

O-92017

# Ringtest nr. 3 for kommunalt avløpslam 1994



# NIVA - RAPPORT

Norsk institutt for vannforskning



NIVA

Prosjektnr.: O-92017	Udemr.: 
Løpenr.: 3205	Begr. distrib.: 

<b>Hovedkontor</b> Postboks 173 Kjelsås 0411 Oslo Telefon (47) 22 18 51 00 Telefax (47) 22 18 52 00	<b>Sørlandsavdelingen</b> Televeien 1 4890 Grimstad Telefon (47) 37 04 30 33 Telefax (47) 37 04 45 13	<b>Østlandsavdelingen</b> Rute 866 2312 Ottestad Telefon (47) 62 57 64 00 Telefax (47) 62 57 66 53	<b>Vestlandsavdelingen</b> Thormøhlensgt 55 5008 Bergen Telefon (47) 55 32 56 40 Telefax (47) 55 32 88 33	<b>Akvaplan-NIVA A/S</b> Strandtorget 2 b 9008 Tromsø Telefon (47) 77 68 52 80 Telefax (47) 77 68 05 09
---	---	--	---	---

Rapportens tittel: Prøvningsammenligning for kommunalt avløpslam 1994	Dato: Februar	Trykket: NIVA 1995
	Faggruppe: ANA	
Forfatter(e): Håvard Hovind	Geografisk område:	
	Antall sider: 32	Opplag: 100

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

Ekstrakt: Høsten 1994 ble det gjennomført en prøvningsammenligning for laboratorier som ønsker å utføre kontrollanalyser av slam fra kommunale avløpsanlegg. Både tungmetaller og nyttestoffer ble bestemt i slam fra Bårud og Sellikdalen renseanlegg, og tungmetaller i et sertifisert referansemateriale. Resultatene for kopper og sink var meget tilfredsstillende. For de øvrige tungmetallene var det en klar forbedring i kvaliteten i forhold til prøvningssammenligningen høsten 1993, særlig for kvikksølv. Men bare 11 av de 30 deltagende laboratorier oppnådde mer enn 80 % akseptable resultater, dvs resultater innenfor medianverdien av laboratorienes resultater  $\pm 20$  %, og 16 laboratorier hadde 60 - 80 % akseptable resultater. 3 laboratorier hadde mindre enn 50 % akseptable resultater, og hadde også forrige gang en stor andel uakseptable resultater. For de metaller der laboratoriene har avvikende resultater, må de snarest igangsette tiltak for å forbedre kvaliteten på bestemmelsene, før de kan utføre rutinemessige kontrollanalyser av slam. Analyse kvaliteten bør kontrolleres årlig gjennom et program for prøvningsammenligninger 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. Lichtenthaler

ISBN82-577-2673-7

NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING  
Oslo

**O - 92017**

**PRØVNINGSSAMMENLIGNING FOR KOMMUNALT AVLØPSSLAM**

**1994**

FEBRUAR 1994

Saksbehandler: Håvard Hovind

For administrasjonen: Rainer Lichtenthaler

## INNHOOLD

		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 . . . . .	8
	4.4 Krom . . . . .	8
	4.5 Kopper . . . . .	9
	4.6 Nikkel . . . . .	9
	4.7 Sink . . . . .	9
	4.8 Kalsium . . . . .	9
	4.9 Kalium . . . . .	10
	4.10 Totalfosfor . . . . .	10
	4.11 Kjeldahl-nitrogen . . . . .	10
	4.12 Totalt tørrstoffinnhold . . . . .	10
	4.13 Glødetap . . . . .	10
5.	Vurdering av resultatene . . . . .	13
6.	Henvisninger . . . . .	16
<b>TILLEGG</b>		
1.	Innholdsdeklarasjon for slam . . . . .	17
2.	Alfabetisk oversikt over deltakerne ved prøvningssammenligningen . . . . .	18
3.	Sertifikat for Referansemateriale fra BCR . . . . .	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 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 ønsker man en analysedeklarasjon som gir informasjon om nyttestoffene i slammet.

Etter ønske fra Statens forurensningstilsyn (SFT) har det vært organisert to prøvningssammenligninger for laboratorier som kunne tenkes å utføre slike kontrollanalyser av slam i fremtiden. Resultatene fra disse sammenligningene var lite oppløftende, spesielt for de to viktigste tungmetallene kvikksølv og kadmium. SFT ønsket derfor at en ny prøvningssammenligning skulle gjennomføres i 1994, for å se om laboratoriene i løpet av siste året hadde forbedret sine rutiner for analyse av avløpslam.

Årets prøvningssammenligning ble gjennomført i løpet av oktober - november 1993, og det ble benyttet tre slamprøver: et referansemateriale fra BCR med sertifiserte verdier for total-innholdet av metaller (prøve A), samt to tørkede og homogeniserte prøver fra norske renseanlegg. De to siste var hentet fra henholdsvis Bårud renseanlegg (kalkfellingsanlegg) (prøve B), og Sellikdalen renseanlegg i Buskerud (utråtnet slam, jernfelling) (prøve C). Følgende analysevariable ble bestemt i alle tre prøver: kvikksølv, kadmium, bly, krom, kobber, nikkel sink, kalsium og kalium. I de to norske slamprøvene skulle også bestemmes totalfosfor, kjeldahl-nitrogen, totalt tørrstoff-innhold og glødetap.

Ved vurderingen av analyseresultatene ble medianverdien av de innsendte resultater brukt som "sann verdi". Laboratoriens 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. Det var gjennomgående best resultater for kobber (henholdsvis 97, 90 og 93 % akseptable resultater i prøve A, B og C) og sink (100, 93 og 93 % akseptable resultater).

De svakeste resultatene ble rapportert for prøve B som hadde svært lave konsentrasjoner av flere av tungmetallene. Ved konsentrasjoner langt under grenseverdien vil det i framtiden bli vurdert å benytte absolutte grenser ved bedømmelsen, da avvik ut over  $\pm 20\%$  ved slike nivåer ikke har noen praktisk betydning for vurdering av slamkvaliteten.

Ingen av laboratoriene oppnådde 100 % akseptable resultater for tungmetallene. Bare 11 av 30 laboratorier hadde mer enn 80 % akseptable resultater for disse metallene, og 16 laboratorier hadde 60 - 80 % akseptable resultater. Selv om dette er en klar forbedring i forhold til de to tidligere prøvningssammenligninger, er prestasjonsevnen for mange laboratorier fortsatt lite tilfredsstillende. 3 laboratorier hadde mindre enn 50 % akseptable resultater, og disse hadde også svake resultater ved fjorårets prøvningssammenligning. Dette indikerer at det er gjort altfor liten innsats for å finne årsaken til avvikene! Systematisk arbeid med metodene må til for å forbedre kvaliteten ved analysene, som kan dokumenteres ved bruk av referansematerialer. Som et ledd i dokumentasjon av analysekvalitet ved slamanalyser i forbindelse med akkreditering, er det aktuelt å gjennomføre nye prøvningssammenligninger med jevne mellomrom.

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

## **2. BAKGRUNN**

Arbeidet med å regulere bruken av slam fra kommunale renseanlegg har pågått i lang tid, og det er utarbeidet nye forskrifter for bruken av kommunalt avløpsslam som jordforbedringsmiddel. Dette medfører at det skal utføres jevnlig 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 informasjon om nyttestoffene i slammet, se Tillegg 1.

Etter ønske fra Statens Forurensningstilsyn ble det organisert en sammenlignende laboratorieprøving for alle laboratorier som kunne tenkes å utføre kontrollanalyser av kommunalt slam. Prøvingssammenligningen ble gjennomført oktober- november 1994.

## **3. GJENNOMFØRING**

### **3.1 DELTAKERE**

Det ble sendt ut en invitasjon til å delta i prøvningssammenligningen til alle fylkeslaboratorier, samt andre private og offentlige laboratorier som kunne tenkes å være interesserte i å utføre slike analyser. Ialt ble 39 laboratorier invitert til å delta, og 32 svarte positivt til dette. Senere trakk to av laboratoriene seg fra deltakelse på grunn av tekniske problemer med analyseinstrumenter. 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 Referansemateriale fra Community Bureau of Reference (BCR), der de sertifiserte verdier for tungmetallene var gitt i et sertifikat. En kopi av sertifikatet for dette materialet er gjengitt i Tillegg 3. Dette materialet er et avløpsslam med høyere konsentrasjoner for enkelte av tungmetallene enn hva som er normalt for norske slamtyper. De to andre slamprøvene ble hentet henholdsvis fra Bårud renseanlegg (kalkfellingsanlegg) - prøve B - og Sellikdalen renseanlegg i Buskerud (utråtnet slam, jernfelling) - prøve C. De to siste prøvetypene ble tørket ved 105 °C og homogenisert ved knusing i mølle.

### **3.3 ANALYSEVARIABLE OG METODER**

Deltakerne ble bedt om å utføre tre parallelle 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. Det sertifiserte materialet (prøve A) skulle primært analyseres med hensyn på tungmetallene, siden det bare var mulig å skaffe

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, krom, kobber, nikkel og sink. I tillegg skulle følgende analysevariable bestemmes i de norske slamprøvene: kalsium, kalium, totalfosfor, Kjeldahlnitrogen, totalt tørrstoffinnhold og glødetap. Alle resultater for tungmetaller skulle angis i mikrogram pr gram tørrstoff, og i prosent av tørrstoffet for de øvrige analysevariable. Tørrstoffinnholdet selv ble angitt i prosent av innveid prøve. Generelt ble laboratoriene anbefalt å anvende Norsk Standard ved bestemmelsene, forøvrig ble de stilt fritt ved valg av analysemetode.

### **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 tirsdag 27. september 1994, og ankom til laboratoriene i løpet av den etterfølgende uken. Deltakerne ble bedt om å analysere prøvene så raskt som mulig, og sende inn resultatene ikke senere enn 11. november. Med ulike begrunnelser ba flere laboratorier om forskyvning av rapporteringsfristen, noe som ble innvilget.

### **3.5 BEHANDLING AV ANALYSEDATA**

For de enkelte laboratorier ble det for hver analysevariabel og prøve beregnet middelerdi og standardavvik av de innsendte resultatene. For laboratorier som bare hadde sendt inn resultater for to parallelle bestemmelser, er kun middelerdien beregnet.

For hver enkelt analysevariabel og prøve er medianverdien av alle laboratorienes middelerdier bestemt, dessuten ble også middelerdien og standardavviket beregnet. Laboratorier med middelerdier som avviker for mye fra medianverdien ble forkastet, og utelatt ved de statistiske beregningene. Til vurdering av om middelerdien skulle forkastes eller ikke, ble Dixons test (2) benyttet. Forkastede resultater er gjengitt i parentes i tabellene i Tillegg 4.

## **4. RESULTATER**

Laboratorienes enkeltresultater er gjengitt i tabellene 6 - 20 i Tillegg 4, hvor også den beregnede middelerdien og standardavviket for hver analysevariabel og prøve ved de enkelte laboratorier er gjengitt. Medianverdien for laboratorienes middelerdier er også gitt i disse tabellene, i tillegg til middelerdien og standardavviket mellom laboratorienes middelerdier. Sertifiserte verdier med standardavvik for prøve A er også angitt i tabellene, mens retningsgivende verdier er satt i parentes. Resultater som avviker for mye fra medianverdien, er utelatt ved beregningene og er derfor satt i parentes i tabellene 6 - 18.

Resultater som ligger innenfor den beregnede medianverdi  $\pm 20\%$ , er karakterisert som akseptable i denne rapporten, og laboratorienes middelerdier for hver analysevariabel og

**Tabell 1. Oversikt over sanne verdier, medianverdier og middelvrdier for slamprøvene. Sanne verdier er de normerte verdier gitt for prøve A (se tillegg 1), mens verdiene i parentes er retningsgivende verdier. m = medianverdi, x = middelvrdi, s = standard avvik, n = antall resultater benyttet ved de statistiske beregninger, u = utelatt ved de statistiske beregninger.**

Metall, enhet	Prøve A					Prøve B					Prøve C					
	Sann verdi	m	x	s	n	u	m	x	s	n	u	m	x	s	n	u
Hg, µg/g	2.01 ± 0.22	1.95	2.00	0.31	18	1	0.48	0.52	0.16	18	1	2.20	2.22	0.28	16	3
Cd, µg/g	3.50 ± 0.15	3.31	3.46	0.67	27	1	0.53	0.55	0.14	23	5	3.47	3.57	0.67	27	1
Pb, µg/g	286 ± 5.0	271.0	268.2	26.3	28		26.5	27.4	5.0	24	4	151.0	147.2	19.2	28	
Cr, µg/g	(313)	152.5	161.9	51.9	28		8.5	8.3	2.0	22	6	29.7	28.5	7.5	28	
Cu, µg/g	696 ± 12.0	695	691	55	29		216	213	25.8	29		732	736	64	29	
Ni, µg/g	247.0 ± 7.0	159.5	168.5	34.0	30		4.81	4.93	1.21	25	5	20.0	19.8	3.7	29	1
Zn, µg/g	2122 ± 23	2079	2071	136	28		302.1	293.6	34.8	28		1429	1406	137	28	
Ca, %	(6.68)	4.56	4.53	0.79	26	1	29.20	28.71	3.21	25	3	1.00	0.96	0.20	25	3
K, %	(0.291)	0.107	0.108	0.018	27		0.060	0.061	0.006	27	1	0.069	0.068	0.009	28	
TOT-P, %	(1.658)	1.197	1.240	0.067	5		0.569	0.567	0.030	22	3	1.863	1.786	0.306	23	2
KJE-N, %		6.21	6.13	0.31	3		0.737	0.734	0.024	17	1	2.327	2.335	0.081	17	1
TTS, %		93.5	93.6	1.5	14		99.8	99.8	0.3	26		99.4	99.5	0.4	26	
TGT, %		60.9	61.1	1.1	9		16.0	16.3	1.2	23	2	50.8	50.93	1.22	25	



prøve er benyttet ved bedømmelsen. I tabellene 2 og 3 er gjengitt en vurdering av middelveiden 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 gitt grenseverdi.

#### 4.1 KVIKKSØLV

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 6. 19 av 30 laboratorier sendte inn resultater for kvikksølv i prøvene A, B og C. Ett laboratorium benyttet atomfluorescens ved bestemmelse av kvikksølv, mens de øvrige laboratoriene benyttet kalddamp atomabsorpsjon etter reduksjon med tinnklorid. Blant disse har tre laboratorier angitt at de benyttet gullfelleteknikk til oppkonsentrering av kvikksølvet før selve sluttbestemmelsen.

For prøvene A og B var hele 84 % av resultatene akseptable, dvs de ligger innenfor medianverdien  $\pm 20$  %. Den lave konsentrasjonen av kvikksølv i prøve B, samt den spesielle matrisen i den kalkfelte prøven, er nok årsaken til at mindre enn halvparten oppnådde akseptable resultater i denne prøven, hvor fire av resultatene var systematisk for lave og 6 resultater var systematisk for høye. Blant mulige årsaker til dette er feilaktig blindprøvekorreksjon som kan føre til at resultatene blir gjennomgående systematisk for høye eller for lave.

Det er god overensstemmelse med sann verdi i prøve A, og gjennomgående er resultatene langt bedre enn ved forrige prøvningssammenligning. Det er dessuten jevnt over bra presisjon ved bestemmelsen innen de enkelte laboratorier, men de systematiske avvik er dominerende mellom laboratoriene.

#### 4.2 KADMIUM

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 7. 28 av deltakerne sendte inn resultater for kadmium, og av disse benyttet elleve grafittovn ved bestemmelsen, hvorav fem laboratorier anvendte Zeemann og de øvrige deuteriumlampe til bakgrunnskorreksjon. I tillegg benyttet ett laboratorium grafittovn bare for prøve B. Dessuten har to laboratorier angitt at de benyttet matrisemodifikasjon med tilsetning av ammoniumdihydrogen-fosfat. Tre laboratorier anvendte ICP, og resten av deltakerne benyttet flamme atomabsorpsjon til denne bestemmelsen. Det er ingen signifikant forskjell mellom resultatene til laboratorier som benyttet ulike analysemetoder.

Som det fremgår av Tabell 2 er omtrent to tredjedeler av middelveidene definert som akseptable for prøvene A og C, mens bare 46 % er akseptable i prøve B hvor konsentrasjonen er lavest. Presisjonen innen laboratoriene er nokså variabel, og i tillegg fører systematiske avvik til at presisjonen mellom laboratoriene også blir mindre bra.

Det er to til tre ganger så mange laboratorier som har systematisk for høye resultater enn det er som har systematisk for lave resultater. Selv om det blant disse laboratoriene ble benyttet både atomabsorpsjon i flamme, flammeløs atomabsorpsjon, og ICP ved selve bestemmelsen, må disse laboratoriene vurdere om mulige interferenser ved bestemmelsen kan være årsak til avvikene, og om bakgrunnskorreksjonen er riktig utført. Ved lave konsentrasjoner er det meget viktig at man kan benytte en metode som er tilstrekkelig følsom.

### 4.3 BLY

Laboratoriernes enkeltresultater er gjengitt i Tabell 8. 28 av deltakerne sendte inn resultater for bly. Ni av laboratoriene bestemte bly med grafittovn, av disse anvendte tre Zeemannkorreksjon og resten benyttet deuteriumlampe til bakgrunnskorreksjon. Av de øvrige laboratorier benyttet fem ICP mens resten bestemte bly med flamme atomabsorpsjon, og nesten alle disse har angitt at de benyttet deuterium-korreksjon. Det er ingen signifikant forskjell mellom resultater produsert med de ulike metodene.

Henholdsvis 89 og 86 % av laboratoriene rapporterte verdier innenfor sann verdi  $\pm 20$  % for prøve A og C hvor konsentrasjonen av bly er høyest. For prøve B var bare 50 % av middelverdiene akseptable, og dette har åpenbart sammenheng med at konsentrasjonen i denne slamprøven var langt lavere enn i de to andre prøvene. 10 av laboratoriene hadde systematisk for høye resultater for denne prøven, mens bare fire middelverdier var systematisk for lave. For referansematerialet var alle tre avvikende resultater systematisk for lave. Presisjonen ved de enkelte laboratorier var svært variabel ved bestemmelse av dette metallet, med et relativt standard avvik som varierte fra  $< 1$  % til mer enn 10 %.

### 4.4 KROM

Laboratoriernes enkeltresultater er gjengitt i Tabell 9. 28 laboratorier sendte inn resultater for krom i slamprøvene. Fem laboratorier bestemte krom i alle prøvene med ICP, i tillegg bestemte to laboratorier krom i prøve A med denne metoden. Grafittovn ble benyttet av fire laboratorier for alle prøvene, samt tre laboratorier som benyttet denne teknikken bare på prøve B og C. De øvrige laboratoriene benyttet flamme atomabsorpsjon, men ikke alle har angitt om de benyttet bakgrunnskorreksjon under bestemmelsen.

For prøve A og C ble henholdsvis 61 og 57 % av middelverdiene bedømt som akseptable, mens bare 39 % var akseptable i prøve B. Den gjennomsnittlige kromkonsentrasjonen rapportert for prøve A var omtrent halvparten av den retningsgivende verdi for referansematerialet. Det antas at dette skyldes at deltakerne nesten uten unntak har oppsluttet slamprøvene med salpetersyre, mens verdien for referansematerialet er basert på totaloppslutning med flussyre. Oppslutningstrinnet kan derfor være en viktig årsak til den store spredningen i resultatene for dette metallet.

Presisjonen innen hvert enkelt laboratorium var noe varierende, men var gjennomgående langt bedre enn mellom laboratoriene. Det var både systematisk for høye og for lave verdier blant de avvikende resultatene. Interferenser under bestemmelsen kan også være en mulig årsak til endel avvikende resultater.

#### 4.5 KOPPER

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 10. 29 laboratorier sendte inn resultater for kopper i slamprøvene, med bra resultater for alle tre prøvene, der 90 - 97 % av middelverdiene ble bedømt som akseptable. Resultatene for kopper kan derfor anses for å være meget tilfredsstillende. Det er god overensstemmelse mellom middelverdien for alle resultatene og den sertifiserte verdi for prøve A. Seks laboratorier bestemte kopper med ICP, mens de øvrige benyttet flamme atomabsorpsjon.

#### 4.6 NIKKEL

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 11. Alle deltakende laboratorier sendte inn resultater for nikkel. Fem laboratorier benyttet ICP til bestemmelsen i tillegg til to som benyttet denne teknikken for prøve A. Grafittovn ble benyttet av tre laboratorier i tillegg til fire som benyttet metoden for prøve B og C. Resten av laboratoriene benyttet flamme atomabsorpsjon, men ikke alle har angitt om de benyttet bakgrunnskorreksjon.

Henholdsvis 80 og 70 % av de rapporterte middelverdier var akseptable for prøve A og C, mens bare 43 % ble bedømt som akseptable i prøve B hvor konsentrasjonen av nikkel var omtrent en tyvendedel av maksimumsverdien for slam som skal brukes på jordbruksarealer. Ved bestemmelsen kan interferenseffekter gjøre seg gjeldende, det er således mulig at høy konsentrasjon av kalsium 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

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 12. Alle deltakende laboratorier med unntak av to sendte inn resultater for sink, og det var meget høy andel akseptable resultater for alle prøvene, fra 93 - 100 %, slik at resultatene for dette metallet kan anses for å være meget tilfredsstillende. Syv laboratorier anvendte ICP ved bestemmelsen, mens de øvrige benyttet flamme atomabsorpsjon.

#### 4.8 KALSIMUM

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 13. For kalsium ble det mottatt resultater fra 28 av deltakerne. For dette metallet var andelen akseptable resultater fra 63 - 79 %. Avvikende middelverdier var i de fleste tilfeller systematisk for lave, noe som kan indikere interferenser ved selve bestemmelsen. Det må understrekes at det er viktig å tilsette tilstrekkelig mengde lantan til den oppløste løsningen, også ved fortykning før selve sluttbestemmelse av kalsium, ettersom slammet kan inneholde relativt mye fosfat. For prøve A er laboratoriens resultater noe lavere enn den retningsgivende verdi. Dette kan nok tilskrives det faktum at referansematerialets innhold av kalsium var bestemt etter totaloppløsning med flussyre. Forøvrig er det jevnt god presisjon innen og mellom laboratoriene. Åtte laboratorier anvendte

ICP til selve sluttbestemmelsen av kalsium, mens de øvrige laboratoriene benyttet flamme atomabsorpsjon.

#### **4.9 KALIUM**

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 14. Det ble mottatt resultater for kalium fra 27 av laboratoriene. Resultatene for kalium er gjennomgående meget bra, med 81 - 89 % akseptable middelveier. Blant de avvikende verdier var de fleste systematisk for høye. Seks laboratorier bestemte kalsium med ICP, to med flamme emmisjon, og resten benyttet flamme atomabsorpsjon.

#### **4.10 TOTALFOSFOR**

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 15. Fem laboratorier rapporterte resultater for totalfosfor i prøve A, mens atten sendte inn resultater for prøve B og C. For disse to prøvene ble henholdsvis 88 og 68 % av middelveiene bedømt som akseptable. De avvikende verdiene var nesten 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**

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

#### **4.12 TOTALT TØRRSTOFFINNHOOLD**

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 17. For prøve A ble det mottatt resultater for totalt tørrstoffinnhold fra ialt 14 laboratorier, 26 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.

#### **4.13 GLØDETAP**

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 18. Ni laboratorier bestemte glødetapet i prøve A, mens 25 sendte inn resultater for prøve B og C. Alle unntatt to av middelveiene ble bedømt som akseptable. De to laboratoriene som rapporterte avvikende, altfor høye resultater, må kontrollere om det er gjort regnefeil.

**TABELL 2. VURDERING AV MIDDELVERDIENE 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.

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	*	*	*	*	*	*	*	*	*	-	(+)	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
ANTALL	16	9	16	21	13	17	25	14	24	17	11	16	28	26	27	24	13	21	28	26	26			
% OK	84	47	84	75	46	61	89	50	86	61	39	57	97	90	93	80	43	70	100	93	93			

**TABELL 3. VURDERING AV MIDDELVERDIENE 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. Laboratorium nr. 27 har oppgitt resultater bestemt ved to metoder for fosfor.

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 A	-	(-)	*	*	+	-		*	-			
27 B								*	+			
28	+	*	-	*	*	*						
29	*	(-)	*	*	*	*		*	*		*	*
30	*	*	*	*	*	*		*	*		*	*
ANTALL	17	22	19	22	24	25	5	22	17	3	17	17
% OK	63	79	68	81	86	89	100	88	68	100	94	94

## 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 prøvningssammenligningen 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 middelerverdier 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 av metallene er andel akseptable resultater noe forskjellig for de tre prøvene, og dette har en klar sammenheng med konsentrasjonsnivået i prøvene. Ser man bort fra kopper og sink er dette ganske fremtredende for de øvrige metallene hvor andel akseptable resultater er gjennomgående bra for prøve A og C, men heller dårlig for prøve B. Det er åpenbart at den lave konsentrasjonen av flere metaller i denne prøven 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 nikkell 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 absolutte verdier istedenfor 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 laboratorienes resultater) også gjengitt. Med unntak av bly i prøve A og C, samt krom, nikkell og sink i prøve A, ligger alle resultatene under maksimumsverdiene. Resultatene illustrerer godt at det sertifiserte materialet fra BCR er lite egnet som kontrollmateriale ved analyse av norske slamprøver.

**Tabell 4. Oversikt over tillatte maksimalkonsentrasjoner ( $\mu\text{g/g}$ ) for tungmetaller i kommunalt slam som skal brukes som jordforbedringsmiddel. Medianverdiene for prøvene A, B og C ved prøvningssammenligning 9403 er også gjengitt.**

Metall	Tillatt maksimalinnhold		Medianverdier		
	Jordbruks-areal	Grøntareal	Prøve A	Prøve B	Prøve C
Hg	5	7	2.0	0.48	2.2
Cd	4	10	3.3	0.53	3.5
Pb	100	300	271	26.5	151
Cr	125	200	152	8.5	29.7
Cu	1000	1500	695	216	732
Ni	80	100	160	4.8	20.0
Zn	1500	3000	2079	302	1429

For slamtyper der metallkonsentrasjonene er meget lave, kan en akseptansegrense på  $\pm 20\%$  bli altfor streng, da dette i mange tilfeller ville kreve at man benyttet en mer følsom analysemetode enn det strengt tatt er nødvendig for å oppnå tilstrekkelig kontroll av slammet. Ettersom hensikten med slamanalysene er å fastslå om konsentrasjonen av de aktuelle tungmetaller ligger lavere enn de grenseverdier myndighetene har satt som kvalitetskrav til slam som skal brukes som jordforbedringsmiddel, kunne man i denne sammenheng sette at akseptansegrensene ved analysen skulle være  $\pm 20\%$  eller  $\pm 1/20$  av grenseverdien, og bruke de akseptansegrensene som er videst. Hvis vi gjør dette for prøve B, får vi følgende resultater:

Metall	Kravverdi $\mu\text{g/g}$	Aksept.grense = kravverdi / 20	% akseptable	Laboratorier med ikke akseptable resultater
Hg	5	0.25	78	3, 10, 14, 23
Cd	4	0.2	65	6, 8, 9, 14, 19, 23, 24, 27
Cr	125	6	82	2, 9, 10, 23
Ni	80	4	88	9, 19, 26

Andel akseptable resultater blir således langt høyere med disse utvidete akseptansegrensene. For de andre metallene er  $\pm 20\%$  den videste akseptansegrensen. Som det framgår av kolonnen til høyre i tabellen er det fortsatt flere laboratorier som har for sterkt avvikende resultater.

Det er ingen metode som skiller seg spesielt ut fra de andre når det gjelder andelen akseptable resultater blant de deltakende 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 representere noe stort problem, for de fleste laboratorier vil kontroll av kontaminering og korreksjon for mulige interferenser være mer vesentlig for kvaliteten av analyseresultatene.

For bestemmelse av kvikksølv var kalddamp atomabsorpsjon nesten enerådende teknikk, men ett laboratorium benyttet fluorescensdetektor ved bestemmelsen. Opp til åtte 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.

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 prøvningssammenligningen. 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 betraktning at prøvene B og C har ganske forskjellig matrise. Således inneholder prøve B store mengder kalsiumkarbonat, mens prøve C kommer fra et anlegg der det benyttes jernfelling.



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.

**TABELL 5. VURDERING AV DE ENKELTE LABORATORIERS RESULTATER FOR METALLENE VED PRØVNINGSSAMMENLIGNING 9403 I SLAM.** 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	14	21	67	67
2	18	21	86	86
3	16	21	76	76
4	13	18	72	62
5	15	18	83	71
6	16	21	76	76
7	17	21	81	81
8	14	18	78	67
9	8	18	44	38
10	15	21	71	71
11	15	18	83	71
12	18	21	86	86
13	15	21	71	71
14	14	21	67	67
15	19	21	90	90
16	15	21	71	71
17	18	21	86	86
18	15	21	71	71
19	7	18	39	33
20	19	21	90	90
21	6	6	100	29
22	4	6	67	19
23	13	21	62	62
24	16	21	76	76
25	13	18	72	62
26	15	18	83	71
27	6	18	33	29
28	11	18	61	52
29	15	21	71	71
30	18	21	86	86
<b>Middel</b>	14	19	73	66

En oversikt over antall akseptable resultater og antall innsendte resultater for tungmetallene, samt prosentvis andel akseptable resultater beregnet i forhold til det maksimale antall resultater som kunne sendes inn, samt i forhold til antallrapporterte resultater, er gjengitt i Tabell 5. Av denne fremgår det at 11 av 30 laboratorier har mer enn 80 % akseptable middelverdier blant sine innsendte analyseresultater for tungmetallene. 16 laboratorier har mellom 60 og 80 % akseptable resultater, mens 3 laboratorier har mindre enn 50 % akseptable resultater. Dette er en klar forbedring siden forrige prøvingssammenligning!

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. Derfor er det positivt at det er såvidt stor forbedring av andelen akseptable resultater for disse to metallene. Ved å benytte absolutte grenseverdier når konsentrasjonen i prøvene blir tilstrekkelig lav, ville andel akseptable resultater ha vært enda større.

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. Den generelle oppfordring til deltakerne om å anvende bakgrunnskorreksjon ved bestemmelse med atomabsorpsjon, er nok en medvirkende årsak til at avvikende resultater for enkelte metaller har blitt færre. Men det er fortsatt et behov for å avklare hvordan man best kan redusere interferenseffekter for flere metaller i ulike slamtyper.

Nok en gang må det understrekes 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 referansemateriale som er mest mulig sammenlignbar med de prøvene som skal analyseres, både med hensyn til konsentrasjonsnivået av de aktuelle elementene og matrisen i prøven. Dermed kan man til enhver tid kontrollere om bestemmelsen fungerer tilfredsstillende, og disse kontrollresultatene kan brukes som dokumentasjon av kvaliteten til resultatene ved rutinemessig analyse av slam.

## 6. HENVISNINGER

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

**TILLEGG 1****INNHALDSDEKLARASJON AV SLAM**

Renseanlegg .....

Slambehandlingsmetode .....

Prøvetakingsperiode .....

.....

**PRODUKTFAKTA**

pH	
Tørrstoff (TS), %	
Organisk stoff, % av TS	
Kjeldahl-Nitrogen, % av TS	
Totalfosfor, % 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 PRØVNINGSSAMMENLIGNING FOR ANALYSE AV SLAM

Agderforskning, 4890 Grimstad  
Alex Stewart Environmental Services A/S, 5750 Odda  
Avløpssambandet Nordre Øyern, 2007 Kjeller  
Buskerud vann- og avløpssenter, 3023 Drammen  
Chemlab Services, 5035 Sandviken  
Fylkeslaboratoriet i Østfold, 1500 Moss  
Holt Forskningsstasjon, 9001 Tromsø  
Hordaland Fylkeslaboratorium, 5008 Bergen  
Hydro Rjukan Næringspark, 3661 Rjukan  
Innherred kjøtt- og næringsmiddelkontroll, 7700 Steinkjer  
Institutet för Tillämpad Miljöforskning, 17185 Solna, Sverige  
Landbrukets Analysesenter, 1432 Ås-NLH  
Miljølaboratoriet i Telemark, 3701 Skien  
Norsk institutt for vannforskning, 0808 Oslo  
Norsk Analysesenter, 1361 Billingstad  
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  
Skolmar Jordlaboratorium, 3201 Sandefjord  
Vandkvalitetsinstituttet, 2970 Hørsholm, Danmark  
Vannlaboratoriet for Hedmark, 2312 Ottestad  
Vestfjorden Avløpsselskap, 3470 Slemmestad  
VINN, Miljø- og energiteknisk senter, 8501 Narvik  
West Lab AS, 4056 Tananger

## TILLEGG 3.

## SERTIFIKAT FOR REFERANSEMATERIALE FRA BCR

COMMISSION OF THE EUROPEAN COMMUNITIES

COMMUNITY BUREAU OF REFERENCE -BCR-

N°s. 128 to 131

## CERTIFIED REFERENCE MATERIAL

## CERTIFICATE OF ANALYSIS

CRM 145 R TRACE ELEMENTS IN A SEWAGE SLUDGE			
Element	Mass fraction ( $\mu\text{g/g}$ ) based on dry weight		P
	CERTIFIED VALUE (1)	UNCERTAINTY (2)	
<b>Total content</b>			
Cd	3.50	0.15	5
Co	5.61	0.31	5
Cu	696	12	9
Pb	286	5	7
Mn	156	4	10
Hg	2.01	0.22	6
Ni	247	7	6
Zn	2122	23	11
<b>Aqua regia soluble content</b>			
Cr	307	13	9
Cu	707	9	7
Pb	282	9	9
Ni	251	6	9
Zn	2137	50	9

(1) Unweighted mean value of the means of p accepted sets of data, each set being obtained in a different laboratory and/or with a different method of determination.  
(2) Half-width of the 95 % confidence interval of the mean defined in (1). When the reference material is used to assess the performance of a procedure, the user should refer to the recommendations of the certification report.

## DESCRIPTION OF THE SAMPLE

The sample consists of about 40 g of sewage sludge (particles have passed a sieve with apertures  $< 90 \mu\text{m}$ ) in brown glass bottles provided with a polyethylene insert and a screw cap. Additional information on the major composition, the preparation, the certified and the indicative values is given in the certification report.

## INSTRUCTIONS FOR USE

The sample can be used as it is from the bottle. Before a bottle is opened, it should be shaken manually for 5 min so that the material is re-homogenised. The correction to dry mass should be made on a separate portion by drying in a desiccator over phosphorous pentoxide to constant mass. The recommended minimum sample intake is 250 mg. Treatment with HF is mandatory for the determination of the total contents.

The digestion procedure used for the determination of the aqua regia soluble contents (DIN 38414-S7) is described in detail in the certification report.

*Please consult also the instructions for use in the certification report before opening the bottle with reference material.*

#### TILLEGG 4. ANALYSERESULTATENE FRA DE ENKELTE DELTAKERE

Resultater i parentes er utelatt ved beregning av de statistiske størrelser.

**Tabell 6. Kvikk sølv, µg/g**

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1	1.81	1.81	1.78	1.80	0.02	0.29	0.32	0.41	0.34	0.06	2.19	2.43	2.27	2.30	0.12
2	2	2.02	2.12	2.05	0.06	0.52	0.57	0.52	0.54	0.03	2.2	2.17	2.22	2.20	0.03
3	2.62	2.86	2.96	(2.81)	0.17	1.23	1.33	1.4	(1.32)	(0.09)	4.01	3.63	4.11	(3.92)	(0.25)
6	1.97	1.8	1.95	1.91	0.09	0.55	0.46	0.53	0.51	0.05	3.55	3.47	4.41	(3.81)	(0.52)
7	1.81	1.64	1.84	1.76	0.11	0.32	0.33	0.33	0.33	0.00	1.96	2.11	1.76	1.94	0.18
10	2.2	2.14	2.06	2.13	0.07	0.86	0.8	0.88	0.85	0.04	2.36	2.36	2.24	2.32	0.07
12	1.89	1.95	1.88	1.91	0.04	0.51	0.44	0.48	0.48	0.04	2.06	2.05	2.07	2.06	0.00
13	1.37	1.39	1.36	1.37	0.02	0.57	0.37	0.34	0.43	0.13	2.17	1.78	1.96	1.87	0.13
14	1.47	1.52	1.9	1.63	0.24	0.18	0.18	0.14	0.17	0.02	2.17	2.33	2.07	2.19	0.13
15	1.93	2.03	2.03	2.00	0.06	0.54	0.38	0.4	0.44	0.09	2.61	2.6	2.61	2.61	0.00
16	2.21			2.21		0.6			0.60		2.46			2.46	
17	1.79	1.87	1.79	1.82	0.05	0.49	0.44	0.45	0.46	0.03	2.02	2.41	1.98	2.14	0.24
18	2.096	1.87	1.861	1.94	0.13	0.522	0.528	0.401	0.48	0.07	1.905	2.11	1.782	1.93	0.17
20	1.96	1.93	1.95	1.95	0.02	0.62	0.55	0.6	0.59	0.04	2.3	2.34	2.32	2.32	0.02
23	2.25			2.25		0.91			0.91		2.96			(2.96)	
24	2.12	2.02	1.89	2.01	0.12	0.54	0.5	0.41	0.51	0.07	2.19	2.01	2.14	2.20	0.19
26	2.37	2.1	2.14	2.20	0.15	0.29	0.39	0.31	0.33	0.05	2.52	2.45	2.1	2.36	0.23
29	2.4			2.40		0.6			0.60		1.9			1.90	
30	1.8	1.89	1.75	1.81	0.07	0.5	0.39	0.54	0.48	0.08	2.06	2.04	2.08	2.06	0.02
Sann verdi				2.01	0.22										
Median				1.94					0.48					2.19	
Middel				1.95	0.08				0.50	0.05				2.18	0.10
Standardavvik				0.24					0.18					0.21	
Antall				18					18					16	

Lab. nr. 24: prøve B nr. 4 = 0.57, prøve C nr. 4 = 2.46

Tabell 7. Kadmium, µg/g

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1	3.27	3.08	3.08	3.14	0.11	0.49	0.52	0.53	0.51	0.02	3.17	3.14	3.15	3.15	0.02
2	3.72	3.74	3.78	3.75	0.03	0.56	0.54	0.5	0.53	0.03	4.19	4.39	4.25	4.28	0.10
3	3.37	3.33	3.47	3.39	0.07	0.52	0.61	0.69	0.61	0.09	3.42	3.52	3.14	3.36	0.20
4	2.99	3.02		3.01		0.35	0.35	0.3	0.33	0.03	2.9	2.9		2.90	
5	3.7	3.6		3.65		0.42	0.73		0.58		4.2	4.4	4.1	4.23	0.15
6	4	4.1	3.8	3.97	0.15	0.81	0.93	0.76	0.83	0.09	3.2	2.9	2.9	3.00	0.17
7	3.82			3.82		0.44			0.44		3.93			3.93	
8	2.95	3.06	3.22	3.08	0.14	0.79	0.77	0.68	0.75	0.06	3.03	2.89	3.59	3.17	0.37
9	3.31	2.91	2.91	3.04	0.23	1.81	2.23	2.32	(2.12)	(0.27)	3.78	3.78	3.69	3.75	0.05
10	4.95	4.85	4.83	4.88	0.06	0.64	0.66	0.64	0.65	0.01	4.8	4.8	5	4.87	0.12
11	3.29	3.33		3.31		0.44	0.4		0.42		3.34	3.48		3.41	
12	3.2	3.28	3.24	3.24	0.04	0.4	0.39	0.38	0.39	0.01	3.14	3.23	3.08	3.15	0.08
13	2.53	2.4	2.5	2.48	0.07	0.5	0.4	0.35	0.42	0.08	3.44	3.64	3.56	3.55	0.10
14	4.79	4.18	4.49	4.49	0.31	1.05	0.53	0.78	0.79	0.26	4.22	4.28	4.44	4.31	0.11
15	3.7	3.7	3.7	3.70	0.00	0.6	0.63	0.65	0.63	0.03	3.5	3.4	3.5	3.47	0.06
16	3.97			3.97		0.67			0.67		4.27			4.27	
17	3.24		2.94	3.06	0.16	0.32	0.57	0.67	0.52	0.18	3.75	3.4	3.85	3.67	0.24
18	2.46	3.13	2.9	2.83	0.34	<1	<1	<1			2.01	2.34	3.86	2.74	0.99
19	4.62	4.46	5.27	4.78	0.43	1.1	1.12	1.57	(1.26)	(0.27)	5.42	4.54	4.42	4.79	0.55
20	3.15	3.1	3.2	3.15	0.05	0.51	0.5	0.49	0.50	0.00	3.57	3.61	3.6	3.59	0.02
23	3.9	4.1	4.4	4.13	0.25	0.8	0.8	0.7	0.77	0.06	3.5	3.2	3.4	3.37	0.15
24	2.86	3.11	2.83	2.93	0.15	0.37	0.11	0.15	0.21	0.14	2.75	3.17	2.6	2.84	0.30
25	1.99	2.02	1.89	1.97	0.07	0.31	0.37	0.33	0.34	0.03	2.48	2.51	2.8	2.60	0.18
26	3.5	3.7	3.7	3.63	0.12	0.52	0.56	0.55	0.54	0.02	3.66	3.68	3.77	3.70	0.06
27	8.65	8.62	8.57	(8.61)	(0.04)	2.59	2.58	2.56	(2.58)	(0.02)	12.1	12.4	12.17	(12.22)	(0.16)
28	3.23	4.32	4.33	3.96	0.63	<0.5	<0.5	<0.5			2.52	2.54	2.51	2.52	0.02
29	3.3			3.30		0.5			0.50		4.7			4.70	
30	2.83	2.93	2.86	2.87	0.05	0.4	0.52	0.4	0.44	0.07	2.66	3.09	3.13	2.96	0.26
Sann verdi				3.50	0.15										
Median				3.31					0.52	0.07				3.47	
Middel				3.46	0.16				0.54					3.57	0.18
Standardavvik				0.67					0.16					0.67	
Antall				27					23					27	

Tabell 8. Bly, µg/g

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1	264	248	273	261.7	12.7	29.6	29.5	29.1	29.4	0.3	178	178	170	175.3	4.6
2	308	302	304	304.7	3.1	35.9	35.4	37.2	36.2	0.9	166	166	166	166.0	0.0
3	267	283	252	267.3	15.5	29	25	26	26.7	2.1	137	135	133	135.0	2.0
4	281	287	276	281.3	5.5	85	78	72	(78.3)	(6.5)	177	173	166	172.0	5.6
5	278	276		277.0		58	50		(54.0)		149	165	150	154.7	9.0
6	271.3	267.5	260.9	266.6	5.3	21.7	24.7	24.8	23.7	1.8	141.3	142.2	136.9	140.1	2.8
7	296	300	298	298.0	2.0	19	19.6	20	19.5	0.5	153	151	156	153.3	2.5
8	288.5	288.9	269.6	282.3	11.0	33.44	31.45	31.15	32.0	1.2	183.5	204.7	163.5	183.9	20.6
9	197	234	198	209.7	21.1	32.5	28.9	30.3	30.6	1.8	106	103	98.7	102.6	3.7
10	271	271	274	272.0	1.7	33	32	30	31.7	1.5	158	158	157	157.7	0.6
11	240	250	246	245.3	5.0	21.4	22.7	22.3	22.1	0.7	137	142	140	139.7	2.5
12	272	267	274	271.0	3.6	33.6	32.3	33.3	33.1	0.7	149	154	150	151.0	2.6
13	130	152	129	137.0	13.0	19.2	20.2	18.8	19.4	0.7	120	121	159	133.3	22.2
14	270	260	275	268.3	7.6	29	33	38	33.3	4.5	182	148	148	159.3	19.6
15	206	228	198	210.7	15.5	39.3	30.9	32.2	34.1	4.5	166	171	161	166.0	5.0
16	279			279.0		31.9			31.9		156			156.0	
17	191	230.3	238.2	219.8	25.3	20.1	23.6	18.6	20.8	2.6	126.1	135.3	127.5	129.6	5.0
18	266.3	260.8	255	260.7	5.7	23.5	21	22.5	22.3	1.3	124	127.6	144.6	132.1	11.0
19	245	260	253	252.7	7.5	78	89	78	(81.7)	(6.4)	136	144	128	136.0	8.0
20	250	255	259	254.7	4.5	25.4	26.6	26.8	26.3	0.8	142	141	146	143.0	2.6
23	286	285	289	286.7	2.1	25.7	23.4	26.2	25.1	1.5	162	161	160	161.0	1.0
24	256	255	255	255.3	0.6	23.6	23.3	21.6	22.8	1.1	133	133	135	133.7	1.2
25	257	253	231	247.0	14.0	25.5	25.7	25.1	25.4	0.3	130	130	135	131.7	2.9
26	283	286	294	287.7	5.7	27.7	27.8	28.8	28.1	0.6	159	159	158	158.7	0.6
27	283	287	298	289.3	7.8	32.42	33.44	33.78	33.2	0.7	98.1	113	110	107.0	7.9
28	287.5	295.9	277	286.8	9.5	25	25.1	25.6	25.2	0.3	138.6	137.4	137.3	137.8	0.7
29	318			318.0		7.8			(7.8)		70.3			70.3	
30	270	297	298	288.3	15.9	27.1	25.5	24.8	25.8	1.2	151	167	152	156.7	9.0
Sann verdi				286.0	5.0										
Median				269.7					26.5					147.0	
Middel				263.5	8.6				27.5	1.4				144.4	5.9
Standardavvik				35.8					5.0					23.8	
Antall				28					24					28	



Tabell 9. Krom, µg/g

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1	240	238	230	236.0	5.3	6.1	5.9	6.7	6.2	0.4	30	30	30	30.0	0.0
2	148	147	147	147.3	0.6	18.1	18.2	18.1	(18.1)	(0.06)	34	34	33.8	33.9	0.1
3	158	161	160	159.7	1.5	8.1	10.7	11.5	10.1	1.8	37	35	36	36.0	1.0
4	129	132	136	132.3	3.5	5.19	4.95	4.98	5.0	0.1	17.6	18.4	17.8	17.9	0.4
5	144	149		146.5		6.3	10.1		8.2		21	22	23	22.0	1.0
6	129.4	128.5	131	129.6	1.3	6	6.4	6.4	6.3	0.2	16.3	16.6	16.9	16.6	0.3
7	162	166	167	165.0	2.6	6.4	6.4	6.78	6.5	0.2	33.5	33.3	35	33.9	0.9
8	161	161.1	191.5	171.2	17.6	8.52	9.09	8.35	8.7	0.4	42.34	40.93	49.68	44.3	4.7
9	123	128	130	127.0	3.6	18.7	22.6	21.1	(20.8)	(2.0)	27.3	28.8	27.6	27.9	0.8
10	153	156	156	155.0	1.7	21	21	21	(21.0)	(0.0)	31	31	31	31.0	0.0
11	141	143	144	142.7	1.5	12.2	12	11.6	11.9	0.3	20.6	20.8	20.2	20.5	0.3
12	158	158	161	159.0	1.7	8.9	8.8	8.8	8.8	0.0	32.4	30.4	31.7	31.5	1.0
13	187	194	200	193.7	6.5	8.88	7.39	11.2	9.2	1.9	46.5	49.5	50.3	48.8	2.0
14	218	234	289	247.0	37.2	10.8	8.6	10.3	9.9	1.2	40.2	41	40.8	40.7	0.4
15	153	160	155	156.0	3.6	7.9	7.7	7.6	7.7	0.2	32.3	33.7	33.7	33.2	0.8
16	120			120.0		9.2			9.2		29.7			29.7	
17	209	192.1	194.9	198.7	9.1	6.11	6.69	6.25	6.4	0.3	28.18	28.1	28	28.1	0.0
18	110	110.6	115.2	111.9	2.8	9.8	10.5	9.1	9.8	0.7	16.6	14.2	15.1	15.3	1.2
19	245	231	270	248.7	19.8	11	14.3	10.5	11.9	2.1	21.7	22.7	22.1	22.2	0.5
20	121	120	124	121.7	2.1	4.01	4.14	4.54	(4.2)	(0.3)	30.9	30.2	27.6	29.6	1.7
21	163	153	160	158.7	5.1	6.64	6.59	7.15	6.8	0.3	35.4	35	35.6	35.3	0.3
23	324	328	334	328.7	5.0	18.2	18.2	19	(18.5)	(0.5)	33.9	33.8	33.8	33.8	0.0
24	191	183	183	185.7	4.6	10.1	12.2	10.1	10.8	1.2	35.7	34.4	34.4	34.8	0.8
25	100	107	104	103.7	3.5	3.78	5.84	3.71	(4.4)	(1.2)	26.1	26.7	27	26.6	0.5
27	85.97	91.7	89.31	89.0	2.9	8.87	8.72	7.99	8.5	0.5	18.54	19.76	20.98	19.8	1.2
28	133.5	127.4	127.7	129.5	3.4	5	5.5	5.5	5.3	0.3	16.6	16.7	16.8	16.7	0.1
29	150			150.0		6.6			6.6		27			27.0	
30	120	123	118	120.3	2.5	13	13.7	13.4	13.4	0.4	29.6	29.2	31.6	30.1	1.3
Sann verdi				(313)											
Median				152.5					8.6					29.9	
Middel				162.0	6.0				8.5	0.7				29.2	0.8
Standardavvik				51.9					2.3					8.3	
Antall				28					22					28	

Tabell 10. Kopper, µg/g

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1	817	804	779	800	19.3	274	284	284	281	5.8	894	930	888	904	22.7
2	715	718	714	716	2.1	220	220	222	221	1.2	773	774	768	772	3.2
3	606	632	593	610	19.9	179	180	173	177	3.8	632	595	574	600	29.4
4	663	655	673	664	9.0	212	211	211	211	0.6	754	747	747	749	4.0
5	713	715		714		216	216		216		740	764	744	749	12.9
6	670.2	666.6	671.5	669	2.5	201.4	206.3	203.5	204	2.5	705.3	705.1	699.2	703	3.5
7	760	760	760	760	0.0	215	211	209	212	3.1	756	758	763	759	3.6
8	711.2	694.5	674.1	693	18.6	223	223.7	220.3	222	1.8	790.3	769.3	758.9	773	16.0
9	540	548	545	544	4.0	172	170	172	171	1.2	562	568	551	560	8.6
10	735	735	725	732	5.8	217	217	215	216	1.2	755	755	760	757	2.9
11	638	649	653	647	7.8	204	207	208	206	2.1	720	722	725	722	2.5
12	663	668	669	667	3.2	200	201	201	201	0.6	681	692	687	687	5.5
13	684	681	673	679	5.7	203	238	211	217	18.3	735	726	733	731	4.7
14	737	730	690	719	25.4	221	222	220	221	1.0	778	784	740	767	23.9
15	769	783	791	781	11.1	257	249	248	251	4.9	798	791	804	798	6.5
16	748			748		227			227		783			783	
17	622	621.1	624.2	622	1.6	195.4	198.5	202.5	199	3.6	676.4	676.2	669.1	674	4.2
18	684.9	678.3	670.7	678	7.1	206.6	213.6	213.3	211	4.0	698.3	693	690.4	694	4.0
19	701	716	699	705	9.3	228	219	214	220	7.1	727	727	725	726	1.2
20	687	698	699	695	6.7	204	209	209	207	2.9	757	781	763	767	12.5
22	764.3	754.8	757.9	759	4.8	247.8	240	239	242	4.8	863.6	827.2	853.9	848	18.9
23	715	718	716	716	1.5	216	232	238	229	11.4	733	727	735	732	4.2
24	636	641	646	641	5.0	199	201	199	200	1.2	690	695	692	692	2.5
25	673	670	671	671	1.5	206	201	202	203	2.6	719	721	722	721	1.5
26	681	673	680	678	4.4	205	208	212	208	3.5	784	769	764	772	10.4
27	700	703	699	701	2.1	133	129	126	129	3.5	747	751	747	748	2.3
28	710.7	712.7	714.1	713	1.7	220.2	215.4	216.1	217	2.6	725.7	720.4	724.2	723	2.7
29	700			700		223			223		720			720	
30	600	612	617	610	8.7	220	219	219	219	0.6	728	724	719	724	4.5
Samm verdi				696	12.0										
Median				695					216					732	
Middel				691	7.3				213	3.7				736	8.1
Standardavvik				55					25.8					64	
Antall				29					29					29	

Tabell 11. Nikkel, µg/g

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1	204	199	194	199.0	5.0	3.70	3.80	3.70	3.73	0.06	18.7	18.7	19	18.8	0.17
2	163	164	163	163.3	0.6	5.09	5.22	5.33	5.21	0.12	23.5	23	23.4	23.3	0.26
3	130	143	133	135.3	6.8	6.1	5.9	8	6.67	1.16	16.2	17.7	18.1	17.3	1.00
4	157	148	154	153.0	4.6	2.46	3.02	2.4	2.63	0.34	16.6	17.8	17.5	17.3	0.62
5	163	163		163.0		4	5.9		4.95		22	26	24	24.0	2.00
6	152.5	151.1	152.9	152.2	0.9	4.4	3.8	5.1	4.43	0.65	9.4	9.1	9.4	9.3	0.17
7	173	173	172	172.7	0.6	3.68	3.68	3.49	3.62	0.11	18.5	20	19.6	19.4	0.78
8	159	165	172.9	165.6	7.0	3.93	4.89	5.32	4.71	0.71	21.17	20.47	26.22	22.6	3.14
9	113	126	115	118.0	7.0	19.6	15.1	19.8	(18.2)	(2.66)	22.1	21.1	19.5	20.9	1.31
10	156	159	159	158.0	1.7	8	9	8	8.3	0.58	22	21	23	22.0	1.00
11	160	161	162	161.0	1.0	4.41	4.23		4.32		15.3	16.2	15.8	15.8	0.45
12	154	153	152	153.0	1.0	3.9	3.9	3.9	3.90	0.00	12.8	13.7	13.5	13.3	0.47
13	149	145	146	146.7	2.1	<5	<5	<5			22.6	18.1	18.5	19.7	2.49
14	185	186	202	191.0	9.5	7.1	5	5.2	5.77	1.16	23.9	17.2	18.9	20.0	3.48
15	175	179	178	177.3	2.1	5.9	5.4	5.3	5.53	0.32	17.7	18.9	18.7	18.4	0.64
16	132			132.0		6.2			6.20		17			17.0	
17	173	171.3	175.4	173.2	2.1	3.61	4.47	5.26	4.45	0.83	19.99	21	21.24	20.7	0.66
18	173.2	167.8	170.7	170.6	2.7	<6	<5	<5			10.4	14.9	9	11.4	3.08
19	261	260	213	244.7	27.4	32.9	39.9	43.6	(38.8)	(5.43)	54.2	49.2	50.9	(51.4)	(2.54)
20	152	154	150	152.0	2.0	4.46	4.39	4.35	4.40	0.06	21.3	21.6	21.4	21.4	0.15
21	147	159	146	150.7	7.2	5.58	5.17	4.7	5.15	0.44	21.3	21.5	22.4	21.7	0.59
22	144.5	152.9	144.6	147.3	4.8	8.7	6.65	4.51	6.62	2.10	28.03	35.16	34.96	32.7	4.06
23	248	247	250	248.3	1.5	8.1	6.8	7.1	7.33	0.68	21.8	19.7	22.5	21.3	1.46
24	150	149	160	153.0	6.1	2.5	1.6	2.7	2.3	0.59	24.3	25.4	25.6	25.1	0.70
25	130	123	134	129.0	5.6	5	4.4	5.3	4.90	0.46	19.4	19.7	17.3	18.8	1.31
26	247	244	249	246.7	2.5	8.2	9.2	9.7	9.0	0.76	23.3	23.8	22	23.0	0.93
27	232	227	232	230.3	2.9	6.63	7.11	5.47	6.40	0.84	22.11	33.05	28.4	27.9	5.49
28	166.9	162	161.2	163.4	3.1	<5	<5	<5			12.1	12.2	14.1	12.8	1.13
29	155			155.0		4.3			4.30		22			22.0	
30	150	151	148	149.7	1.5	3.29	3.06	3.44	3.26	0.19	19.1	19.1	18.7	19.0	0.23
Sann verdi				247.0	7.0										
Median				159.5					4.90					20.0	
Middel				168.5	4.4				5.12	0.59				19.9	1.40
Standardavvik				34.0					1.65					4.8	
Antall				30					25					29	

Tabell 12. Sink, µg/g

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1	2059	2037	1963	2020	50	274	281	299	284.7	12.9	1437	1410	1400	1416	19
2	2192	2175	2193	2187	10	312	312	316	313.3	2.3	1481	1477	1478	1479	2
3	1899	1906	1854	1886	28	269	267	251	262.3	9.9	1258	1276	1172	1235	56
4	2020	1980	1988	1996	21	301	300	304	301.7	2.1	1484	1447	1462	1464	19
5	2166	2196		2181		311	307		309.0		1429	1471	1450	1450	21
6	2079	2074	2093	2082	10	301	313	313	309.0	6.9	1427	1438	1406	1424	16
7	2190	2240	2190	2207	29	271	271	269	270.3	1.2	1360	1400	1390	1383	21
8	2113	2006	2159	2093	79	314.8	307.5	296.3	306.2	9.3	1666	1623	1642	1644	22
9	1693	1728	1717	1713	18	240	241	247	242.7	3.8	1098	1147	1120	1122	25
10	2175	2175	2175	2175	0	335	335	335	335.0	0.0	1575	1575	1575	1575	0
11	1877	1893		1885		294	302		298.0		1322	1338		1330	
12	2227	2215	2215	2219	7	303	306	308	305.7	2.5	1453	1468	1482	1468	15
13	2050	2004	2003	2019	27	286	328	295	303.0	22.1	1305	1321	1319	1315	9
14	2043	2049	2030	2041	10	300	301	289	296.7	6.7	1386	1384	1357	1376	16
15	2280	2230	2300	2270	36	327	316	317	320.0	6.1	1520	1520	1540	1527	12
16	2290			2290		343			343.0		1450			1450	
17	1966	1938	1922	1942	22	299.3	296.2	312.2	302.6	8.5	1374	1380	1376	1377	3
18	2210	2117	2144	2157	48	289	285	282	285.3	3.5	1400	1479	1425	1435	40
19	1880	2011	2018	1970	78	183	160	209	184.0	24.5	1446	1420	1290	1385	84
20	2024	2086	2077	2062	34	266	262	276	268.0	7.2	1398	1450	1407	1418	28
23	2210	2210	2210	2210	0	338	328	310	325.3	14.2	1480	1480	1470	1477	6
24	1955	1951	1930	1945	13	290	289	290	289.7	0.6	1371	1382	1380	1378	6
25	2067	2075	2084	2075	9	301	302	298	300.3	2.1	1472	1508	1490	1490	18
26	2102	2080	2104	2095	13	358	319	320	332.3	22.2	1449	1439	1441	1443	5
27	2211	2211	2221	2214	6	208	215	221	214.7	6.5	1526	1507	1533	1522	13
28	2068	2073	2056	2066	9	300.3	295.6	296.6	297.5	2.5	917.2	923.3	935.4	925	9
29	2100			2100		303			303.0		1400			1400	
30	1860	1890	1920	1890	30	330	310	310	316.7	11.5	1470	1450	1490	1470	20
Sann verdi				2122	23										
Median				2079	24				302.1	7.9				1429	19
Middel				2071					293.6					1406	
Standardavvik				136					34.8					137	
Antall				28					28					28	

Tabell 13. Kalsium, %

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik	
1	4.87	4.71	4.89	4.82	0.10	34.4	34	32.9	33.77	0.78	1.24	1.16	1.13	1.18	0.06	
2	4.83	4.76	4.77	4.79	0.04	30	30.2	30	30.07	0.12	0.109	0.104	0.106	(0.11)	(0.00)	
3						27.3	27.7	27.8	27.60	0.26	1.01	1.07	1.07	1.05	0.03	
4	4.4	4.64	4.55	4.53	0.12	27.07	27.3	26.62	27.00	0.35	1.01	1	0.99	1.00	0.01	
5	4.61	4.57		4.59		28.9	29.5		29.20		1.04	1.03	1.01	1.03	0.02	
6	4.24	4.21	4.54	4.33	0.18	29.82	30.97	31.22	30.67	0.75	0.74	0.75	0.73	0.74	0.01	
7	4.97	4.93	4.97	4.96	0.02	28.4	27.6	27.6	27.87	0.46	1.04	1.04	1.06	1.05	0.01	
8	1.95	2.11	2.38	2.15	0.22	19.26	19.32	25.64	21.41	3.67	0.52	0.49	0.62	0.54	0.07	
9	3.16	3.07	3.37	3.20	0.15	21.7	22.4	23.1	22.40	0.70	0.57	0.57	0.58	0.57	0.00	
10	4.87	4.9	4.85	4.87	0.03	31.2	32	31.5	31.57	0.40	1.05	1.05	1.12	1.07	0.04	
11	3.45	3.59	3.72	3.59	0.14	23.7	26	24.8	24.83	1.15	0.86	0.85	0.88	0.86	0.02	
12	5.16	5.08	5.2	5.15	0.06	32.8	33.2	33.3	33.10	0.26	1.15	1.14	1.1	1.13	0.03	
14	2.14	2.07		2.11		28.9	30.7	28.8	29.47	1.07	0.93	0.91	0.71	0.85	0.12	
15	4.5	4.5	4.3	4.43	0.12	31.2	30.9	30.8	30.97	0.21	1.1	1.09	1.09	1.09	0.00	
16	5			5.00		31.7			31.70		1.13			1.13		
17	4.37	4.17	4.29	4.28	0.10	22.01	22.27	24.69	22.99	1.48	0.92	0.95	0.91	0.93	0.02	
18	3.374	3.483	3.443	3.43	0.06	28.41	31.71	31.12	30.41	1.76	0.352	0.354	0.379	(0.36)	(0.02)	
19	6.25	6.97	6.97	6.73	0.42	48.2	46.3	46.1	(46.87)	(1.16)	0.34	0.3	0.3	(0.31)	(0.02)	
20	4.63	4.59	4.74	4.65	0.08	31.7	30.54	30.44	30.89	0.70	1.08	1.05	1.07	1.07	0.02	
21	3.6	3.6	3.5	3.57	0.06	28.5	28.8	26.2	27.83	1.42	0.69	0.7	0.67	0.69	0.02	
23	5	5	4.7	4.90	0.17	27.9	28.1	28.4	28.13	0.25	1.13	1.08	1.02	1.08	0.06	
24	4.43	4.45	4.48	4.45	0.03	29.6	29.5	29.4	29.50	0.10	0.991	1.003	0.991	1.00	0.00	
25	4.23	4.18	4.17	4.19	0.03	28.9	29.2	29.5	29.20	0.30	1	0.98	0.99	0.99	0.01	
26	8.36	8.69	8.76	(8.60)	(0.21)	27.5	27.5	27	27.33	0.29	1.45	1.46	1.43	1.45	0.02	
27	3.69	3.95	2.38	3.34	0.84	2.52	2.55	2.51	(2.53)	(0.02)	0.75	0.84	0.82	0.80	0.05	
28	5.88	5.77	5.96	5.87	0.10	28.6	26.5	26.7	27.27	1.16	0.71	0.73	0.73	0.72	0.01	
29	4.7			4.70		3.15			(3.15)		1.02			1.02		
30	4.35	4.4	4.47	4.41	0.06	32.4	32.2	32.8	32.47	0.31	0.993	1	1	1.00	0.00	
Sann verdi				(6.68)												
Median				4.45					29.20					1.00		
Middel				4.25	0.13				28.71	0.78				0.96	0.03	
Standardavvik				0.89					3.21					0.20		
Antall				26					25					25		

Tabell 14. Kalium, %

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1	0.13	0.12	0.12	0.123	0.006	0.066	0.069	0.068	0.068	0.002	0.072	0.071	0.07	0.071	0.001
2	0.122	0.107	0.109	0.113	0.008	0.063	0.061	0.062	0.062	0.001	0.077	0.074	0.07	0.074	0.004
3						0.05	0.048	0.056	0.051	0.004	0.068	0.075	0.081	0.075	0.007
4	0.096	0.094	0.092	0.094	0.002	0.054	0.05	0.051	0.052	0.002	0.061	0.064	0.06	0.062	0.002
5	0.107	0.106		0.107	0.000	0.06	0.06		0.060		0.07	0.072	0.069	0.070	0.002
6	0.073	0.072	0.073	0.073	0.000	0.052	0.052	0.052	0.052	0.000	0.06	0.059	0.059	0.059	0.000
7	0.109	0.109	0.109	0.109	0.000	0.059	0.058	0.058	0.058	0.000	0.067	0.067	0.068	0.067	0.000
8	0.099	0.093	0.096	0.096	0.003	0.058	0.056	0.059	0.058	0.002	0.064	0.063	0.075	0.067	0.007
9	0.085	0.084	0.083	0.084	0.000	0.053	0.053	0.053	0.053	0.000	0.06	0.058	0.058	0.059	0.001
10	0.11	0.1	0.11	0.107	0.006	0.06	0.07	0.07	0.067	0.006	0.07	0.07	0.07	0.070	0.000
11	0.109	0.114		0.112		0.065	0.064		0.065		0.089	0.087		0.088	
12	0.098	0.104	0.099	0.100	0.003	0.058	0.058	0.058	0.058	0.000	0.064	0.066	0.064	0.065	0.001
14	0.132	0.143	0.18	0.152	0.025	0.068	0.084	0.077	0.076	0.008	0.072	0.07	0.079	0.074	0.005
15	0.106	0.108	0.107	0.107	0.000	0.061	0.06	0.059	0.060	0.001	0.069	0.07	0.07	0.070	0.000
16	0.097			0.097		0.058			0.058		0.069			0.069	
17	0.09	0.1	0.1	0.097	0.006	0.13	0.13	0.11	(0.123)	(0.012)	0.06	0.05	0.06	0.057	0.006
18	0.0997	0.1012	0.1007	0.101	0.000	0.0579	0.057	0.0547	0.057	0.002	0.0653	0.0647	0.0666	0.066	0.000
19	0.12	0.13	0.16	0.137	0.021	0.06	0.06	0.06	0.060	0.000	0.08	0.08	0.08	0.080	0.000
20	0.09	0.096	0.093	0.093	0.003	0.06	0.059	0.059	0.059	0.000	0.068	0.067	0.067	0.067	0.000
21	0.091	0.094	0.094	0.093	0.002	0.059	0.06	0.054	0.058	0.003	0.068	0.07	0.069	0.069	0.001
23	0.15	0.14	0.16	0.150	0.010	0.074	0.065	0.061	0.067	0.007	0.071	0.073	0.068	0.071	0.003
24	0.104	0.105	0.105	0.105	0.000	0.059	0.059	0.062	0.060	0.002	0.068	0.068	0.07	0.069	0.001
25	0.103	0.104	0.098	0.102	0.003	0.057	0.065	0.073	0.065	0.008	0.08	0.072	0.083	0.078	0.006
26	0.12	0.12	0.13	0.123	0.006	0.06	0.06	0.06	0.060	0.000	0.07	0.07	0.07	0.070	0.000
27	0.13	0.12	0.12	0.123	0.006	0.08	0.07	0.07	0.073	0.006	0.04	0.04	0.03	0.037	0.006
28	0.118	0.116	0.119	0.118	0.002	0.064	0.063	0.063	0.063	0.000	0.072	0.073	0.073	0.073	0.000
29	0.11			0.110		0.064			0.064		0.071			0.071	
30	0.0909	0.0988	0.113	0.101	0.011	0.0711	0.066	0.0635	0.067	0.004	0.0686	0.0596	0.0646	0.064	0.005
Sann verdi				(0.291)											
Median				0.107					0.060					0.069	
Middel				0.108	0.005				0.061	0.003				0.068	0.002
Standardavvik				0.018					0.006					0.009	
Antall				27					27					28	

Tabell 15. Totalfosfor, %

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1						0.063	0.063	0.063	(0.063)	(0.000)	1.52	1.69	1.58	1.60	0.09
2	1.18	1.19	1.22	1.20	0.02	0.58	0.57	0.57	0.573	0.006	1.88	1.9	1.89	1.89	0.01
3						0.025	0.03	0.03	(0.028)	(0.003)	1.25	1.3	1.31	1.29	0.03
4						0.52	0.52	0.53	0.523	0.006	1.62	1.69	1.67	1.66	0.04
5						0.55	0.55	0.53	0.543	0.012	2.02	1.99	1.94	1.98	0.04
6						0.573	0.567	0.561	0.567	0.006	1.869	1.912	1.892	1.89	0.02
7						0.572	0.605	0.542	0.573	0.032	1.86	1.89	1.94	1.90	0.04
8						0.558	0.558		0.558		1.97	1.95		1.96	
9						0.55	0.54	0.53	0.540	0.008	1.91	1.88	1.89	1.89	0.01
10						0.551	0.556	0.555	0.554	0.003	1.94	1.94	1.94	1.94	0.00
11	1.18			1.18		0.57	0.57	0.545	0.570	0.006	1.95	1.96	1.89	1.96	0.12
12						0.556	0.556		0.552		1.89	1.69	1.89	1.82	
14						0.21	0.31		(0.260)		0.56	0.44		(0.50)	
15						0.51	0.53	0.55	0.530	0.020	1.86	1.86	1.87	1.86	0.00
16	1.31			1.31		0.627			0.627		2.07			2.07	
17						0.57	0.57	0.57	0.570	0.000	2.01	1.73	1.71	1.82	0.17
19						0.51	0.54	0.53	0.527	0.015	1.74	1.52	1.82	1.69	0.16
20	1.32	1.3	1.33	1.32	0.02	0.6	0.58	0.61	0.597	0.015	2.12	2.12	2.09	2.11	0.02
22						0.59	0.58	0.58	0.583	0.006	1.48	1.35	1.41	1.41	0.07
23	1.24	1.16	1.19	1.20	0.04	0.6	0.61	0.61	0.607	0.006	3.81	3.68	3.75	(3.75)	(0.07)
25						0.6	0.62	0.6	0.607	0.012	1.04	1.08	1.08	1.07	0.02
27 a						0.57	0.57	0.59	0.577	0.012	1.53	1.33	1.41	1.42	0.10
27 b						0.69	0.51	0.63	0.610	0.092	2.51	2.51		2.51	
29						0.52			0.520		1.82			1.82	
30						0.56	0.56		0.560		1.59	1.45		1.52	
Sann verdi				(1.658)											
Median				1.197					0.569					1.863	
Middel				1.240	0.026				0.567	0.015				1.786	0.054
Standardavvik				0.067					0.030					0.306	
Antall				5					22					23	

Lab. nr. 9: prøve B nr. 4 = 0.54, prøve C nr. 4 = 1.89

Tabell 16. Kjeldahlnitrogen, %

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1						0.75	0.75	0.74	0.75	0.006	2.31	2.33	2.31	2.32	0.012
2	6.35	5.94	6.33	6.21	0.23	0.721	0.727	0.724	0.72	0.003	2.28	2.3	2.28	2.29	0.012
3						0.76	0.75	0.73	0.75	0.015	2.34	2.29	2.33	2.32	0.026
5						0.75	0.73		0.74		2.37	2.41		2.39	
6						0.728	0.797		0.76		2.415	2.392	2.401	2.40	0.012
7						0.76	0.745	0.787	0.76	0.021	2.36	2.49	2.32	2.39	0.089
8						0.763	0.756	0.776	0.77	0.010	2.399	2.399	2.419	2.41	0.012
9						0.72	0.73	0.73	0.73	0.006	2.28	2.27	2.3	2.28	0.015
10						0.725	0.724	0.748	0.73	0.014	2.31	2.33	2.34	2.33	0.015
11	5.78			5.78		0.68	0.7		0.69		2.06	2.16		2.11	
12						0.726	0.723	0.725	0.72	0.002	2.33	2.33	2.34	2.33	0.006
15						0.73	0.69	0.7	0.71	0.021	2.3	2.3	2.29	2.30	0.006
16	6.39			6.39		0.72			0.72		2.3			2.30	
17						0.75	0.75	0.75	0.75	0.000	2.53	2.6	2.37	2.50	0.118
23						1.54	1.54		(1.54)		3.92	3.83		(3.88)	(0.064)
25						0.68	0.7	0.68	0.69	0.012	2.3	2.28	2.3	2.29	0.012
29						0.76			0.76		2.37			2.37	
30						0.74	0.75	0.72	0.74	0.015	2.37	2.38	2.37	2.37	0.006
Median				6.21					0.737					2.327	
Middel				6.13	0.23				0.734	0.010				2.335	0.026
Standardavvik				0.31					0.024					0.081	
Antall				3					17					17	

Lab. nr. 8: prøve B nr. 4 = 0.764, prøve C nr. 4 = 2.419; Lab. nr 9: prøve B nr. 4 = 0.73, prøve C nr. 4 = 2.31



Tabell 17. Tørrstoff, %

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1						99.24			99.2		99.11			99.1	
2	93.2			93.2		99.16			99.2		99.21			99.2	
3	94.9			94.9		99.6	99.4		99.5		99.2	99		99.1	
4						100	100	99.89	100.0	0.06	99.44	99.55	99.23	99.4	0.16
5						> 98					> 98				
6	90.38			90.4		99.72			99.7		99.79			99.8	
7	93.3			93.3		100.2	100.3	100	100.2	0.15	99.1	99.2	99.2	99.2	0.06
8						100	100		100.0		100	100		100.0	
9						100	99.8		99.9		99.1	99.2		99.2	
10						99.95	99.93	99.95	99.9	0.01	99.85	99.9	99.23	99.7	0.37
11						99.9	99.8		99.9		99.3	99.3		99.3	
12						100			100.0		100			100.0	
13	93.7			93.7		99.4			99.4		99.3			99.3	
14	94.1			94.1		100			100.0		100			100.0	
15	93.3			93.3		100	100	100	100.0	0.00	99.6	99.4	99.6	99.5	0.12
16	93.6			93.6		99.3			99.3		99.4			99.4	
17						100.2			100.2		100.2			100.2	
18	92.9	92.75	92.79	92.8	0.08	99.56	99.84	99.49	99.6	0.19	99.1	99.32	99.02	99.1	0.16
19						99.4	99.7	99.7	99.6	0.17	98.9	99	99	99.0	0.06
20	97.1	97.1	97.6	97.3	0.29	100	100	99.7	99.9	0.17	100	100	99.4	99.8	0.35
22						99.7	100	100	99.9	0.17	99.9	100	100	100.0	0.06
23	94.5			94.5		100			100.0		99.4			99.4	
25						100			100.0		100			100.0	
27	93.41	93.55		93.5	0.10	99.42	99.52		99.5		98.51	98.56		98.5	
28	92.8	92.5	92.5	92.6	0.17	99.7	99.7	99.5	99.6	0.12	99.3	99.2	99.4	99.3	0.10
29						99.9			99.9		99.3			99.3	
30	93.6	93.5	93.7	93.6	0.1	99.7	99.6	99.5	99.6	0.1	99.3	99.6	99.3	99.4	0.2
Median				93.5					99.8					99.4	
Middel				93.6	0.1				99.8	0.1				99.5	0.2
Standardavvik				1.5					0.3					0.4	
Antall				14					26					26	

Tabell 18. Glødetap, %

Labnr.	A1	A2	A3	Middel	Stdavvik	B1	B2	B3	Middel	Stdavvik	C1	C2	C3	Middel	Stdavvik
1				20.15					20.2		50.45			50.45	
2	60			16.62	60.0				16.6		49.71			49.71	
3				16.7			16.4		16.6		49.6	49.9		49.75	
4				14.62			14.64		14.6		49.74	49.7	49.18	49.54	0.31
5				33.6			34.3	28.6	(32.2)	(3.11)	52.2	53.2		52.70	
6				82.11					(82.1)		48.47			48.47	
7	60.2			16.3	60.2		16.2	15.9	16.1	0.21	50.3	50.7	50.5	50.50	0.20
8				15.36			15.01		15.2		50.28	49.74		50.01	
9				15.8			16.1		16.0		51.1	51		51.05	
10				16.24			16.22	15.76	16.1	0.27	51.4	51.07	51.22	51.23	0.17
11				15.7			15.3		15.5		50.9	50.7		50.80	
12				17.12					17.1		50.77			50.77	
13				16.3					16.3		50.4			50.40	
15				16.6			16.3	16.9	16.6	0.30	51.2	50.5	51.2	50.97	0.40
16	62			17.9	62.0				17.9		53.3			53.30	
17				15.85					15.9		51.6			51.60	
18	60	60	60	15.83	60.0		15.55	16.04	15.8	0.25	59.89	51.39	51.21	54.16	4.96
19				15.8			15.8	16.3	16.0	0.29	51.4	50.9	50.9	51.07	0.29
20	61.8	62.1	62.3	15.5	62.1		15.8	15.9	15.7	0.21	51.6	51.7	51.2	51.50	0.26
22				15.2			15.4	15.8	15.5	0.31	49.4	49.8	49.6	49.60	0.20
23	60.9			16.3	60.9				16.3		50.8			50.80	
25				15.6			14.9	15.3	15.3	0.35	51	50.5	49.9	50.47	0.55
27	60.99	60.89		14.9	60.9		15.98		15.4		51.05	50.95		51.00	
28	62.4	60.2	58.7	19.1	60.4		17.4	18.2	18.2	0.85	50.8	50.3	50	50.37	0.40
29				15.5					15.5		51.7			51.70	
30	63.1	63.6	63.2	16.2	63.3		16.5	16.7	16.5	0.25	52.6	52.4	52	52.33	0.31
Median				60.9	60.9				16.0					50.80	
Middel				61.1	61.1				16.3	0.33				50.93	0.73
Standardavvik				1.1	1.1				1.2					1.22	
Antall				9	9				23					25	

---

**NIVA**



**Norsk institutt for vannforskning**

Postboks 173 Kjelsås, 0411 Oslo

Telefon: 22 18 51 00 Fax: 22 18 52 00

ISBN 82-577-2673-7