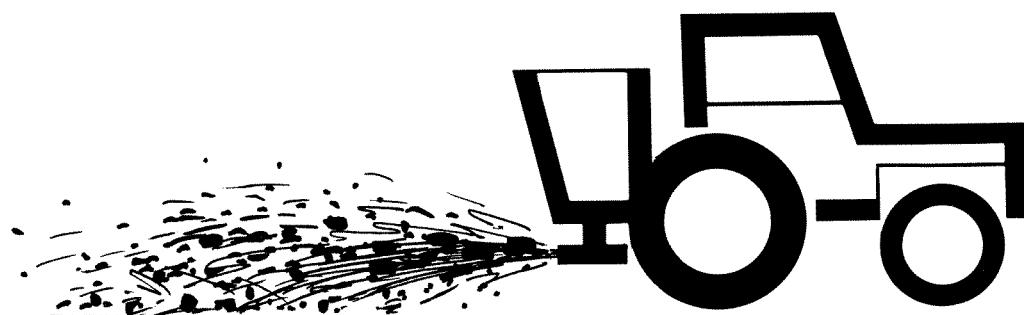


O-92017

**Ringtest nr. 2 for  
kommunalt avløpsslam  
1993**



# NIVA - RAPPOR

Norsk institutt for vannforskning  NIVA

Prosjektnr.:	Undernr.:
O-92017	
Løpenr.:	Begr. distrib.:
2940	

Hovedkontor	Sørlandsavdelingen	Østlandsavdelingen	Vestlandsavdelingen	Akvaplan-NIVA A/S
Postboks 69, Korsvoll 0808 Oslo 8	Televeien 1 4890 Grimstad	Rute 866 2312 Ottestad	Thormøhlensgt 55 5008 Bergen	Søndre Tollbugate 3 9000 Tromsø
Telefon (47) 22 18 51 00	Telefon (47) 37 04 30 33	Telefon (47) 62 57 64 00	Telefon (47) 55 32 56 40	Telefon (47) 77 68 52 80
Telefax (47) 22 18 52 00	Telefax (47) 37 04 45 13	Telefax (47) 62 57 66 53	Telefax (47) 55 32 88 33	Telefax (47) 77 68 05 09

Rapportens tittel:  Ringtest for kommunalt avløpsslam 1993	Dato: September 1993 Trykket: NIVA
Forfatter(e):  Håvard Hovind	Faggruppe:  ANA
	Geografisk område:  Geografisk område:  Antall sider: 34 Opplag: 100

Oppdragsgiver:  NIVA	Oppdragsg. ref.:
----------------------------	------------------

**Ekstrakt:** Våren 1993 ble det gjennomført en ringtest for laboratorier som ønsker å utføre kontrollanalyser av slam fra kommunale avløpsanlegg. Både tungmetaller og nyttestoffer ble bestemt i slam fra renseanlegg i Holter og Fredrikstad, og metaller i et dansk referanse materiale. Resultatene for kopper og sink var tilfredsstillende, mens mange resultater ble bedømt som uakseptable for de øvrige tungmetallene. Bare 10 av de 32 deltagende laboratorier oppnådde mer enn 80 % akseptable resultater, dvs resultater innenfor medianverdien av laboratoriene resultater  $\pm 20\%$ . Hele 9 laboratorier hadde 50 % eller færre akseptable resultater. Det er ikke registrert noen generell forbedring i resultatene fra forrige ringtest, og det er stort sett de samme laboratorier som også denne gang har en stor andel uakseptable resultater. Laboratorier med avvikende resultater må snarest igangsette tiltak for å forbedre kvaliteten på bestemmelsene av tungmetaller i kommunalt avløpsslam, før de kan utføre rutinemessige kontrollanalyser av slike prøver. Analysekvaliteten bør kontrolleres årlig gjennom et ringtestprogram for slam.

4 emneord, norske

1. Kommunalt slam
2. Tungmetaller
3. Ringtest
4. Kvalitetssikring

4 emneord, engelske

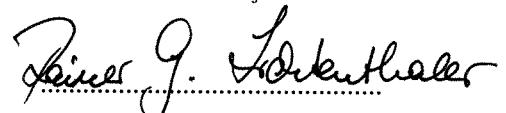
1. Municipal sludge
2. Heavy metals
3. Intercalibration
4. Quality assurance

Prosjektleder



Håvard Hovind

For administrasjonen



Rainer G. Lichtenhaler

ISBN 82-577-2359-2

NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING  
Oslo

**O - 92017**

**RINGTEST FOR KOMMUNALT AVLØPSSLAM**

**1993**

**SEPTEMBER 1993**

Saksbehandler: Håvard Hovind

For administrasjonen: Rainer Lichtenhaler

## INNHOLD

	Side
1. Sammendrag og konklusjon . . . . .	3
2. Bakgrunn . . . . .	4
3. Gjennomføring . . . . .	4
3.1 Deltakere . . . . .	4
3.2 Slamprøver . . . . .	4
3.3 Analysevariable og metoder . . . . .	4
3.4 Prøveutsendelse og resultatrapportering . . . . .	5
3.5 Behandling av analysedata . . . . .	5
4. Resultater . . . . .	5
4.1 Kvikksølv . . . . .	7
4.2 Kadmium . . . . .	7
4.3 Bly . . . . .	7
4.4 Krom . . . . .	8
4.5 Kopper . . . . .	8
4.6 Nikkel . . . . .	8
4.7 Sink . . . . .	9
4.8 Kalsium . . . . .	9
4.9 Kalium . . . . .	9
4.10 Totalfosfor . . . . .	9
4.11 Kjeldah-nitrogen . . . . .	9
4.12 Totalnitrogen . . . . .	12
4.13 Totalt tørrstoffinnhold . . . . .	12
4.14 Glødetap . . . . .	12
4.15 Totalt organisk karbon . . . . .	12
4.16 pH i vannekstrakt . . . . .	12
5. Vurdering av resultatene . . . . .	12
6. Henvisninger . . . . .	16

## TILLEGG

1. Forslag til analysedeklarasjon for slam . . . . .	17
2. Alfabetisk oversikt over deltakerne ved ringtesten . . . . .	18
3. Sertifikat for Referanse materiale fra VKI . . . . .	19
4. Analyseresultatene fra de enkelte deltakere . . . . .	20

## 1. SAMMENDRAG OG KONKLUSJON

Arbeidet med å regulere bruken av slam fra kommunale renseanlegg har ført til et forslag til nye forskrifter for bruken av slikt slam som jordforbedringsmiddel. En følge av dette er at det jevnlig må kontrolleres at konsentrasjonen av tungmetaller i slammet er lavere enn de angitte grenser, samtidig som man ønsker en analysedeklarasjon som gir informasjoner om nyttestoffene i slammet.

Våren 1992 ble det etter ønske fra Statens forurensningstilsyn (SFT) organisert en ringtest for laboratorier som kunne tenkes å utføre slike kontrollanalyser av slam i fremtiden. Resultatene fra ringtesten var lite oppløftende, spesielt for den to viktigste tungmetallene kvikksølv og kadmium. SFT ønsket derfor at en ny ringtest skulle gjennomføres i 1993 for å se om laboratoriene i løpet av siste året hadde forbedret sine rutiner for analyse av avløpsslam.

Årets ringtest ble gjennomført i løpet av april-mai 1993, og det ble benyttet tre slamprøver: et referanse materiale med normerte verdier for innholdet av metaller, samt to tørkete og homogeniserte prøver fra norske renseanlegg. De to siste var hentet fra henholdsvis Holter renseanlegg i Akershus (sekundærfeilingsanlegg), og Fredrikstad renseanlegg i Østfold (primærfeilingsanlegg). Følgende analysevariable ble bestemt i alle tre prøver: kvikksølv, kadmium, bly, krom, koppe, nikkel sink, kalsium og kalium. I de to norske slamprøvene skulle også bestemmes totalfosfor, kjeldahl-nitrogen eller totalnitrogen, totalt tørrstoffinnhold, glødetap eller totalt organisk karbon. Noen laboratorier bestemte også pH i et vannuttrekk av det tørkede slammet.

Ved vurderingen av analyseresultatene ble medianverdien av de innsendte resultater brukt som "sann verdi". Laboratoriene middelverdi for hver enkelt prøve ble benyttet ved vurderingene, og de som lå innenfor medianverdien  $\pm 20\%$ , ble karakterisert som akseptable. Andelen av akseptable resultater varierte svært mye både mellom analysevariable og prøver, f.eks. var henholdsvis 88, 23 og 47 % av resultatene for bly akseptable i prøve A, B og C. Det var gjennomgående best resultater for koppe (henholdsvis 94, 94 og 84 % akseptable resultater i prøve A, B og C) og sink (97, 97 og 87 % akseptable resultater). Resultatene var langt fra tilfredsstillende for de øvrige tungmetallene hvor konsentrasjonen i prøvene var vesentlig lavere. Ved rutinemessig kontroll av slam er ikke dette akseptabelt.

10 av de 32 deltakende laboratorier hadde mer enn 80 % akseptable resultater for tungmetallene. 13 laboratorier hadde 60 - 80 % akseptable resultater, mens hele 9 hadde 50 % eller færre! Flest avvikende resultater finner man stort sett ved de samme laboratorier som ved fjorårets ringtest, hvor det åpenbart er gjort altfor liten innsats for å finne årsaken til avvikene! Systematisk arbeid med metodene må til for å forbedre kvaliteten ved analysene. Når dette er gjennomført, kan laboratoriet dokumentere analysekvaliteten ved å fremlegge resultater fra kontrollanalyser av Standard Referanse-materialer. Det kan også være aktuelt å gjennomføre nye ringtester med jevne mellomrom.

Flere laboratorier har utelatt ett eller flere metaller ved ringtesten, disse anbefales å utvide analyseprogrammet til å omfatte alle variable som er aktuelle ved kontroll av kommunalt avløpsslam.

## **2. BAKGRUNN**

Arbeidet med å regulere bruken av slam fra kommunale renseanlegg har pågått i lang tid, og det er nå utarbeidet nye forskrifter for bruken av kommunalt avløpsslam som jordforbedringsmiddel. Dette medfører at det skal utføres jevnlige kontrollanalyser av slikt slam, og dette skal gjennomføres før slammet kjøres ut til brukeren. Det er derfor utarbeidet en veileder for prøvetaking av kommunalt slam (1). Det skal først og fremst kontrolleres at konsentrasjonen av tungmetaller ligger under angitte grenseverdier. Dessuten ønsker man en "vare-deklarasjon" som gir informasjoner om nyttestoffene i slammet. Et forslag til en slik analyserapport er gjengitt i Tillegg 1.

Etter ønske fra Statens Forurensningstilsyn ble det organisert en ringtest for alle laboratorier som kunne tenkes å utføre kontrollanalyser av kommunalt slam. Ringtesten ble gjennomført april-mai 1993.

## **3. GJENNOMFØRING**

### **3.1 DELTAKERE**

Det ble sendt ut en invitasjon til å delta i ringtesten til alle fylkeslaboratorier samt andre private og offentlige laboratorier som kunne tenkes å være interesserte i å utføre slike analyser. Ialt ble 37 laboratorier invitert til å delta i ringtesten, og 33 svarte positivt til dette. Senere trakk ett av laboratoriene seg fra deltagelse, mens ett kom i tillegg. En alfabetisk oversikt over hvilke laboratorier som deltok i ringtesten er gjengitt i Tillegg 2.

### **3.2 SLAMPRØVER**

Det ble sendt ut tre tørkede og homogeniserte slamprøver. Prøve A var et Referanse materiale fra Vandkvalitetsinstitutet i Danmark, der de normerte verdier for tungmetallene var bestemt gjennom en ringtest. En kopi av sertifikatet for dette materialet er gjengitt i Tillegg 3. Dette materialet er et kommunalt avløpsslam med noe høyere konsentrasjoner for enkelte av tungmetallene enn hva som er normalt for norske slamtyper. De to andre slamprøvene ble hentet henholdsvis fra Holter renseanlegg i Akershus (sekundærfellingsanlegg) - prøve B - og Fredrikstad renseanlegg i Østfold (primærfellingsanlegg) - prøve C. De to siste prøvetyppene ble tørket ved 105 °C og homogenisert ved knusing i mølle.

### **3.3 ANALYSEVARIABLE OG METODER**

Deltakerne ble bedt om å utføre tre parallele bestemmelser for hver enkelt analysevariabel, slik at det var mulig å beregne et standard avvik for bestemmelsene internt på hvert laboratorium, i tillegg til standardavviket som beregnes mellom laboratoriene. Den normerte prøven (prøve A) skulle primært analyseres med hensyn på tungmetallene, siden det bare var mulig å skaffe svært

begrensede mengder av denne prøven. De øvrige prøvene skulle gjennomgå hele analyseprogrammet.

Deltakerne ble bedt om å bestemme følgende analysevariable i alle prøvene: kvikksølv, kadmium, bly, kobber, krom, nikkel og sink. I tillegg skulle følgende analysevariable bestemmes i de norske slamprøvene: kalsium, kalium, totalfosfor, kjeldahlnitrogen eller totalnitrogen, totalt tørrstoffinnhold, organisk stoff eller glødetap. I resultatskjemaet var det også ført opp bestemmelse av pH i et vannuttrekk av slammet, men etter henvendelse fra mange av deltakerne ble det bestemt at de som ønsket det kunne utelate denne variabelen da den først og fremst er tenkt brukt til vått slam. Alle resultater skulle angis i mikrogram pr gram tørrstoff, eller i prosent av tørrstoffet.

### **3.4 PRØVEUTSENDELSE OG RESULTATRAPPORTERING**

Det tørkede slammet ble delt opp i delprøver og overført til 8-dramsglass. Det ble sendt ut noe i overkant av 1 gram av prøve A, mens det ble sendt ut ca 10 g av de to andre prøvene. Prøvene ble sendt til deltakerne onsdag 14. april 1993, og ankom til laboratoriene i løpet av den etterfølgende uken. Flere av deltakerne bemerket ved innsendelse av resultatene at de ønsket tilsendt en større mengde av prøvene for å kunne gjennomføre analyseprogrammet på en tilfredsstillende måte.

### **3.5 BEHANDLING AV ANALYSEDATA**

For alle laboratoriene ble det beregnet middelverdi og standard avvik av de innsendte resultatene for hver enkelt analysevariabel og prøve. Ved bare to parallelle bestemmelser er kun middelverdien beregnet. For hver enkelt analysevariabel og prøve er medianverdien av alle laboratoriernes middelverdier bestemt, dessuten ble middelverdien og standardavviket beregnet. Laboratorier med middelverdier som avviker meget sterkt fra medianverdien, ble utelatt ved de statistiske beregningene. Ved vurdering av om enkeltresultater skulle forkastes før de statistiske beregninger, ble Dixons test (2) benyttet. Forkastede resultater er gjengitt i parentes i tabellene i Tillegg 4.

## **4. RESULTATER**

Laboratoriernes enkeltresultater er gjengitt i tabellene 6 - 20 i Tillegg 4, hvor også den beregnede middelverdien og standardavviket for hver analysevariabel ved hvert enkelt laboratorium er gjengitt. Medianverdien for laboratoriernes middelverdier er også gitt i disse tabellene, samt den samme verdi for prøve A, i tillegg til middelverdien og standardavviket mellom laboratoriernes middelverdier. Resultater som avviker meget sterkt fra medianverdien, og derfor ble forkastet ved Dixons test for avvikende resultater (2), er utelatt ved beregningene og er gjengitt i parentes i tabellene 6 - 20.

**Tabell 1.** Oversikt over sanne verdier, medianverdier og middelverdier for slampørene. Samme verdier er de normerte verdier gitt for prøve A (se tillegg 1). m = medianverdi, x = middelverdi, s = standard avvik, n = antall resultater benyttet ved de statistiske beregninger.

Metall, enhet	Samn verdi	Prøve A			Prøve B			Prøve C				
		m	x	s	n	m	x	s	n	m	x	s
Hg, µg/g	3.64 ± 0.22	3.63	4.06	1.18	18	0.79	0.86	0.24	16	1.23	1.20	0.39
Cd, µg/g	3.67 ± 0.27	3.99	4.50	1.18	28	1.37	1.80	0.95	27	6.63	6.64	1.45
Pb, µg/g	169 ± 4.7	164.0	169.7	18.2	31	27.3	26.3	9.5	27	59.4	59.6	14.7
Cr, µg/g	28.6 ± 0.95	29.7	32.2	8.3	28	50.0	47.1	12.7	27	46.7	47.9	13.8
Cu, µg/g	637 ± 12.0	630.7	628	46.5	30	323.0	319	62.9	31	112.5	106.3	23.7
Ni, µg/g	17.2 ± 1.2	21.0	21.4	7.3	25	10.7	12.2	4.9	26	32.7	35.8	11.8
Zn, µg/g	1093 ± 13	1103	1119	114	31	309	314	26.9	30	450	458	46.7
Ca, %	4.36	4.26	0.76	27	0.70	0.68	0.13	24	0.83	0.80	0.16	24
K, %	0.16	0.17	0.03	24	0.14	0.14	0.02	25	0.34	0.34	0.07	24
TOT-P, %	2.07	2.07	0.16	6	1.42	1.50	0.10	21	1.38	1.37	0.15	22
KJE-N, %	4.09	3.53	1.32	4	2.83	2.82	0.12	19	1.75	1.74	0.12	19
TOT-N, %								1	1.78		1	
TOC, %								3	16.7	15.6	3.9	3
TTS, %								30	99.5	99.3	1.1	30
TGT, %								26	37.6	37.5	0.8	27
pH								12	6.45	6.44	0.17	12

Resultater som ligger innenfor den beregnede medianverdi  $\pm 20\%$ , er karakterisert som akseptable i denne rapporten, og laboratorienees middelverdier for hver analysevariabel og prøve er benyttet ved disse vurderingene. I tabellene 2 og 3 er gitt en vurdering av middelverdien fra de enkelte laboratorier. Akseptable resultater er merket med stjerne (\*), mens resultater som er systematisk for høye er markert med pluss (+) og de som er systematisk for lave med minus (-). Resultater som er utelatt ved de statistiske beregninger er satt i parentes. Tegnet < er benyttet for laboratorier som har rapportert resultater som "mindre enn" en eller annen grenseverdi.

#### **4.1 KVIKKSØLV**

Laboratorienees enkeltresultater er gjengitt i tabell 6. Vel halvparten av laboratoriene sendte inn resultater for kvikksølv i hver av prøvene A, B og C. Omtrent halvparten av disse igjen rapporterte resultater som ble definert som akseptable, dvs de ligger innenfor medianverdien  $\pm 20\%$ . For prøve A er middelverdien høyere enn sann verdi, og dette er typisk når systematiske feil fører til at flere laboratorier får altfor høye resultater. Feilaktig blindprøvekorreksjon kan føre til at resultatene blir gjennomgående systematisk høye eller systematisk lave. Interferenseffekter og mulig kontaminering kan også være årsak til avvikende resultater.

For de to andre prøvene var middelverdien og medianverdien sammenlignbare, men konsentrasjonen av kvikksølv i disse prøvene var langt lavere enn i prøve A. Det er gjennomgående bra presisjon ved bestemmelsen ved de enkelte laboratorier, men de systematiske feil er dominerende.

#### **4.2 KADMIUUM**

Laboratorienees enkeltresultater er gjengitt i tabell 7. Alle deltakerne - med unntak av to laboratorier - sendte inn resultater for kadmium. Men som det fremgår av Tabellene 2 og 3 er bare omtrent halvparten av middelverdiene definert som akseptable for prøvene A og B, mens 75 % er akseptable i prøve C hvor konsentrasjonen er langt høyere, og faktisk overskriden den maksimumsverdi SFT har satt for slam som skal brukes på jordbruksarealer. Presisjonen innen laboratoriene er nokså variabel, og systematiske feil fører til mange avvikende resultater slik at presisjonen mellom laboratoriene også blir dårlig.

Syv laboratoriers middelverdier er for høye for alle tre prøvene. Selv om det blant disse laboratoriene ble benyttet både atomabsorjon i flamme, flammeløs atomabsorpsjon, og ICP ved selve bestemmelsen, må disse laboratoriene vurdere om mulige interferenser ved bestemmelsen kan være årsak til avvikene. Det er klart at ved lave konsentrasjoner må man kunne benytte en metode som er tilstrekkelig følsom.

#### **4.3 BLY**

Laboratorienees enkeltresultater er gjengitt i tabell 8. Samtlige deltakere unntatt ett laboratorium sendte inn resultater for bly, og alle unntatt fire rapporterte verdier innenfor sann

verdi  $\pm 20\%$  for prøve A hvor konsentrasjonen av bly er høyest. For prøve B var bare 23 % av middelverdiene akseptable, og dette har åpenbart sammenheng med at konsentrasjonen i denne slamprøven var langt lavere enn i referanse materialet.

Omtrent halvparten av de avvikende resultater var systematisk for lave, mens de øvrige var systematisk for høye. Presisjonen ved de enkelte laboratorier var svært variabel ved bestemmelse av dette metallet, med et relativt standard avvik som varierte fra  $< 1\%$  til langt over 10 %. Høye konsentrasjoner av jern og fosfat vil kunne interferere ved denne bestemmelsen, spesielt i prøve C er det høy konsentrasjonen av jern. I prøve B er det høye konsentrasjoner av aluminium, som også kan føre til interferenser og dermed for lave resultater.

#### **4.4 KROM**

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i tabell 9. Alle unntatt 3 laboratorier sendte inn resultater for krom i slamprøvene. I gjennomsnitt ble omtrent 60 % av middelverdiene bedømt som akseptable. Kromkonsentrasjonene i disse prøvene er relativt lave i forhold til slam i mange andre land. Presisjonen innen hvert enkelt laboratorium var noe varierende, men var langt bedre enn standardavviket mellom laboratoriene. Det var både systematisk for høye og for lave verdier blant de avvikende resultatene. Interferens under bestemmelsen kan være en mulig årsak til endel avvikende resultater.

#### **4.5 KOPPER**

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i tabell 10. Alle laboratoriene sendte inn resultater for kopper i slamprøvene, med gjennomgående bra resultater for alle tre prøvene. Bare to middelverdier lå utenfor den generelle grensen på  $\pm 20\%$  for prøve A og B, mens 84 % av middelverdiene var akseptable for prøve C der konsentrasjonen av kopper var noe høyere enn en tiendedel av maksimumsgrensen for slam til bruk på jordbruksarealer. Resultatene for kopper kan derfor anses for å være tilfredsstillende.

#### **4.5 NIKKEL**

Laboratorienes enkeltresultater er gjengitt i tabell 11. 30 av de 33 deltakerne sendte inn resultater for nikkel. Knapt halvparten av resultatene ble bedømt som akseptable. Konsentrasjonen av nikkel var omtrent en femtedel av maksimumsverdien for bruk av slam på jordbruksarealer. Ved bestemmelsen kan interferenseffekter gjøre seg gjeldende, det er således mulig at høykonsentrasjon av aluminium i prøve B og høy jernkonsentrasjon i prøve C kan føre til forstyrrelse av atomabsorpsjonssignalet. Det er både systematisk for høye og for lave resultater blant de avvikende middelverdier.

#### **4.7 ZINK**

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i tabell 12. Alle deltakerne med unntak av to sendte inn resultater for sink, og det var meget høy andel akseptable resultater for alle prøvene, slik at resultatene for dette metallet kan anses for å være tilfredsstillende.

#### **4.8 KALSIUM**

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i tabell 13. For kalsium ble det mottatt resultater fra noe mer enn tre fjerdedeler av deltakerne. For dette metallet var andelen akseptable resultater omkring 70 %. Avvikende middelverdier var i de fleste tilfeller systematisk for lave, noe som kan indikere interferenser ved selve bestemmelsen. Det må understreses at det er viktig å tilsette tilstrekkelig mengde lantan til den oppsluttede løsningen, også ved fortynning før selve sluttbestemmelse av kalsium, ettersom slammet inneholder relativt mye fosfat. For prøve A er det god overensstemmelse mellom laboratoriene resultater og den sanne verdi. Forøvrig er det jevnlig god presisjon innen og mellom laboratoriene. Tre laboratorier ser ut til å ha sendt inn resultater påvirket av regnfeil, ettersom de avviker svært mye fra de andre resultatene.

#### **4.9 KALIUM**

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i tabell 14. Det ble mottatt resultater for kalium fra tre fjerdedeler av laboratoriene. For denne analysevariabelen var det bare to sterkt avvikende middelverdier, ellers er resultatene for kalium gjennomgående akseptable. Blant de avvikende verdier var de fleste systematisk for høye. Samtidig må det påpekes at de som benyttet ICP også fikk resultater sammenlignbare med medianverdiene.

#### **4.10 TOTALFOSFOR**

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i tabell 15. Bare 6 laboratorier rapporterte resultater for totalfosfor i prøve A, mens vel tyve sendte inn resultater for prøve B og C. For de to sistnevnte ble vel 80 % av middelverdiene bedømt som akseptable. Ett laboratorium rapporterte altfor høye resultater og må kontrollere om det er gjort en regnfeil ved beregningen. De øvrige avvikende verdiene var alle systematisk for lave. Hvis løsningen under oppslutningstrinnet kokes inn til tørrhet, eller tilnærmet tørrhet, kan man risikere å få altfor lave resultater for totalfosfor.

#### **4.11 KJELDAHL-NITROGEN**

Laboratorienes enkeltresultater er gjengitt i tabell 16a. For Kjeldahl-nitrogen ble det mottatt 4 resultatsett for prøve A, og 19 for prøve B og C. For de to norske slamprøvene lå bare to av middelverdiene utenfor den generelle grensen på  $\pm 20\%$ . Det er gjennomgående tilfredsstillende presisjon ved bestemmelsen.

**TABELL 2. VURDERING AV MIDDLEVERDIENE FRA DE ENKELTE LABORATORIER - TUNGMETALLER.** Tegnene har følgende betydning: \* resultatet ligger innenfor medianverdien  $\pm 20\%$ , + resultatet er systematisk for høyt, - resultatet er systematisk for lavt. < angir at resultatene ble oppgitt som "mindre enn deteksjonsgrensen". Tegn i parentes representerer verdier som ikke er tatt med ved de statistiske beregninger. % OK angir hvor mange prosent av de innsendte resultater for en analysevariabel som er akseptable. Laboratorium nr. 8 og 24 har for noen variable oppgitt resultater bestemt ved to metoder.

NR.	Hg	Cd	Pb	Cr	Cu	Ni	Zn														
1	+	*	*	*	*	*	*														
2	*	*	*	-	*	+	*														
3	*	-	*	*	*	*	*														
4	*	*	*	*	*	*	*														
5	*	(+)	+	*	*	-	*														
6																					
7	+	+	*	+	*	*	*														
8	+/-	+/-	*/*	-/*	*/*	*	*														
9																					
10																					
11	+	*	*	(+)	*	(+)	*														
12	*	*	*	*	*	*	*														
13																					
14																					
15																					
16																					
17																					
18																					
19																					
20			<	*	*	<	*														
21				*	*	-	*														
22	*	*	-	*	*	<	*														
23	+	(+)	+	*	*	*	*														
24	*	-	-	*/*	/+	-/+	*														
25																					
26				(+)	(+)	*	*														
27	-	-	-	+	(+)	*	*														
28	*	*	(+)	*	<	*	*														
29				*	*	*	*														
30	+	+	*	-	*	-	*														
31	*	-	-	+	+	+	(+)														
32	*	*	-	*	*	*	(+)														
33																					
% OK	56	44	50	61	50	75	88	23	47	64	62	55	94	94	84	44	52	41	97	97	87

**TABELL 3. VURDERING AV MIDDLEVERDIENE FRA DE ENKELTE LABORATORIER - NYTTESTOFFER.** Tegnene har følgende betydning: \* resultatet ligger innenfor medianverdien  $\pm$  20 %, + resultatet er systematisk for høyt, - resultatet er systematisk for lavt. < angir at resultatene ble oppgitt som "mindre enn deteksjonsgrensen". Tegn i parentes representerer verdier som ikke er tatt med ved de statistiske beregninger. % OK angir hvor mange prosent av de innsendte resultater for en analysevariabel som er akseptable.

Nr.	CA	K	P	KJEN
1	*	*	*	*
2				
3	*	*	*	*
4	*	*	*	*
5	*	(-)	(-)	*
6	-	*	*	*
7	*	*	*	*
8	*	*	*	*
9	*	*	*	*
10				
11	+	*	*	*
12	*	*	*	
13	*	*	*	(-)
14	+	(-)	(+)	(+)
15	*	-	*	*
16	-	-	*	+
17				
18				
19	*	*	*	*
20	*	*	(+)	*
21	*	+	*	*
22	-	-	*	*
23	*	(-)	*	
24	*	*	*	*
25	*	-	*	*
26	*	*	*	*
27	*	*	*	*
28	*	*	*	*
29				
30	+	*	*	*
31	-	*	*	-
32	*	*	*	*
33			*	*
% OK	74	70	70	75
	80	92	68	90
	100	84	80	90

#### **4.12 TOTALNITROGEN**

Bare ett laboratorium bestemte totalnitrogen ved en instrumentell forbrenningsmetode. Laboratoriets enkeltresultater er gjengitt i tabell 16b. Resultatene er sammenlignbare med medianverdiene for Kjeldahl-nitrogen i prøve B og C.

#### **4.13 TOTALT TØRRSTOFFINNHOLD**

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i tabell 18. For prøve A ble det mottatt resultater for totalt tørrstoffinnhold fra ialt 16 laboratorier, 30 av deltakerne bestemte denne analysevariabelen i prøve B og C. Alle resultatene er akseptable, og presisjonen er gjennomgående bra ved denne bestemmelsen, selv om enkelte laboratorier har noe stor spredning mellom sine enkeltresultater.

#### **4.14 GLØDETAP**

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i tabell 19. Ni laboratorier bestemte glødetapet i prøve A, mens henholdsvis 26 og 27 sendte inn resultater for prøve B og C. Alle middelverdiene ble bedømt som akseptable.

#### **4.15 TOTALT ORGANISK KARBON**

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i tabell 17. Bare tre laboratorier bestemte totalt organisk karbon ved forbrenningsmetode, og med litt forskjellige resultater.

#### **4.16 pH I VANNEKSTRAKT**

Ettersom prøvene besto av tørket slam, var det egentlig ikke hensikten at pH skulle bestemmes i et vannuttrekk av disse, men da pH sto på resultatskjemaet hadde flere av deltakerne allikevel bestemt denne analysevariabelen. Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i tabell 20, for de 12 av deltakerne som bestemte pH i et vannekstrakt av prøve B og C. Avviket mellom høyeste og laveste pH-verdi var omtrent 0.5 pH-enheter for begge prøvene.

### **5. VURDERING AV RESULTATENE**

En vurdering av om et analyseresultat er akseptabelt eller ikke, er avhengig av hva det skal brukes til. Ved fastsettelse av akseptansegrensene ved denne ringtesten har vi valgt å bruke de generelle krav til den totale feil som anvendes internasjonalt:  $\pm 20\%$  av medianverdien av de innsendte resultater. Av Tabellene 2 og 3 fremgår hvilke laboratoriers middelverdier som er akseptable i henhold til dette kriterium, disse er merket med stjerne (\*). Resultater som er systematisk for høye er markert med pluss (+), og de som er systematisk for lave er markert

med minus (-). Tegn som er plassert i parentes representerer verdier som er forkastet ved Dixons test for avvikende resultater, og avviker så mye fra medianverdien at de er utelatt ved de statistiske beregninger.

For enkelte elementer er andel akseptable resultater noe forskjellig for de tre prøvene, og dette har en klar sammenheng med konsentrasjonsnivået i prøvene. Spesielt fremtredende er dette fenomenet for bly, hvor andel akseptable resultater varierer fra 88 % i prøve A, via 23 % i prøve B til 47 % i prøve C. Det er åpenbart at lavere konsentrasjoner fører til at en større andel av resultatene ligger utenfor den generelle akseptansegrensen på  $\pm 20\%$ . I de tilfeller hvor kravverdien ligger langt høyere enn de målte verdiene, f.eks. slik som for nikkel og krom (se tabell 4), må det vurderes om man skal kunne benytte videre grenser, spesielt når konsentrasjonen for det aktuelle metall blir meget lav. Det kan således være aktuelt å vurdere om man skal innføre akseptansegrenser basert på absolute verdier istedenfor på prosentvis definerte grenser ved konsentrasjoner under et visst nivå.

I tabell 4 er gitt en oversikt over myndighetenes krav til tillatte maksimalkonsentrasjoner av de enkelte tungmetaller. Til sammenligning er de konsentrasjoner som ble bestemt i de tre slamprøvene (medianverdien av laboratoriene resultater) også gjengitt. Med unntak av kadmium i prøve C ligger alle resultatene under maksimumsverdiene.

**Tabell 4. Oversikt over tillatte maksimalkonsentrasjoner ( $\mu\text{g/g}$ ) i kommunalt slam for bruk som jordforbedringsmiddel. Medianverdiene for prøvene A, B og C er også gjengitt.**

Metall	Tillatt maksimalinnhold		Medianverdier		
	Jordbruks-areal	Grøntareal	Prøve A	Prøve B	Prøve C
Hg	5	7	3.6	0.8	1.2
Cd	4	10	4.0	1.4	6.6
Pb	100	300	169	27	59
Cr	125	200	29	50	47
Cu	1000	1500	637	323	113
Ni	80	100	17	11	33
Zn	1500	3000	1093	309	450

Hvis man krever at det skal benyttes en analysemetode hvor deteksjonsgrensen skal være maksimum 1/10 av grenseverdien ("tillatt maksimalinnhold" i tabell 4), må man benytte metoder der deteksjonsgrensen - angitt i  $\mu\text{g/l}$  - er lik tallverdiene i kolonnen merket "jordbruksareal". Dette gjelder for de tilfeller der man oppslutter 1 gram tørket prøve, og fortynner løsningen til 1 liter før selve sluttbestemmelsen.

Det er ingen metode som skiller seg spesielt ut fra de andre når det gjelder andelen akseptable resultater blant de deltagende laboratorier, forutsatt at konsentrasjonen er høy nok til at metoden kan anvendes direkte. Ved lave konsentrasjoner må man som en generell regel ha

muligheten for å velge en tilstrekkelig følsom metode til selve sluttbestemmelsen. Ved kontrollanalyse av kommunalt avløpsslam burde ikke dette representer noe stort problem, for de fleste laboratorier vil kontroll av kontaminering og korreksjon for mulige interferenser være mer vesentlig for resultatenes kvalitet.

For bestemmelse av kvikksølv var kalddamp atomabsorpsjon nesten enerådende teknikk, men ett laboratorium benyttet fluorescensdetektor ved bestemmelsen. Seks laboratorier benyttet ICP til selve sluttbestemmelsen av de øvrige metallene. Resten av laboratoriene brukte fortrinnsvis atomabsorpsjon i flamme, selv om enkelte brukte grafittovn ved bestemmelse av kadmium og noen få ved bestemmelse av bly, krom og nikkel. For kadmium ser det ut til at man har oppnådd best resultater med grafittovn, mens det ikke er noen signifikant forskjell mellom resultatene fremskaffet ved ulike metoder for de andre metallene.

Av Tabellene 2 og 3 fremgår også at det er en viss forskjell i andel akseptable resultater mellom de enkelte analysevariable. Dette kan skyldes at enkelte elementer er mer utsatt for interferenseffekter under bestemmelsen enn andre. Således er resultatene for kopper og sink generelt lite påvirket av interferenser, og resultatene for disse elementene er meget bra ved denne ringtesten. Disse to metallene er dessuten tilstede i meget høye konsentrasjoner sett i forhold til de anvendte metodenes deteksjonsgrenser. For andre elementer må det også tas med i betragtning at prøvene B og C har ganske forskjellig matrise. Således inneholder prøve B store mengder aluminiumforbindelser, mens prøve C kommer fra et jernfettingsanlegg.

Ved vurdering av de enkelte laboratoriers resultater for tungmetallene er andelen akseptable resultater beregnet både i prosent av det totale antall metallresultater laboratoriet har sendt inn, og i prosent av det mulige antall resultater som kunne sendes inn. Dette er gjort fordi noen laboratorier har bare deltatt med noen få analysevariable, og oppnår således en høy andel akseptable resultater selv om mange viktige analysevariable ikke er tatt med. Det ideelle er et høyt prosenttall i begge tilfeller.

En oversikt over antall akseptable resultater, antall innsendte resultater, samt prosentvis andel akseptable resultater for begge beregningsmåter er gjengitt i tabell 5. Av denne fremgår det at bare 10 av 32 laboratorier har mer enn 80 % akseptable middelverdier av sine innsendte analyseresultater for tungmetallene. 13 laboratorier har mellom 60 og 80 % akseptable resultater, mens hele 9 laboratorier har omtrent halvparten eller færre akseptable resultater. Dette er langt fra tilfredsstillende.

Ved denne slamringtesten har 6 laboratorier langt lavere andel akseptable resultater enn ved fjarårets ringtest. Dette kan muligens ha sammenheng med at det denne gang ble benyttet prøver med gjennomgående lavere konsentrasjoner av metallene. Bortsett fra ett laboratorium som har en markert forbedring av resultatene denne gang, er laboratoriene prestasjoner ganske sammenlignbare ved de to slamringtestene. Dette indikerer at det sannsynligvis er gjort svært lite for å finne årsaken til avvikene forrige gang, og dermed forbedre analysene. Sett i lys av en mulig fremtidig akkreditering av analysemetodene, er dette lite gunstig da det stilles krav til dokumentasjon av hvilke tiltak som er gjennomført for å få en metode til å fungere tilfredsstillende, hvis det ved en ringtest er påvist avvikende resultater.

**TABELL 5. VURDERING AV DE ENKELTE LABORATORIERS RESULTATER FOR METALLENE VED SLAMRINGTEST 9302.** Ved beregning av prosent akseptable resultater for hvert enkelt laboratorium, er det foretatt beregning både i forhold til antall resultater det enkelte laboratorium har sendt inn, og i forhold til totalt antall mulige resultater.

Lab.nr.	Antall akseptable	Antall innsendte resultater	% akseptable av innsendte resultater	% akseptable av antall mulige
1	17	21	81	81
2	10	21	48	48
3	17	21	81	81
4	20	21	95	95
5	13	21	62	62
6	14	15	93	67
7	14	21	67	67
8	19	27	70	70
9	12	18	67	57
10	13	15	87	62
11	10	21	48	48
12	17	21	81	81
13	7	18	39	33
14	4	9	44	19
15	14	18	78	67
16	5	18	28	24
17	12	12	100	57
18	9	18	50	43
19	12	18	67	57
20	9	14	64	43
21	15	18	83	71
22	17	21	81	81
23	13	21	62	62
24	15	24	63	63
25	7	18	39	33
26	9	14	64	43
27	12	20	60	57
28	14	18	78	67
29	7	15	47	33
30	13	21	62	62
31	7	21	33	33
32	20	21	95	95
<b>Middel</b>	<b>12.3</b>	<b>18.8</b>	<b>66.2</b>	<b>58.2</b>

Det er et fremtredende trekk ved tabell 2 og 3 at noen laboratorier har samme type avvik for alle tre prøvene for en eller flere analysevariable. Slike systematiske avvik kan tyde på at både oppslutningstrinnet og selve sluttbestemmelsen må undersøkes nærmere. En viss innsats fra laboratoriets side skulle gjøre det mulig å redusere eller eliminere årsaken til avviket. Dessverre

ser det ut til at det stort sett er de samme laboratorier som dominerer med et betydelig antall avvikende resultater både i år og ifjor.

De laboratorier som har ulike typer avvik for en gitt analysevariabel i de tre prøvene, må undersøke hva årsaken til de tilfeldige variasjonene kan være. Her må det vurderes om ulik matrise i de tre prøvene kan være delvis årsak til dette fenomenet.

Miljøgiftene kadmium og kvikksølv er de analysevariable som det legges mest vekt på ved kontroll av kommunalt avløpsslam. Derfor er også de strengeste kontrollkravene knyttet til disse metallene. Men som det fremgår av tabell 2 og 3, er de dårligste resultatene oppnådd for disse metallene, idet bare omrent halvparten av resultatene kan bedømmes som akseptable ut fra et generelt nøyaktighetskrav på  $\pm 20\%$  av medianverdien. Forøvrig må det også fremheves at bare noe over halvparten av laboratoriene har utført bestemmelse av kvikksølv, som er et av de viktigste tungmetallene.

Nok en gang må det understrekkes at de laboratorier som har oppnådd resultater bedømt som ikke akseptable, må gjennomgå metodene grundig - også forbehandlingsprosedyrene - for å finne årsaken til avvikene. Fremgangsmåten ved rutineanalysene må forbedres til analysekvaliteten blir tilfredsstillende. Til kontroll av dette arbeidet kan benyttes Standard referansematerialer med sertifiserte verdier. Det anbefales at man benytter en type referansematerialer som er mest mulig sammenlignbar med de prøvene som skal analyseres, både med hensyn til konsentrasjonsnivået av de aktuelle elementene og matriks i prøven. Dermed kan man til enhver tid kontrollere om bestemmelsen fungerer tilfredsstillende, og disse resultatene kan brukes som dokumentasjon av kvaliteten til resultatene ved rutinemessig analyse av slam. Om nødvendig kan det være aktuelt å hente inn ekstern hjelp til en detaljert gjennomgang av arbeidsprosedyrene.

## 6. HENVISNINGER

1. Veiledning for prøvetaking av slam. SFT, utkast.
2. W.J. Dixon: Biometrics 1953, **9**, 74.

**TILLEGG 1.****INNHOLDSDEKLARASJON AV SLAM**

Renseanlegg: .....

Slambehandlingsmetode: .....

Prøvetakingsperiode: .....

**PRODUKTFAKTA:**

pH	
Tørrstoff (TS), %	
Organisk stoff, % av TS	
Kjeldahl-Nitrogen, % av TS	
Total-Fosfor, % av TS	
Kalsium, % av TS	
Kalium., % av TS	

TUNGMETALLER	Analyseverdier	Tillatt maksimalinnhold	
		Jordbruksareal, private hager og parker	Grøntareal
Kadmium, mg/kg TS		4	10
Bly, mg/kg TS		100	300
Kvikksølv, mg/kg TS		5	7
Nikkel, mg/kg TS		80	100
Sink, mg/kg TS		1500	3000
Kobber, mg/kg TS		1000	1500
Krom, mg/kg TS		125	200

## TILLEGG 2.

### ALFABETISK OVERSIKT OVER DELTAKERNE VED RINGTESTEN

ADH Vannlaboratoriet, 4631 Kristiansand S  
Agderforskning, 4890 Grimstad  
Avløpssambandet Nordre Øyern, 2007 Kjeller  
Chemlab Services, 5035 Sandviken  
Fylkeslaboratoriet i Østfold, 1500 Moss  
Fylkeslaboratoriet i Buskerud, 3023 Drammen  
Gauldalsregionen Kjøtt- og næringsmiddelkontroll, 7096 Kvål  
Holt Forskningsstasjon, 9001 Tromsø  
Hordaland Fylkeslaboratorium, 5008 Bergen  
Hydro Rjukan Næringspark, 3661 Rjukan  
Innherred kjøtt- og næringsmiddelkontroll, 7700 Steinkjer  
KOM-Senteret, 5751 Odda  
Landbrukets Analysesenter, 1432 Ås-NLH  
Miljølaboratoriet AS, 3256 Larvik  
Miljølaboratoriet i Telemark, 3701 Skien  
NIVA, 0808 Oslo  
Norsk Analysesenter, 1361 Billingstad  
Næringsmiddelkontrollen i Namdal, 7801 Namsos  
Næringsmiddelkontrollen i Trondheim, 7047 Trondheim  
Næringsmiddeltilsynet for Midt-Rogaland, 4033 Forus  
Næringsmiddeltilsynet for Sør-Gudbrandsdal, 2601 Lillehammer  
Næringsmiddeltilsynet i Salten, 8017 Bodø  
Næringsmiddeltilsynet i Tønsberg, 3101 Tønsberg  
Oslo Vann- og Avløpsverk, 0506 Oslo  
Rogalandsforskning, 4004 Stavanger  
Romsdal Næringsmiddeltilsyn, 6400 Molde  
Sentralrenseanlegg RA-2, 2011 Strømmen  
SINTEF - MOLAB A/S, 8601 Mo  
Skolmar Jordlaboratorium, 3201 Sandefjord  
Vannlaboratoriet for Hedmark, 2312 Ottestad  
Vestfjorden Avløpsselskap, 3470 Slemmestad  
West Lab AS, 4056 Tananger

**TILLEGG 3.****SERTIFIKAT FOR REFERANSEMATERIALE FRA VKI,**

De angivne indhold er baseret på tørvægt.

PARAMETER	ENHED	GENNEMSNIT m	STANDARD- AFVIGELSE INDENFOR LABORA- TORIERNE s,	DEN TOTALE STANDARD- AFVIGELSE FOR LABORA- TORIERNE s <sub>n</sub>	95% KONFIDENSGRÆNSER PÅ GENNEMSNIT		METODE/- ANTAL LABORA- TORIER (p)	UDELUKKEDE LABORATORIER  U: Manuelt udelukkede 1) C: Cochran outlier G: Grubb outlier
					Nedre	Øvre		
Arsen (As)	mg/kg TS	5,02	0,26	1,82	4,17	5,87	A/9, E/11	3 (U)
Bly (Pb)	mg/kg TS	169	4,7	16	163	175	A/8, B/19, G/3	2 (U), 2 (C), 3 (G)
Cadmium (Cd)	mg/kg TS	3,67	0,27	0,79	3,37	3,97	A/21, B/8, G/1	1 (U), 2 (C)
Chrom (Cr)	mg/kg TS	28,6	0,95	3,45	27,3	29,8	A/9, B/18, D/2, G/3	2 (U), 2 (C)
Kobber (Cu)	mg/kg TS	637	12	38	624	650	A/5, B/27, G/3	2 (U), 1 (C)
Kviksølv (Hg)	mg/kg TS	3,64	0,22	0,66	3,37	3,91	F/25	2 (U), 2 (C), 1 (G)
Nikkel (Ni)	mg/kg TS	17,2	1,2	3,7	15,9	18,4	A/18, B/15, G/3	1 (U)
Zink (Zn)	mg/kg TS	1093	13	77	1064	1122	B/27, G/3	2 (U), 4 (C), 1 (G)

1) Resultater, der udelukkes grundet forhåndskendskab til analysefejl og/eller forkerte analyseprocedurer. Disse resultater er ikke medtaget i bilag.

Metoder:

- A: AAS - grafitovn, direkte.
- B: AAS - luft acetylen flamme, direkte.
- D: AAS - lattergas acetylen flamme
- E: AAS - hydridsystem
- F: AAS - Hg, flammeløs
- G: AES - ICP

AAS: Atomabsorptionsspektrometri

AES: Atomemissionsspektrometri

**TILLEGG 4. ANALYSERESULTATENE FRA DE ENKELTE DELTAKERE**
**Tabell 6. Kvikkstølv, µg/g.** Resultater i parentes er forkastet ved Dixons test (2), og er derfor utelatt ved de statistiske beregninger.

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1	5.6	5.27	5.38	0.19	1.14	1.23	1.43	1.27	0.15	1.23	1.54	1.33	0.18		
2	3.53	3.45	3.73	3.57	0.14	0.65	0.8	0.75	0.09	1.31	1.17	1.22	1.23	0.07	
3	3.24	3.26		3.25	0.01	0.8	0.83	0.82	0.02	0.92	0.72	1	0.88	0.14	
4	4.17	3.67	4.02	3.95	0.26	0.83	0.74	0.72	0.06	1.06	0.99	0.998	1.02	0.04	
5	3.3	2.8	2.9	3.00	0.26	2.03	2.03	(2.03)	0.00	1.6	2	1.9	1.83	0.21	
7	4.6	4.57	4.56	4.58	0.02	1.05	1.08	1.15	1.09	0.05	1.19	1.58	1.45	0.20	
8a	5.8	6.4	4.9	5.70	0.75	1.2	1.4	0.9	1.17	0.25	1.5	1.1	1.6	1.40	
8b	5	6.8	5	5.60	1.04	1.2	1.6	1.1	1.30	0.26	1.27	1.27	1.27	0.26	
11	5.45		5.45		0.92		0.92		0.98		0.98		0.98		
12	3.68		3.68		0.911	1.03	0.869	0.94	0.08	1.36	1.23	1.22	1.27	0.08	
22	2.98	3.3	3.19	3.16	0.16	0.76	0.67	0.64	0.69	0.06	0.9	0.95	0.88	0.04	
23	6	6.4	6.7	6.37	0.35	5.6	5.2	5	(5.27)	0.31	2.6	2	2.1	2.23	
24	3.2	2.8		3.00	0.28	0.6	0.5	0.5	0.53	0.06	0.8	0.7	0.8	0.32	
27	2.46			2.46		0.51			0.51		0.85		0.85		0.06
28	2.77	3.07	3.03	2.96	0.16	0.72	0.77	0.77	0.75	0.03	2.51	3.12	2.65	(2.76)	
30	4.43	4.36	4.37	4.39	0.04	1.02	0.99	0.86	0.96	0.09	1.2	1.29	1.26	0.05	
31	3.2			3.20		0.61			0.61		0.85		0.85		
32	3.17	3.38	3.6	3.38	0.22	0.79	0.78	0.75	0.77	0.02	0.86	0.9	0.91	0.89	0.03
Sann				3.64	0.22										
Median				3.63					0.79					1.23	
Middel				4.06	0.28				0.86	0.10				1.20	
Stdavvik				1.18					0.24					0.39	
Antall				18					16					17	

**Tabell 7.** Kadmium,  $\mu\text{g/g}$ . Resultater i parentes er forkastet ved Dixons test (2), og er derfor uteslatt ved statistiske beregninger.

**Tabel 8.** Bly, µg/g. Resultater i parentes er forkastet ved Dixons test (2), og er derfor utekket ved de statistiske beregninger.

**Tabel 9.** Krom,  $\mu$ g/g. Resultater i parentes er forkastet ved Dixons test (2), og er derfor utekkert ved de statistiske beregninger.

**Tabell 10. Kopper,  $\mu_{\text{G/g}}$** . Resultater i parentes er forkastet ved Dixons test (2), og er derfor utelatt ved de statistiske beregninger.

**Tabel 11. Nikkel, µg/g.** Resultater i parentes er forkastet ved Dixons test (2), og er derfor utelatt ved de statistiske beregninger.

**Tabel 12. Sink, µg/g.** Resultater i parentes er forkastet ved Dixons test (2), og er derfor utelatt ved de statistiske beregninger.

**Tabell 13.** Kalsium, %. Resultater i parentes er forkastet ved Dixons test (2), og er derfor utelatt ved de statistiske beregninger.

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1	4.32	4.31	4.31	4.31	0.00	0.64	0.66	0.65	0.65	0.00	0.78	0.77	0.79	0.78	0.01
3	4.19	4.3	4.25	0.08	0.742	0.752	0.75	0.75	0.75	0.00	0.875	0.893	0.854	0.87	0.02
4	4.47	4.44	4.54	4.48	0.05	0.742	0.729	0.745	0.74	0.00	0.833	0.837	0.861	0.84	0.02
5	3.94	3.95	4	3.96	0.03	0.05	0.05	0.05	(0.05)	0.00	0.05	0.05	0.04	(0.05)	0.00
6	3.29			3.29	0.61				0.61	0.75				0.75	
7	4.47	4.48	4.42	4.46	0.03	0.65	0.66	0.66	0.66	0.00	0.77	0.79	0.77	0.78	0.01
8	4.5	5	4.8	4.77	0.25	0.73	0.76	0.75	0.75	0.02	0.88	0.9	0.9	0.89	0.01
9	4.21	4.47		4.34	0.18	0.69	0.69	0.69	0.69	0.00	0.82	0.81	0.82	0.82	0.00
11	5.9			5.90		0.836				0.95				0.95	
12	4.12			4.12		0.641	0.634	0.64	0.64	0.00	0.777	0.786	0.791	0.78	0.00
13	4.73	4.8		4.77	0.05	0.712	0.722	0.72	0.72	0.00	0.845	0.847	0.85	0.85	0.00
14	5.14	5.09	5.58	5.27	0.27	0.05	0.05	0.06	(0.05)	0.00	0.08	0.09	0.05	(0.07)	0.02
15	4.79	4.07	4.29	4.38	0.37	0.62	0.45	0.54	0.54	0.09	0.58	0.93	0.82	0.78	0.18
16	3.22		3.33	3.26	0.06	0.413	0.394	0.40	0.40	0.01	0.452	0.436	0.41	0.43	0.02
19	3.81			3.81	0.62				0.62	0.79				0.79	
20	3.7	3.74	3.72	0.02	0.64	0.61	0.64	0.64	0.63	0.02	0.76	0.76	0.77	0.77	0.00
21	4.39	4.35	4.33	4.36	0.03	0.906	0.894	0.925	0.91	0.02	1.05	1.01	1.07	1.04	0.03
22	2.44	2.45	2.45	2.45	0.00	0.35	0.35	0.35	0.35	0.00	0.43	0.42	0.42	0.42	0.00
23	4.99	4.72	4.67	4.79	0.17	0.0078	0.0078	0.008	(0.01)	0.00	0.022	0.023	0.025	(0.02)	0.00
24	4.4			4.40		0.75	0.76	0.78	0.76	0.02	0.85	0.88	0.86	0.86	0.02
25	3.85	3.78	4.03	3.89	0.13	0.46	0.48	0.46	0.47	0.01	0.45	0.44	0.44	0.45	0.00
26	4.68	4.71	4.72	4.70	0.02	0.765	0.752	0.758	0.76	0.00	0.887	0.895	0.89	0.89	0.00
27	4.8	4.7		4.75	0.07	0.78	0.82	0.81	0.80	0.02	0.9	0.92	0.91	0.91	0.01
28	4.17	4.12		4.15	0.04	0.67	0.65	0.65	0.66	0.01	0.83	0.82	0.86	0.84	0.02
30	5.44	5.39	5.4	5.41	0.03	0.76	0.85	0.83	0.81	0.05	0.96	1.1	1.19	1.08	0.12
31	2.59			2.59		0.787			0.79	0.896				0.90	
32	4.3	4.42	4.4	4.37	0.06	0.711	0.719	0.718	0.72	0.00	0.759	0.791	0.784	0.78	0.02
											0.70			0.83	
											0.68		0.01	0.80	
											0.13			0.16	
											24			24	

Median  
Middel  
Stdavvik  
Antall

**Tabell 14.** Kaliump, %. Resultater i parentes er forkastet ved Dixons test (2), og er derfor utelatt ved de statistiske beregningene.

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik		
1	0.15	0.17	0.17	0.16	0.01	0.13	0.16	0.15	0.15	0.02	0.3	0.3	0.3	0.30	0.00		
3	0.149	0.161	0.161	0.16	0.00	0.132	0.138	0.135	0.131	0.14	0.00	0.333	0.342	0.329	0.33	0.00	
4	0.161	0.163	0.178	0.17	0.00	0.135	0.139	0.13	0.13	0.14	0.00	0.349	0.344	0.372	0.36	0.01	
5	0.16	0.15	0.16	0.16	0.00	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13	0.00	0.28	0.28	0.27	0.28	0.00	
6	0.17			0.17		0.18			0.18			0.45		0.45		0.45	
7	0.16	0.15	0.15	0.15	0.00	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13	0.00	0.28	0.29	0.28	0.28	0.00	
8	0.21	0.25	0.2	0.22	0.03	0.17	0.17	0.19	0.19	0.18	0.01	0.43	0.42	0.42	0.42	0.00	
9	0.157	0.165		0.16	0.00	0.129	0.131		0.13	0.00	0.317	0.312		0.31	0.00		
11	8.02			(8.02)		0.134			0.13		0.223			0.22			
12	0.146			0.15		0.132	0.13	0.131	0.13	0.00	0.32	0.328	0.339	0.33	0.00		
13	0.118	0.097		0.11	0.01	0.128	0.105		0.12	0.02	0.37	0.348		0.36	0.02		
14	0.22	0.24	0.21	0.22	0.02	0.18	0.18	0.19	0.18	0.00	0.32	0.32	0.3	0.31	0.01		
15	0.16	0.16	0.16	0.16	0.00	0.14	0.13	0.14	0.14	0.00	0.33	0.34	0.34	0.34	0.00		
16	0.192	0.186	0.187	0.19	0.00	0.171	0.174		0.17	0.00	0.467	0.444	0.42	0.44	0.02		
19	0.14			0.14		0.144	0.143		0.14	0.00	0.301	0.302	0.304	0.30	0.00		
20	0.15	0.17	0.15	0.16	0.01	0.13	0.12	0.12	0.12	0.00	1.01	0.88	0.79	(0.89)	0.11		
21	0.179	0.177	0.175	0.18	0.00	0.156	0.156	0.16	0.16	0.00	0.39	0.371	0.382	0.38	0.00		
22	0.13	0.15	0.11	0.13	0.02	0.13	0.13	0.12	0.12	0.00	0.38	0.37	0.35	0.37	0.02		
24	0.21			0.21		0.15	0.14	0.16	0.15	0.00	0.45	0.43	0.42	0.43	0.02		
25	0.18	0.14	0.18	0.17	0.02	0.11	0.11	0.11	0.11	0.00	0.21	0.22	0.22	0.22	0.00		
26	0.172	0.175	0.184	0.18	0.00	0.153	0.152	0.153	0.153	0.15	0.00	0.352	0.36	0.355	0.36	0.00	
27	0.16	0.15		0.16	0.00	0.13	0.14	0.13	0.13	0.00	0.31	0.32	0.31	0.31	0.00		
30	0.189	0.182	0.193	0.19	0.00	0.152	0.152	0.154	0.154	0.15	0.00	0.443	0.453	0.453	0.45	0.00	
31	0.154			0.15		0.129			0.13		0.357			0.36			
32	0.155	0.158	0.157	0.16	0.00	0.128	0.125	0.125	0.13	0.00	0.286	0.298	0.289	0.29	0.00		
Median											0.14			0.34			
Middel											0.14			0.34			
Stdavvik											0.02			0.07			
Antall											25			24			

**Tabell 15. Totalfossor, %.** Resultater i parentes er forkastet ved Dixons test (2), og er derfor uteatt ved de statistiske beregninger.

**Tabell 16a. Kjeldahlnitrogen, %.** Resultater i parentes er forkastet ved Dixons test (2), og er derfor utelatt ved de statistiske beregninger.

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1				2.38	2.99	2.89	2.75	0.33	1.93	1.84	1.81	1.86	0.06		
3	4.38	4.39	4.37	4.38	0.00	2.91	2.88	2.90	0.02	1.76	1.78	1.77	0.01		
4				2.91	2.92	2.91	2.91	0.00	1.74	1.79	1.77	1.77	0.03		
5				2.7	2.6	2.6	2.63	0.06	1.5	1.6	1.4	1.50	0.10		
6				2.95			2.95		1.81			1.81			
7				2.91	2.9	2.88	2.90	0.02	1.78	1.81	1.79	1.79	0.02		
8				3.07			3.07		1.79			1.79			
9				2.98	2.86	2.97	2.94	0.07	1.83	1.8	1.84	1.84	0.00		
11				2.66			2.66		1.95			1.95			
13		4		4.00	2.77	2.76	2.77	0.00	1.75	1.76			(2.69)		
19				1.64			(1.64)		2.69						
20				2.84	2.82	2.83	2.83	0.00	1.74	1.74	1.74	1.74	0.00		
21				2.74	2.73	2.75	2.74	0.00	1.74	1.73	1.74	1.74	0.00		
22				2.91	2.87	2.92	2.90	0.03	1.72	1.77	1.77	1.75	0.03		
24				2.61	2.63	2.62	2.62	0.01	1.44	1.46	1.46	1.45	0.01		
25				2.83	2.85	2.82	2.83	0.02	1.68	1.68	1.69	1.68	0.00		
27	4.17		4.17		2.84	2.85	2.84	2.84	0.04	1.71	1.76	1.73	1.71	0.02	
30				2.85	2.82	2.78	2.82	0.04	1.72	1.76	1.73	1.74	0.02		
31	1.56		1.56		1.09		(1.09)		6.4				(6.40)		
32				2.77	2.65	2.78	2.73	0.07	1.7	1.93	1.61	1.75	0.17		
33				2.79	2.89	2.84	2.84	0.07	1.67	1.79	1.73	1.73	0.08		
Median				4.09									1.75		
Middel				3.53	0.00								1.74	0.03	
Stdavvik				1.32									0.12		
Antall				4									19		

**Tabell 16b. Totalnitrogen, forbrenningsanalyse.**

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
32				2.83					2.83		1.78			1.78	

**Tabell 17. Totalorganisk karbon, %.** Resultater i parentes er forkastet ved Dixons test (2), og er derfor utelatt ved de statistiske beregninger.

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
4	35.4	35.7	35.8	35.63	0.21	36	36.2	36.4	36.20	0.20	18.4	18.3	18.4	18.37	0.06
32						27.5	27.2	27	27.23	0.25	13	12.9	12.7	12.87	0.15
33						33.8	34.8	32.5	33.70	1.15	16.1	17.2	17.2	16.65	0.78
Median				35.63					33.70					16.65	
Middel				35.63	0.21				31.72	0.23				15.62	0.11
Stdavvik									6.34					3.89	
Antall						2			3					3	

**Tabell 18. Suspendert tørrstoff, %.** Resultater i parentes er forkastet ved Dixons test (2), og er derfor utelatt ved de statistiske beregninger.

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1	95.2		95.20	99.4		99.40		99.6		99.60					
2	97.3		(97.30)	100.1		100.10		100.8		100.8					
3			93.70	99.1		99.10		99.7		99.75					0.07
4	93.7		93.70	97.4		97.40		99.4		99.40					
5	92.6		92.60	97.7		97.70		98.8		98.80					
6			93.30	95.1		95.10		99.2		99.20					
7	93.3			97.3		97.37	0.21	98.3		98.50	0.17				
8				97.2	97.6	97.37	0.21	98.3		98.6					1.13
9				95	100	97.50	3.54	97.3		98.9					
10	94		94.00	98.5		98.50		99.6		100		100.00			
11	94.3		94.30	97.6		97.60		100		100		100.00			
14				98.6	98.7	98.65	0.07	99.9		100		99.95	0.07		
15				99.4	99.5	99.43	0.06	99.6		99.8		99.9		99.77	0.15
16	86.6	87	86.5	(86.70)	0.26	97.5	96.9	97.43	0.50	98.2	0.50	99.7	99.5	99.13	0.81
17				96.2	96.2	96.6	0.23	99.8		99.9		99.6		99.77	0.15
18	93.63	94	93.98	93.87	0.21	98.07	98.43	98.32	0.18	99.61	0.18	99.42	99.4	99.48	0.12
19				100		100.00		100		100		100.00			
20	95.9		95.90	97.3	99.2	98.7	0.98	99.9		100		99.6		99.83	0.21
21				99.1	99.1	99.1	0.00	100		99.9		100		99.97	0.06
23	92.9	92.5	92.70	0.28	98.4	98.2	0.14	98.30	0.14	99.9		99.8		99.85	0.07
24	94		94.00	99.5		99.50		100		100		100.00			
25	93.4		93.40	96.9		96.90		98.9		98.90					
26	92.55		92.55	94.85		94.85		98.9		98.90					
27	88.8		(88.80)	95.5		95.50		96.7		96.70					
28	94.6	94.7	94.65	0.07	99.9	99.8	0.10	95.5		95.07					
29	95.36	94.74	95.05	96.74	94.31	93.46	1.70	99.91		99.07					0.38
30				98.55	98.44	98.56	0.07	99.71		99.7					0.81
31	94.37		94.37	99.48		99.48		99.31		99.31					0.06
32	93.7	93.7	93.3	93.57	0.23	97.7	97.7	97.40	0.52	100.1	0.52	99	99.3	99.47	0.57
33				97.9		97.90		98.8		98.80					
Median			93.94					98.09						99.54	
Middel			93.95	0.21				97.93	0.56					99.26	0.32
Stdavvik			0.95					1.52						1.10	
Antall			16					30						30	

**Tabell 19. Glødetap, %.** Resultater i parentes er forkastet ved Dixons test (2), og er derfor utelatt ved de statistiske beregninger.

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1	63.5		63.50			69.7			69.70		37.6			37.60	
2	66.5		66.50			69.3			69.30		36.7			36.70	
3				63.70		69.3			69.30		37.1			37.00	0.14
4	63.7					70.4			70.40		37.7			37.70	
5						71.3			71.30		38.2			38.20	
6						70.3			70.30		36			36.00	
7						69.6			69.43		37.4			37.33	0.12
8						72.3			68.95		39.2			38.70	0.71
9						72			71.00		39.4			39.25	0.21
11	64.2		64.20			69.9			69.90		38			38.00	
13	65.1		65.10			70.7			70.50		38			37.95	0.07
14						69.8			69.27		37.4			37.30	0.10
15						69.3			69.13		37.1			37.13	0.06
16						67.8			68.6		35.4			36.67	1.10
17						65.4			65.3		37.3			37.37	0.12
19						69			69.00		37.1			37.10	
20											39			39.00	
21											36.3			36.13	0.15
23	65.9	65.2		65.55		68.9	68.7	68.6	68.73	0.15	36.3			(29.9)	0.71
24						70.6	69.1		69.85	1.06	28.9				
25						69.7			69.70		37.2			37.20	
27	73.4		73.40			75.6			75.60		38.2			38.20	
29	63.02	61.95		62.49		70.15	71.17	70.87	70.73	0.52	41.5			(41.5)	
30						69.88	69.93	69.98	69.93	0.05	37.25			38.19	0.21
31						70.1			70.10		37.8			37.65	0.36
32	67.1	66.1	66.7	66.63	0.50	70.2	70.4	70.9	70.50	0.36	37.5			37.80	
33						69			69.00		36.6			36.60	
														37.60	
														37.54	0.31
														0.81	
														27	

Median  
Middel  
Stdavvik  
Antall

65.10  
65.67  
3.21  
9

69.78  
69.86  
1.66  
26

**Tabell 20.** pH. Resultater i parentes er forkastet ved Dixons test (2), og er derfor uteatt ved de statistiske beregninger.

---

**Norsk institutt for vannforskning**



**NIVA**

Postboks 69 Korsvoll, 0808 Oslo  
Telefon: 22 18 51 00 Fax: 22 18 52 00

ISBN 82-577-2359-2