

RAPPORT LNR 4650-2003

Prøvningssammenligning
nr. 8 for kommunalt
avløpsslam, 2002



Norsk institutt for vannforskning

RAPPORT

Hovedkontor	Sørlandsavdelingen	Østlandsavdelingen	Vestlandsavdelingen	Akvaplan-NIVA A/S
Postboks 173, Kjelsås 0411 Oslo Telefon (47) 22 18 51 00 Telefax (47) 22 18 52 00	Televeien 1 4890 Grimstad Telefon (47) 37 29 50 55 Telefax (47) 37 04 45 13	Sandvikaveien 41 2312 Ottestad Telefon (47) 62 57 64 00 Telefax (47) 62 57 66 53	Nordnesboder 5 5008 Bergen Telefon (47) 55 30 22 50 Telefax (47) 55 30 22 51	Søndre Tollbugate 3 9000 Tromsø Telefon (47) 77 68 52 80 Telefax (47) 77 68 05 09

Tittel Prøvningssammenligning nr. 8 for kommunalt avløpsslam, 2002	Løpenr. (for bestilling) 4650-2003	Dato 2003-03-12
Forfatter(e) Håvard Hovind	Prosjektnr. Undernr. O-92017	Sider Pris 65
Fagområde Kjemisk analyse	Distribusjon	
Geografisk område Norge	Trykkt NIVA	

Oppdragsgiver(e) NIVA	Oppdragsreferanse
------------------------------	-------------------

Sammendrag: I desember 2002 - januar 2003 ble det gjennomført en prøvningssammenligning for laboratorier som ønsker å utføre kontrollanalyser av slam fra kommunale avløpsanlegg. Både tungmetaller og nyttestoffer ble bestemt i en tørket og knust slamprøve fra Sentralrenseanlegget RA-2, og en prøve av kompostert slam fra RKR. Resultatene var jevnt over meget bra, spesielt for sink hvor henholdsvis 96 og 87 % av resultatene var akseptable i de to prøvene. Totalt sett var kvaliteten i resultatene noe bedre denne gangen i forhold til tidligere prøvnings-sammenligninger. Hele fem av laboratoriene oppnådde at alle deres rapporterte resultater for tungmetaller var akseptable. Ialt 14 av 24 resultatsett inneholdt mer enn 80 % akseptable resultater for tungmetallene, dvs resultater innenfor medianverdien av laboratoriernes resultater $\pm 20\%$, og 3 laboratorier hadde 60 - 80 % akseptable resultater. 6 laboratorier hadde bare 40 - 60 % akseptable resultater, og ett laboratorium hadde bare 8 % akseptable resultater for tungmetallene. Laboratorier som har avvikende resultater må snarest igangsette tiltak for å forbedre kvaliteten på bestemmelsene, før de kan utføre rutinemessige kontrollanalyser av slam. Analysekvaliteten bør kontrolleres årlig gjennom et program for prøvningssammenligninger for slam.

Fire norske emneord	Fire engelske emneord
1. Kommunalt slam	1. Municipal sludge
2. Tungmetaller	2. Heavy metals
3. Ringtest	3. Intercalibration
4. Kvalitetssikring	4. Quality assurance


Håvard Hovind

Prosjektleader

ISBN
82-577-4314-3


Øyvind Skaugrud
Avdelingsleder

O - 92017

Prøvingssammenligning nr. 8

for kommunalt avløpsslam,

2002

Forord

En nasjonal akkrediteringsordning for laboratorier ble opprettet i 1991. Ansvaret for gjennomføring av ordningen er tillagt Norsk Akkreditering (NA) som er en avdeling i Justervesenet. Ved akkreditering etter NS-EN ISO 17025 står kravet til sporbarhet av målingene sentralt. For analyse-laboratorier innebærer dette at nøyaktigheten av resultatene må dokumenteres gjennom deltagelse i sammenlignende laboratorie-prøvninger (slp), ofte omtalt som ringtester.

Fra 1992 har NIVA arrangert sammenlignende laboratorieprøvninger knyttet til løpende kontroll av kommunalt avløpsslam som er tenkt brukt som jordforbedringsmiddel. Statens forurensningstilsyn (SFT) har gjort kjent at man ønsker å kvalitetssikre de analyser som utføres for etaten, og vil derfor benytte akkrediterte laboratorier.

De sammenlignende laboratorieprøvingene er åpne for alle interesserte og finansieres i sin helhet av de deltagende laboratorier. Deltakeravgiften er for tiden kr. 3 500.- pluss moms pr. slp, uavhengig av hvilke eller hvor mange analyser laboratorene velger å utføre.

Oslo, 12. mars 2003

Håvard Hovind

Innhold

Sammendrag	5	
1. Bakgrunn	6	
2. Gjennomføring	6	
2.1 Deltakere	6	
2.2 Slamprøver	6	
2.3 Analysevariable og metoder	6	
2.4 Prøveutsendelse og resultattrapportering	7	
2.5 Behandling av analysedata	7	
3. Resultater	8	
3.1 Kvikksølv	9	
3.2 Kadmium	10	
3.3 Bly	10	
3.4 Krom	11	
3.5 Kopper	11	
3.6 Nikkel	11	
3.7 Sink	12	
3.8 Kalsium	12	
3.9 Kalium	12	
3.10 Totalfosfor	42	
3.11 Nitrogen	42	
3.12 Totalt organisk karbon	42	
3.13 Totalt tørrstoffinnhold	42	
3.14 Glødetap	43	
3.15 pH i vannuttrekk	43	
4. Vurdering av resultatene	43	
5. Henvisninger	48	
Tillegg 1	Innholdsdeklarasjon av slam	49
Tillegg 2	Alfabetisk oversikt over deltakerne	50
Tillegg 3	Analyseresultatene fra de enkelte deltakerne	51

Sammendrag

Arbeidet med å regulere bruken av slam fra kommunale renseanlegg har ført til 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 informasjoner om nyttestoffene i slammet.

Fra 1992 har NIVA arrangert sammenlignende laboratorieprøvninger (slp, eller også omtalt som ringtester) knyttet til løpende kontroll av kommunalt avløpsslam som er tenkt brukt som jordforbedringsmiddel. Statens forurensningstilsyn (SFT) har gjort kjent at man ønsker å kvalitetssikre de analyser som utføres for etaten, og vil derfor benytte akkrediterte laboratorier. Nøyaktigheten til resultatene fra slike laboratorier kan dokumenteres gjennom deltagelse i slik prøvningssammenligning.

Årets prøvningssammenligning ble gjennomført i løpet av desember 2002 - januar 2003, og det ble benyttet en tørket og homogenisert slamprøve fra Sentralrenseanlegget RA-2 (prøve A), samt en kompostert slamprøve fra Renovasjonsselskapet for Kristiansandsregionen - RKR (prøve B). Følgende analysevariable ble bestemt i begge prøvene: kvikksølv, kadmium, bly, krom, kopper, nikkel, sink, kalsium, kalium, totalfosfor, kjeldahl-nitrogen, totalt tørrstoffinnhold og glødetap av dette, samt pH i et vannuttrekk av det avvannete slammet (prøve B).

De enkelte laboratoriernes middelverdier for hver enkelt analysevariabel og prøve ble lagt til grunn for vurderingen av laboratoriernes prestasjoner. Ved vurderingen av analyseresultatene ble medianverdien av de beregnede middelverdier for hvert enkelt laboratorium brukt som "sann verdi". De laboratorier som rapporterte resultater der middelverdien lå innenfor medianverdien $\pm 20\%$, ble karakterisert som akseptable, og har derfor en beregnet Z-faktor som er mindre eller lik ± 2 . Andelen av akseptable resultater varierte mye mellom de ulike analysevariable, men også mellom prøvene. Det var gjennomgående best resultater for sink (henholdsvis 96 og 87 % akseptable resultater), samt nikkel i prøve A (87 %) og koppen i prøve B (83 % akseptable resultater).

Hele fem av laboratoriene oppnådde 100 % akseptable middelverdier for sine innsendte resultater. 14 av 24 resultatsett hadde mer enn 80 % akseptable resultater for tungmetallene, og 3 laboratorier hadde 60 - 80 % akseptable resultater. 6 laboratorier hadde bare 40 - 60 % akseptable resultater og disse prestasjonene er lite tilfredsstillende. Ett laboratorium hadde bare 8 % akseptable resultater. Systematisk arbeid med metodene må til for å forbedre kvaliteten ved analysene, som kan dokumenteres ved bruk av referansematerialer. Dette må også omfatte oppslutningstrinnet i analyseprosessen. 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 utlatt ett eller flere metaller ved prøvningssammenligningen. Disse anbefales å utvide analyseprogrammet til å omfatte alle variable som er aktuelle ved kontroll av kommunalt avløpsslam.

1. Bakgrunn

Arbeidet med å regulere bruken av slam fra kommunale renseanlegg har pågått i lang tid, og det er utarbeidet forskrifter for bruken av kommunalt avløpsslam som jordforbedringsmiddel (1). Dette medfører at det skal utføres jevnlige kontrollanalyser av slikt slam, noe som skal gjennomføres før slammet kjøres ut til brukeren. Det skal først og fremst kontrolleres at konsentrasjonen av tungmetaller ligger under de angitte grenseverdier, men samtidig ønsker man en "vare-deklarasjon" som gir informasjoner om nyttestoffene i slammet, se Tillegg 1.

Etter ønske fra Statens Forurensningstilsyn organiseres det sammenlignende laboratorieprøvninger for alle laboratorier som kunne tenke seg å utføre kontrollanalyser av kommunalt slam. Prøvningssammenlingen ble gjennomført desember 2002 - januar 2003.

2. Gjennomføring

2.1 Deltakere

Det ble sendt ut en invitasjon til å delta i prøvningssammenlingen til alle fylkeslaboratorier, samt andre offentlige og private laboratorier som kunne tenkes å være interesserte i å utføre slike analyser. Omtrent 50 laboratorier ble invitert til å delta, og 24 svarte positivt til dette. Alle disse sendte senere inn resultater for noen eller alle analysevariable. En alfabetisk oversikt over hvilke laboratorier som deltok i ringtesten er gjengitt i Tillegg 2.

2.2 Slampørøver

Det ble sendt ut to prøver til deltakerne. Prøve A var hentet fra Sentralrenseanlegget RA-2, og var tørket og homogenisert, mens prøve B var kompostert slam fra Renovasjonsselskapet for Kristiansandsregionen - RKR. Prøve A ble tørket ved 105 °C og homogenisert ved knusing i mølle før den ble fordelt på prøveglass. Den fuktige prøven B ble blandet godt mekanisk før passende porsjoner ble overført til glassbeholdere og tett lukket. Prøvene ble sendt til deltakerne i midten av desember 2002.

2.3 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. Begge prøvene skulle analyseres med hensyn på både tungmetaller og nyttestoffer.

Deltakerne ble bedt om å bestemme følgende metaller i begge prøvene: kvikksølv, kadmium, bly, krom, kobber, nikkel og sink. I tillegg skulle følgende analysevariable bestemmes ("nyttestoffer"): kalsium, kalium, totalfosfor, Kjeldahlnitrogen, totalt organisk karbon, totalt

tørrstoffinnhold og glødetap av dette, samt pH i et vannuttrekk av den våte prøven. Alle resultater for tungmetaller skulle angis i mikrogram pr. gram tørrstoff, og i prosent av tørrstoffet for de øvrige analysevariable. Tørrstoffinnholdet ble angitt i prosent av innveid prøve. Generelt ble laboratoriene anbefalt å anvende Norsk Standard ved bestemmelsene, men de ble allikevel stilt fritt til å kunne benytte den analysemetoden som de anvender rutinemessig.

Ett laboratorium (nr. 8) har rapportert to sett med analyseresultater som er fremkommet ved bestemmelse etter to forskjellige oppslutningsmetoder. Disse to resultatsettene er merket 8 og 8B i tabellene, og representerer henholdsvis oppslutning av slammet med koncentrert salpetersyre tilsatt hydrogenperoksid, og oppslutning med kongevann. Mikrobølgeovn ble benyttet i begge tilfellene. Ettersom kongevann gir tildels vesentlig høyere resultater enn salpetersyre, er resultatene for kongevann fra dette laboratoriet ikke tatt med ved de statistiske beregninger. I figurene er resultatene for 8B nummerert som laboratorium nr. 25.

2.4 Prøveutsendelse og resultatrapportering

Det tørkede slammet ble delt opp i delprøver og overført til små prøvebeholdere. Det ble sendt ut ca. 25 g av det tørkede slammet (A), og ca. 100 g av den våte prøven (B). Prøvene ble sendt til deltakerne 18. desember 2002, og ankom til laboratoriene i løpet av den påfølgende uken. Deltakerne ble bedt om å analysere prøvene så raskt som mulig, og sende inn resultatene ikke senere enn 31. januar 2003. Med ulike begrunnelser ba noen få laboratorier om en mindre forskyvning av rapporteringsfristen, noe som ble innvilget. Etterat resultatene var mottatt fra alle laboratoriene ble det sendt ut en oversikt over laboratoriernes resultater, samt foreløpige sanne verdier.

2.5 Behandling av analysedata

For hvert enkelt laboratorium ble det for hver analysevariabel og prøve beregnet middelverdi og standardavvik av de innsendte resultatene. For laboratorier som bare hadde sendt inn resultater for en eller to parallelle bestemmelser, er kun middelverdien beregnet.

For hver enkelt analysevariabel og prøve er medianverdien av alle laboratoriernes middelverdier bestemt, dessuten ble også middelverdien og standardavviket av disse beregnet. Laboratorier med middelverdier som avviker mer enn $\pm 50\%$ fra medianverdien ble utelatt ved beregning av nye middelverdier og standardavvik. Deretter ble laboratorier med middelverdier som avviker mer enn ± 2 standardavvik (medmindre $2s < 20\%$) utelatt fra de endelige statistiske beregninger. Forkastede resultater er gjengitt i parentes i tabellene i Tillegg 3.

Medianverdien av deltakernes middelverdier for de respektive analysevariable, bestemt etter at avvikende middelverdier var forkastet, ble brukt som "sann" verdi ved vurdering av de enkelte deltakernes resultater. Medianverdien benyttes fordi den påvirkes i mindre grad av sterkt avvikende resultater enn middelverdien.

3. Resultater

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i tabellene 6 - 20 i Tillegg 3, hvor også den beregnede middelverdien og standardavviket for hver analysevariabel og prøve ved de enkelte laboratorier er gjengitt. Medianverdien for laboratoriene middelverdier er også gitt i disse tabellene, i tillegg til middelverdien og standardavviket mellom laboratoriene middelverdier. Resultater som avviker for mye fra medianverdien, er utelatt ved beregningene og er derfor satt i parentes i tabellene 6 - 20. Tabell 1 gir et sammendrag av resultatene ved denne sammenlignende laboratorieprøvningen.

Resultatene fra deltakerne er framstilt grafisk i figurene 1 - 29. Middelverdien av det enkelte laboratoriums resultater er plottet som funksjon av laboratoriets nummer. Middelverdien er markert med en kort strek, og vertikalt på denne er plassert en strek som angir standardavviket for de tre resultatene laboratoriet har rapportert. Den vannrette heltrukne streken i figuren representerer den "sanne" verdi (medianverdien til alle laboratoriene middelverdier). Beliggenheten til laboratoriets middelverdi i forhold til denne linjen viser i hvilken grad laboratoriets resultater er påvirket av systematiske feil, og lengden på den vertikale streken gir et bilde av de tilfeldige feil innen laboratoriet for denne analysen.

Tabell 1. Oversikt over medianverdier (m) og middelverdier (x) for de to slamprøvene A og B, samt standardavviket (s), antall resultater benyttet ved de statistiske beregningene (n), og antall resultater som ble utelatt ved de statistiske beregningene (u).

Parameter, enhet	Prøve A					Prøve B				
	m	x	s	n	u	m	x	s	n	u
Hg, µg/g	0,99	1,03	0,18	17	1	0,78	0,77	0,19	17	1
Cd, µg/g	0,665	0,691	0,080	20	3	1,13	1,11	0,20	18	5
Pb, µg/g	20,7	20,2	2,7	19	4	25,6	25,1	4,1	20	3
Cr, µg/g	31,9	31,6	2,7	19	4	24,1	23,7	2,7	20	3
Cu, µg/g	94,1	93,2	11,1	21	2	155,7	152,9	12,6	19	4
Ni, µg/g	21,1	20,7	1,6	20	3	25,1	24,5	3,5	22	1
Zn, µg/g	287,3	281,5	17,9	21	2	371,3	371,9	20,0	20	3
Ca, %	1,49	1,48	0,15	20	1	1,05	1,05	0,08	19	2
K, %	0,410	0,412	0,039	17	3	0,168	0,170	0,012	17	2
TOT-P, %	1,040	1,039	0,038	17	1	1,86	1,88	0,15	16	2
TOT-N, %	2,04	2,02	0,10	18	0	2,50	2,34	0,31	18	0
TOC, %	23,7	23,2	4,9	4	1	31,1	28,6	3,9	5	0
TTS, %	96,0	96,2	1,05	24	0	39,05	39,09	0,45	24	0
TGT, %	52,95	52,97	0,88	22	0	61,20	61,39	0,82	21	1
pH						8,39	8,41	0,18	18	1

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 bedømmelsen. I tabell 2 er gjengitt en evaluering av middelverdien fra de enkelte laboratorier, og her har man foretatt sammenligningene ved at medianverdien fra alle ikke forkastede laboratorer benyttes som "sann" verdi. Som et mål for graden av overensstemmelse med medianverdiene er det benyttet en Z-faktor. Denne er beregnet på følgende måte:

$$A = (\text{Laboratoriets resultat} - \text{"sann" verdi}) \times 100 / \text{"sann" verdi},$$

hvor A er laboratoriets avvik fra den "sanne" verdi i prosent. Hvis vi sier at akseptansegrensen ved slp'en er X %, og at tallverdien til Z skal være ≤ 2 for at resultatet skal bedømmes som akseptabelt, da blir

$$Z = | A / (X/2) |$$

Når Z-verdien er mindre eller lik 1, anses resultatet som meget bra. Hvis Z-verdien ligger mellom 2 og 3 anses resultatet som uakseptabelt og tvilsomt, og hvis Z er større enn 3 bedømmes resultatet som fullstendig uakseptabelt. Ved denne slp'en ble avvik opp til $\pm 20\%$ vurdert som akseptable. For pH i vannuttrekket av prøve B er $\pm 0,2$ pH-enheter benyttet som akseptansegrense.

3.1 Kvikksølv

Laboratorienees enkeltresultater er gjengitt i Tabell 6, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 1 og 2. 18 av 24 laboratorier sendte inn resultater for kvikksølv i disse prøvene. Nesten alle laboratoriene har angitt at de benyttet ulike teknikker for kalddamp atomabsorpsjon ved bestemmelse av kvikksølv, mens tre laboratorier benyttet atomfluorescens. Det fremgår ikke av de rapporterte resultater om det er foretatt reduksjon med tinnklorid eller med natriumborhydrid. Ett laboratorium som har angitt at de benyttet NaBH₄ til reduksjonen har fått spesielt høye resultater for begge prøvene. Det er heller ikke spesifisert i metodeskjemaet om det ble benyttet gullfelleteknikk til oppkonsentrering av kvikksølvet før sluttbestemmelsen. Det ser ikke ut til å være noen markert forskjell mellom de ulike metodene som er benyttet.

For de to prøvene var henholdsvis 78 og 72 % av resultatene akseptable, dvs den andelen av resultatene som ligger innenfor medianverdien $\pm 20\%$. Blant mulige årsaker til systematiske avvik kan være feilaktig blindprøvekorreksjon, som kan føre til at resultatene blir gjennomgående systematisk for høye eller for lave. Ufullstendig tørking av prøvene vil føre til for lave resultater, spesielt for prøve B. Ett laboratorium (nr. 14) hadde så lave resultater at de ble utelatt ved de statistiske beregningene for prøve A, og laboratorium nr. 10 hadde altfor høye resultater i prøve B og ble derfor utelatt.

Det er gjennomgående god overensstemmelse mellom resultatene for begge prøvene. Presisjonen ved bestemmelsen innen de enkelte laboratorier er jevnt over bra, mens de systematiske avvik er dominerende mellom laboratoriene. Spredningen mellom enkeltresultatene er spesielt stor ved enkelte laboratorier, og når standardavviket innen

laboratoriet er vesentlig større enn mellom laboratoriene, bør laboratoriet undersøke årsaken til dette.

3.2 Kadmium

Laboratoriernes enkeltresultater er gjengitt i Tabell 7, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 3 og 4. Alle deltakerne unntatt ett laboratorium sendte inn resultater for kadmium, og av disse benyttet de fleste atomabsorpsjon med graffitovn ved bestemmelsen. Ingen av laboratoriene har gitt opplysninger om hvilken bakgrunnskorreksjon som ble anvendt. Seks laboratorier anvendte ICP, og ett laboratorium benyttet ICP-MS til bestemmelsen. Av to laboratorier som benyttet flamme atomabsorpsjon har det ene oppnådd akseptable resultater.

Som det fremgår av Tabell 2 er henholdsvis 78 og 52 % av middelverdiene definert som akseptable for prøvene A og B. Henholdsvis to (nr. 8 og 22) og fire (nr. 2, 6, 8 og 22) laboratorier har rapportert systematisk altfor høye resultater for prøvene A og B, og disse er derfor ikke kommet med i figurene 3 og 4. Presisjonen innen laboratoriet varierer ganske mye fra ett laboratorium til et annet, og dette er spesielt markert for prøve B. De systematiske avvik dominerer, og fører til at presisjonen mellom laboratoriene blir mindre bra.

Det er flere laboratorier som har systematisk altfor høye resultater enn som har systematisk altfor lave resultater. Både de laboratorier som benytter ICP-AES og de som anvender graffitovn ved selve bestemmelsen må vurdere om mulige interferenser ved bestemmelsen kan være årsak til avvikene, og om bakgrunnskorreksjonen er riktig utført. Ved såvidt lave konsentrasjoner som det er i disse prøvene, er det meget viktig at man benytter en metode som er tilstrekkelig følsom.

3.3 Bly

Laboratoriernes enkeltresultater er gjengitt i Tabell 8, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 5 og 6. 23 av deltakerne sendte inn resultater for bly. Syv av laboratoriene bestemte bly med graffitovn. Av de øvrige laboratorier benyttet ni ICP-AES og ett laboratorium bestemte bly med ICP-MS, mens de resterende bestemte bly med flamme atomabsorpsjon. De av deltakerne som har rapportert altfor avvikende resultater må vurdere om interferenser ved bestemmelsen er under kontroll, og om blindprøvekorreksjonen fungerer riktig.

Andel akseptable resultater for denne bestemmelsen er henholdsvis 74 og 70 % for prøve A og B. To laboratorier hadde systematisk altfor høye resultater for begge prøvene. Laboratorium nr. 2 har rapportert alfor høye resultater for prøve B og ligger derfor utenfor figur 6. 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 %. Med få unntak er det relativt god overensstemmelse mellom laboratoriernes resultater.

3.4 Krom

Laboratorienees enkeltresultater er gjengitt i Tabell 9, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 7 og 8. 23 laboratorier sendte inn resultater for krom i begge slamprøvene. Elleve laboratorier bestemte krom med ICP-AES, og ett laboratorium benyttet ICP-MS. Grafittovn ble benyttet av fem laboratorier, mens hele syv laboratorier benyttet flamme atomabsorpsjon. Det er ikke angitt hvilken bakgrunnskorreksjon som ble benyttet under bestemmelsen.

For begge prøvene ble henholdsvis 78 % av middelverdiene bedømt som akseptable, og dette er et bedre resultat enn ved tidligere slam-slp'er. Den gjennomsnittlige kromkonsentrasjonen var omtrent den samme i begge prøvene, allikevel er spredningen mellom laboratoriene større for prøve A enn for prøve B. Dette kan indikere at forskjellen i matriks mellom de to prøvene påvirker kvaliteten av analysene. Mange av de laboratoriene som benyttet flamme atomabsorpsjon ved bestemmelsen har fått systematisk for lave resultater for begge prøvene. Interferenser under bestemmelsen kan være en sannsynlig årsak til avvikende resultater.

Presisjonen innen hvert enkelt laboratorium var noe varierende, men er med noen få unntak bedre enn mellom laboratoriene. Oppslutningstrinnet kan være en årsak til spredningen mellom resultatene for dette metallet, da resultatene fra et laboratorium som benyttet kongevann ved oppslutningen fikk noe høyere resultater enn med salpetersyre alene.

3.5 Kopper

Laboratorienees enkeltresultater er gjengitt i Tabell 10, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 9 og 10. Alle unntatt ett laboratorium sendte inn resultater for koppen i slamprøvene, med relativt bra resultater for begge prøvene, der henholdsvis 78 og 83 % av middelverdiene ble bedømt som akseptable. Som det framgår av figurene er det større spredning mellom laboratorienees resultater for prøve A enn for prøve B, og flere laboratorier har samme type avvik for begge prøvene. Laboratorium nr. 2 og 5 har rapportert så lave resultater for prøve A at de ikke er kommet med i figur 9.

Hele 13 laboratorier bestemte koppen med ICP-AES denne gangen, og ett laboratorium benyttet ICP-MS, mens ett laboratorium benyttet grafittovn og de øvrige benyttet flamme atomabsorpsjon. Alle metodene er representert blant de tilfellene hvor det er rapportert sterkt avvikende resultater.

3.6 Nikkel

Laboratorienees enkeltresultater er gjengitt i Tabell 11, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 11 og 12. 23 av de deltagende laboratorier sendte inn resultater for nikkel. Elleve laboratorier benyttet ICP-AES og ett ICP-MS til bestemmelsen, mens grafittovn ble benyttet av seks laboratorier. De resterende laboratoriene benyttet flamme atomabsorpsjon.

Henholdsvis 87 og 74 % av de rapporterte middelverdier var akseptable for de to prøvene. Blant de sterkt avvikende middelverdiene var det både systematisk for høye og for lave resultater. Hos de laboratorier som har rapportert avvikende resultater er det ingen klar sammenheng med hvilken metode som er benyttet. Interferenser er sannsynlig årsak til de systematisk avvikende resultater. Laboratorium nr. 2 rapporterte svært høye resultater for begge prøvene og har derfor ikke kommet med i figurene.

3.7 Sink

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i Tabell 12, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 13 og 14. 23 av de deltagende laboratorier sendte inn resultater for sink, og det var meget høy andel akseptable resultater, henholdsvis 96 % og 87 % i prøvene A og B, slik at resultatene for dette metallet kan anses for å være meget tilfredsstillende. Konsentrasjonen av sink var av samme størrelsesorden i de to prøvene, men spredningen mellom resultatene var større for prøve A enn for prøve B. Dette kan ha sammenheng med ulik matriks i de to slamprøvene. Tretten laboratorier anvendte ICP-AES og ett laboratorium ICP-MS ved bestemmelsen, mens de øvrige benyttet flamme atomabsorpsjon. Laboratorium nr. 2 rapporterte svært høye resultater for begge prøvene og har derfor ikke kommet med i figurene.

3.8 Kalsium

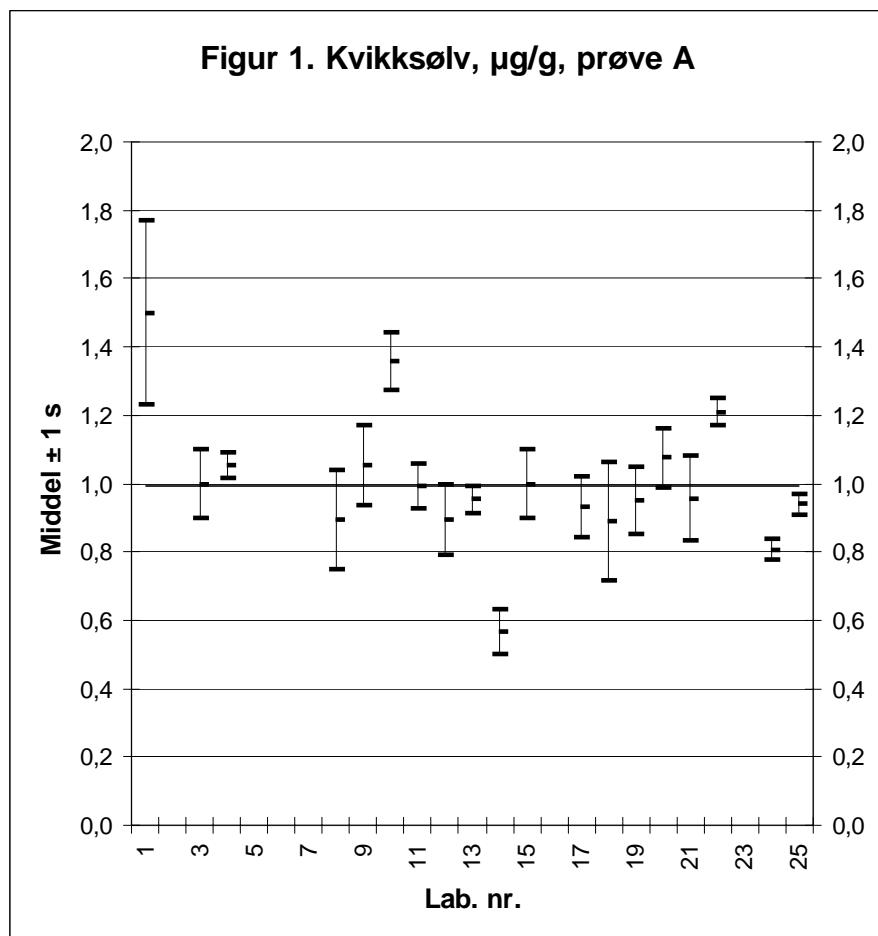
Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i Tabell 13, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 15 og 16. For kalsium ble det mottatt resultater fra 22 av deltakerne. For dette metallet var andelen akseptable resultater 90 % i begge prøvene, og dette er meget akseptabelt.

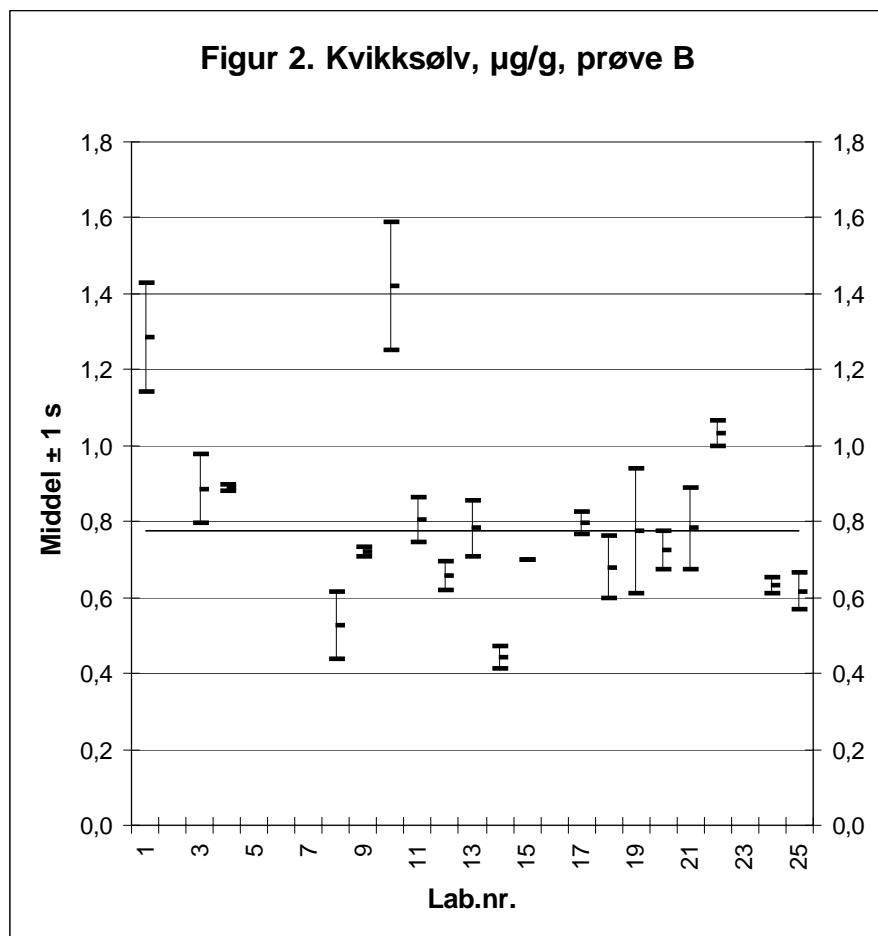
Tretten laboratorier benyttet ICP-AES ved bestemmelsen, mens de resterende benyttet flamme atomabsorpsjon. Det er ingen påvisbar forskjell mellom resultatene for disse metodene. Noen laboratorier har rapportert spesielt lave resultater. Det må understreses at det er viktig å tilsette tilstrekkelig mengde lantan til den oppsluttede løsningen når man benytter flamme atomabsorpsjon, også ved fortynning, ettersom slammet kan inneholde relativt mye fosfat. Laboratorier med spesielt stor spredning mellom de parallelle bestemmelsene må undersøke hva årsaken til dette kan være.

3.9 Kalium

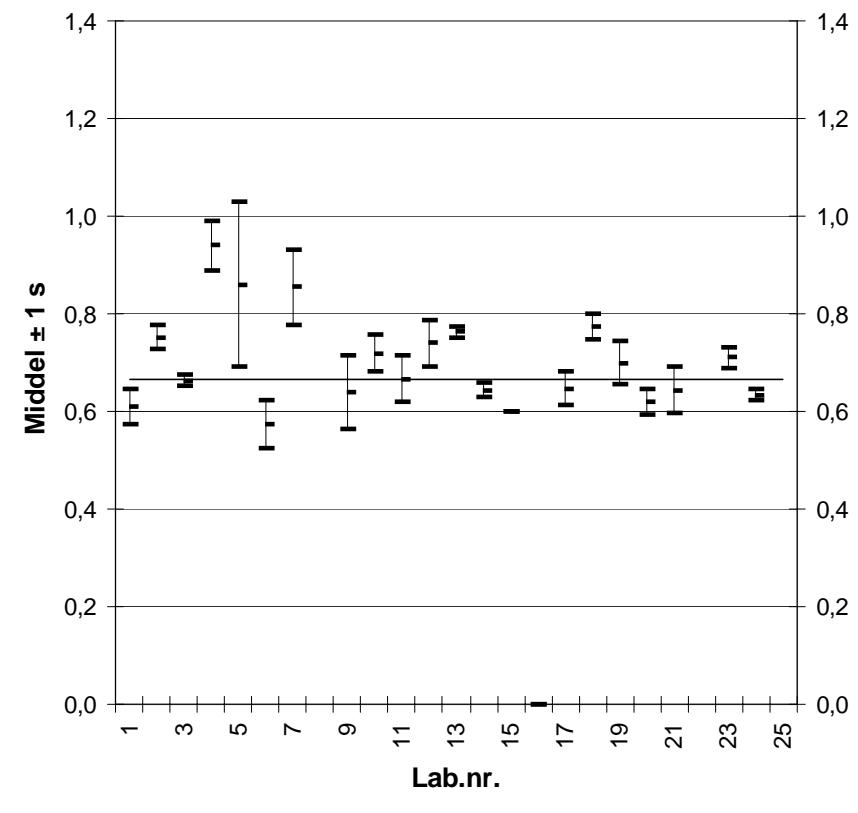
Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i Tabell 14, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 17 og 18. Det ble mottatt resultater for kalium fra 21 av laboratoriene. Resultatene for kalium er gjennomgående bra, med 85 % akseptable middelverdier for begge prøvene. Dette er bedre enn ved siste slp. Blant de avvikende verdier var det både systematisk for høye og for lave resultater.

Forts. side 41

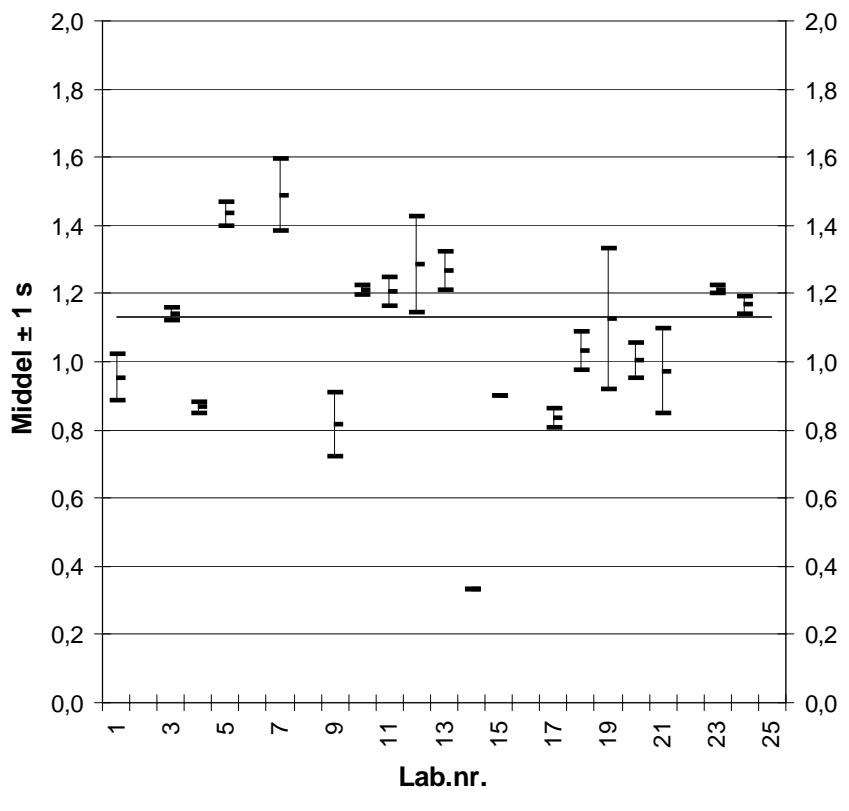


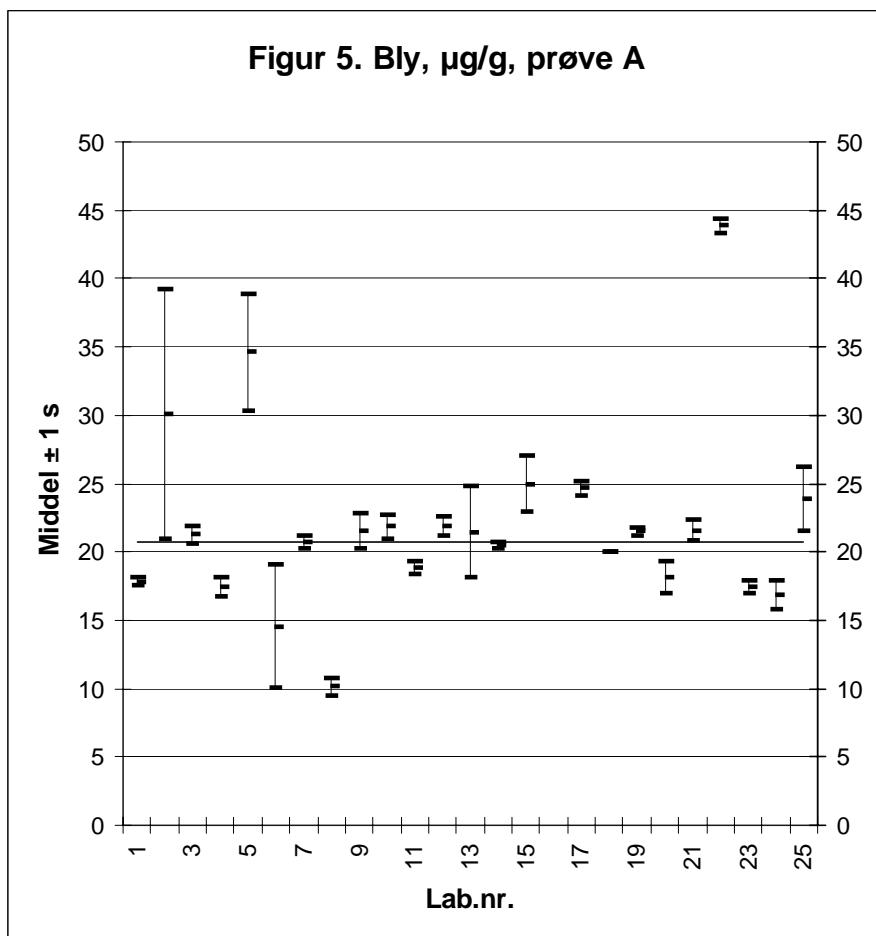


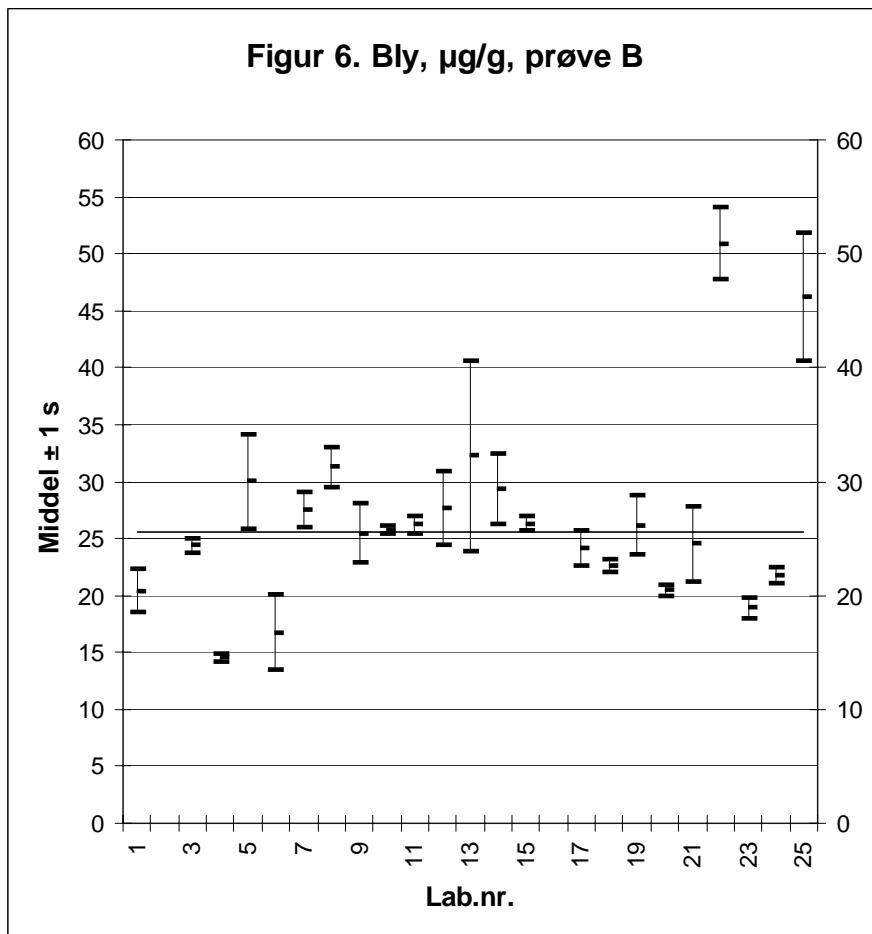
Figur 3. Kadmium, µg/g, prøve A

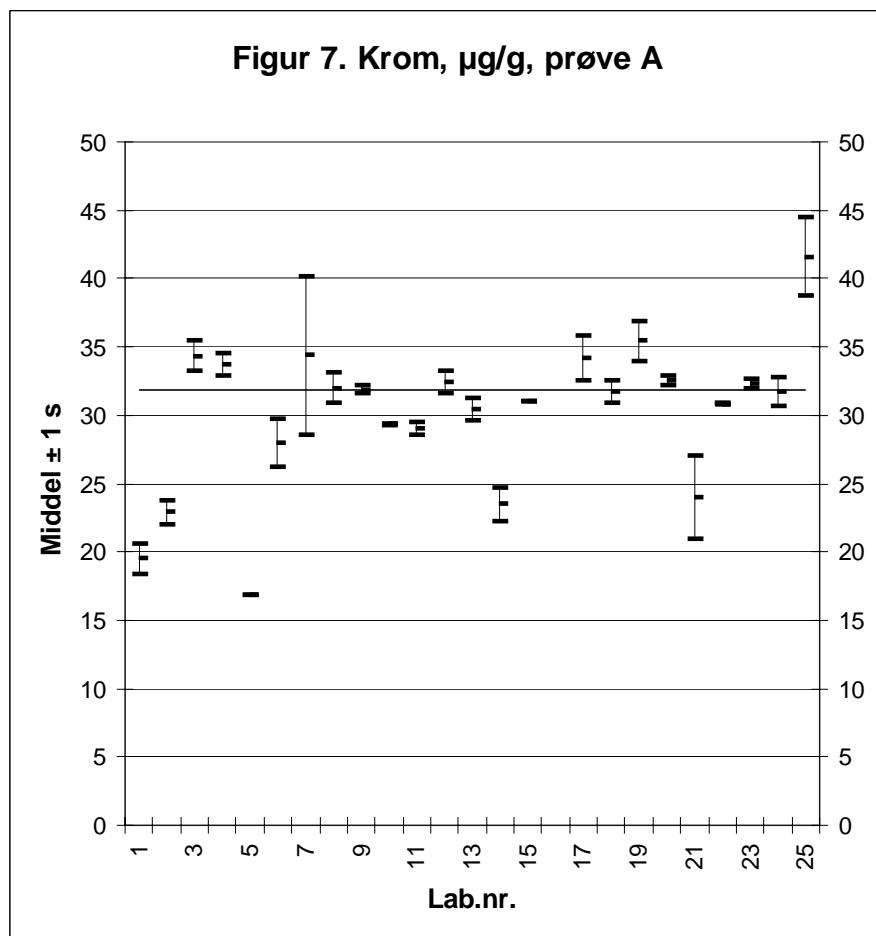


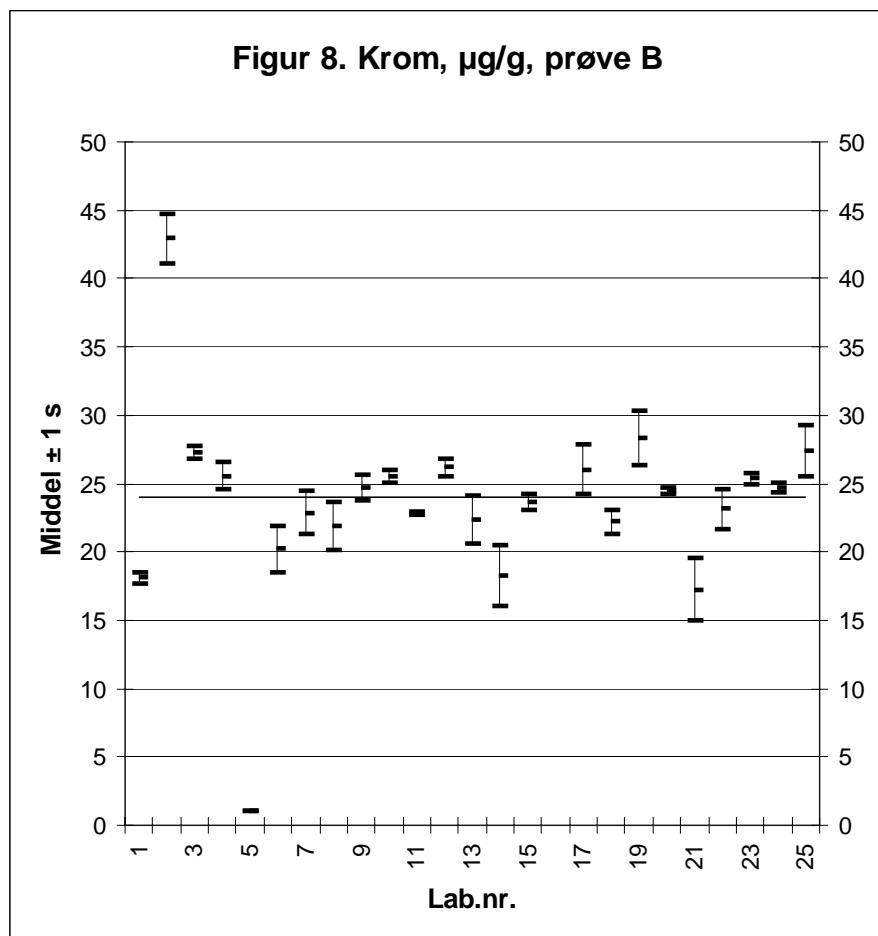
Figur 4. Kadmium, µg/g, prøve B

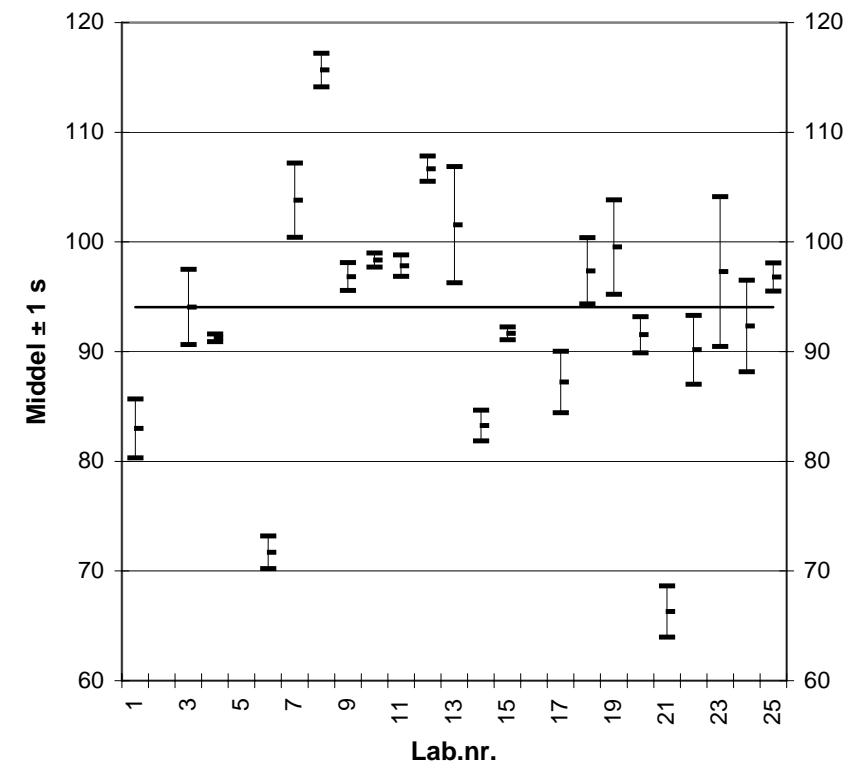




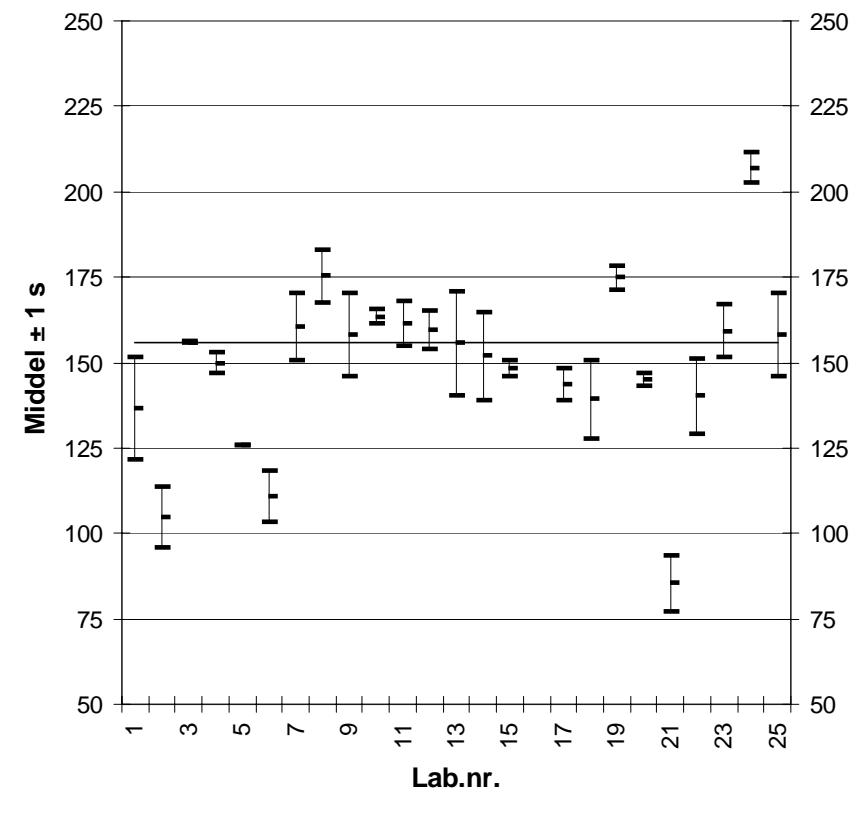




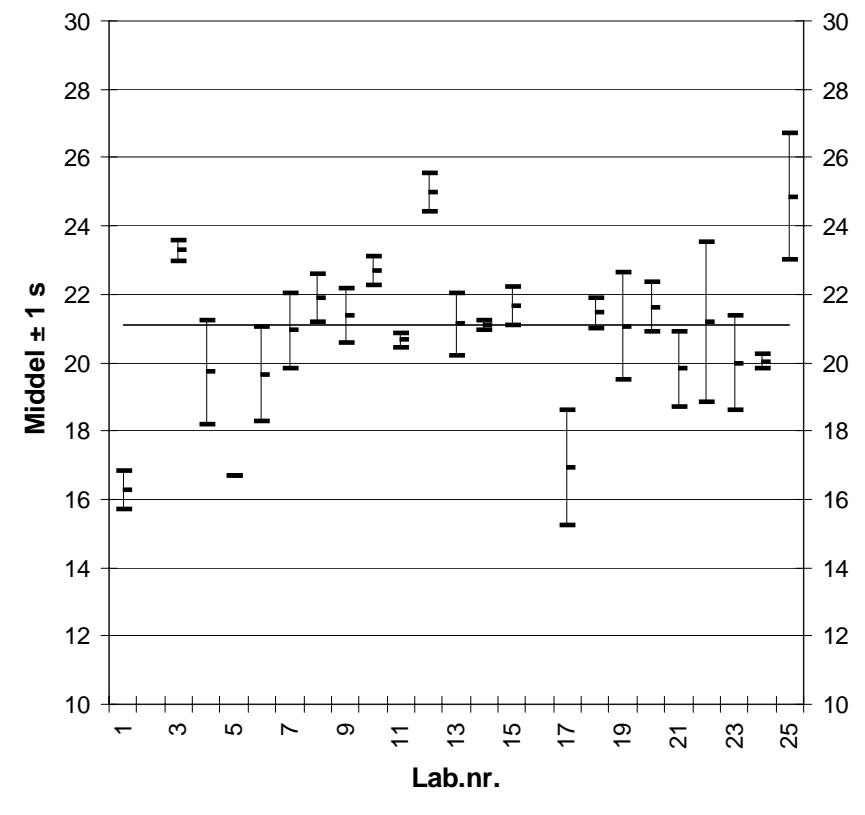


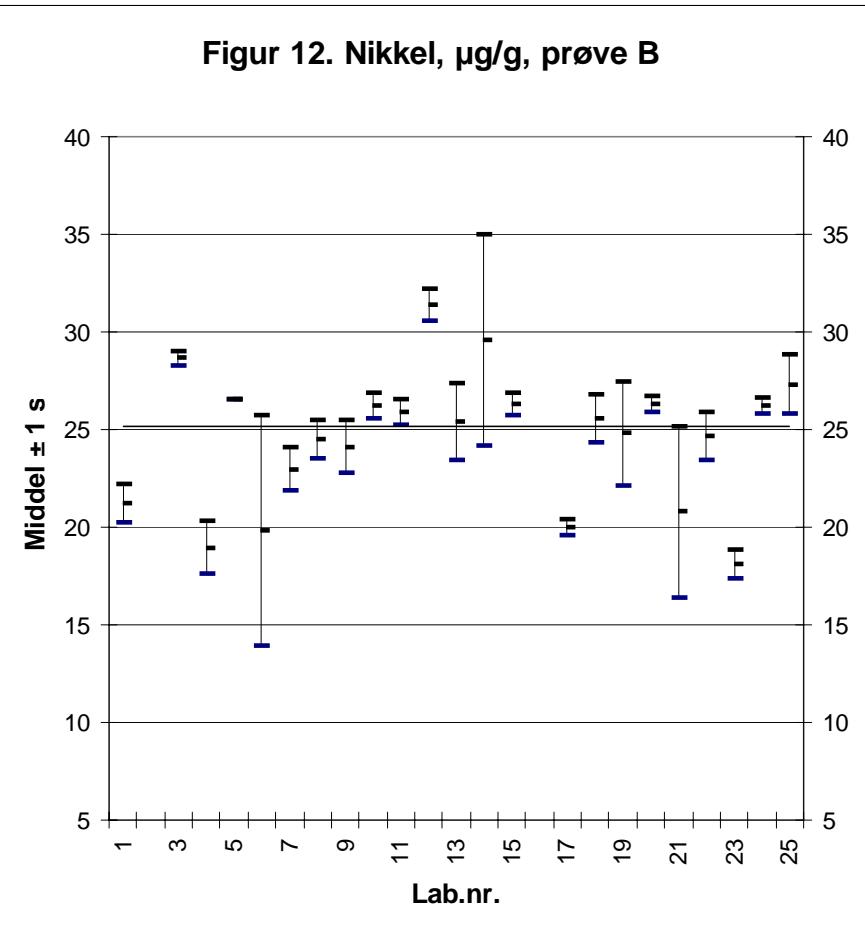
Figur 9. Kopper, µg/g, prøve A

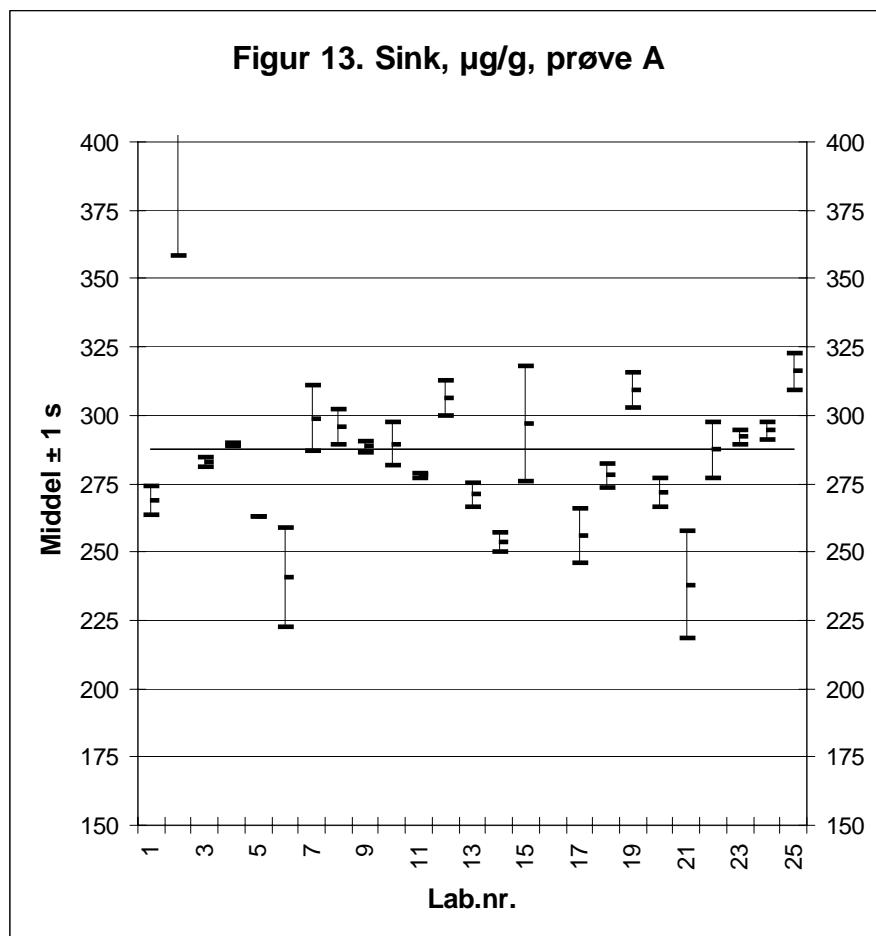
Figur 10. Kopper, µg/g, prøve B

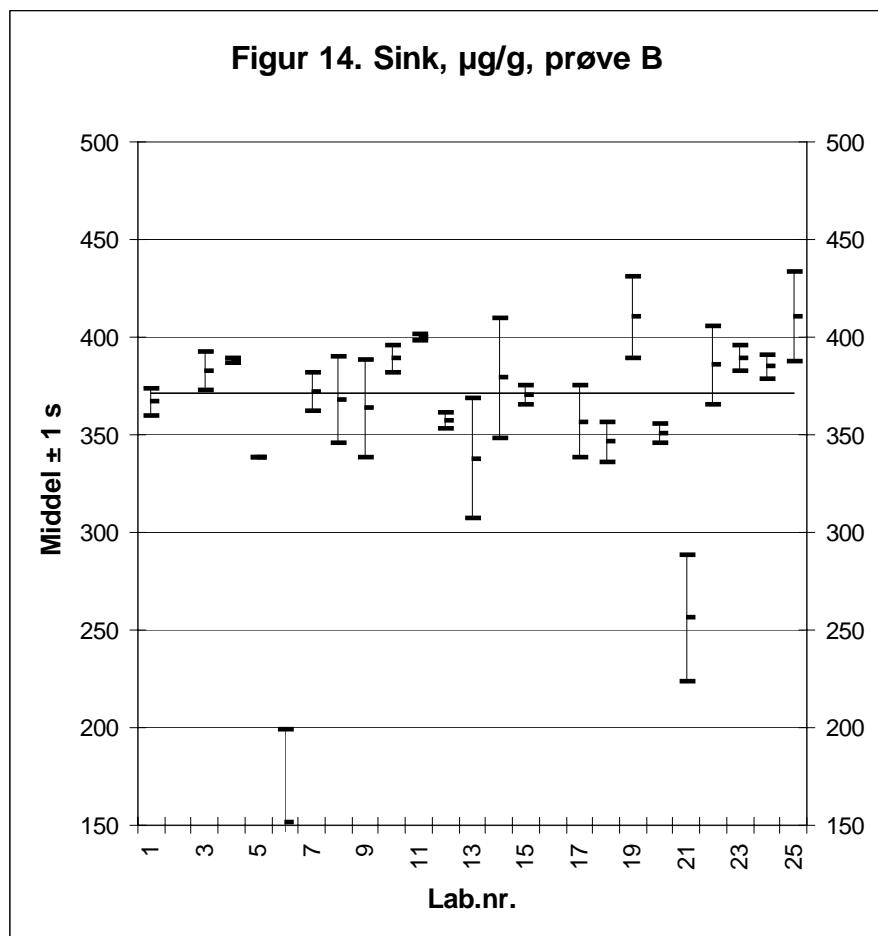


Figur 11. Nikkel, µg/g, prøve A

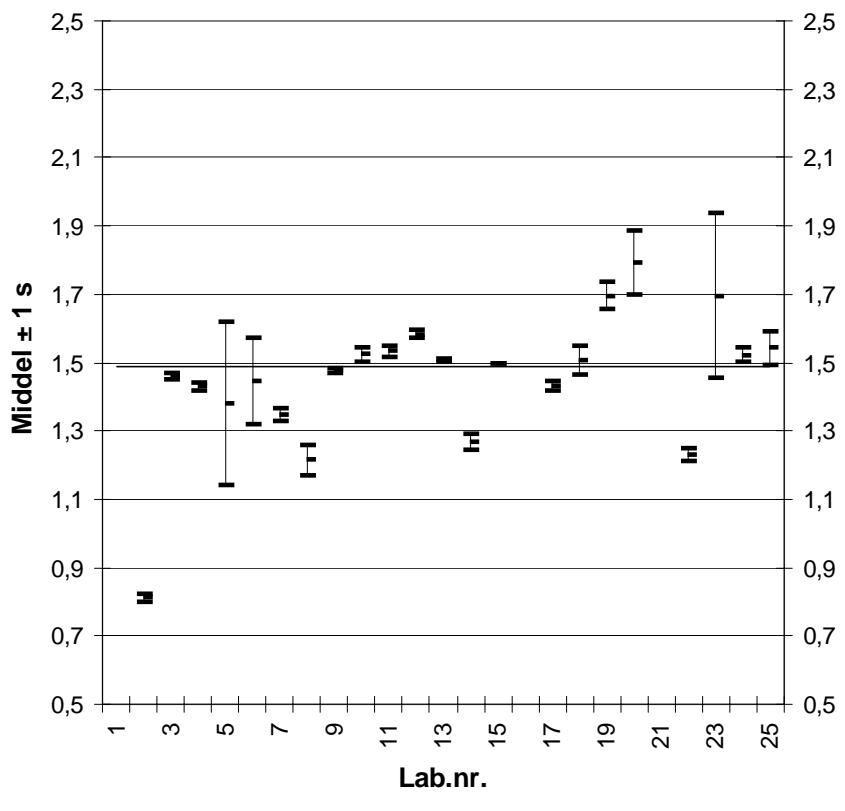


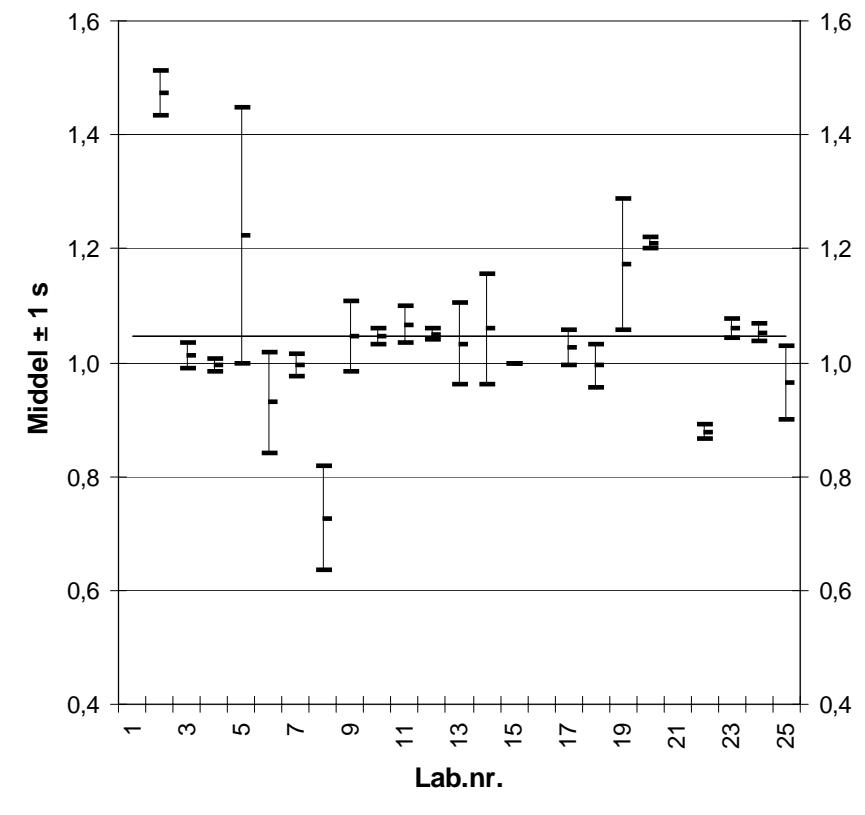
Figur 12. Nikkel, µg/g, prøve B



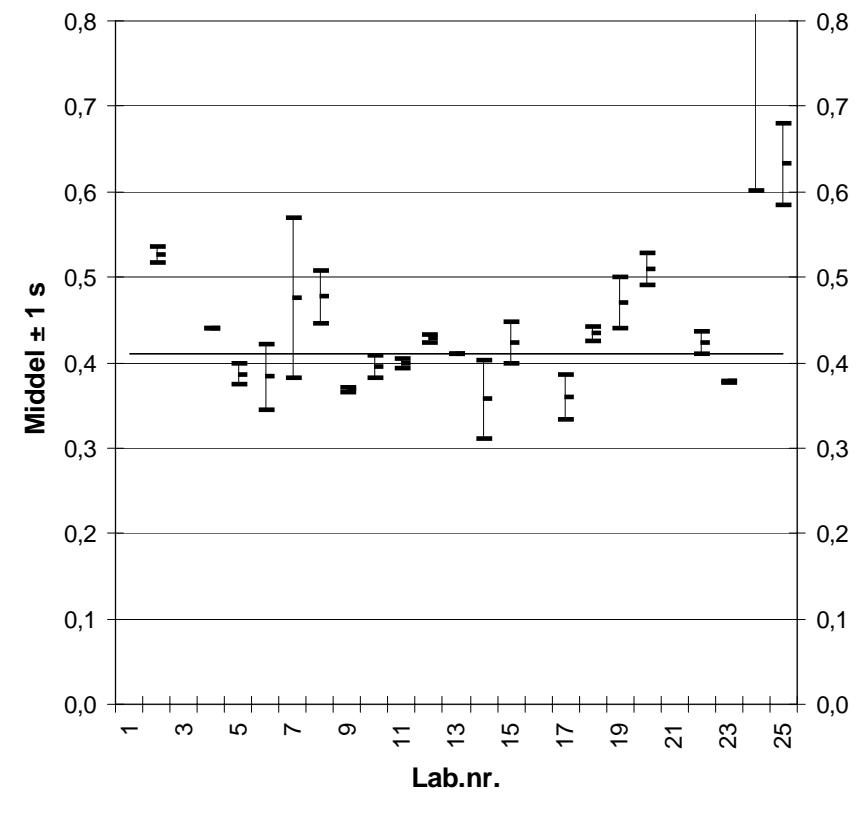


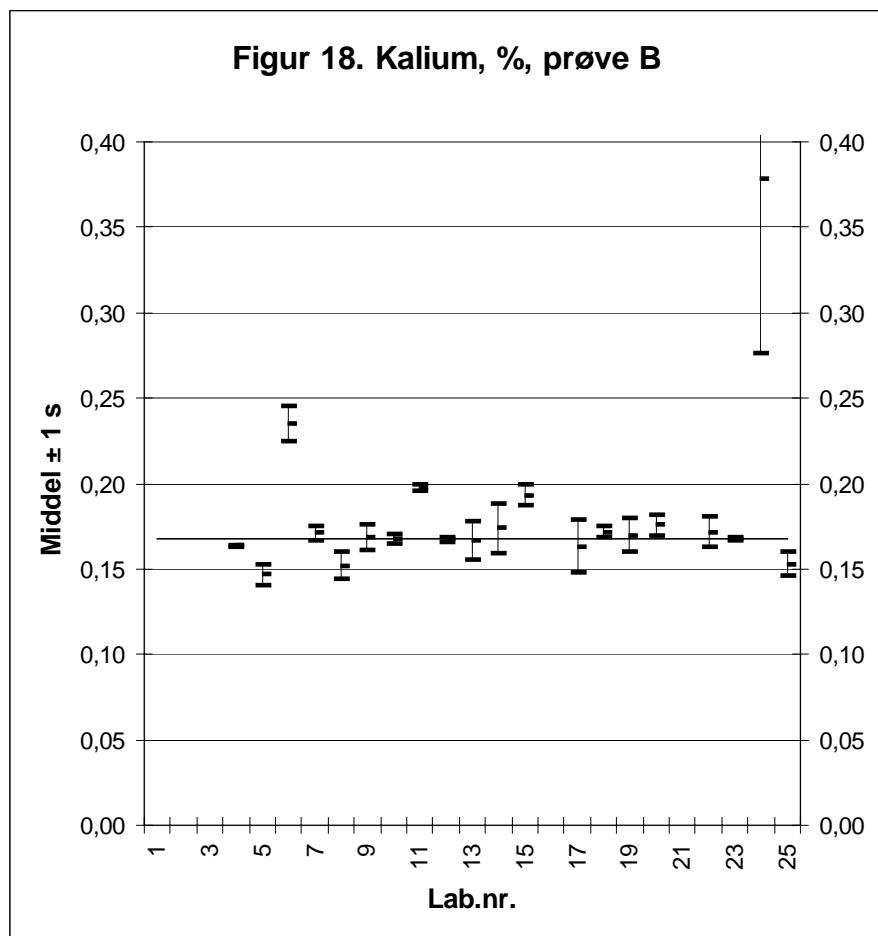
Figur 15. Kalsium, %, prøve A

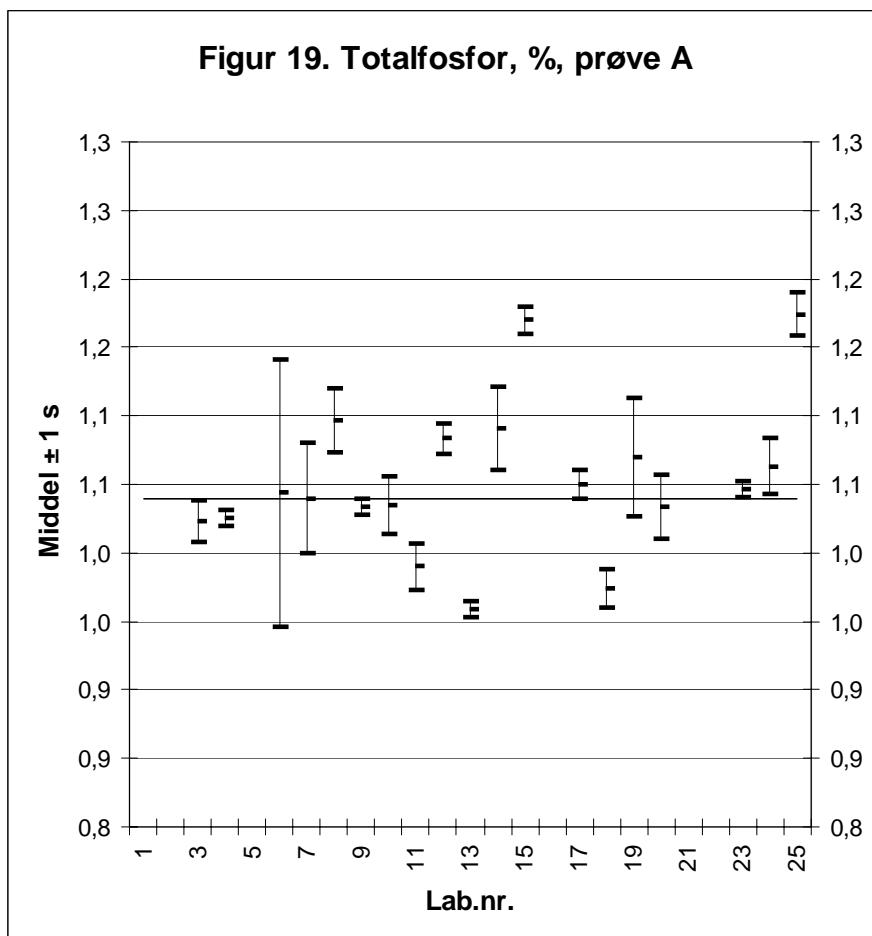


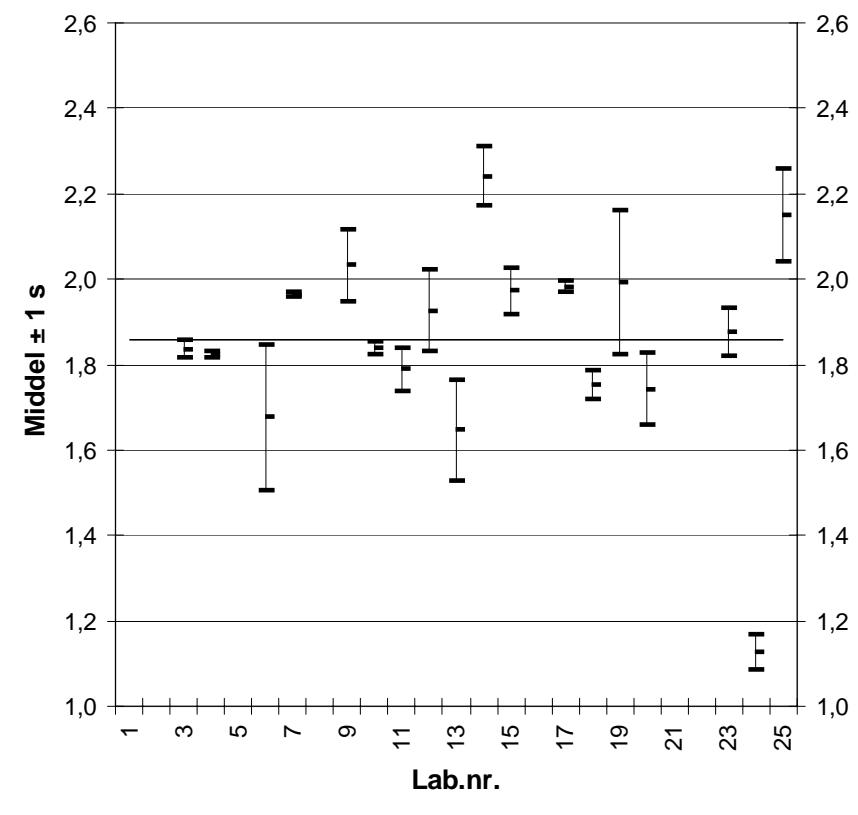
Figur 16. Kalsium, %, prøve B

Figur 17. Kalium, %, prøve A

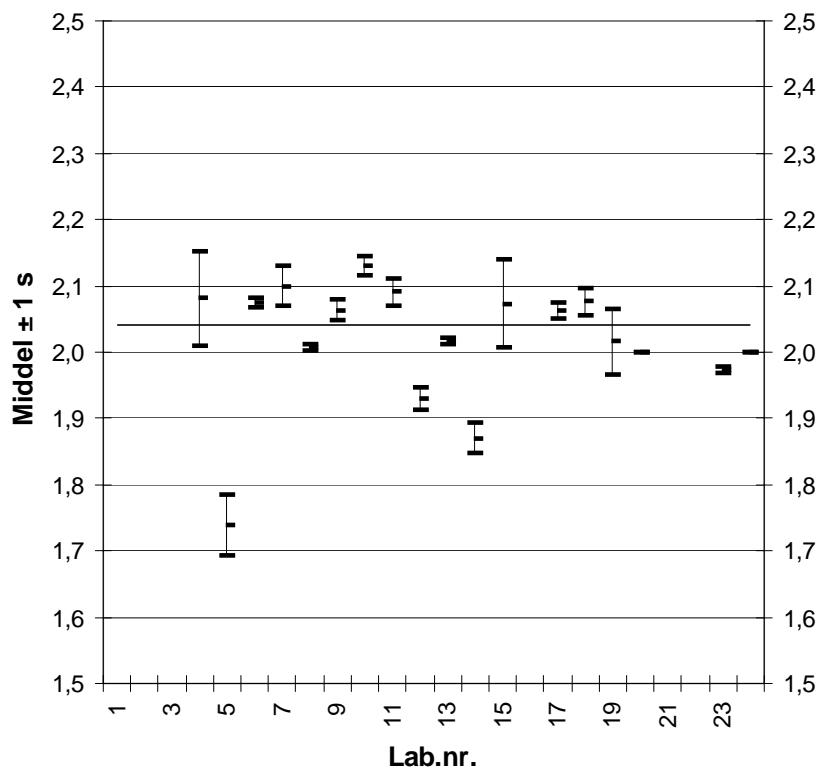




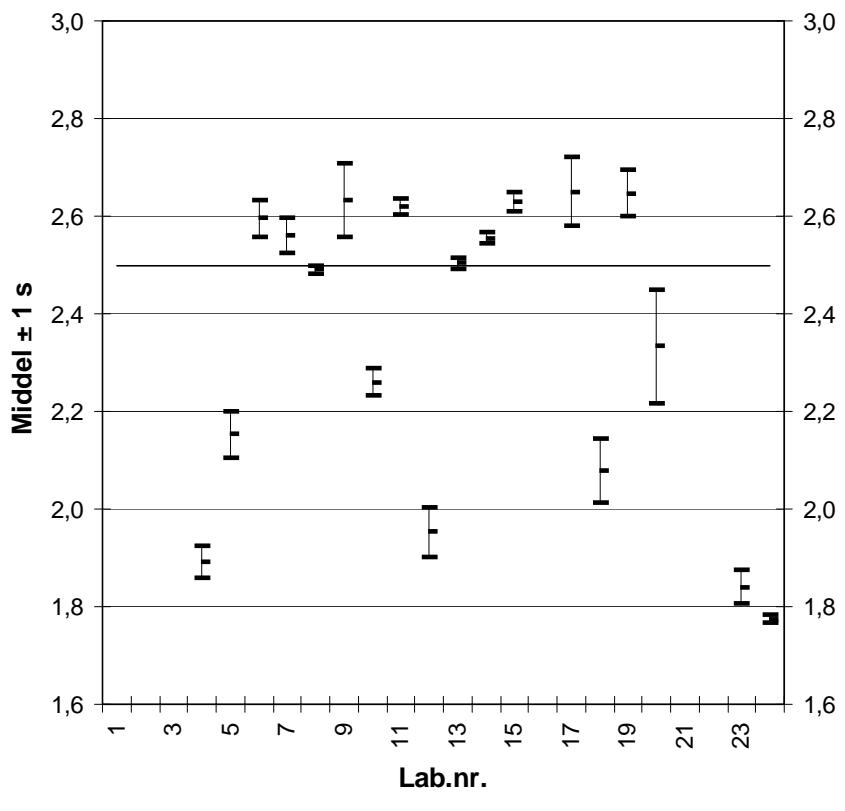


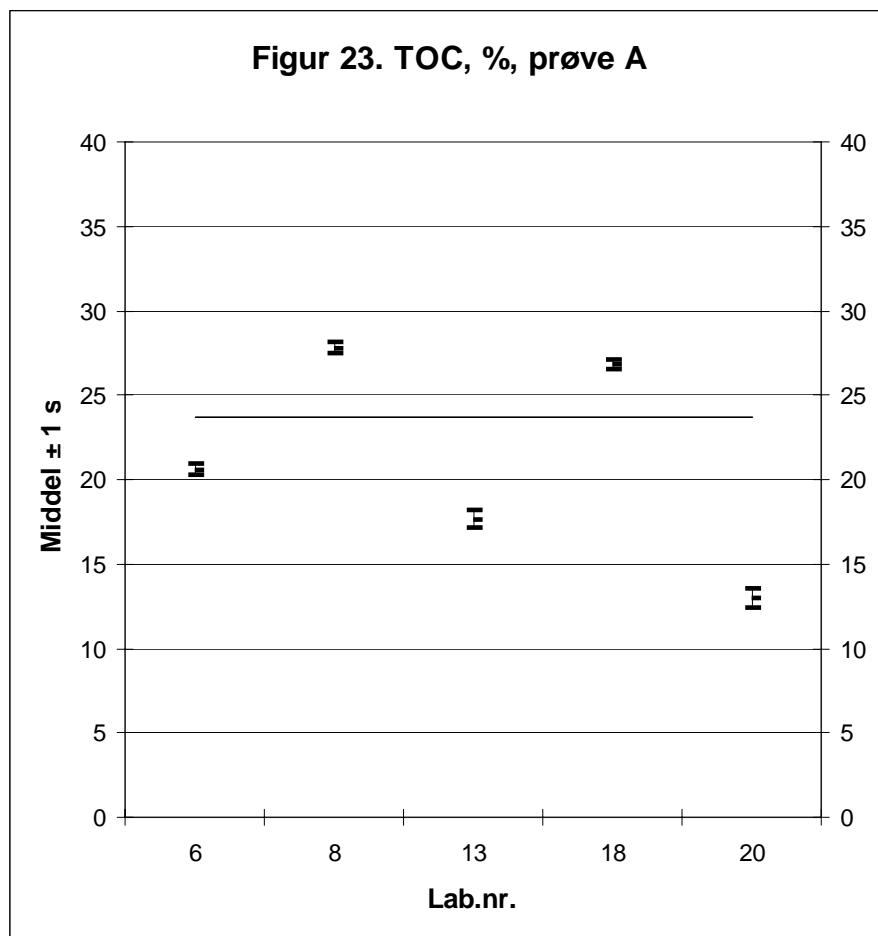
Figur 20. Totalfosfor, %, prøve B

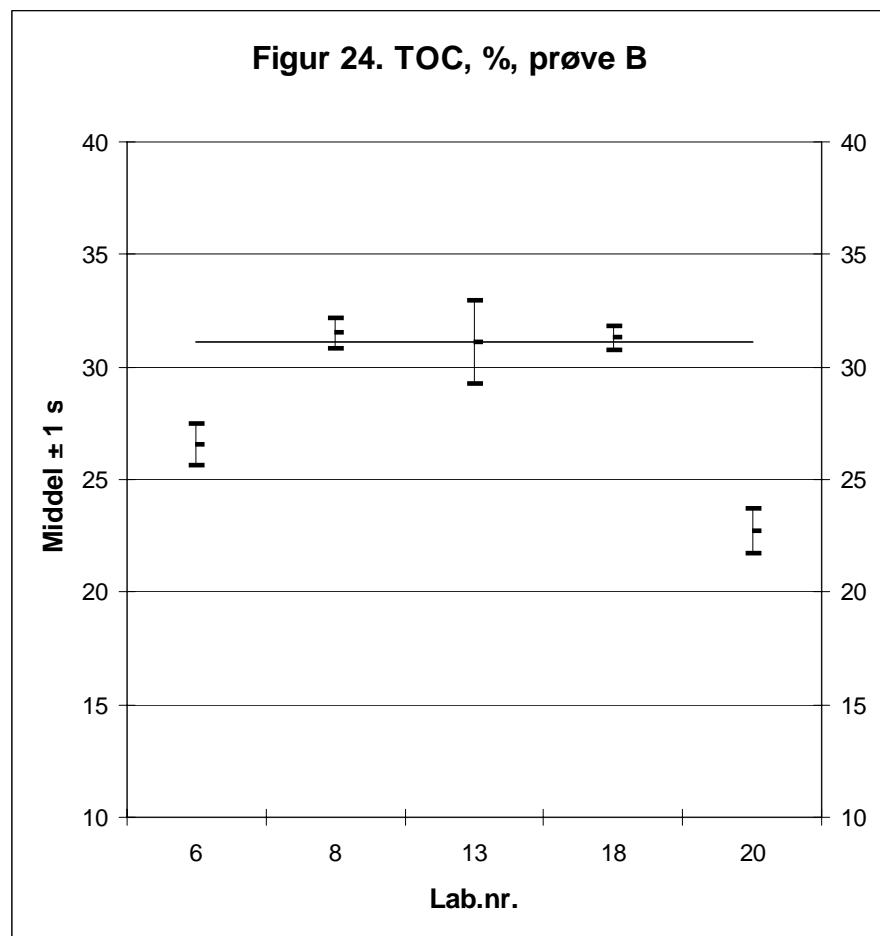
Figur 21. Totalnitrogen, %, prøve A

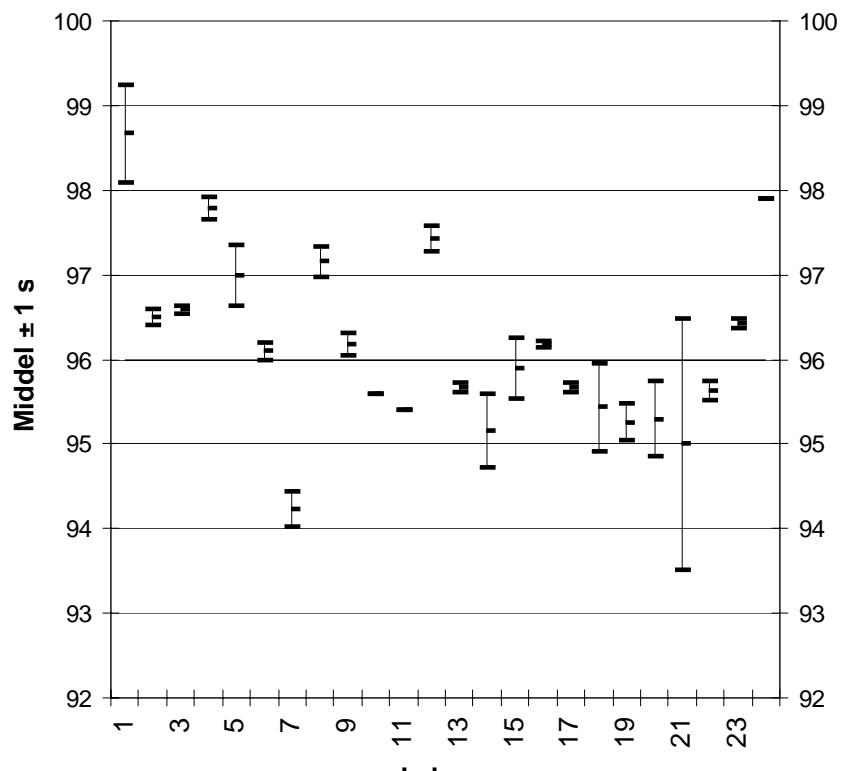


Figur 22. Totalnitrogen, %, prøve B

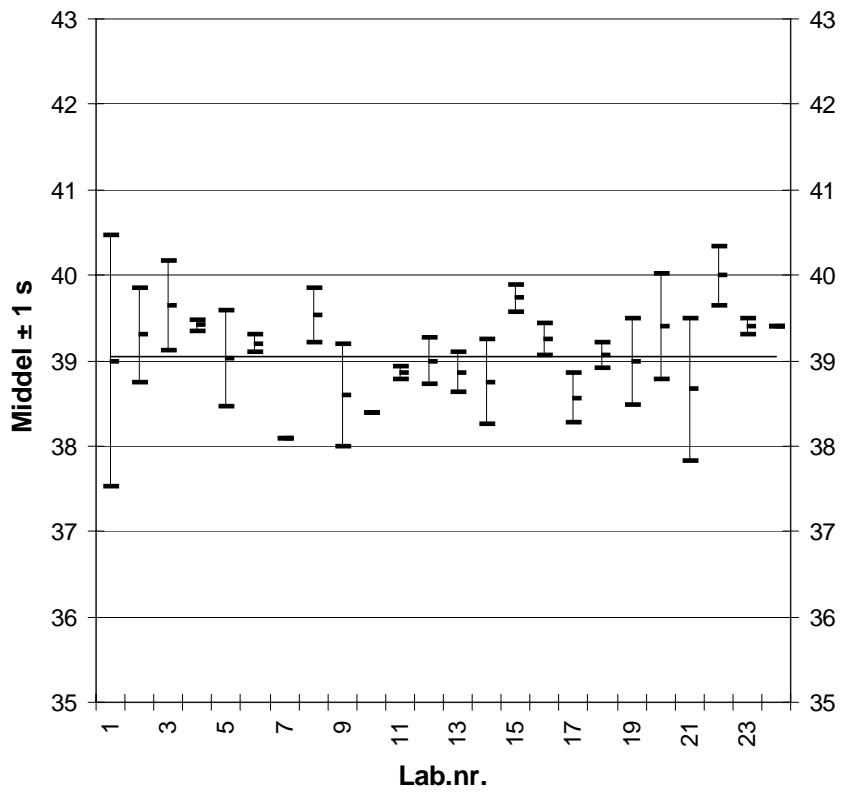


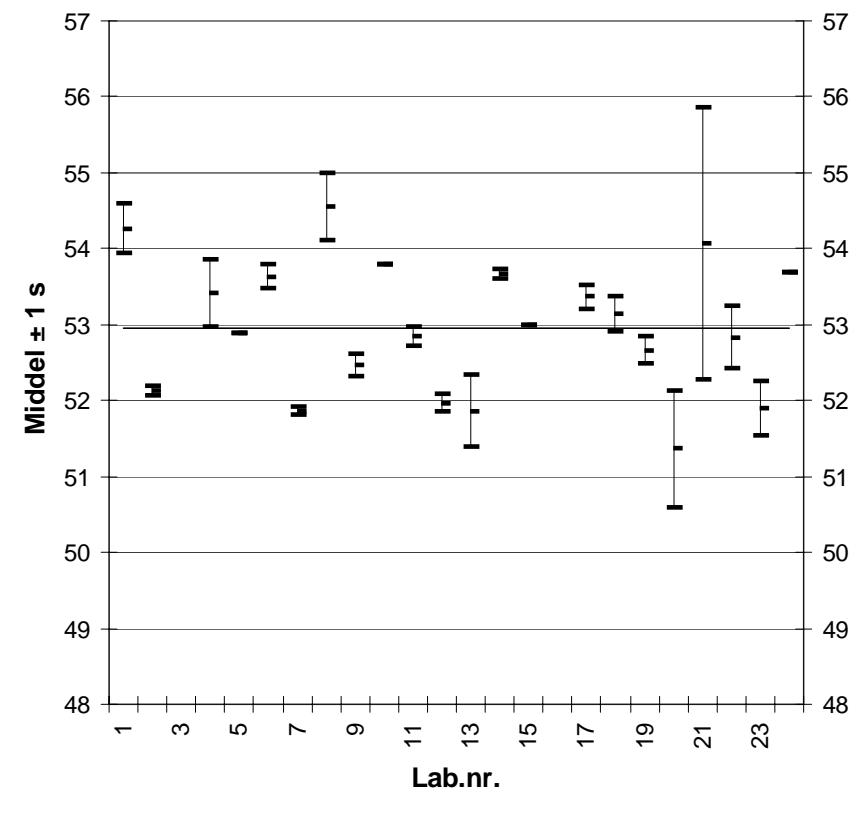


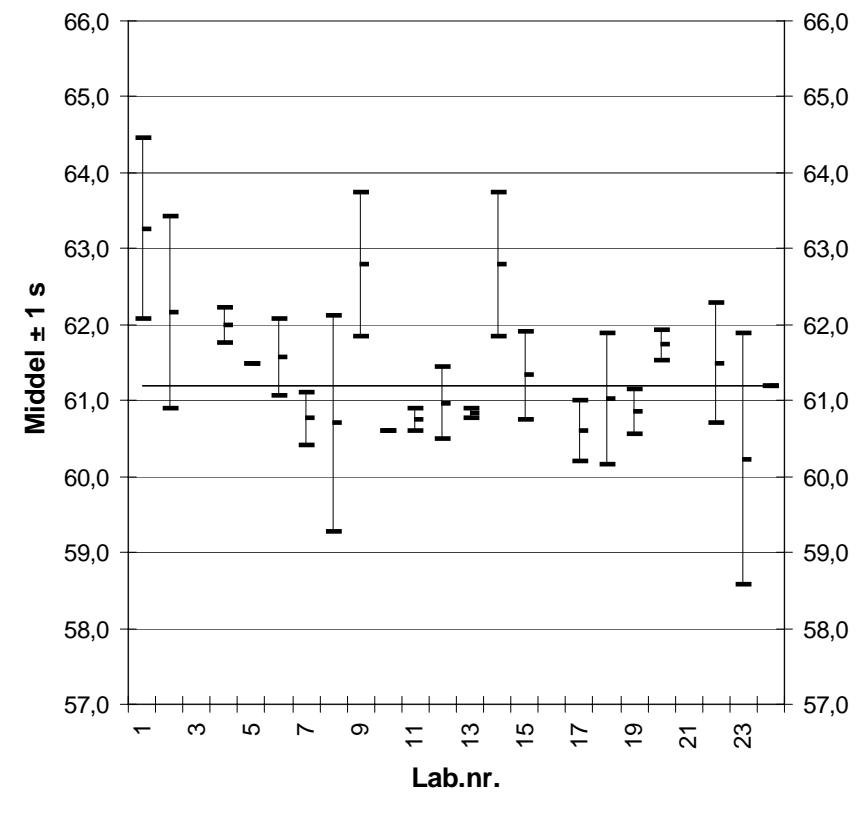


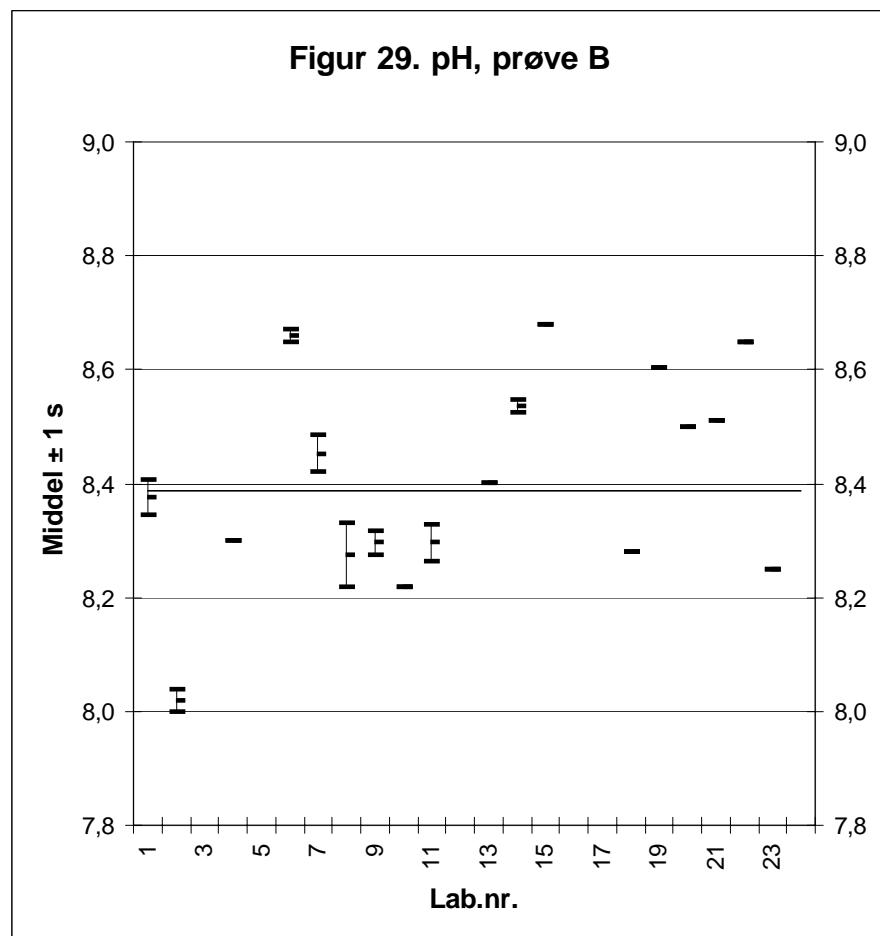
Figur 25. Tørrstoff, %, prøve A

Figur 26. Tørrstoff, %, prøve B



Figur 27. Glødetap, %, prøve A

Figur 28. Glødetap, %, prøve B



Tolv laboratorier bestemte kalium med ICP, mens de øvrige benyttet flamme atomabsorpsjon. De fleste laboratoriene har akseptabel spredning mellom resultatene, mens noen få har spesielt stort standardavvik og må finne årsaken til dette. Ett laboratorium (nr. 2) har rapportert så høye resultater at det ligger utenfor figur 18. Forøvrig er de største avvikene observert for resultater produsert med ICP-AES.

3.10 Totalfosfor

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i Tabell 15, mens de enkelte laboratorieters middelverdier er framstilt grafisk i figur 19 og 20. 18 laboratorier rapporterte resultater for totalfosfor, og andel akseptable resultater i prøvene A og B var henholdsvis 100 og 83 % som er meget bra resultat. Ni laboratorier rapporterte at de bestemte totalfosfor med ICP-AES, mens de øvrige stort sett benyttet en automatisert spektrofotometrisk metode. Begge metoder er representert ved de største avvikene. Laboratorium nr. 8 har rapportert spesielt lave resultater for prøve B, kan det være en regnfeil?

3.11 Nitrogen

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i Tabell 16, mens de enkelte laboratorieters middelverdier er framstilt grafisk i figur 21 og 22. For bestemmelsen av nitrogen ble det mottatt 18 resultatsett for begge prøvene. De fleste laboratoriene benyttet Kjeldahl-metoden til denne bestemmelsen, mens ett laboratorium benyttet oppslutning med en blanding av svovelsyre og salpetersyre. Ett laboratorium har benyttet ioneselektiv elektrode til sluttbestemmelsen, og ett laboratorium har benyttet et automatisert FIA-system. Henholdsvis 100 og 78 % av middelverdiene lå innenfor den generelle akseptansegrensen på $\pm 20\%$. Det er flere systematisk for lave resultater for prøve B enn for prøve A.

3.12 Totalt organisk karbon

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i Tabell 17. Det er bare rapportert fem resultater for hver av de to prøvene, men de enkelt laboratorieters resultater er framstilt grafisk i figurene 23 og 24. Det er ingen entydig forskjell mellom laboratorier som benyttet ulike metoder ved bestemmelsen. To laboratorier bestemte karboninnholdet ved høytemperatur forbrenning i elementanalysator, mens de andre benyttet TOC-analysator med katalytisk forbrenning.

3.13 Totalt tørrstoffinnhold

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i Tabell 18, mens de enkelte laboratorieters middelverdier er framstilt grafisk i figur 25 og 26. Det ble mottatt resultater for totalt tørrstoffinnhold fra alle 24 laboratorier. Det er noe varierende resultater hos noen av laboratoriene, og dette vil være med å påvirke resultatet fra de andre bestemmelsene som er gjennomført for prøvene, fordi resultatet beregnes i forhold til innholdet av tørrstoff. Det er gjennomgående liten spredning i resultatene, og alle resultatene er akseptable i forhold til en akseptansegrense på $\pm 20\%$.

3.14 Glødetap

Laboratorienees enkeltresultater er gjengitt i Tabell 19, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 27 og 28. 23 laboratorier bestemte glødetapet i prøvene. Alle resultatene er akseptable for begge prøver når man benytter en akseptansegrense på $\pm 20\%$ av medianverdien. Laboratorier som har vesentlig større standard avvik enn gjennomsnittet, må finne årsaken til dette

3.15 pH i vannuttrekk

Laboratorienees enkeltresultater er gjengitt i Tabell 20, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 29. 19 laboratorier rapporterte pH for et vannuttrekk av slamprøve B. Det er svært få laboratorier som har gitt opplysninger om framgangsmåten ved tillaging av vannuttrekkene, slik at det er vanskelig å vurdere årsaken til enkelte avvikende resultater. De fleste har sannsynligvis rystet ut 10 gram slam i vann til 100 ml, mens noen har fulgt standarden NS-EN 12176, hvor 5 g slam rystes ut til 100 g suspensjon. Ulikheter i forbehandlingen kan være årsaken til enkelte sterkt avvikende resultater. Ett resultat er spesielt lavt, og kommer derfor ikke med i figuren.

4. 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 generelle krav til den totale feil som ofte anvendes internasjonalt: $\pm 20\%$ av medianverdien av de innsendte resultater. Til denne vurderingen har vi brukt medianverdien av de innsendte resultater som et uttrykk for den "sanne" verdi. Men siden vi strengt tatt ikke kjerner den sanne verdi, vet vi ikke hvor "riktige" resultatene er. Det vi finner et uttrykk for ved denne vurderingen er hvor god sammenlignbarhet det er mellom deltakernes resultater. Benyttes en metode som avviker fra de andre laboratoriene, kan man risikere at resultatet blir bedømt som ikke akseptabelt fordi denne metoden gir resultater som er systematisk forskjellig fra en annen metode. Et eksempel på dette er bestemmelse av metaller etter totaloppslutning med flussyre, eller opplutning med kongevann som også gir noe høyere resultater for enkelte metaller sett i forhold til opplutning med 7 mol/l salpetersyre. Dette kan man få et inntrykk av fra Tabell 2 hvor laboratorium 8B har benyttet kongevann, og har dermed oppnådd en z-score er større enn 2 for enkelte metaller.

Til denne vurdering av resultatene ved denne ringtesten er det beregnet en Z-faktor (se side 8), og Z-verdier mindre eller lik 2 bedømmes som akseptable. En Z-verdi lik 2 tilsvarer en feil på $\pm 20\%$ (eller $\pm 0,2$ enheter for pH). Når Z-verdien er mindre eller lik 1, anses resultatet som meget bra. Hvis Z-verdien er større enn 2, bedømmes resultatet som uakseptabelt. Av Tabell 2 og 3 fremgår hvilke laboratoriers resultater som er akseptable i henhold til dette kriteriet.

Tabell 2. Evaluering av laboratoriene resultater ved analyse av slamprøvene. Oversikt over laboratoriene Z-faktor, beregnet ved sammenligning med medianverdien.

Lab.nr.	Hg A	Hg B	Cd A	Cd B	Pb A	Pb B	Cr A	Cr B	Cu A	Cu B	Ni A	Ni B	Zn A	Zn B
1	5,1	6,6	-0,8	-1,6	-1,3	-2,0	-3,9	-2,5	-1,2	-1,2	-2,3	-1,6	-0,6	-0,1
2			1,3	16,8	4,6	19,2	-2,8	7,9	-7,8	-3,3	7,6	40,1	5,0	22,6
3	0,1	1,4	0,0	0,1	0,3	-0,5	0,8	1,4	0,0	0,0	1,0	1,4	-0,2	0,3
4	0,6	1,5	4,1	-2,4	-1,6	-4,3	0,6	0,6	-0,3	-0,4	-0,6	-2,5	0,1	0,4
5			2,9	2,7	-26,8	1,7	-9,6	-9,1	-9,1	-1,9	-2,1	0,6	-0,8	-0,9
6			-1,4	20,6	-2,9	-3,5	-1,2	-1,6	-2,4	-2,9	-0,7	-2,1	-1,6	-5,9
7			2,9	3,2	0,0	0,8	0,8	-0,5	1,0	0,3	-0,1	-0,9	0,4	0,0
8	-1,0	-3,2	40,8	52,8	-5,1	2,2	0,0	-0,9	2,3	1,3	0,4	-0,3	0,3	-0,1
9	0,6	-0,7	-0,4	-2,8	0,4	-0,1	0,0	0,3	0,3	0,2	0,2	-0,4	0,0	-0,2
10	3,7	-28,3	0,8	0,7	0,6	0,0	-0,8	0,6	0,5	0,5	0,8	0,4	0,1	0,5
11	0,0	0,3	0,0	0,7	-0,8	0,2	-0,9	-0,5	0,4	0,4	-0,2	0,3	-0,3	0,8
12	-1,0	-1,5	1,1	1,4	0,6	0,8	0,2	0,9	1,3	0,3	1,9	2,5	0,7	-0,4
13	-0,4	0,1	1,5	1,2	0,4	2,6	-0,4	-0,7	0,8	0,0	0,0	0,1	-0,6	-0,9
14	-15,7	-4,3	-0,3	-7,0	0,0	1,5	-2,6	-2,4	-1,2	-0,2	0,0	1,8	-1,2	0,2
15	0,1	-1,0	-1,0	-2,1	2,1	0,3	-0,3	-0,2	-0,3	-0,5	0,3	0,5	0,3	0,0
16														
17	-0,6	0,3	-0,3	-2,6	2,0	-0,6	0,7	0,8	-0,7	-0,8	-2,0	-2,1	-1,1	-0,4
18	-1,0	-1,2	1,6	-0,9	-0,3	-1,2	0,0	-0,8	0,3	-1,1	0,2	0,2	-0,3	-0,7
19	-0,4	0,0	0,5	-0,1	0,4	0,2	1,1	1,8	0,6	1,2	0,0	-0,1	0,8	1,1
20	0,8	-0,7	-0,7	-1,1	-1,2	-2,0	0,2	0,2	-0,3	-0,7	0,3	0,5	-0,5	-0,6
21	-0,4	0,1	-0,3	-1,4	0,5	-0,4	-2,5	-2,8	-3,0	-4,5	-0,6	-1,7	-1,7	-3,1
22	2,2	3,3	49,8	42,7	11,3	9,9	-0,3	-0,4	-0,4	-1,0	0,1	-0,2	0,0	0,4
23			0,7	0,7	-1,5	-2,6	0,1	0,6	0,3	0,2	-0,5	-2,8	0,2	0,5
24	-1,9	-1,8	-0,5	0,3	-1,8	-1,5	-0,1	0,3	-0,2	3,3	-0,5	0,4	0,2	0,4
% OK	78	72	78	52	74	70	78	78	78	83	87	74	96	87
8B	-0,5	-2,1	40,9	65	1,6	8,0	3,0	1,4	5,1	-1,8	1,8	0,9	1,0	1,1

NIVA 4650-2003

Lab.nr.	Ca A	Ca B	K A	K B	TOT-P A	TOT-P B	TOT-N A	TOT-N B	TTS A	TTS B	TGT A	TGT B	pH B
1									0,3	0,0	0,2	0,3	-0,1
2	-4,5	4,1	2,8	26,0					0,1	0,1	-0,2	0,2	-3,7
3	-0,2	-0,3			-0,2	-0,1			0,1	0,2			
4	-0,4	-0,5	0,7	-0,3	-0,2	-0,2	0,2	-2,4	0,2	0,1	0,1	0,1	-0,9
5	-0,7	1,7	-0,6	-1,3			-1,5	-1,4	0,1	0,0	0,0	0,0	
6	-0,3	-1,1	-0,7	4,0	0,0	-1,0	0,2	0,4	0,0	0,0	0,1	0,1	2,7
7	-0,9	-0,5	1,6	0,2	0,0	0,6	0,3	0,3	-0,2	-0,2	-0,2	-0,1	0,6
8	-1,8	-3,0	1,6	-1,0	0,5	-8,8	-0,2	0,0	0,1	0,1	0,3	-0,1	-1,2
9	-0,1	0,0	-1,0	0,0	-0,1	0,9	0,1	0,5	0,0	-0,1	-0,1	0,3	-0,9
10	0,2	0,0	-0,4	0,0	-0,1	-0,1	0,4	-0,9	0,0	-0,2	0,2	-0,1	-1,7
11	0,3	0,2	-0,3	1,8	-0,5	-0,4	0,3	0,5	-0,1	0,0	0,0	-0,1	-0,9
12	0,6	0,0	0,4	0,0	0,4	0,4	-0,5	-2,2	0,1	0,0	-0,2	0,0	
13	0,1	-0,1	0,0	-0,1	-0,8	-1,1	-0,1	0,0	0,0	0,0	-0,2	-0,1	0,1
14	-1,5	0,1	-1,3	0,4	0,5	2,1	-0,8	0,2	-0,1	-0,1	0,1	0,3	1,5
15	0,1	-0,4	0,3	1,5	1,2	0,6	0,2	0,5	0,0	0,2	0,0	0,0	2,9
16									0,0	0,1			
17	-0,4	-0,2	-1,2	-0,3	0,1	0,7	0,1	0,6	0,0	-0,1	0,1	-0,1	
18	0,1	-0,5	0,6	0,2	-0,7	-0,6	0,2	-1,7	-0,1	0,0	0,0	0,0	-1,1
19	1,4	1,2	1,5	0,1	0,3	0,7	-0,1	0,6	-0,1	0,0	-0,1	-0,1	2,1
20	2,1	1,6	2,4	0,5	-0,1	-0,6	-0,2	-0,7	-0,1	0,1	-0,3	0,1	1,1
21									-0,1	-0,1	0,2	-1,4	1,2
22	-1,7	-1,6	0,3	0,2					0,0	0,2	0,0	0,0	2,6
23	1,4	0,1	-0,8	0,0	0,0	0,1	-0,3	-2,6	0,0	0,1	-0,2	-0,2	-1,4
24	0,2	0,1	10,2	12,0	0,2	-3,9	-0,2	-2,9	0,2	0,1	0,1	0,0	-24,7
% OK	90	90	85	85	100	83	100	78	100	100	100	100	68
5 B	0,4	-0,8	5,4	-0,9	1,3	1,6							

Det er ingen analysemetode som skiller seg spesielt ut fra de andre når det gjelder andelen akseptable resultater, 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 det vesentligste for kvaliteten av analyseresultatene.

For bestemmelse av kvikksølv var kalddamp atomabsorpsjon nesten enerådende teknikk, men tre laboratorier har angitt at de benyttet atomfluorescens ved bestemmelsen. For de øvrige metallene benyttet opp til 13 laboratorier ICP-AES til selve sluttbestemmelsen, og det er en klar tendens til at dette er en teknikk som tas i bruk av et økende antall laboratorier. Resten av laboratoriene brukte fortrinnsvis atomabsorpsjon i flamme, selv om grafittovn ble mye brukt ved bestemmelse av kadmium og bly, og noen få ved bestemmelse av nikkel og krom. Kun ett laboratorium anvendte ICP-MS til sluttbestemmelsen, og har fått en hel del resultater som ligger noe lavere i forhold til de øvrige laboratoriene.

Av Tabell 2 fremgår også at det er en viss forskjell i andel akseptable resultater mellom de enkelte analysevariable. Dette kan skyldes at enkelte metaller er mer utsatt for interferenseffekter under bestemmelsen enn andre. Således er resultatene for sink generelt lite påvirket av interferenser, og resultatene for dette metallet er meget bra ved denne slp'en. Dette metallet, samt koppen i prøve B, er dessuten tilstede i høye konsentrasjoner sett i forhold til de anvendte metodenes deteksjonsgrenser. Derimot er andel akseptable resultater for kadmium i prøve B spesielt lavet, og den større spredningen i resultatene her kan tyde på at det komposterte slammet kan være inhomogen, eller er vanskeligere å homogenisere. I så fall må kadmium være bundet til visse fraksjoner av materialet, ettersom det ikke kan observeres en tilsvarende tendens for de andre metallene.

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 bare har deltatt med noen få analysevariable, og således oppnår en høy andel akseptable resultater selv om mange viktige analysevariable ikke er tatt. Det ideelle er et høyt prosenttall i begge tilfeller.

En oversikt over antall akseptable resultater og antall innsendte resultater for tungmetallene, og prosentvis andel akseptable resultater beregnet i forhold til det maksimale antall resultater som kunne sendes inn, samt i forhold til antall rapporterte resultater, er gjengitt i Tabell 3. Av denne fremgår det at 14 av 24 laboratorier har mer enn 80 % akseptable middelverdier blant sine innsendte analyseresultater for tungmetallene, og hele fem av disse hadde akseptable resultater for alle sine innsendte verdier. 3 laboratorier har mellom 60 og 80 % akseptable resultater, mens 6 laboratorier har bare mellom 40 og 60 % akseptable resultater. Ett laboratorium har bare 8 % akseptable resultater og må gå gjennom sine rutiner både for oppslutningen og sluttbestemmelsen av metallene.

Tabell 3. Vurdering av de enkelte laboratoriers resultater for tungmetallene Hg, Cd, Pb, Cr, Cu, Ni og Zn ved slamringtest nr. 8, 2002. Ved beregning av antall prosent

akseptable resultater for hvert enkelt laboratorium er det foretatt en beregning både i forhold til antall resultater det enkelte laboratorium har sendt inn, og i forhold til totalt antall mulige resultater (som er 14).

Lab.nr.	Antall innsendte resultater	Antall akseptable resultater	% akseptable av innsendte resultater	% akseptable av antall mulige
1	14	9	64	64
2	12	1	8	7
3	14	14	100	100
4	14	10	71	71
5	12	5	42	36
6	12	5	42	36
7	12	10	83	71
8	14	8	57	57
8B	14	8	57	57
9	14	13	93	93
10	14	12	86	86
11	14	14	100	100
12	14	12	86	86
13	14	13	93	93
14	14	9	64	64
15	14	12	86	86
16	0			
17	14	12	86	86
18	14	14	100	100
19	14	14	100	100
20	14	14	100	100
21	14	8	57	57
22	14	8	57	57
23	12	10	83	71
24	14	13	93	93
Middel	13,6	10,3	75,3	73,8

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. Det er åpenbart en vanskelig oppgave å bestemme med høy grad av nøyaktighet så lave konsentrasjoner som det ofte er av disse metallene i norsk kommunalt avløpsslam.

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 to slamprøvene (medianverdien av laboratoriene resultater) også gjengitt. Alle resultatene ligger under myndighetenes maksimumsverdier. 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. Dette må ses i forhold til hensikten med

slamanalysene som er å kontrollere om konsentrasjonen av de aktuelle tungmetaller ligger lavere enn de grenseverdier myndighetene har satt som kvalitetskrav til slam som skal brukes som jordforbedringsmiddel.

De laboratorier som har ulike typer avvik for en gitt analysevariabel i de to prøvene, må undersøke hva som kan være årsaken til de tilfeldige variasjonene. Her må det vurderes om ulik matrise kan være delvis årsak til dette fenomenet. Det er fortsatt et behov for å avklare hvordan man best kan redusere interferanseffekter for flere metaller i ulike slamtyper.

Nok en gang må det understrekkes at de laboratorier som har oppnådd resultater bedømt som ikke akseptable, må gjennomgå metodene grundig - også forbehandlingsmetodene - for å finne årsaken til avvikene. Framgangsmåten ved rutineanalysene må forbedres til analysekvaliteten blir tilfredsstillende. Til kontroll av dette arbeidet kan benyttes 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.

Tabell 4. Oversikt over tillatte maksimalkonsentrasjoner ($\mu\text{g/g}$) for tungmetaller i kommunalt slam som skal brukes som jordforbedringsmiddel (1). Medianverdiene for prøvene A og B ved prøvingssammenligning 0208 er også gjengitt.

Metall	Tillatt maksimalinnhold		Medianverdier	
	Jordbruks-arealet	Grøntareal	Prøve A	Prøve B
Hg	5	7	0,99	0,78
Cd	4	10	0,67	1,13
Pb	100	300	20,7	25,6
Cr	125	200	31,9	24,1
Cu	1000	1500	94,1	155,7
Ni	80	100	21,1	25,1
Zn	1500	3000	287	371

5. Henvisninger

- Miljøverndepartementet: Forskrift om avløpsslam. Fastastt av Sosial- og helsedepartementet og Miljøverndepartementet 2. januar 1995. T - 1075. ISBN 82-457-0035-5.

TILLEGG 1**INNHOLDSDEKLARASJON 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

Tabell 5. Alfabetisk oversikt over deltakerne ved prøvningssammenligning for analyse av slam 2002.

Navn	Poststed
Alex Stewart Env. Services	5750 ODDA
AnalyCen A/S	1506 MOSS
ANØ Miljøkompetanse	2027 KJELLER
Buskerud Vann- og Avløpssenter	3023 DRAMMEN
Chemlab Services A/S	5035 BERGEN
Høgskolen i Agder	4604 KRISTIANSAND
Jordforsk Lab	1432 ÅS
LabNett Lillehammer	2624 LILLEHAMMER
Miljølaboratoriet i Telemark	3702 SKIEN
Namdal Analysesenter	7809 NAMSOS
NIVA	0411 OSLO
NMK i Trondheim	7047 TRONDHEIM
NMT i Asker og Bærum	1345 ØSTERÅS
Nordnorsk kompetancesenter	9292 TROMSØ
Oslo komm. vann- og avløpsetaten	0506 OSLO
PFI	7491 TRONDHEIM
Rogalandsforskning	4004 STAVANGER
Romsdal næringsmiddeltilsyn	6415 MOLDE
Sentrallab. for NRV og RA-2	2011 STRØMMEN
SERO A/S	1361 BILLINGSTAD
Skolmar Jordbrukslaboratorium	3205 SANDEFJORD
VEAS	3470 SLEMMESTAD
VIN	3103 TØNSBERG
West-Lab ASA	4056 TANANGER

TILLEGG 3. Analyseresultatene fra de enkelte deltakere.

Resultater i parentes er utelatt ved de endelige statistiske beregninger.

Tabell 6. Kvikksølv, µg/g

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	1,81	1,36	1,33	1,500	0,269	1,45	1,23	1,18	1,287	0,144
2										
3	1,100	0,900	1,000	1,000	0,100	0,990	0,830	0,840	0,887	0,090
4	1,010	1,070	1,080	1,053	0,038	0,900	0,880	0,890	0,890	0,010
5										
6										
7										
8	1,059	0,778	0,849	0,895	0,146	0,438	0,531	0,615	0,528	0,089
9	1,190	0,994	0,976	1,053	0,119	0,736	0,718	0,711	0,722	0,013
10	1,420	1,300		1,360	0,085	1,540	1,300		(1,42)	0,170
11	1,065	0,938	0,976	0,993	0,065	0,871	0,776	0,763	0,803	0,059
12	1,010	0,809	0,866	0,895	0,104	0,697	0,652	0,621	0,657	0,038
13	1,000	0,920	0,940	0,953	0,042	0,810	0,700	0,840	0,783	0,074
14	0,620	0,493	0,590	(0,568)	0,066	0,423	0,465		0,444	0,030
15	1,100	0,900	1,000	1,000	0,100	0,700	0,700	0,700	0,700	0,000
16										
17	0,860	0,900	1,030	0,930	0,089	0,770	0,790	0,830	0,797	0,031
18	0,710	0,900	1,060	0,890	0,175	0,610	0,770	0,660	0,680	0,082
19	1,060	0,920	0,870	0,950	0,098	0,780	0,940	0,610	0,777	0,165
20	1,000	1,060	1,170	1,077	0,086	0,783	0,693	0,699	0,725	0,050
21	0,906	0,866	1,100	0,957	0,125	0,670	0,793	0,883	0,782	0,107
22	1,170	1,250	1,210	1,210	0,040	1,030	1,000	1,070	1,033	0,035
23										
24	0,780	0,840	0,800	0,807	0,031	0,650	0,610	0,640	0,633	0,021
Medianverdi				0,993	0,094				0,777	0,055
Middelverdi				1,031	0,099				0,772	0,067
Standardavvik				0,177					0,190	
Antall				17					17	
8B	0,936	0,914	0,974	0,941	0,030	0,664	0,564	0,624	0,617	0,050

Tabell 7. Kadmium, µg/g

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	0,650	0,600	0,580	0,610	0,036	0,900	0,930	1,030	0,953	0,068
2	0,725	0,763	0,769	0,752	0,024	2,946	3,024	3,128	(3,033)	0,091
3	0,650	0,670	0,670	0,663	0,012	1,150	1,120	1,150	1,140	0,017
4	1,000	0,900	0,940	(0,94)	0,050	0,850	0,870	0,880	0,867	0,015
5	0,800	0,730	1,050	0,860	0,168	1,410	1,460		1,435	0,035
6	0,621	0,576	0,523	0,573	0,049	3,700	3,930	2,780	(3,47)	0,609
7	0,845	0,936	0,784	0,855	0,076	1,393	1,604	1,474	1,490	0,106
8	3,610	3,430	3,090	(3,38)	0,264	7,520	7,020	6,790	(7,11)	0,373
9	0,645	0,560	0,710	0,638	0,075	0,710	0,890	0,850	0,817	0,095
10	0,745	0,692		0,719	0,037	1,200	1,220		1,210	0,014
11	0,630	0,650	0,720	0,667	0,047	1,200	1,170	1,250	1,207	0,040
12	0,742	0,692	0,787	0,740	0,048	1,200	1,210	1,450	1,287	0,142
13	0,770	0,770	0,750	0,763	0,012	1,300	1,200	1,300	1,267	0,058
14	0,630	0,659	0,643	0,644	0,335	0,335	0,335		(0,335)	0,000
15	0,600	0,600	0,600	0,600	0,000	0,900	0,900	0,900	0,900	0,000
16										
17	0,610	0,650	0,680	0,647	0,035	0,820	0,820	0,870	0,837	0,029
18	0,800	0,770	0,750	0,773	0,025	1,000	1,000	1,100	1,033	0,058
19	0,670	0,750	0,680	0,700	0,044	1,220	1,270	0,890	1,127	0,206
20	0,649	0,604	0,604	0,619	0,026	0,962	1,060	0,989	1,004	0,051
21	0,660	0,590	0,680	0,643	0,047	0,850	1,100	0,970	0,973	0,125
22	3,950	4,050	3,930	(3,98)	0,064	16,500	17,300	17,900	(17,3)	0,702
23	0,710	0,730	0,690	0,710	0,020	1,220	1,200	1,220	1,213	0,012
24	0,620	0,640	0,640	0,633	0,012	1,140	1,190	1,170	1,167	0,025
Medianverdi				0,665	0,044				1,133	0,058
Middelverdi				0,691	0,066				1,107	0,125
Standardavvik				0,080					0,198	
Antall				20					18	
8B	3,270	3,400	3,490	3,387	0,111	8,480	8,100	8,900	8,493	0,400

Tabell 8. Bly, µg/g

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	18,10	17,90	17,50	17,83	0,31	19,20	19,50	22,60	20,43	1,88
2	40,61	24,72	24,89	(30,07)	9,13	77,25	73,21	74,23	(74,9)	2,10
3	21,80	21,43	20,57	21,27	0,63	24,18	23,97	25,12	24,42	0,61
4	18,20	17,00	17,00	17,40	0,69	14,50	14,30	15,00	(14,6)	0,36
5	39,21	33,90	30,72	(34,61)	4,29	25,28	32,46	32,32	30,02	4,11
6	19,80	11,90	12,00	14,57	4,53	18,10	19,20	13,00	16,77	3,31
7	20,74	21,00	20,35	20,70	0,46	27,91	28,53	26,30	27,58	1,58
8	10,00	9,60	10,80	(10,13)	0,61	30,60	33,20	30,00	31,27	1,70
9	23,00	21,00	20,60	21,53	1,29	22,50	27,50	26,50	25,50	2,65
10	21,20	22,50		21,85	0,92	26,00	25,50		25,75	0,35
11	18,90	18,40	19,30	18,87	0,45	25,40	26,80	26,50	26,23	0,74
12	21,10	22,50	22,10	21,90	0,72	26,30	25,30	31,30	27,63	3,21
13	<15	19,10	23,80	21,45	3,32	39,10	23,00	34,70	32,27	8,32
14	20,78	20,41	20,36	20,52	0,23	27,32	27,98	32,96	29,42	3,08
15	27,00	25,00	23,00	25,00	2,00	26,00	27,00	26,00	26,33	0,58
16										
17	24,30	25,30	24,50	24,70	0,53	24,80	22,40	25,30	24,17	1,55
18	20,00	20,00	20,00	20,00	0,00	22,00	23,00	23,00	22,67	0,58
19	17,40	21,30	21,70	21,50	0,28	25,50	29,10	24,00	26,20	2,62
20	19,50	17,40	17,60	18,17	1,16	19,90	20,90	20,60	20,47	0,51
21	21,62	20,88	22,30	21,60	0,71	21,03	27,64	24,90	24,52	3,32
22	44,10	43,30	44,20	(43,87)	0,49	49,20	49,00	54,60	(50,93)	3,18
23	18,00	17,40	17,00	17,47	0,50	19,20	19,70	17,90	18,93	0,93
24	17,50	17,40	15,60	16,83	1,07	22,60	21,20	21,70	21,83	0,71
Medianverdi				20,70	0,69				25,63	1,70
Middelverdi				20,17	1,49				25,12	2,09
Standardavvik				2,66					4,09	
Antall				19					20	
8B	21,70	23,70	26,30	23,90	2,31	44,10	42,00	52,60	46,23	5,61

Tabell 9. Krom, µg/g

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	20,70	18,50	19,30	(19,5)	1,11	17,70	18,10	18,50	18,10	0,40
2	23,51	21,92	23,36	(22,93)	0,88	44,91	41,34	42,54	(42,93)	1,82
3	33,77	33,64	35,63	34,35	1,11	27,69	26,78	27,46	27,31	0,47
4	33,40	33,20	34,70	33,77	0,81	24,80	25,20	26,70	25,57	1,00
5	16,85			(16,85)		1,00			(1,00)	
6	28,90	29,00	25,90	27,93	1,76	19,00	19,50	22,20	20,23	1,72
7	36,37	27,83	38,91	34,37	5,80	21,14	24,22	23,30	22,89	1,58
8	30,90	33,10	32,00	32,00	1,10	20,60	23,90	21,30	21,93	1,74
9	32,10	32,00	31,60	31,90	0,26	23,70	25,60	24,80	24,70	0,95
10	29,40	29,30		29,35	0,07	25,20	25,90		25,55	0,49
11	29,50	28,60	28,90	29,00	0,46	22,80	23,00	22,80	22,87	0,12
12	33,40	31,80	32,20	32,47	0,83	26,90	26,00	25,70	26,20	0,62
13	29,80	31,40	30,30	30,50	0,82	20,70	22,30	24,20	22,40	1,75
14	24,86	23,05	22,57	(23,49)	1,21	16,63	17,45	20,74	18,27	2,18
15	31,00	31,00	31,00	31,00	0,00	23,00	24,00	24,00	23,67	0,58
16										
17	32,40	35,60	34,70	34,23	1,65	25,00	28,10	25,00	26,03	1,79
18	30,80	32,20	32,30	31,77	0,84	21,20	22,90	22,50	22,20	0,89
19	36,10	36,50	33,80	35,47	1,46	27,70	30,60	26,80	28,37	1,99
20	32,30	32,30	32,90	32,50	0,35	24,40	24,70	24,20	24,43	0,25
21	27,02	20,93	24,16	24,04	3,05	15,02	19,62	17,11	(17,25)	2,30
22	30,80	30,90	30,80	30,83	0,06	21,40	23,80	24,20	23,13	1,51
23	32,70	32,20	32,10	32,33	0,32	25,00	25,80	25,40	25,40	0,40
24	32,60	30,60	32,00	31,73	1,03	24,70	24,30	25,00	24,67	0,35
Medianverdi				31,90	0,86				24,05	0,98
Middelverdi				31,55	1,14				23,70	1,13
Standardavvik				2,67					2,72	
Antall				19					20	
8B	39,30	40,70	44,80	41,60	2,86	26,10	26,60	29,50	27,40	1,84

Tabell 10. Kopper, µg/g

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	80,8	86,0	82,2	83,0	2,7	124,0	153,0	133,0	136,7	14,8
2	20,7	20,4	21,5	(20,85)	0,6	109,6	94,5	110,1	(104,7)	8,9
3	98,0	92,4	91,8	94,1	3,4	156,4	155,7	156,1	156,1	0,4
4	91,3	91,5	91,0	91,3	0,4	150,0	153,0	147,0	150,0	3,0
5	8,78			(8,78)		126,0			126,0	
6	73,4	71,0	70,7	71,7	1,5	115,0	115,0	102,0	(110,7)	7,5
7	105,5	106,0	99,9	103,8	3,4	160,0	170,5	151,0	160,5	9,8
8	114,0	116,0	117,0	115,7	1,5	182,0	167,0	177,0	175,3	7,6
9	98,3	96,1	96,1	96,8	1,3	144,2	166,1	164,4	158,2	12,2
10	98,8	97,9		98,4	0,6	162,0	165,0		163,5	2,1
11	98,5	98,3	96,7	97,8	1,0	168,0	155,0	161,0	161,3	6,5
12	106,0	108,0	106,0	106,7	1,2	165,0	154,0	160,0	159,7	5,5
13	95,7	103,0	106,0	101,6	5,3	157,0	140,0	170,0	155,7	15,0
14	83,0	82,0	84,8	83,3	1,4	144,8	144,0	166,9	151,9	13,0
15	92,0	92,0	91,0	91,7	0,6	146,0	151,0	148,0	148,3	2,5
16										
17	85,1	86,2	90,4	87,2	2,8	149,0	141,0	141,0	143,7	4,6
18	94,0	99,8	98,3	97,4	3,0	126,0	146,0	146,0	139,3	11,5
19	104,0	99,2	95,4	99,5	4,3	177,0	177,0	171,0	175,0	3,5
20	90,3	90,9	93,4	91,5	1,6	147,0	143,0	145,0	145,0	2,0
21	66,7	63,8	68,4	66,3	2,3	79,8	95,2	82,3	(85,8)	8,3
22	90,7	93,0	86,8	90,2	3,1	134,0	153,0	134,0	140,3	11,0
23	105,0	94,9	92,0	97,3	6,8	157,0	153,0	168,0	159,3	7,8
24	97,0	91,0	89,0	92,3	4,2	212,0	205,0	204,0	(207)	4,4
Medianverdi				94,1	2,0				155,7	7,6
Middelverdi				93,2	2,4				152,9	7,4
Standardavvik				11,1					12,6	
Antall				21					19	
8B	106,0	107,0	213,9	142,3	159,0	145,0	168,0	68,3	127,1	52,2

Tabell 11. Nikkel, µg/g

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	16,90	15,90	16,00	(16,27)	0,55	20,10	21,50	22,00	21,20	0,98
2	37,17	38,01	36,00	(37,06)	1,01	126,50	121,50	129,60	(125,9)	4,09
3	23,60	23,22	23,03	23,28	0,29	29,03	28,34	28,60	28,66	0,35
4	20,80	20,40	18,00	19,73	1,51	18,50	20,50	17,90	18,97	1,36
5	16,71			16,71		26,54			26,54	
6	20,20	20,70	18,10	19,67	1,38	22,80	23,60	13,00	19,80	5,90
7	19,46	20,91	22,46	20,94	1,10	21,74	23,83	23,38	22,98	1,10
8	21,30	22,70	21,70	21,90	0,72	23,60	25,60	24,30	24,50	1,01
9	22,00	21,70	20,49	21,40	0,80	22,70	24,40	25,30	24,13	1,32
10	22,40	23,00		22,70	0,42	26,70	25,80		26,25	0,64
11	20,90	20,60	20,50	20,67	0,21	26,30	26,30	25,10	25,90	0,69
12	24,40	25,50	25,10	(25,0)	0,56	32,30	31,00	30,80	31,37	0,81
13	22,20	20,60	20,60	21,13	0,92	24,30	24,30	27,70	25,43	1,96
14	21,22	21,12	20,95	21,10	0,14	23,61	30,91	34,18	29,57	5,41
15	22,00	21,00	22,00	21,67	0,58	26,00	27,00	26,00	26,33	0,58
16										
17	15,60	18,80	16,40	16,93	1,67	20,30	19,50	20,10	19,97	0,42
18	21,00	21,90	21,50	21,47	0,45	24,20	26,40	26,20	25,60	1,22
19	22,70	20,90	19,60	21,07	1,56	26,80	25,90	21,80	24,83	2,67
20	20,80	22,10	22,00	21,63	0,72	26,40	25,90	26,70	26,33	0,40
21	20,90	18,70	19,90	19,83	1,10	18,90	25,80	17,70	20,80	4,37
22	20,00	23,90	19,70	21,20	2,34	23,50	24,60	25,90	24,67	1,20
23	19,70	18,80	21,50	20,00	1,37	17,60	17,80	19,00	18,13	0,76
24	20,10	19,80	20,20	20,03	0,21	26,00	26,00	26,70	26,23	0,40
Medianverdi				21,08	0,76				25,13	1,06
Middelverdi				20,65	0,89				24,46	1,71
Standardavvik				1,61					3,46	
Antall				20					22	
8B	23,90	23,70	27,00	24,87	1,85	26,50	26,40	29,10	27,33	1,53

Tabell 12. Sink, µg/g

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	273,0	271,0	263,0	269,0	5,3	359,0	370,0	372,0	367,0	7,0
2	516,0	398,0	381,0	(432)	73,5	1245,0	1172,0	1215,0	(1210)	36,7
3	284,3	283,0	281,1	282,8	1,6	373,0	382,6	392,7	382,8	9,9
4	289,0	289,0	290,0	289,3	0,6	389,0	387,0	388,0	388,0	1,0
5	263,2			263,2		338,3			338,3	
6	253,0	249,0	220,0	240,7	18,0	164,0	192,0	98,7	(151,6)	47,9
7	305,0	307,0	285,0	299,0	12,2	379,0	376,0	361,0	372,0	9,6
8	292,0	303,0	292,0	295,7	6,4	347,0	391,0	367,0	368,3	22,0
9	290,7	286,6	288,8	288,7	2,1	336,6	386,1	368,3	363,7	25,1
10	284,0	295,0		289,5	7,8	384,0	394,0		389,0	7,1
11	279,0	278,0	277,0	278,0	1,0	402,0	400,0	398,0	400,0	2,0
12	302,0	302,0	311,0	306,5	6,4	362,0	357,0	354,0	357,7	4,0
13	266,0	273,0	274,0	271,0	4,4	330,0	312,0	372,0	338,0	30,8
14	251,5	251,9	257,7	253,7	3,5	357,7	366,1	414,6	379,5	30,7
15	321,0	285,0	284,0	296,7	21,1	366,0	376,0	370,0	370,7	5,0
16										
17	248,0	253,0	267,0	256,0	9,8	336,0	363,0	371,0	356,7	18,3
18	273,0	281,0	280,0	278,0	4,4	335,0	354,0	350,0	346,3	10,0
19	303,0	316,0	309,0	309,3	6,5	417,0	427,0	387,0	410,3	20,8
20	273,0	266,0	276,0	271,7	5,1	355,0	345,0	352,0	350,7	5,1
21	258,0	219,0	238,0	(238,3)	19,5	244,0	293,0	232,0	(256,3)	32,3
22	290,0	296,0	276,0	287,3	10,3	377,0	372,0	409,0	386,0	20,1
23	295,0	290,0	291,0	292,0	2,6	382,0	395,0	390,0	389,0	6,6
24	293,0	298,0	292,0	294,3	3,2	382,0	381,0	392,0	385,0	6,1
Medianverdi				287,3	5,8				371,3	9,9
Middelverdi				281,5	10,2				371,9	16,3
Standardavvik				17,9					20,0	
Antall				21					20	
8B	310,0	315,0	323,0	316,0	6,6	396,0	399,0	437,0	410,7	22,9

Tabell 13. Kalsium, %

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1										
2	0,803	0,811	0,826	(0,813)	0,012	1,519	1,443	1,459	(1,474)	0,040
3	1,460	1,470	1,450	1,460	0,010	1,000	1,000	1,040	1,013	0,023
4	1,440	1,430	1,420	1,430	0,010	0,990	1,010	0,990	0,997	0,012
5	1,650	1,290	1,200	1,380	0,238	0,970	1,400	1,300	1,223	0,225
6	1,520	1,520	1,300	1,447	0,127	0,967	0,995	0,829	0,930	0,089
7	1,327	1,352	1,366	1,348	0,020	0,974	1,010	1,006	0,997	0,020
8	1,185	1,264	1,195	1,215	0,043	0,661	0,831	0,689	(0,727)	0,091
9	1,470	1,480	1,480	1,477	0,006	0,987	1,110	1,040	1,046	0,062
10	1,539	1,510		1,525	0,021	1,036	1,056		1,046	0,014
11	1,550	1,520	1,530	1,533	0,015	1,030	1,090	1,080	1,067	0,032
12	1,590	1,570	1,590	1,583	0,012	1,050	1,040	1,060	1,050	0,010
13	1,510	1,500	1,510	1,507	0,006	1,080	0,951	1,070	1,034	0,072
14	1,268	1,247	1,291	1,269	0,022	0,992	1,016	1,170	1,059	0,097
15	1,500	1,500	1,500	1,500	0,000	1,000	1,000	1,000	1,000	0,000
16										
17	1,440	1,440	1,420	1,433	0,014	1,000	1,060	1,020	1,027	0,031
18	1,460	1,530	1,530	1,507	0,040	0,955	1,030	0,999	0,995	0,038
19	1,730	1,710	1,650	1,697	0,042	1,230	1,250	1,040	1,173	0,116
20	1,700	1,790	1,890	1,793	0,095	1,210	1,200	1,220	1,210	0,010
21										
22	1,210	1,250	1,230	1,230	0,020	0,869	0,874	0,892	0,878	0,012
23	1,970	1,600	1,520	1,697	0,240	1,040	1,070	1,070	1,060	0,017
24	1,540	1,500	1,530	1,523	0,021	1,050	1,040	1,070	1,053	0,015
Medianverdi				1,488	0,020				1,046	0,031
Middelverdi				1,478	0,048				1,045	0,049
Standardavvik				0,149					0,084	
Antall				20					19	
8B	1,506	1,526	1,600	1,544	0,050	0,927	0,928	1,041	0,965	0,066

Tabell 14. Kalsium, %

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1										
2	0,515	0,532	0,530	(0,526)	0,009	0,616	0,600	0,597	(0,604)	0,010
3										
4	0,440	0,440	0,440	0,440	0,000	0,163	0,164	0,164	0,164	0,001
5	0,400	0,380	0,380	0,387	0,012	0,150	0,140	0,150	0,147	0,006
6	0,396	0,414	0,340	0,383	0,039	0,235	0,245	0,224	(0,235)	0,011
7	0,377	0,564	0,485	0,475	0,094	0,168	0,176	0,170	0,171	0,004
8	0,446	0,478	0,507	0,477	0,031	0,147	0,161	0,148	0,152	0,008
9	0,371	0,365	0,369	0,368	0,003	0,160	0,175	0,170	0,168	0,008
10	0,386	0,404		0,395	0,013	0,166	0,170		0,168	0,003
11	0,395	0,395	0,405	0,398	0,006	0,197	0,196	0,200	0,198	0,002
12	0,432	0,423	0,430	0,428	0,005	0,168	0,166	0,168	0,167	0,001
13	0,410	0,410	0,410	0,410	0,000	0,160	0,160	0,180	0,167	0,012
14	0,408	0,320	0,343	0,357	0,046	0,166	0,165	0,191	0,174	0,015
15	0,420	0,400	0,450	0,423	0,025	0,190	0,200	0,190	0,193	0,006
16										
17	0,330	0,380	0,370	0,360	0,026	0,150	0,180	0,160	0,163	0,015
18	0,425	0,442	0,435	0,434	0,009	0,169	0,175	0,171	0,172	0,003
19	0,470	0,500	0,440	0,470	0,030	0,180	0,170	0,160	0,170	0,010
20	0,531	0,506	0,494	(0,510)	0,019	0,182	0,175	0,170	0,176	0,006
21										
22	0,410	0,425	0,435	0,423	0,013	0,165	0,168	0,182	0,172	0,009
23	0,379	0,377	0,377	0,378	0,001	0,169	0,168	0,167	0,168	0,001
24	1,080	0,780	0,630	(0,83)	0,229	0,280	0,350	0,480	(0,37)	0,101
Medianverdi				0,410	0,013				0,168	0,007
Middelverdi				0,412	0,030				0,170	0,012
Standardavvik			0,072	0,039					0,012	
Antall				17					17	
8B	0,580	0,646	0,672	0,633	0,047	0,148	0,150	0,161	0,153	0,007

Tabell 15. Totalfosfor, %

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1										
2										
3	1,020	1,040	1,010	1,023	0,015	1,860	1,830	1,820	1,837	0,021
4	1,023	1,032	1,022	1,026	0,006	1,821	1,819	1,831	1,824	0,006
5										
6	1,100	1,100	0,931	1,044	0,098	1,770	1,780	1,480	1,677	0,170
7	1,000	1,040	1,080	1,040	0,040	1,960	1,960	1,970	1,963	0,006
8	1,096	1,121	1,074	1,097	0,024	0,219	0,211	0,217	(0,216)	0,004
9	1,040	1,030	1,030	1,033	0,006	1,950	2,120	2,030	2,033	0,085
10	1,050	1,020		1,035	0,021	1,850	1,830		1,840	0,014
11	1,010	0,980	0,980	0,990	0,017	1,740	1,790	1,840	1,790	0,050
12	1,090	1,090	1,070	1,083	0,012	1,840	1,910	2,030	1,927	0,096
13	0,952	0,963	0,962	0,959	0,006	1,550	1,610	1,780	1,647	0,119
14	1,114	1,057	1,102	1,091	0,030	2,301	2,164	2,260	2,242	0,070
15	1,160	1,170	1,180	(1,17)	0,010	2,010	2,000	1,910	1,973	0,055
16										
17	1,060	1,040	1,050	1,050	0,010	1,970	1,990	1,990	1,983	0,012
18	0,959	0,988	0,975	0,974	0,015	1,720	1,790	1,750	1,753	0,035
19	1,090	1,100	1,020	1,070	0,044	2,070	2,110	1,800	1,993	0,169
20	1,060	1,020	1,020	1,033	0,023	1,810	1,770	1,650	1,743	0,083
21										
22										
23	1,040	1,050	1,050	1,047	0,006	1,850	1,940	1,840	1,877	0,055
24	1,040	1,080	1,070	1,063	0,021	1,160	1,140	1,080	(1,127)	0,042
Medianverdi				1,040	0,016				1,858	0,053
Middelverdi				1,039	0,022				1,881	0,061
Standardavvik				0,038					0,151	
Antall				17					16	
8B	1,173	1,159	1,191	1,174	0,016	2,163	2,035	2,252	2,150	0,109

Tabell 16. Nitrogen, %

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1										
2										
3										
4	2,160	2,065	2,020	2,082	0,071	1,930	1,872	1,875	1,892	0,033
5	1,780	1,690	1,750	1,740	0,046	2,170	2,100	2,190	2,153	0,047
6	2,075	2,069	2,082	2,075	0,007	2,592	2,561	2,635	2,596	0,037
7	2,070	2,100	2,130	2,100	0,030	2,520	2,570	2,590	2,560	0,036
8	2,005	2,014	2,003	2,007	0,006	2,496	2,481	2,496	2,491	0,009
9	2,080	2,050	2,060	2,063	0,015	2,630	2,560	2,710	2,633	0,075
10	2,120	2,140		2,130	0,014	2,240	2,280		2,260	0,028
11	2,102	2,068	2,104	2,091	0,020	2,609	2,612	2,637	2,619	0,015
12	1,910	1,940	1,940	1,930	0,017	1,900	1,960	2,000	1,953	0,050
13	2,020	2,010	2,020	2,017	0,006	2,510	2,510	2,490	2,503	0,012
14	1,884	1,844	1,882	1,870	0,023	2,553	2,545	2,569	2,556	0,012
15	2,000	2,090	2,130	2,073	0,067	2,650	2,630	2,610	2,630	0,020
16										
17	2,070	2,050	2,070	2,063	0,012	2,600	2,730	2,620	2,650	0,070
18	2,060	2,100	2,070	2,077	0,021	2,070	2,020	2,150	2,080	0,066
19	2,050	2,040	1,960	2,017	0,049	2,630	2,700	2,610	2,647	0,047
20	2,000	2,000	2,000	2,000	0,000	2,400	2,400	2,200	2,333	0,115
21										
22										
23	1,970	1,970	1,980	1,973	0,006	1,800	1,860	1,860	1,840	0,035
24	2,000	2,000		2,000	0,000	1,770	1,780		1,775	0,007
Medianverdi				2,040	0,016				2,497	0,035
Middelverdi				2,017	0,023				2,343	0,040
Standardavvik				0,095					0,314	
Antall				18					18	

Tabell 17. Totalt organisk karbon, %

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
6	20,5	20,3	21,0	20,6	0,4	25,7	27,5	26,5	26,6	0,9
8	27,5	28,2	27,8	27,8	0,3	32,3	31,0	31,3	31,5	0,7
13	18,2	17,2	17,6	17,7	0,5	31,2	32,9	29,2	31,1	1,9
18	26,8	26,6	27,1	26,8	0,3	31,6	30,7	31,6	31,3	0,5
20	12,4	13,4	13,3	(13,0)	0,6	22,1	22,2	23,9	22,7	1,0
Medianverdi				23,7	0,4				31,1	0,9
Middelverdi				23,2	0,4				28,6	1,0
Standardavvik				4,9					3,9	
Antall				4					5	

Tabell 18. Totalt tørrstoff, %

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	98,90	99,10	98,00	98,67	0,59	37,30	39,80	39,90	39,00	1,47
2	96,60	96,40	96,50	96,50	0,10	39,40	39,80	38,70	39,30	0,56
3	96,53	96,62	96,61	96,59	0,05	40,04	39,86	39,05	39,65	0,53
4	97,79	97,66	97,92	97,79	0,13	39,35	39,42	39,47	39,41	0,06
5	96,60	97,32	97,05	96,99	0,36	38,80	38,61	39,66	39,02	0,56
6	96,00	96,10	96,20	96,10	0,10	39,10	39,20	39,30	39,20	0,10
7	94,00	94,30	94,40	94,23	0,21	38,10	38,10	38,10	38,10	0,00
8	97,27	97,26	96,95	97,16	0,18	39,72	39,16	39,72	39,53	0,32
9	96,07	96,13	96,33	96,18	0,14	38,81	37,91	39,05	38,59	0,60
10	95,60			95,60		38,40			38,40	
11	95,40	95,40	95,41	95,40	0,01	38,95	38,82	38,81	38,86	0,08
12	97,3	97,60	97,40	97,43	0,15	38,90	38,80	39,30	39,00	0,26
13	95,7	95,60	95,70	95,67	0,06	38,60	39,00	39,00	38,87	0,23
14	95,12	94,73	95,60	95,15	0,44	38,31	39,29	38,66	38,75	0,50
15	95,8	95,60	96,30	95,90	0,36	39,90	39,70	39,60	39,73	0,15
16	96,14	96,17	96,23	96,18	0,05	39,12	39,18	39,47	39,26	0,19
17	95,70	95,60	95,70	95,67	0,06	38,40	38,90	38,40	38,57	0,29
18	95,00	95,30	96,00	95,43	0,51	39,20	38,90	39,10	39,07	0,15
19	95,33	95,01	95,43	95,26	0,22	38,44	39,09	39,43	38,99	0,50
20	95,00	95,10	95,80	95,30	0,44	39,20	40,10	38,90	39,40	0,62
21	93,30	96,00	95,70	95,00	1,48	37,70	39,20	39,10	38,67	0,84
22	95,50	95,70	95,70	95,63	0,12	40,20	40,20	39,60	40,00	0,35
23	96,40	96,50	96,40	96,43	0,06	39,50	39,30	39,40	39,40	0,10
24	97,90			97,90		39,40			39,40	
Medianverdi				96,00	0,14				39,05	0,31
Middelverdi				96,17	0,26				39,09	0,38
Standardavvik				1,05					0,45	
Antall				24					24	

Tabell 19. Glødetap, %

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	54,50	54,40	53,90	54,27	0,32	64,60	62,90	62,30	63,27	1,19
2	52,10	52,10	52,20	52,13	0,06	63,50	62,00	61,00	62,17	1,26
3										
4	52,91	53,60	53,73	53,41	0,44	61,76	62,02	62,21	62,00	0,23
5	52,90			52,90		61,50			61,50	
6	53,80	53,50	53,60	53,63	0,15	61,10	61,50	62,10	61,57	0,50
7	51,80	51,90	51,90	51,87	0,06	60,80	61,10	60,40	60,77	0,35
8	55,02	54,12	54,53	54,56	0,45	60,20	62,30	59,60	60,70	1,42
9	52,30	52,60	52,50	52,47	0,15	62,70	63,80	61,90	62,80	0,95
10	53,80			53,80		60,60			60,60	
11	52,75	52,81	52,98	52,85	0,12	60,81	60,87	60,59	60,76	0,15
12	51,90	51,90	52,10	51,97	0,12	61,50	60,60	60,80	60,97	0,47
13	51,50	51,70	52,40	51,87	0,47	60,80	60,90	60,80	60,83	0,06
14	53,61	53,69	53,72	53,67	0,06	61,71	63,35	63,35	62,80	0,95
15	53,00	53,00	53,00	53,00	0,00	61,00	61,00	62,00	61,33	0,58
16										
17	53,40	53,50	53,20	53,37	0,15	60,20	61,00	60,60	60,60	0,40
18	53,00	53,00	53,40	53,13	0,23	61,20	60,10	61,80	61,03	0,86
19	52,71	52,47	52,81	52,66	0,17	60,58	61,16	60,81	60,85	0,29
20	50,70	51,20	52,20	51,37	0,76	61,80	61,90	61,50	61,73	0,21
21	52,10	54,50	55,60	54,07	1,79	52,50	53,90	52,00	(52,8)	0,98
22	52,50	52,70	53,30	52,83	0,42	60,60	61,80	62,10	61,50	0,79
23	52,00	52,20	51,50	51,90	0,36	58,70	60,00	62,00	60,23	1,66
24	53,70			53,70		61,20			61,20	
Medianverdi				52,95	0,17				61,20	0,58
Middelverdi				52,97	0,33				61,39	0,70
Standardavvik				0,88					0,82	
Antall				22					21	

Tabell 20. pH

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	A
1	8,41	8,37	8,35	8,38	0,03	
2	8,04	8,02	8,00	8,02	0,02	
3						
4	8,30			8,30		
5						
6	8,65	8,67	8,66	8,66	0,01	
7	8,44	8,43	8,49	8,45	0,03	
8	8,21	8,30	8,32	8,28	0,06	
9	8,28	8,32	8,29	8,30	0,02	
10	8,22			8,22		
11	8,26	8,31	8,32	8,30	0,03	
12						
13	8,40	8,40	8,40	8,40	0,00	
14	8,53	8,53	8,55	8,54	0,01	
15	8,68	8,68	8,68	8,68	0,00	
16						
17	8,45					
18	8,28			8,28		
19	8,61	8,62	8,58	8,60		
20	8,50	8,50	8,50	8,50	0,00	
21	8,51			8,51		
22	8,65	8,65	8,65	8,65	0,00	
23	8,25			8,25		A = 7,24 s=0,04
24	5,92			(5,92)		
Medianverdi				8,39	0,02	
Middelverdi				8,41	0,02	
Standardavvik				0,18		
Antall				18		