-1601, hovedsakelig bestående av feltspat og kvarts. B er JÆR-1603, der det svarte er pyroksener og de gulbrune områdene er kvarts/feltspat med jernutfellinger. C er JÆR-1605 hvor det meste mørke er pyroksener og de lysere områdene er kvarts eller feltspat. Foto: Håvard Grønnevik

Ved behandling av granulitter er det dermed viktig å vurdere innhold av potensielt magnetisk materiale. Forsøk har vist at JÆR-1601 ikke responderer på flotasjon, hverken med eller uten AqR/NaOH forbehandling. Det er lite trolig at den er representativ for granulitter uten mørke mineraler, men det viser at det kan skje. Granulitter med mye pyroksen bør behandles med håndmagnet, AqR og NaOH-behandling (figur 5.15). På grunn av det høye pyrokseninnholdet anbefales det å benytte 1:2 forholdet med AqR-løsning. Dette vil løse opp mye fra pyroksenstrukturen. For NaOH-behandling anbefales det å tilsette rundt 150 mL. Etter endt AqR/NaOH-behandling, er det mulig at materialet fremdeles inneholder mørke korn. Disse er ikke problematisk for selve flotasjonsprosedyren, men må fjernes fra materialet, med en form for magnetseparasjon, før HF/HNO₃-etsing. Granulitter som ikke responderer på flotasjon, behandles med orto-fosforsyre.



Figur 5.15: Flytdiagram for fremgang med granulitter og andre høy metamorfose-bergarter.

Metasandstein

Metasandstein er en gruppe som hovedsakelig består av kvarts og feltspat, men som også fører andre ulike komponenter (ulik sement, forvitningsprodukter og innhold av oksider). Det er dermed utfordrende å finne en felles prosedyre for gruppen. Alle sandsteiner og metasandsteiner bør etter mekanisk nedbryting etses med AqR. Det er større behov for AqR-behandling ved metasandsteiner enn for eksempel glimmerfattige granitter, på grunn av sementen. Sementen i sandstein er ikke mulig å

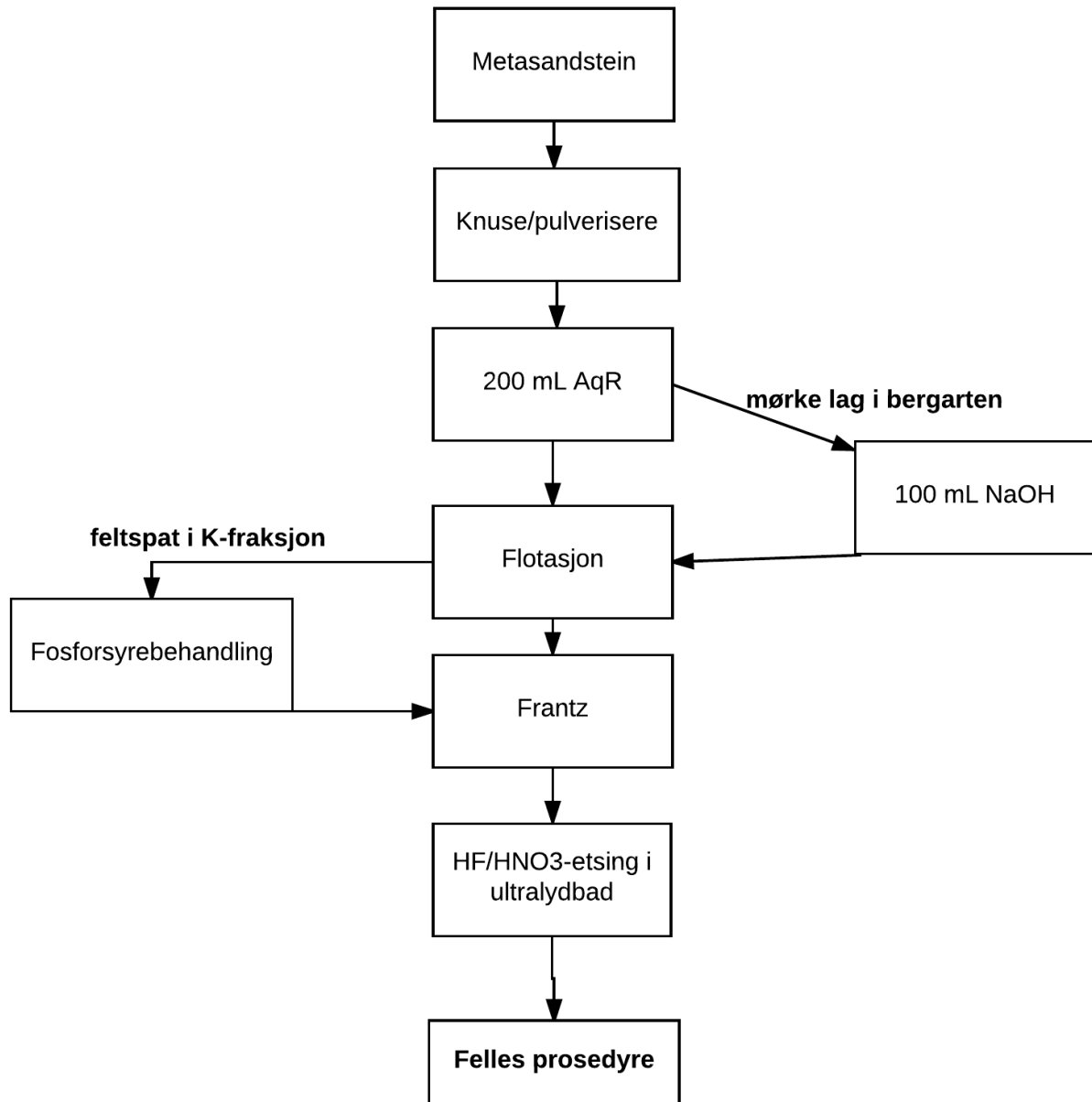
5. Tolkning og diskusjon

definere ut fra tynnslip, men inneholder i de fleste tilfeller faser som bør fjernes for å sikre monomineralske korn. Typisk kan sementen bestå av karbonat, leirmineraler og oksider. Basert på tynnslip av REN-prøvene forekommer oksider og løselige mineraler/grunnstoffer ofte i metasandsteiner, også utenfor sement (side 41). Foreslått behandling vises i figur 5.17.



Figur 5.16: eksempelbilde på metasandsteinene som er benyttet i studien. A er REN-1509, hvor det er høyt innhold av rosenkvarts, alkalifeltspat og oksider. B er en ordinær metasandstein (REN-1514) med varierende kornstørrelser og tydelig lagdeling gjennom bergarten. C er REN-1515, en sparagmitt med rosenkvarts og plagioklas.

Etter AqR skal metasandsteinene til flotasjon. Her vil det også være tydelig om bergarter som sparagmitt reagerer på delprosedyren. I denne studien var det ikke lett å se om K-fraksjonen var homogen, da sparagmitten også inneholdt rosenkvarts/rosa kvarts. Fraksjonene ble undersøkt med lupe og i alle tilfeller hvor sparagmitter ble flotert var det betydelige mengder feltspat i K-fraksjonen. Om dette er tilfelle for andre prøver må disse, i likhet med granulitter og lignende bergarter, sendes til Pyro-delprosedyren.



Figur 5.17: Flytdiagram for preparering av sandstein og metasandstein.

Forslag til videre arbeid

Utføre alle de foreslåtte endringene for et lignende sett bergarter, og analysere grunnstoffsammensetningen på materialet mellom hver behandling.

Det er ikke gjort nok for å forstå hvordan de ulike delprosedyrene påvirker forskjellige prøvematerialer. Det foreslås å gjennomføre de foreslåtte endringene og analysere materialet mellom hver behandlingsform. Analysene kan utføres med ICP-OES, og prøvene tas ut mellom hver behandling. For en pegmatitt bør dermed materialet prøvetas og analyseres før flotasjon, etter flotasjon og til renhetstesten. En glimmerrik bergart, som en mørk granodioritt, kan analyseres før AqR, før NaOH, før flotasjon og etter flotasjon. Analysen kan se etter mineraldannende grunnstoffer som K, Na, Mg, Fe, Ca og Al. Dette for å undersøke når de enkelte blir mobilisert og om alle delprosedyrene er nødvendige. Videre kan også sporgrunnstoffer som Ti og V analyseres for å se på endringen gjennom prosedyren. Disse dataene kan brukes til å modellere hva som er kilden til Ti i bergarter og hvilke faser som slipper grunnstoffet i AqR-behandlingen.

Studere REN-korn i SEM for å undersøke hvorfor bergartsgruppen reagerer dårlig på flotasjon.

REN-prøvene har en historie med å ikke reagere «korrekt» på flotasjon. Flere hypoteser er fremmet for hvorfor, blant annet i dette prosjektet. Noen av hypotesene setter søkelys på sammenblanding eller sprekker med innfyllinger. For å undersøke dette kan et utvalg korn (håndplukkede kvarts og feltspat korn) undersøkes i elektronmikroskop for å se om det er synlige forskjeller på kvarts og feltspatkorn fra sparagmitter sammenlignet med fra en granitt eller annen bergart som reagerer normalt på flotasjon.

Konstruere en mobil elektromagnet til bruk før AqR og teste effekten av dette sammenlignet med kraftig håndmagnet.

Som nevnt i kapittelet om magnetseparasjon og bruk av magnet til forbedring av kjemisk behandling, kan en mobil elektromagnet benyttes for separasjon. Dette kan være et bedre alternativ enn håndmagnet før AqR for prøver med mye pyroksen/magnetisk amfibol. Det kan også bidra til å fjerne mer biotitt i forkant av kjemisk behandling. Videre kan effekten av en slik magnet sammenlignes med en sterk håndmagnet for å sette tall på forbedringen. Dette kan også sammenlignes med tid brukt på Frantz på samme type materiale, og forskjellen i effekt for kjemisk behandling. Elektromagneten kan være effektiviserende på prosedyren slik at flere bergarter kan gå direkte til flotasjon og eventuelt en kort etsing i AqR etterpå.

Timelapse studier/kontinuerlig pH-måling

Det kan være interessant å ha en utvidet studie av AqR sin påvirkning på ulike materialer over tid. Timelapse serier kan vise påvirkningen på bergarter med ulike nivåer av mørke mineraler. Om dette kombineres med kontinuerlig pH-måling av løsningen kan utviklingen til syren studeres og sammenlignes med oppløsning av materiale. Dette vil kreve et komplisert oppsett og mye utstyr, deriblant sensitive pH-målere som tåler langvarig kontakt med syre, og et kameraoppsett som har tilstrekkelig minne og batteri til å kunne ta bilder hvert 2. minutt.

Vurdere forskjell i syrevolum

Det kan være interessant å vurdere forskjellen på ulike syrevolum for samme mengde materiale. Forsøket kan foregå på materiale med en middels mengde mørke mineraler, og behandle det med de tre volumene som omtales i prosjektet. Dette gjøres med å behandle ett beger med 200 mL, ett med 250 mL og ett hvor volumet som tilsettes beregnes fra 1:2 forholdet som er tidligere omtalt. Etter endt behandling prøvetas syreløsningen og analyseres for et utvalg grunnstoffer. Dette kan underbygge hvilken volum-modell som er mest effektiv, basert på konsentrasjonene av de ulike mineraldannende grunnstoffene i løsningene.

Oppløsning av pyroksen, biotitt, flogopitt og muskovitt i AqR

Oppløsning av pyroksen, mørk glimmer og lys glimmer i AqR er ikke et emne som omtales mye i litteratur. Det kan dermed være et interessant emne å undersøke. Dette kan utføres på håndstykker av et utvalg mørke mineraler (to ulike pyroksener og håndstykker av glimmer). Håndstykkene må undersøkes i lupe, og mindre stykker i elektronmikroskop. Med elektronmikroskopet er det også mulig å ta kjemisk analyse av forskjellige områder i krystallene. Etter det kan håndstykkene og de mindre krystallene behandles med AqR i 1-3 timer. Etter endt behandling og skylling kan de studeres i lupe og elektronmikroskop for å se etter fysiske endringer i krystallene. Etter det kan det foretas kjemiske analyser av omtrent de samme områdene (eller tilsvarende) for å se etter kjemiske endringer.

Flotasjon av monomineralsk feltspat.

Dette er et forsøk som skulle bli gjort i prosjektet, men som ikke ble gjort etter mangel av tid til prøveinnsamling og laboratoriearbeid. Flotasjon utføres med monomineralske feltspater som forventes i kvartsrike bergarter. Dette inkluderer vanlig alkalifeltspat, albitt, oligoklas og andesin. Monomineralske prøver kan skaffes på ulike måter. De kan kjøpes som håndstykke, eller hentes fra bergarter som forventes å inneholde kun én av feltspattypene. Forsøkene utføres for å se om enkelte feltspater oppfører seg annerledes i stålbolleflotasjon.

5. Tolkning og diskusjon

Forskjell i temperatur for AqR

Det kan være mer effektivt å sette opp temperaturen for AqR-behandlingen for å redusere tidsbruken for delprosedyren. Oppsettet for forsøket kan da være 25 % AqR i 24 timer ved temperaturinnstilling 2 ½ og sammenligne med 6 timers behandling 3 ½ til 4 (tilsvarende 100-120 ° C). Det kan være tilstrekkelig å vurdere visuelle forskjeller, og kan kanskje samkjøres med forsøk som omhandler effektivitet og når løsningene mettes.

AqR kontra HCl

For å vurdere om AqR eller HCl er mer effektivt, kan samme materiale behandles med 25 % AqR og 25 % HCl for å se forskjellene i effektivitet. Dette er et relativt enkelt forsøk å utføre, og etter behandlingen kan materialet analyseres med ICP-OES for å se forskjellen i mobilisering av grunnstoffer.

6. Konklusjon

Resultater, tolkning og diskusjon kan oppsummeres som følgende.

- Gjennomsnittlige tapsverdier under knusing, pulverisering og kjemisk behandling er benyttet for å gi anbefalinger for innhenting av prøver. Anbefalingene varierer mellom 600 g og 1,5 kg. Dette kan gjøre samling i felt noe lettere, ettersom mange lokaliteter hvor prøver tas ikke er like tilgjengelige med bil eller andre hjelpemidler for å frakte store mengder prøve. Det er ikke store endringer fra mengden prøvemateriale som det er siktet til tidligere, men om det samles inn mange prøver vil en liten endring være merkbart. På sikt vil reduserte mengder materiale kunne gi mindre slitasje på instrumentene for mekanisk nedbrytning. Å ha mindre materiale til overs etter endt separasjon åpner også for mindre bruk av lagringsplass.
- Bergartsgrupper har i større grad fått skreddersyng av delprosedyrene. Det er for eksempel foreslått føringer for AqR-steget basert på de enkelte prøvers mineralogi, slik at en granitt/gneis med lavt innhold av glimmer og amfibol behandles med 200 mL AqR og en granulitt med opp mot 300 mL. Dette åpner for effektivisering av delprosedyren, slik at det kan fjernes mer uønskede mineraler før videre separasjon. Det er også foreslått et ekstra steg for svært biotittrike bergarter (NaOH-behandling), da det foreligger observasjoner og data for at denne behandlingen fjerner større mengder glimmer fra fraksjonen enn kun AqR-behandling. Det er foreslått to varianter av NaOH-behandlingen. Den mest lovende av behandlingene er 10 minutter i NaOH på høy varme (100-120 °C), direkte etter tre ganger skylling av AqR-behandlet materiale.
- Flotasjonsprosedyren har ikke blitt endret på grunn av funnene i denne studien, men resultatet av de endringene som er gjennomført under prosjekttiden er kvantifisert. Det er fastslått et fungerende CO₂-trykk som har ført til god og tidlig flotasjon. Det er utført forsøk for å forstå hva som påvirker flotasjonsprosedyren i laboratoriet, til forskjell fra industriflotasjon. Det konkluderes med at tilstedeværelse av Fe ikke påvirker flotasjonen av feltspat eller kvarts nevneverdig. Det er også klart at økt etsing i forbehandlingen ikke forbedrer reaksjonen for bergarter som gir resulterer i homogene K-fraksjoner. Det er etablert at tidlig tilsetning av flotasjonsagens ikke påvirker hvor godt et materiale reagerer på flotasjonen, og at det er irrelevant hvilken type eukalyptusolje som tilsettes. Det er også avvist at pH-kontroll av flotasjonssystemet er praktisk eller effektivt for stålbolleflotasjon.
- Det er foreslått en øvre grense for glimmerinnhold for at bergartsprøver kan gå i flotasjon uten AqR-behandling. Grensen er satt til et anslått volum av glimmer på 10 %, og det anbefales 4 timer AqR-etsing etter flotasjon om K-fraksjonen har synlig mye oksider på kvartskornene. Forslaget kan overføres til å omhandle et 10 % volum av mørke mineraler generelt. For eksempel vil pyroksen ikke motvirke flotasjon direkte, men det er nyttig å fjerne disse mineralene på forhånd da de kan

6. Konklusjon

gi for høye vekter for K-fraksjoner før magnetseparasjon. Sparagmitter kan også behandles på denne måten, men resultatet av flotasjon vil sannsynligvis ikke endres for bergartsgruppen.

- Prosessene som foregår i AqR-steget er blitt studert ved hjelp av grunnstoffanalyse, for å øke forståelsen av delprosedyren. Analysen viser at mineraldannende grunnstoffer som Fe, Mg, K, Na og Al sin mobilitet er variabel i AqR-behandling. Det er observert at Fe og Mg i stor grad fjernes fra materialet, uavhengig av hvilken fase de opptrer i (oksider og silikater), mens K og Al mobiliseres mer fra glimmerrike bergarter enn de som domineres av feltspater. Aksessoriske grunnstoffer som Ti, viser variabel mobilisering ved AqR-behandling.
- Det er undersøkt hvorvidt tidlig magnetbehandling påvirker separasjonsprosedyren, og det er funnet at tidlig behandling vil gjøre videre delprosedyrer mer virkningsfulle. Det er derimot ikke effektivt med tanke på tid å gjøre omfattende magnetseparasjon tidlig i prosedyren da dette tar lang tid, det er også sannsynlig at materialet må gjennom magnetseparasjon igjen før HF/HNO₃-etsing, som gjør at denne rekkefølgen er mindre effektiv. Det er klart at om en prøve er rik på mørke, potensielt magnetiske mineraler vil en kort behandling med håndmagnet fremdeles forbedre videre delprosedyrer.

Basert på funnene har vi produsert forslag til hvordan enkelte bergartsgrupper kan prepareres, og hva som bør studeres etter hver enkelt delprosedyre. Flytdiagrammene og funnene fra dette prosjektet kan brukes til å oppdatere den eksisterende prosedyren, samt legge til nye delprosedyrer om de vurderes å være gode nok. Flytdiagram kan videre benyttes for underveisvurderinger gjennom de aktuelle delprosedyrene.

Arbeidet viser at vi kan skreddersy prosedyren til ulike bergartsgrupper slik at det ikke benyttes unødvendige mengder kjemikalier og arbeidstid på prøver som ikke trenger det. Videre viser arbeidet at bergarter kan behandles med færre delprosedyrer, som reduserer «risikoen» for unødvendig tap av kvarts gjennom separasjonsprosedyren. Studien har økt forståelsen for prosessene som inngår i delprosedyrene og har lagt grunnlag for ytterligere forskning og en oppdatert mineralseparasjonsprosedyre ved Kosmolab.

7. Referanser

- APPLIN, K. R. og HICKS, B. D. 1987. Fibers of dumortierite in quartz. *American Mineralogist*, 72, 170-172.
- ASKHEIM, S. 2009. Det Transskandinaviske Intrusivbelte. https://snl.no/det_transskandinaviske_intrusivbelte: Store norske leksikon. [Hentet 15.09.16]
- BOSS, C. B. og FREDEEN, K. J. 2004. *Concepts, instrumentation and techniques in inductively coupled plasma optical emission spectrometry*, Perkin Elmer Norwalk.
- BURAT, F., KOKKILIC, O., KANGAL, O., GURKAN, V. og CELIK, M. 2007. Quartz-feldspar separation for the glass and ceramics industries. *Minerals & Metallurgical Processing*, 24, 75.
- CHOQUETTE, M., BERUBE, M.-A. og LOCAT, J. 1991. Behavior of common rock-forming minerals in a strongly basic NaOH solution. *Canadian Mineralogist*, 29, 163-173
- CORBETT, L. B., BIERMAN, P. R. og ROOD, D. H. 2016. An approach for optimizing in situ cosmogenic ¹⁰Be sample preparation. *Quaternary Geochronology*, 33, 24-34.
- CROUDACE, I. W., RINDBY, A. og ROTHWELL, R. G. 2006. ITRAX: description and evaluation of a new multi-function X-ray core scanner. *Geological Society, London, Special Publications*, 267, 51-63.
- DEAN, R. S. og AMBROSE, P. 1944. *Development and use of certain flotation reagents*, US Govt. Print. Off. 57-63
- DUNAI, T. J. 2010. *Cosmogenic Nuclides- Principles, Concepts and Applications in the Earth Surface Sciences*, Cambridge University Press.
- FAURE, G. 1998. *Principles and applications of geochemistry : a comprehensive textbook for geology students*, Upper Saddle River, N.J, Prentice Hall. side 127 og 170
- GOSSE, J. C. og PHILLIPS, F. M. 2001. Terrestrial in situ cosmogenic nuclides: theory and application. *Quaternary Science Reviews*, 20, 1475-1560.
- HEYES, G., ALLAN, G., BRUCKARD, W. og SPARROW, G. 2012. Review of flotation of feldspar. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy*, 121, 72-78.
<https://www.inorganicventures.com/periodic-table> [Hentet 25. Mars 2017]
- KARAGUZEL, C., GULGONUL, I., DEMIR, C., CINAR, M. og CELIK, M. S. 2006. Concentration of K-feldspar from a pegmatitic feldspar ore by flotation. *International Journal of Mineral Processing*, 81, 122-132.
- KOFSTAD, P. 1992. *Uorganisk kjemi: en innføring i grunnstoffenes kjemi*, Tano. Side 150, 362, 380 og 402
- KOHL, C. P. og NISHIZUMI, K. 1992. Chemical isolation of quartz for measurement of in-situ - produced cosmogenic nuclides. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 56, 3583-3587.
- KUWAHARA, Y. og AOKI, Y. 1995. Dissolution process of phlogopite in acid solutions. *Clays and Clay Minerals*, 43, 39-50.
- LARSEN, E. og KLEIV, R. A. 2016. Flotation of quartz from quartz-feldspar mixtures by the HF method. *Minerals Engineering*, 98, 49-51.
- LICCIARDI, J. M. 2000. *Alpine glacier and pluvial lake records of late Pleistocene climate variability in the western United States*.
- MICHEL, R., AMMAR, M. R., POIRIER, J. og SIMON, P. 2012. Phase transformation characterization of olivine subjected to high temperature in air. *Ceramics International*.
- MIFSUD, C., FUJIOKA, T. og FINK, D. 2013. Extraction and purification of quartz in rock using hot phosphoric acid for in situ cosmogenic exposure dating. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 294, 203-207.
- NESSE, W. D. 2009. *Introduction to mineralogy*, Oxford University Press.
- NYSTUEN, J. P. 1981. The late Precambrian "sparagmites" of southern Norway; a major Caledonian allochthon; the Osen-Roa nappe complex. *American Journal of Science*, 281, 69-94.

7. Referanser

- PUNDAREEKAKSHUDU, K. 1967. Quartz-feldspar separation by flotation method. *Rocky Mountain Geology*, 6, 69-70.
- Purdue University: Mineral separation Lab [hentet 20.03.17]
AqR - <http://www.physics.purdue.edu/primelab/labs/mineral-separation-lab/aqua-regia.html>
Flotasjon - http://www.physics.purdue.edu/primelab/MSL/froth_floatation.html
- Selbekk, R. (2009). *symplektitt – Store norske leksikon*. [på nett] Store norske leksikon. Tilgjengelig på: <https://snl.no/symplektitt> [Hentet 24.08.16]
- Selbekk, R. (2009). *Smektitt - Store norske leksikon*. [på nett] Store norske leksikon. Tilgjengelig på : <https://snl.no/smektitt> [hentet 30.05.16]
- S.G. Frantz, Producerside [på nett] Hentet 13.04.17)
<http://sgfrantz.com/index.php/laboratory-separators/lb-1-magnetic-separators>
<http://sgfrantz.com/index.php/laboratory-separators/l-1-isodynamic-separators>
- RAO, K. H. og FORSSBERG, K. S. E. 1994. Feldspar-quartz flotation system and need for new reagent scheme. In: MULUKUTLA, P. S. (ed.) *Reagents for better metallurgy*. Littleton CO: Society for Mining, Metallurgy and Exploration Inc.
- REUSCHE. 2017. *Latest Pleistocene to Late Holocene Glaciation of Washington Land, Greenland*. Master Thesis, University of Wisconsin-Madison. [sendt av Allen Schaen]
- SCHWEDA, P. 1994. Dissolution Rates and Alteration of Muscovite, Phlogopite and Biotite at pH 1 to 4, Room Temperature. *Mineralogical Magazine*, 58A, 817-818.
- SIGMOND, E. M. O., BRYHNI, I. og JORDE, K. 2013. Norsk geologisk ordbok. Akademika forlag.
- SKORINA, T. og ALLANORE, A. 2015. Aqueous alteration of potassium-bearing aluminosilicate minerals: from mechanism to processing. *Green Chemistry*, 17, 2123-2136.
- STONE, J. O. 2000. Air pressure and cosmogenic isotope production. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 105, 23753-23759.
- TERRY, R. D. og CHILINGAR, G. V. 1955. Summary of. *Journal of Sedimentary Research*, 25.
- VIDYADHAR, A. og HANUMANTHA RAO, K. 2007. Adsorption mechanism of mixed cationic/anionic collectors in feldspar-quartz flotation system. *Journal of Colloid and Interface Science*, 306, 195-204.
- VON BLANCKENBURG, F., BELSHAW, N. S. og O'NIONS, R. K. 1996. Separation of ⁹Be and cosmogenic ¹⁰Be from environmental materials and SIMS isotope dilution analysis. *Chemical Geology*, 129, 93-99.
- VON BLANCKENBURG, F. og WILLENBRING, J. K. 2014. Cosmogenic Nuclides: Dates and Rates of Earth-Surface Change. *Elements*, 10, 341-346.
- WALKER, M. 2005. *Quaternary Dating Methods*, Wiley. pp 77-79

Appendiks A - Data for mekanisk nedbrytning

Tabell A-1: Verdier for mekanisk nedbrytning. Enkelte prøver har en gjennomsnittlig dybde på prøven som er målt før behandling. Startvekten og mengden prøve før nedbrytning, og videre vekt er vist i passende kolonner. Tap vises for totalt etter kjefteknuser, og totalt tap etter pulverisering og skylling.

Prøve	"Dybde" (cm)	Startvekt (g)	250-500 μm (g)	< 250 μm (g)	over 500 μm (g)	Tap, knus (g)	Totalt tap etter knus	Total 250-500 μm (g)	Total <250 μm (g)	Total > 500 μm (g)	Tap etter pulverisering (g)	Totalt tap
LAPP-2		2288				17	0.7 %	1315	809	-	973	42.5 %
LAPP-4		2442				31	1.3 %	1421	890	8	1021	41.8 %
LAPP-7		3487				55	1.6 %	1942	1316	11	1545	44.3 %
GRÅ-1501		1130	132	147	851	0	13.0 %	598	481	-	532	47.1 %
GRÅ-1502	2.5	1530	183	166	1082	99	17.3 %	831	523	30	699	45.7 %
GRÅ-1503	4	3500	517	574	2223	186	21.7 %	1788	1410	-	1712	48.9 %
REN-1509	4	1523	137	140	1078	168	20.2 %	720	508	13	803	52.7 %
REN-1514	7	1163	112	79	769	203	24.2 %	610	297	-	553	47.5 %
REN-1515	3	2283	220	239	1648	176	18.2 %	1152	839	11	1131	49.5 %
TYS-1	4	1670	227	288	1094	61	20.9 %	719	829	-	951	56.9 %
JÆR-1601	2.5	3943	438	405	2748	352	19.2 %	-	-	-	-	-
JÆR-1603	4	4610	365	318	3870	57	8.1 %	-	-	-	-	-
JÆR-1605	6	4750	238	234	4240	38	5.7 %	-	-	-	-	-

Appendiks B - Data for AqR-forsøk

Tabell B-1: Data for AqR-serie 1-5, hvor sett 1 behandles som den opprinnelige prosedyren, sett 2 og 3 behandles med AqR/NaOH og sett 3 er forbehandlet med håndmagnet. Sett 4 omhandler de andre bergartsprøvene kun behandlet med AqR og sett 5 får AqR/NaOH-behandling. Sett 6 er alle prøvene i realistisk størrelse med NaOH-behandling for glimmerrike prøver.

Sett 1	Opprinnelig Prøvevekt	Behandling 1 Tap	Rest materiale	Behandling 2 Tap	Totalt tap
LAPP-2	50.1 g	20.3 %	39.9 g	5.2 %	25.5 %
LAPP-4	50 g	7.3 %	46.6 g	2.8 %	10.1 %
LAPP-7	50 g	6.4 %	46.8 g	6.6 %	13.0 %
Sett 2					
LAPP-2	50.5 g	24.6 %	38.1 g	3.0 %	27.6 %
LAPP-4	50.1 g	13.1 %	43.5 g	2.1 %	15.2 %
LAPP-7	50.6 g	9.0 %	46 g	4.4 %	13.4 %
Sett 3					
LAPP-2	50.8 g	24.8 %	38.2 g	3.3 %	30.0 %
LAPP-4	51.8 g	8.9 %	47.2 g	3.3 %	13.0 %
LAPP-7	50.9 g	9.5 %	46.1 g	7.8 %	17.0 %
Sett 4					
GRÅ-1501	51.4 g	9.0 %	45.6 g	2.3 %	11.4 %
GRÅ-1502	51.0 g	17.4 %	42.1 g	5.1 %	22.5 %
GRÅ-1503	50.7 g	23.1 %	39.0 g	6.1 %	29.2 %
REN-1509	50.4 g	6.6 %	47.1 g	1.8 %	8.4 %
REN-1514	50.5 g	3.0 %	49.0 g	0.8 %	3.8 %
REN-1515	50.0 g	2.8 %	48.6 g	1.6 %	4.4 %
TYS-1	50.3 g	13.1 %	43.7 g	1.4 %	14.5 %
Sett 5					
GRÅ-1501	50.0 g	11.1 %	44.5 g	3.9 %	15.0 %
GRÅ-1502	50.9 g	21.6 %	39.9 g	3.3 %	24.9 %
GRÅ-1503	51.1 g	26.6 %	37.5 g	3.7 %	30.3 %
REN-1509	50.1 g	6.2 %	47.0 g	2.3 %	8.5 %
REN-1514	50.7 g	5.1 %	48.1 g	2.8 %	7.8 %
REN-1515	50.3 g	4.0 %	48.3 g	1.6 %	5.6 %
TYS-1	50.5 g	11.5 %	44.7 g	1.6 %	13.1 %
Sett 6					
GRÅ-1501	153 g	8.8 %	139.5 g	0.9 %	9.7 %
GRÅ-1502	143 g	21.0 %	112.9 g	1.5 %	22.5 %
GRÅ-1503	155 g	19.1 %	125.4 g	2.5 %	21.6 %
REN-1509	149 g	3.4 %	143.6 g	2.2 %	5.6 %
REN-1514	149 g	1.7 %	146.5 g	1.4 %	3.0 %
REN-1515	143 g	4.1 %	137.2 g	1.1 %	5.2 %
TYS-1	134 g	11.2 %	119.2 g	3.3 %	14.5 %
LAPP-2	146 g	16.0 %	122.5 g	3.2 %	19.1 %
LAPP-4	162 g	6.8 %	151.4 g	1.0 %	7.7 %
LAPP-7	147 g	4.5 %	140 g	4.1 %	8.6 %
JÆR-1601	177 g	3.4 %	171 g	-	3.4 %
JÆR-1603	160 g	5.0 %	152 g	-	5.0 %
JÆR-1605	159 g	7.9 %	146 g	-	7.9 %
JÆR-1601 (N)	152 g	6.6 %	132 g	-	6.6 %
JÆR-1603 (N)	157 g	8.9 %	129 g	-	8.9 %
JÆR-1605 (N)	175 g	13.7 %	127 g	-	13.7 %

Tabell B-2: AqR-data for JÆR-prøvene som er forbehandlet med håndmagnet, og prøvene som er behandlet med Frantz.

	Utgangsvekt (g)	Magnetisk fraksjon (g)	Tap (%)	100 mL prøve (g)	Tilsatt AqR (mL)	Tilsatt NaOH (mL)	Restprøve (g)	Svinn (g)	Tapsprosent	Totalt tap (g)	Total tapsprosent
Håndmagnet											
JÆR-1601	200.0	0.6	0.3 %	155	300	150	145.3	9.7	6.3 %	54.7	27.4 %
JÆR-1603	204.0	18.7	9.0 %	149	300	150	141.3	7.7	5.2 %	62.7	30.7 %
JÆR-1605	201.0	48.7	24.0 %	152	300	150	136	16	10.5 %	65	32.3 %
Frantz											
JÆR-1601	207.0	2.6	1.0 %	149	300	150	142.6	6.4	4.3 %	64.4	31.1 %
JÆR-1603	201.0	24.7	12.3 %	150	300	150	140.3	9.7	6.5 %	60.7	30.2 %
JÆR-1605	201.0	78.1	39.0 %	123	300	150	109.9	13.1	10.7 %	91.1	45.3 %

Appendiks C - Flotasjonsdata

Tabell C-1: Flotasjonsdata for GRÅ-prøvene som er forbehandlet med AqR og AqR/NaOH-behandlede, og flotasjonsdata fra testing av REN-prøvene med vanlig AqR-forbehandlet prøve og prøve som er forbehandlet med 5 % HF.

	AqR				AqR+NaOH 1				AqR+NaOH 2			
	Startvekt	K-fraksjon	F-fraksjon	K-utbytte	Startvekt	K-fraksjon	F-fraksjon	K-utbytte	startvekt	K-fraksjon	F-fraksjon	K-utbytte
GRÅ-1501	40.2	14.9	22.30	37.1 %	80.0	33.9	41.80	42.4 %	80.5	34.7	41.5	43.1 %
GRÅ-1502	37.5	8.2	26.9	21.8 %	70.0	17.2	48.80	24.6 %	70.5	17.6	48.0	25.0 %
GRÅ-1503	34.7	5.2	26.7	15.0 %	75.00	13.00	44.60	17.3 %	75.40	14.40	42.60	19.1 %

	2xAqR				5 % HF (1)				5 % HF (2)			
	Startvekt	K-fraksjon	F-fraksjon	K-utbytte	Startvekt	K-fraksjon	F-fraksjon	K-utbytte	Startvekt	K-fraksjon	F-fraksjon	K-utbytte
REN-1509	40.3	7.7	30.1	19.0 %	80.0	48.8	28.5	61.0 %	80.6	51.7	16.8	64.1 %
REN-1514	40.4	28.0	9.6	69.3 %	80.1	62.3	8.9	77.8 %	80.1	63.5	7.1	79.3 %
REN-1515	40.3	10.5	27.7	26.1 %	80.0	68.8	1.5	86.0 %	81.0	75.0	2.0	92.6 %

Tabell C- 2: Flotasjonsdata for «Glimrende flotasjon» Del 1-5 med behandlede prøver og ubehandlede prøver.

	Behandlet 1				Behandlet 2			
	Startvekt	K-fraksjon	F-fraksjon	K-utbytte	Startvekt	K-fraksjon	F-fraksjon	K-utbytte
Del 1	80.1	12.4	65.9	15.4 %	80.3	13.3	63.8	16.6 %
del 2	80.2	18.4	58.2	22.9 %	80.3	19.0	56.6	23.7 %
Del 3	80.6	30.3	46.9	37.6 %	75.8	21.6	48.0	28.5 %
Del 4	81.6	19.6	57.5	24.0 %	80.4	18.4	57.3	22.9 %
Del 5	80.0	33.9	41.8	42.4 %	80.5	34.7	41.5	43.1 %

	Ubehandlet 1				Ubehandlet 2			
	Startvekt	K-fraksjon	F-fraksjon	K-utbytte	Startvekt	K-fraksjon	F-fraksjon	K-utbytte
Del 1	80.5	7.0	61.2	8.7 %	80.6	8.6	62.0	10.7 %
del 2	80.3	13.9	61.0	17.3 %	80.4	15.4	58.0	19.0 %
Del 3	83.0	30.2	44.2	36.4 %	81.2	23.4	52.2	28.8 %
Del 4	81.0	17.5	58.4	21.6 %	80.5	18.0	54.2	22.3 %
Del 5	81.0	29.0	48.8	35.8 %	80.6	33.1	43.6	41.1 %

Tabell C-3: Flotasjonsdata for testing av tillegg til delprosedyren med SVE-0838, flotasjonsdata for behandlet og ubehandlet granulitt og flotasjonsdata for gammel olje med nytt trykk (Nytt CO₂-trykk) og nytt trykk med Sigma-Aldrich eukalyptusoljen (Ny olje).

	SVE-0883	Flaske 1 startvekt	K-fraksjon	F-fraksjon	K-utbytte	Flaske 2 startvekt	K-fraksjon	F-fraksjon	K-utbytte
	Referanse	80.30	18.50	56.60	23.0 %	80.70	19.30	55.80	24.2 %
	pH-kontroll	80.50	19.30	57.00	24.0 %	81.00	19.50	55.60	24.1 %
	1-Dodecylamin	80.00	19.60	57.50	24.5 %	80.40	18.80	57.10	23.4 %
Behandlet	JÆR-1601	80.6	1.9	67.0	2.4 %	82.0	3.0	73.0	3.7 %
	JÆR-1603	81.6	17.1	56.5	21.0 %	83.0	20.2	56.3	24.3 %
	JÆR-1605	80.3	12.9	60.9	16.1 %	84.5	17.2	59.1	20.4 %
Ubehandlet	JÆR-1601	81.0	2.4	73.9	3.0 %	81.2	2.5	74.3	3.1 %
	JÆR-1603	80.2	24.0	51.5	29.9 %	84.3	23.8	54.9	28.2 %
	JÆR-1605	80.3	21.3	55.3	26.5 %	81.0	17.9	53.3	22.1 %
Ny olje	LAPP-4	80.7	16.8	56.3	20.8 %	82.2	18.2	55.2	22.7 %
	LAPP-7	80.9	15.6	60.0	19.3 %	83.3	13.9	63.7	16.7 %
Nytt CO ₂ -trykk	LAPP-4	80.3	18.1	54.9	22.5 %	81.9	17.8	55.7	21.7 %
	LAPP-7	81.8	15.3	60.2	18.7 %	80.3	12.9	60.3	16.1 %

Appendiks D - ICP-OES data

Tabell D-1: Konsentrasjoner av grunnstoffer for behandlede og ubehandlede prøver tatt med ICP-OES analyse. Konsentrasjonene i de behandlede prøvene er korrigert for massetap samsvarende med tap for den enkelte bergarten i AqR-steget. Differansen i konsentrasjon og påfølgende svinn er regnet med de korrigerte verdiene. N.D. betyr at konsentrasjonen som ble registrert er under deteksjonsgrensen, og «-» indikerer at verdien viste 0.

	Al (ppm)	Be (ppm)	Ca (ppm)	Co (ppm)	Cr (ppm)	Cu(ppm)	Fe (ppm)	K (ppm)	Mg (ppm)	Mn (ppm)	Mo (ppm)	Na (ppm)	Sn (ppm)	Sr (ppm)	Ti (ppm)	V (ppm)	Zn (ppm)	Zr (ppm)	Sc (ppm)	Ar (ppm)
GRÅ-1502	83015.5	2.4	22445.2	11.7	12.6	8.7	18436.5	19197.1	6681.7	307.8	2.1	29851.8	n.d.	342.4	2419.0	39.5	46.2	1.5	106.0	98.3
GRÅ-1502(kor.)	66780.9	1.6	20234.9	0.4	0.4	6.7	199.4	9514.4	21.5	5.5	1.7	27495.3	n.d.	311.4	181.4	0.0	2.2	5.4	83.3	80.4
Differanse	16234.6	0.7	2210.3	11.3	12.2	2.0	18237.1	9682.7	6660.2	302.3	0.4	2356.5	-	31.0	2237.6	39.5	44.0	-3.9	22.7	17.9
Svinn %	19.6	31.3	9.8	97.0	97.2	22.5	98.9	50.4	99.7	98.2	20.2	7.9	-	9.0	92.5	100.0	95.2	-259.5	21.4	18.2
REN-1509	42578.4	1.7	241.1	7.8	4.7	4.9	11667.9	36397.6	1354.4	89.6	0.9	6911.5	n.d.	32.4	2192.0	20.4	9.2	26.5	106.0	98.0
REN-1509 (kor.)	39493.6	1.5	229.7	5.6	4.2	n.d.	9218.3	34521.5	1147.3	75.5	1.0	6390.2	n.d.	27.3	2047.3	17.7	8.2	36.0	98.5	92.8
Differanse	3084.8	0.2	11.4	2.2	0.5	4.9	2449.6	1876.1	207.1	14.1	0.0	521.3	-	5.1	144.7	2.7	1.0	-9.5	7.5	5.2
Svinn %	7.2	13.2	4.7	28.1	10.1	100.0	21.0	5.2	15.3	15.8	-1.7	7.5	-	15.6	6.6	13.2	10.8	-35.8	7.1	5.3
TYS-1	73881.3	4.8	8110.1	5.9	2.2	2.4	12128.8	51920.9	1624.0	259.5	9.2	26818.4	n.d.	124.2	1814.3	10.4	34.9	7.9	103.0	96.0
TYS-1 (kor.)	63519.3	4.2	5433.4	1.2	n-d	0.4	569.8	43713.9	22.7	71.7	1.7	24623.0	n.d.	109.6	706.7	1.0	2.9	5.9	90.8	84.7
Differanse	10362.0	0.6	2676.6	4.7	2.2	2.0	11559.0	8207.0	1601.3	187.8	7.5	2195.4	-	14.6	1107.6	9.4	32.0	2.0	12.2	11.3
Svinn %	14.0	12.7	33.0	78.8	100.0	83.4	95.3	15.8	98.6	72.4	81.3	8.2	-	11.7	61.0	90.8	91.7	24.8	11.8	11.8
GRÅ-1503	74249.4	2.6	11999.1	15.7	7.1	2.5	32540.0	45268.4	6901.0	382.8	1.9	22724.2	n.d.	651.9	4073.0	65.7	79.6	5.3	105.0	95.5
GRÅ 1503 (kor.)	59244.8	2.1	9973.6	4.7	0.6	0.0	5805.0	32495.0	23.8	37.4	1.7	21218.3	n.d.	597.5	2523.0	17.8	6.5	3.6	86.3	79.9
Differanse	15004.6	0.5	2025.5	11.0	6.5	2.5	26735.0	12773.4	6877.2	345.4	0.2	1505.9	-	54.4	1550.0	47.9	73.1	1.7	18.7	15.6
Svinn %	20.2	20.0	16.9	70.1	92.1	100.0	82.2	28.2	99.7	90.2	9.5	6.6	-	8.4	38.1	73.0	91.8	32.1	17.8	16.3
REN-1515	21674.8	0.9	113.4	2.9	2.5	9.1	3866.8	17812.4	441.4	41.0	0.3	262.7	n.d.	16.3	350.0	5.3	4.6	8.8	105.0	96.0
REN-1515 (kor.)	19355.7	0.7	74.1	1.2	1.4	n.d.	3078.5	16266.6	362.9	35.2	0.1	268.1	n.d.	13.8	362.2	4.3	3.9	9.2	100.4	92.7
Differanse	2319.1	0.1	39.2	1.7	1.1	9.1	788.3	1545.8	78.5	5.8	0.2	-5.4	-	2.6	-12.2	1.0	0.7	-0.4	4.6	3.3
Svinn %	10.7	12.8	34.6	58.0	43.4	100.0	20.4	8.7	17.8	14.2	52.5	-2.0	-	15.6	-3.5	18.8	14.3	-4.3	4.4	3.5
REN-1514	25118.4	1.0	202.3	4.3	2.5	2.4	2362.9	25541.0	582.6	26.3	0.3	1534.0	n.d.	42.7	898.4	6.1	5.6	17.8	106.0	96.5
REN-1514 (kor.)	22117.7	0.9	193.9	2.0	1.7	4.4	1576.1	23079.9	435.9	18.7	0.1	1420.1	n.d.	40.2	928.5	4.5	4.6	15.4	102.9	94.3
Differanse	3000.7	0.1	8.4	2.3	0.8	-2.0	786.8	2461.1	146.7	7.5	0.2	113.9	-	2.5	-30.1	1.6	1.0	2.4	3.1	2.2
Svinn %	11.9	14.6	4.2	54.4	32.8	-84.3	33.3	9.6	25.2	28.7	68.6	7.4	-	5.8	-3.4	26.2	18.5	13.3	2.9	2.3
GRÅ-1501	56897.9	6.8	16362.3	5.1	1.8	0.9	4532.0	3746.3	1504.3	94.1	1.4	26763.0	n.d.	300.0	976.1	11.1	17.0	2.1	104.0	95.9
GRÅ-1501 (kor.)	50505.7	6.2	15035.1	0.9	0.3	3.9	586.1	1548.5	53.5	25.4	1.1	24255.2	n.d.	278.9	454.9	1.5	4.0	0.8	96.6	87.6
Differanse	6392.2	0.6	1327.2	4.3	1.4	-3.0	3945.9	2197.8	1450.8	68.7	0.2	2507.8	-	21.1	521.2	9.6	13.0	1.3	7.4	8.3
Svinn %	11.2	9.4	8.1	83.3	80.3	-324.7	87.1	58.7	96.4	73.0	16.9	9.4	-	7.0	53.4	86.9	76.7	60.7	7.1	8.7
Lapp-7	76342.2	5.2	5614.3	2.0	0.4	0.0	2490.3	37119.3	211.0	227.8	1.8	29023.0	n.d.	122.3	87.3	n.d.	16.9	14.7	105.0	95.9
LAPP-7 (kor.)	66302.8	4.6	5101.3	0.2	0.1	0.8	2090.9	31104.9	152.9	283.3	1.7	26160.0	n.d.	107.8	61.4	n.d.	12.6	6.7	97.6	89.1
Differanse	10039.4	0.6	513.0	1.8	0.3	-0.8	399.4	6014.4	58.1	-55.5	0.1	2863.0	-	14.5	25.9	-	4.3	8.0	7.4	6.8
Svinn %	13.2	12.0	9.1	89.4	73.0	-	16.0	16.2	27.5	-24.4	7.9	9.9	-	11.8	29.6	-	25.4	54.3	7.0	7.1
LAPP-2	83432.9	8.7	16973.0	9.6	25.2	n.d.	14462.6	26293.1	5784.8	406.7	2.0	34041.0	n.d.	492.0	1750.0	30.1	50.2	16.3	106.0	95.3
LAPP-2 (kor.)	70461.9	8.1	15171.2	0.3	1.3	n.d.	242.4	17281.0	56.7	7.8	1.8	32013.4	n.d.	463.1	109.7	1.2	4.1	13.6	89.0	80.9
Differanse	12971.0	0.6	1801.8	9.3	23.9	-	14220.2	9012.1	5728.1	398.9	0.1	2027.6	-	28.9	1640.3	28.9	46.1	2.7	17.0	14.4
Svinn %	15.5	6.4	10.6	97.4	94.8	-	98.3	34.3	99.0	98.1	7.0	6.0	-	5.9	93.7	96.0	91.8	16.3	16.0	15.1
LAPP-4	76147.0	3.1	11320.7	4.0	0.6	125.0	5115.7	28130.3	1140.0	68.4	1.8	33779.0	n.d.	662.2	541.0	5.0	39.5	33.8	105.0	95.4
LAPP-4 (kor.)	68828.9	2.7	10235.7	nd	0.0	0.7	143.9	24994.2	33.9	2.5	1.7	31451.3	n.d.	621.2	26.9	0.0	3.9	18.8	98.4	89.6
Differanse	7318.1	0.5	1085.0	4.0	0.6	124.3	4971.8	3136.1	1106.1	65.9	0.2	2327.7	-	41.0	514.1	5.0	35.6	15.0	6.6	5.8
Svinn %	9.6	14.9	9.6	100.0	100.0	99.4	97.2	11.1	97.0	96.3	8.2	6.9	-	6.2	95.0	100.0	90.2	44.5	6.3	6.1

Appendiks E - Kjemikalier og utstyr**Tabell E-1: Kjemikalier som er benyttet i prosjektet**

Navn	Formel	Artikkel nummer	Leverandør
Salpetersyre >65 %	HNO ₃	30709-M	Sigma-Aldrich
Saltsyre >37 %	HCl	30721-M	Sigma-Aldrich
Flussyre >40 %	HF	30103-M	Sigma-Aldrich
Natriumhydroksid pellets	NaOH	28245.460	VWR
Eukalyptusolje 80-85 %	-	W290500	Sigma-Aldrich
1-Dodecylamin	H ₃ C(CH ₂) ₁₀ CH ₂ NH ₂	8.03527.0101	VWR
Eddiksyre >99 %	CH ₃ COOH	A6283	Sigma-Aldrich

Tabell E-2: Instrumenter og maskiner som er benyttet i prosjektet

Navn	Produsent	Bruksområde
Eclipse E200	Nikon	Tynnslipsanalyse
Kjefteknuser	-	Grovknusing
Skivemølle	RexNord	Pulverisering
Hotplate CB500	Stuart	Varmeplate
Ambi-Card	Manitowoc Beverage Systems	Karbonator
LB-1	SG Frantz Co.	Magnetseparasjon
iCAP 7600 ICPOES Analyzer	Thermo Fischer	ICP-OES analyse
KL 200 Led	Leica	Lupe
Cutting Machine	Brot technologies	Sag
Pølseruller RG-serie	Avantco Equipment	Flaskeruller