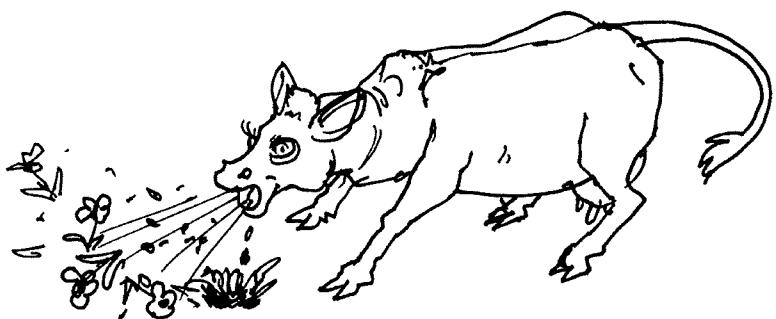


RAPPORT LNR 4490-2002

Prøvningssammenligning
nr. 7 for kommunalt
avløpsslam, 2002



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. 7 for kommunalt avløpsslam, 2001	Løpenr. (for bestilling) 4490-2002	Dato 2002-02-15
Forfatter(e) Håvard Hovind	Prosjektnr. Undernr. O-92017	Sider 64
Fagområde Kjemisk analyse	Distribusjon	
Geografisk område Norge	Trykket NIVA	

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

Sammendrag: I oktober - november 2001 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 Gardermoen renseanlegg, og en prøve av avvannet slam fra Kløfta renseanlegg. Resultatene var jevnt over meget bra, spesielt for kopper og sink. Totalt sett var kvaliteten i resultatene noe svakere denne gangen i forhold til tidligere prøvningssammenligninger. Tre av laboratorene oppnådde at alle deres rapporterte resultater var akseptable. Ialt 13 av 25 resultatsett inneholdt mer enn 80 % akseptable resultater for tungmetallene, dvs resultater innenfor medianverdien av laboratoriene resultater $\pm 20\%$, og 6 laboratorier hadde 70 - 80 % akseptable resultater. Ett laboratorium hadde færre enn 40 % 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

Prosjektleder

ISBN
82-577-4139-6

Rainer G. Lichtenhaler

Forskningsjef

O - 92017

Prøvingssammenligning nr. 7

for kommunalt avløpsslam,

2001

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 innebefatter 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 laboratorieprøvningene er åpne for alle interesserte og finansieres i sin helhet av de deltagende laboratorier. Deltakeravgiften er for tiden kr. 3 500.- pr. slp, uavhengig av hvilke eller hvor mange analyser laboratoriene velger å utføre.

Oslo, 15. februar 2002

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 resultatrapportering	7
2.5 Behandling av analysedata	7
3. Resultater	7
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	40
3.11 Nitrogen	40
3.12 Totalt organisk karbon	40
3.13 Totalt tørrstoffinnhold	40
3.14 Glødetap	41
3.15 pH i vannuttrekk	41
4. Vurdering av resultatene	41
5. Henvisninger	47
Tillegg 1 Innholdsdeklarasjon av slam	48
Tillegg 2 Alfabetisk oversikt over deltakerne	49
Tillegg 3 Analyseresultatene fra de enkelte deltakerne	50

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 oktober - november 2001, og det ble benyttet en tørket og homogenisert slamprøve fra Gardermoen (prøve A), samt en avvannet slamprøve fra Kløfta renseanlegg (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 benyttet ved vurderingene, og de som lå innenfor medianverdien $\pm 20\%$, ble karakterisert som akseptable og har derfor en beregnet Z-faktor som er mindre eller lik ± 2 . Ved vurderingen av analyseresultatene ble medianverdien av de ovennevnte beregnede middelverdier for hvert enkelt laboratorium brukt som "sann verdi". Andelen av akseptable resultater varierte mye mellom de ulike analysevariable, men også mellom prøvene. Det var gjennomgående best resultater for sink (henholdsvis 92 og 92 % akseptable resultater) og koppen (96 og 83 % akseptable resultater).

Tre av laboratoriene oppnådde 100 % akseptable middelverdier for sine innsendte resultater. 13 av 27 resultatsett hadde mer enn 80 % akseptable resultater for tungmetallene, og 6 laboratorier hadde 60 - 80 % akseptable resultater. Dette er noe svakere sett i forhold til den siste prøvningssammenligningen, og prestasjonene ved enkelte laboratorier fortsatt lite tilfredsstillende. 1 laboratorium hadde færre enn 40 % 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 utelatt ett eller flere metaller ved prøvningssammenlingen. 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. Dette medfører at det skal utføres jevnlige kontrollanalyser av slikt slam, og dette skal gjennomføres før slammet kjøres ut til brukeren. Det skal først og fremst kontrolleres at konsentrasjonen av tungmetaller ligger under de angitte grenseverdier, samtidig som man ønsker en "vare-deklarasjon" som gir informasjoner om nytttestoffene i slammet, se Tillegg 1.

Etter ønske fra Statens Forurensningstilsyn organiseres det sammenlignende laboratorieprøvninger for alle laboratorier som kunne tenkes å utføre kontrollanalyser av kommunalt slam. Prøvningssammenligningen ble gjennomført oktober - november 2001.

2. Gjennomføring

2.1 Deltakere

Det ble sendt ut en invitasjon til å delta i prøvningssammenligningen til alle fylkeslaboratorier, samt andre offentlige og private laboratorier som kunne tenkes å være interesserte i å utføre slike analyser. Ialt ble 50 laboratorier invitert til å delta, og 27 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 Slamprøver

Det ble sendt ut to prøver til deltakerne. Prøvene A var hentet fra Gardermoen Renseanlegg, og var tørket og homogenisert, mens prøve B var avvannet slam fra Kløfta Renseanlegg. 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 slutten av oktober.

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 analysevariable i begge prøvene: kvikksølv, kadmium, bly, krom, kobber, nikkel og sink. I tillegg skulle følgende analysevariable bestemmes ("nyttestoffer"): kalsium, kalium, totalfosfor, Kjeldahlnitrogen, 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. Tørstoffinnholdet 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 analysemетодen som laboratoriet anvender rutinemessig.

Ett laboratorium (nr. 5) har rapportert to sett med analyseresultater som er fremkommet ved bestemmelse etter to forskjellige oppslutningsmetoder. Disse to resultatsettene er merket 5 og 5A, og representerer henholdsvis oppslutning av slam 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.

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 17. oktober 2001, 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 30. november 2001. Med ulike begrunnelser ba noen få laboratorier om en mindre forskyvning av rapporteringsfristen, noe som ble innvilget.

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 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 for mye fra medianverdien ble forkastet, og er utelatt ved de statistiske beregningene. Til vurdering av om middelverdien skulle forkastes eller ikke, ble Dixons test (2) benyttet. 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

Laboratoriernes 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 - 27. Vi har denne gangen valgt å endre figurene noe i forhold til tidligere. Middelverdien av det enkelte laboratoriums resultater er plottet som funksjon av laboratoriets nummer. Dette punktet 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 laboratoriets tilfeldige feil for denne analysen.

Tabell 1. Oversikt over medianverdier (m) og middelverdier for de tre slamprøvene A, B og C, 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	0,93	0,98	0,14	17	3	0,44	0,45	0,08	16	3
Cd, µg/g	2,17	2,21	0,38	24	1	0,58	0,61	0,17	23	2
Pb, µg/g	25,0	23,7	3,5	23	2	13,7	14,0	2,0	21	3
Cr, µg/g	37,8	36,1	10,1	23	0	14,6	14,5	3,0	22	1
Cu, µg/g	202,3	198,5	18,7	24	0	69,7	70,9	8,1	23	1
Ni, µg/g	16,1	15,9	3,2	23	0	11,5	11,8	1,7	21	2
Zn, µg/g	506,7	501,5	38,0	23	1	221,5	219,6	14,0	22	2
Ca, %	1,58	1,56	0,19	21	2	0,68	0,65	0,18	23	0
K, %	0,181	0,184	0,042	22	0	0,244	0,255	0,095	22	0
TOT-P, %	2,91	2,87	0,52	21	0	1,20	1,23	0,13	20	2
TOT-N, %	3,10	2,97	0,29	17	0	2,82	2,77	0,16	17	0
TOC, %	25,4	26,0	1,8	3	1	33,0	32,3	3,3	3	1
TTS, %	76,2	76,3	1,1	25	0	20,4	20,5	0,4	23	1
TGT, %	56,7	56,5	1,7	23	0	67,2	67,3	0,8	22	0
pH						6,21	6,38	0,47	20	0

Resultater som ligger innenfor den beregnede medianverdi $\pm 20\%$, er karakterisert som akseptable i denne rapporten, og laboratoriene 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 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.

3.1 Kvikksølv

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i Tabell 6, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 1 og 2. 20 av 27 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 to laboratorier benyttet atomfluorescens. Det fremgår ikke av de rapporterte resultater om det er foretatt reduksjon med tinnklorid eller med natriumborhydrid. To av laboratoriene opplyste at de benyttet hydridteknikk ved bestemmelsen. Bare to laboratorier har angitt at de benyttet gullfelleteknikk til oppkonsentrering av kvikksølvet før selve sluttbestemmelsen. Ett laboratorium har angitt at de benyttet flamme atomabsorpsjon ved bestemmelsen, og ett laboratorium har benyttet høytoppløselig ICP-ms. Det ser ikke ut til å være noen påvisbar forskjell mellom de ulike metodene som er benyttet.

For de to prøvene var henholdsvis 75 og 70 % av resultatene akseptable, dvs den andelen som ligger innenfor medianverdien $\pm 20\%$. Resultatene i prøve B til laboratorium nr. 6 og 18 var mange ganger større enn medianverdien og har derfor ikke kommet med på figur 2. Blant mulige årsaker til systematiske avvik kan være feilaktig blindprøvekorreksjon, som kan føre til at resultatene blir gjennomgående systematisk for høye eller for lave. En annen mulig årsak kan også være at de våte prøvene er mer inhomogene enn den tørkede og knuste prøven, og dermed bidrar til en noe større spredning i resultatene. Ufullstendig tørring av prøvene vil føre til for lave resultater, spesielt for prøve B og C. Ett laboratorium (nr. 25) hadde så lave resultater at de ble utelatt ved de statistiske beregningene for prøve B.

Det er gjennomgående god overensstemmelse mellom resultatene for prøve A, mens spredningen mellom enkelte laboratorier var noe større for prøve B. 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 noen laboratorier, og disse bør undersøke årsaken til dette.

3.2 Kadmium

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

Som det fremgår av Tabell 2 er henholdsvis 74 og 75 % av middelverdiene definert som akseptable for prøvene A og B. Presisjonen innen det enkelte laboratorium varierer ganske mye fra ett laboratorium til et annet, men er mindre enn mellom laboratoriene. Dette skyldes at systematiske avvik dominerer og dermed fører til at presisjonen mellom laboratoriene blir mindre bra.

Det er langt flere laboratorier som har systematisk altfor høye resultater enn som har systematisk altfor lave resultater. Både de laboratorier som benytter ICP og de som anvender grafittovn 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

Laboratorienees enkeltresultater er gjengitt i Tabell 8, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 5 og 6. 25 av deltakerne sendte inn resultater for bly. Ti av laboratoriene bestemte bly med grafittovn. Av de øvrige laboratorier benyttet syv ICP og ett laboratorium bestemte bly med HR-ICP-MS, mens de resterende syv 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. Ett laboratorium har rapportert altfor høyt resultat i prøve A og altfor lavt i prøve B, og må undersøke om matriksinterferenser kan være årsaken til denne forskjellen.

Andel akseptable resultater for denne bestemmelsen er henholdsvis 76 og 79 % for prøve A og B. To laboratorier hadde systematisk altfor høye resultater for begge prøvene. Både i figur 5 og 6 ligger et resultat utenfor figuren fordi avviket er altfor stort. 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. Ni laboratorier bestemte krom med ICP, og ett laboratorium benyttet HR-ICP-MS. Grafittovn ble benyttet av seks laboratorier, mens hele åtte laboratorier benyttet flamme atomabsorpsjon. Det er ikke angitt hvilken bakgrunnskorreksjon som ble benyttet under bestemmelsen.

For de to prøvene ble henholdsvis 57 og 65 % av middelverdiene bedømt som akseptable som er et relativt svakt resultat. Den gjennomsnittlige kromkonsentrasjonen var noe høyere i prøve A enn i B, men allikevel er spredningen både mellom laboratoriene og innen det enkelte laboratorium 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. Interferenser under bestemmelsen kan være en sannsynlig årsak til avvikende resultater.

Presisjonen innen hvert enkelt laboratorium var noe varierende, men er allikevel bedre enn mellom laboratoriene. Oppslutningstrinnet kan være en årsak til spredningen mellom resultatene for dette metallet, da resultatene fra to laboratorium som benyttet kongevann ved oppslutningen fikk noe høyere resultater enn med salpetersyre alene. Dessuten ser vi at det er en tendens til at de fleste av de laboratorier som benyttet mikrobølgeovn under oppslutningen har fått gjennomgående høyere resultater enn de som benyttet autoklav. Det har vært benyttet noe ulik effekt på mikrobølgeovnen ved de enkelte laboratoriene, og dette ser ut til å ha påvirket resultatet noe.

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 tre laboratorier sendte inn resultater for koppen i slamprøvene, med bra resultater for begge prøvene, der henholdsvis 96 og 83 % av middelverdiene ble bedømt som akseptable. Resultatene for koppen kan derfor anses for å være meget tilfredsstillende. Ett resultat for prøve B er altfor lavt og ligger derfor utenfor figuren.

Ni av laboratoriene bestemte koppen med ICP og ett laboratorium benyttet HR-ICP-MS, mens ett laboratorium benyttet grafittovn og de øvrige benyttet flamme atomabsorpsjon. I de tilfellene hvor det er rapportert sterkt avvikende resultater, er det benyttet både flamme atomabsorpsjon og ICP ved bestemmelsen.

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. Åtte laboratorier benyttet ICP og ett HR-ICP-MS til bestemmelsen, mens

grafittovn ble benyttet av seks laboratorier. De resterende åtte laboratoriene benyttet flamme atomabsorpsjon.

Henholdsvis 74 og 78 % 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.

3.7 Sink

Laboratoriernes enkeltresultater er gjengitt i Tabell 12, mens de enkelte laboratorieters middelverdier er framstilt grafisk i figur 13 og 14. 24 av de deltagende laboratorier sendte inn resultater for sink, og det var meget høy andel akseptable resultater, 92 % i begge prøvene, 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. Ti laboratorier anvendte ICP og ett laboratorium HR-ICP-MS ved bestemmelsen, mens ett benyttet grafittovn og tretten flamme atomabsorpsjon.

3.8 Kalsium

Laboratoriernes enkeltresultater er gjengitt i Tabell 13, mens de enkelte laboratorieters middelverdier er framstilt grafisk i figur 15 og 16. For kalsium ble det mottatt resultater fra 23 av deltakerne. For dette metallet var andelen akseptable resultater henholdsvis 83 og 78 % i de to prøvene, og dette er noe lavere enn tidligere.

Ti laboratorier benyttet ICP ved bestemmelsen og ett HR-ICP-MS, mens ett benyttet grafittovn og de resterende 11 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 før selve sluttbestemmelse av kalsium, ettersom slammet kan inneholde relativt mye fosfat.

3.9 Kalium

Laboratoriernes enkeltresultater er gjengitt i Tabell 14, mens de enkelte laboratorieters middelverdier er framstilt grafisk i figur 17 og 18. Det ble mottatt resultater for kalium fra 22 av laboratoriene. Resultatene for kalium er gjennomgående svake, med henholdsvis 64 og 55 % akseptable middelverdier for de to prøvene. Dette er svakere enn ved tidligere slp'er. Blant de avvikende verdier var det både systematisk for høye og for lave resultater.

Ni laboratorier bestemte kalium med ICP og ett med HR-ICP-MS, mens ett benyttet grafittovn og de øvrige flamme atomabsorpsjon. De fleste laboratoriene har akseptabel

spredning mellom resultatene, mens noen få har spesielt stort standardavvik og må finne årsaken til dette.

3.10 Totalfosfor

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i Tabell 15, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 19 og 20. 22 laboratorier rapporterte resultater for totalfosfor, og andel akseptable resultater i prøvene A og B var henholdsvis 81 og 77 %. Syv laboratorier rapporterte at de bestemte totalfosfor med ICP, mens de øvrige stort sett benyttet en automatisert fotometrisk metode. Blant de sterkest avvikende resultatene er begge metoder benyttet.

3.11 Nitrogen

Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i Tabell 16, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 21 og 22. For bestemmelsen av nitrogen ble det mottatt 17 resultatsett for begge prøvene. De fleste laboratoriene benyttet Kjeldahl-metoden til denne bestemmelsen, mens ett laboratorium benyttet oppslutning med svovelsyre/salpetersyre i blanding, og ett laboratorium benyttet ioneselektiv elektrode til sluttbestemmelsen. Henholdsvis 88 og 100 % av middelverdiene lå innenfor den generelle akseptansegrensen på $\pm 20\%$. De laboratoriene som har spesielt lave resultater for prøve A har benyttet bestemmelse etter Kjeldahl.

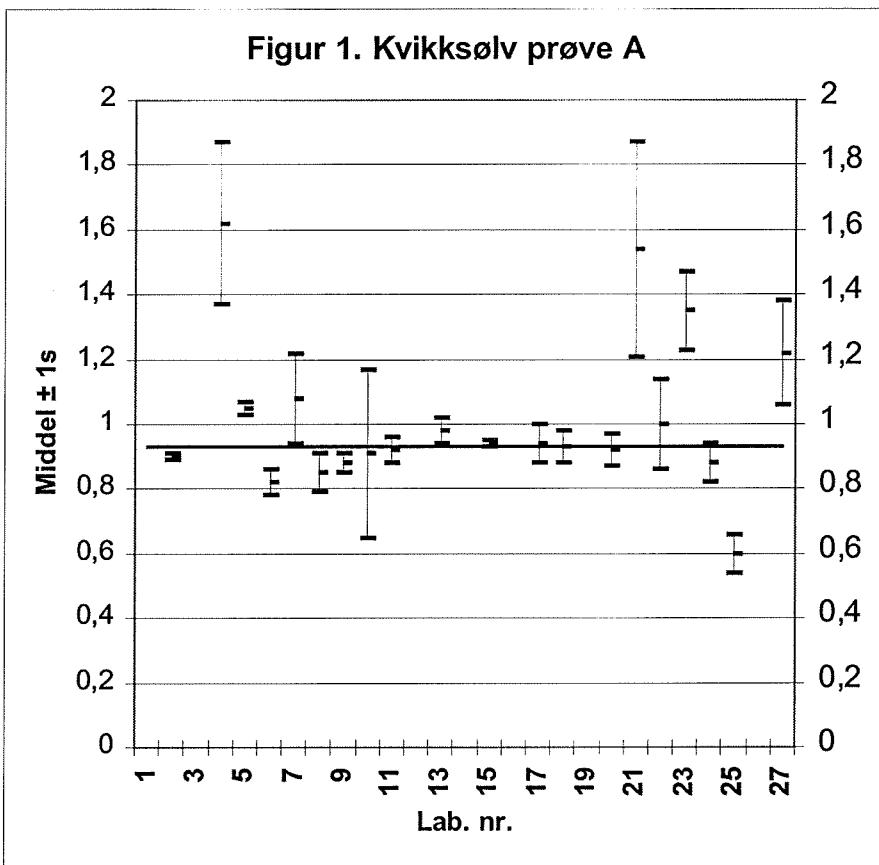
3.12 Totalt organisk karbon

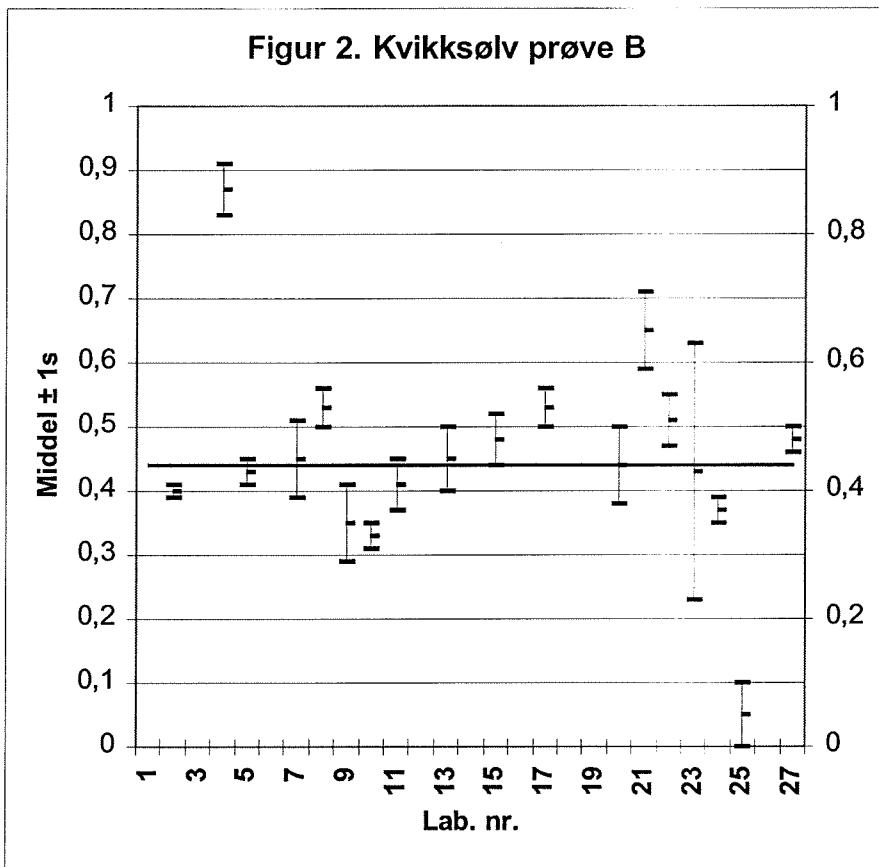
Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i Tabell 17. Ettersom det bare er rapportert fire resultater for hver av de to prøvene, er ikke de enkelt laboratoriers resultater framstilt grafisk. Det er ingen vesentlig forskjell mellom laboratorier som benyttet ulike metoder ved bestemmelsen. To laboratorier bestemte karboninnholdet ved høytemperatur forbrenning i elementanalysator, mens de to andre benyttet TOC-analysator med katalytisk forbrenning. Ett laboratorium rapporterte altfor høye resultater for begge prøvene.

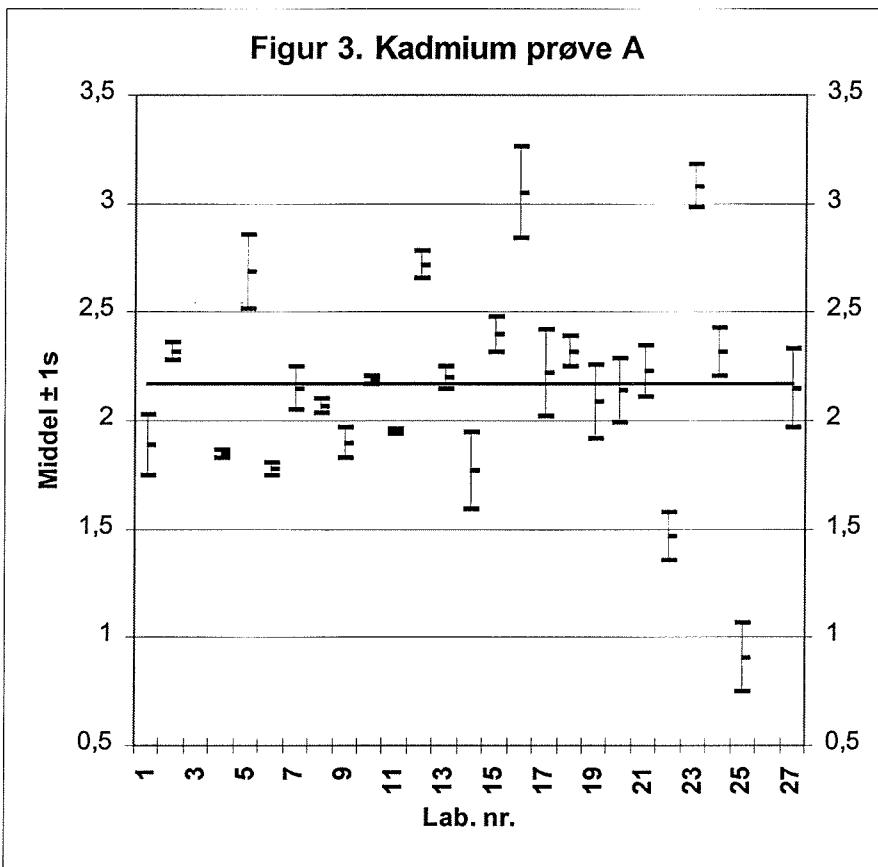
3.13 Totalt tørrstoffinnhold

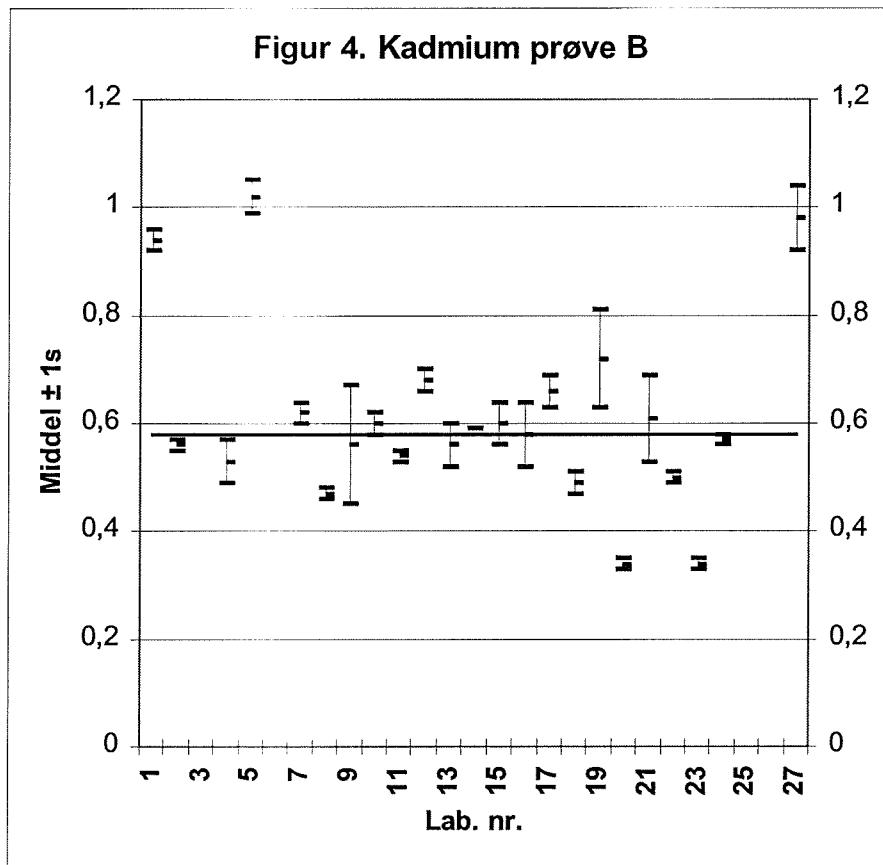
Laboratoriene enkeltresultater er gjengitt i Tabell 18, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 23 og 24. Det ble mottatt resultater for totalt tørrstoffinnhold fra ialt 25 laboratorier. Det er noe varierende resultater hos noen av laboratoriene, og dette vil være med 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, henholdsvis 100 og 96 % er akseptable.

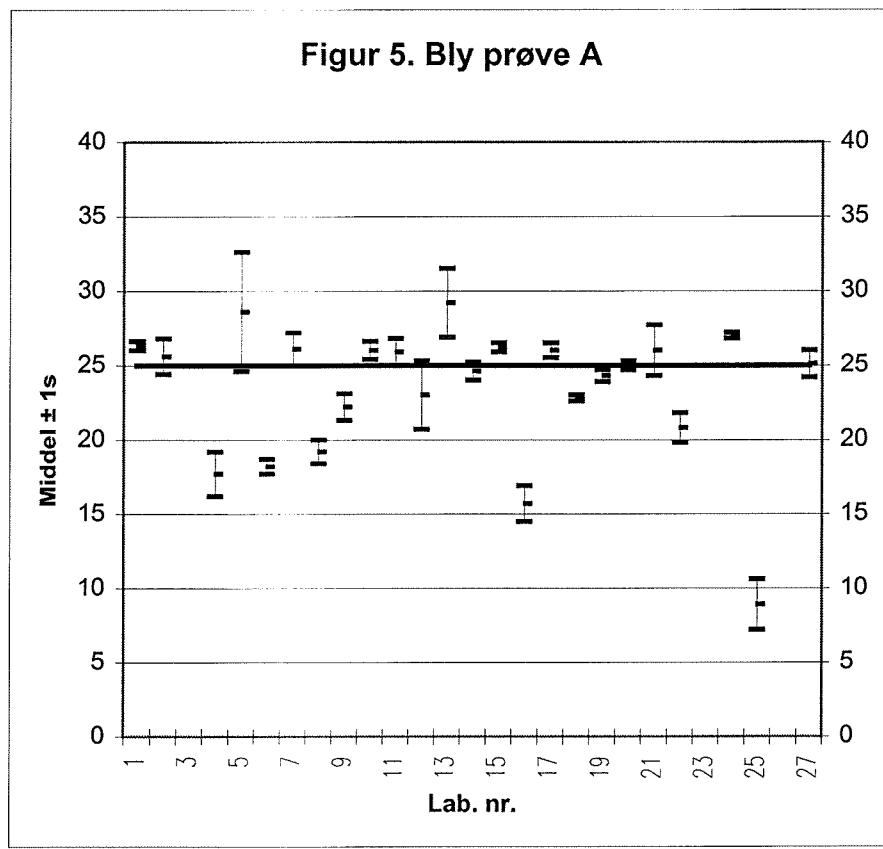
Forts. side 41

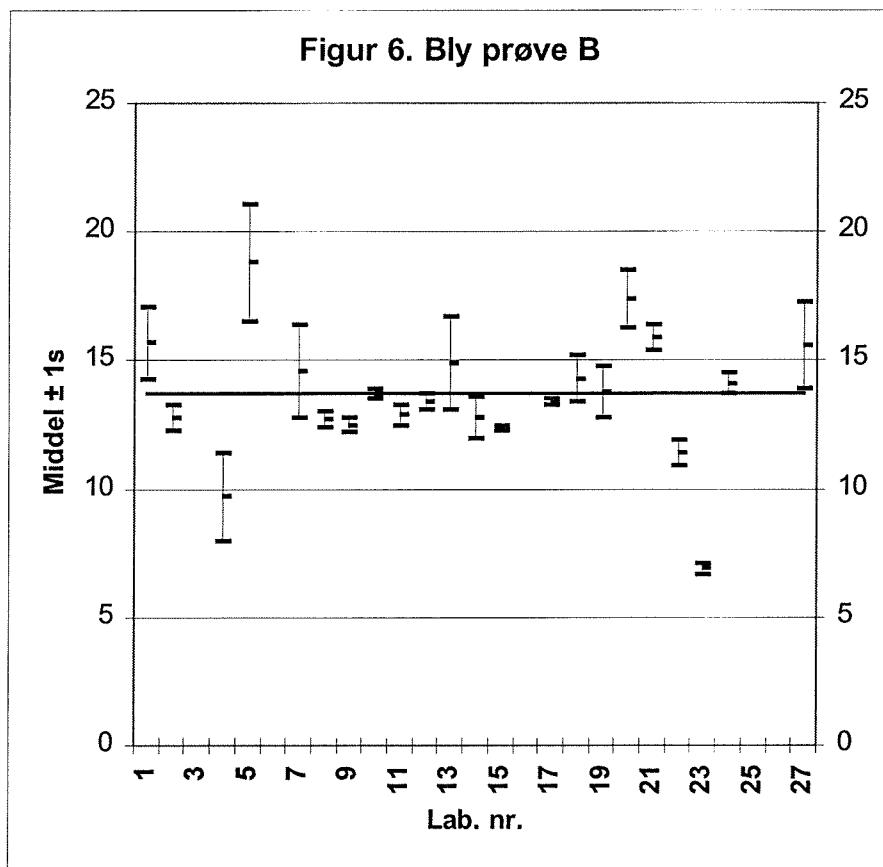


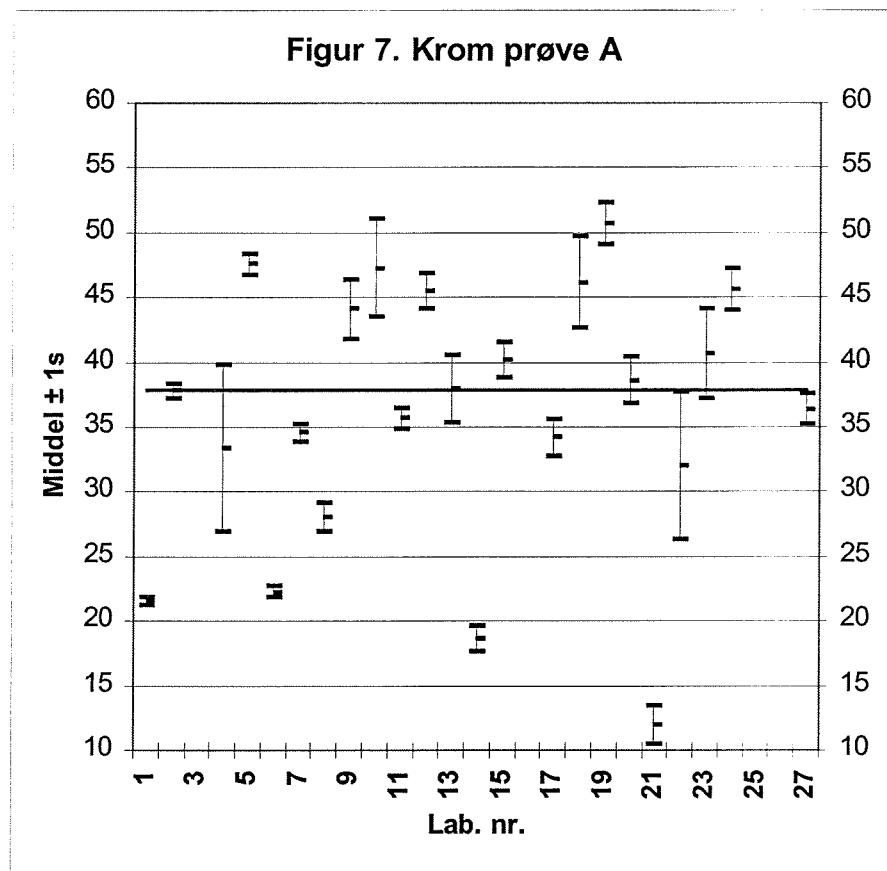


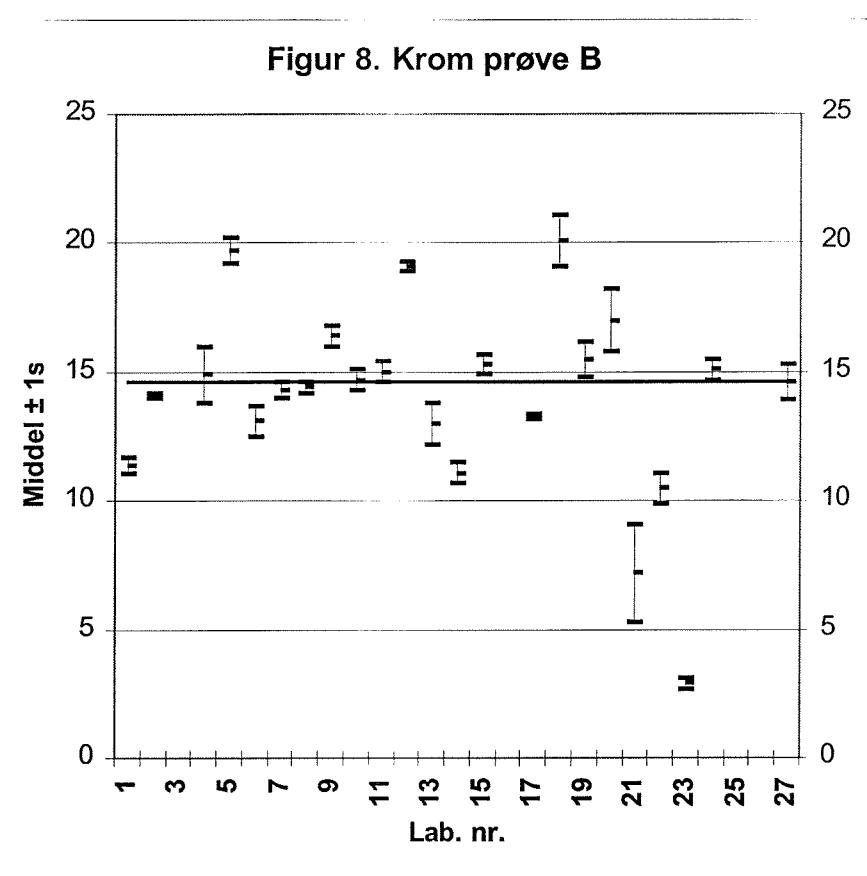


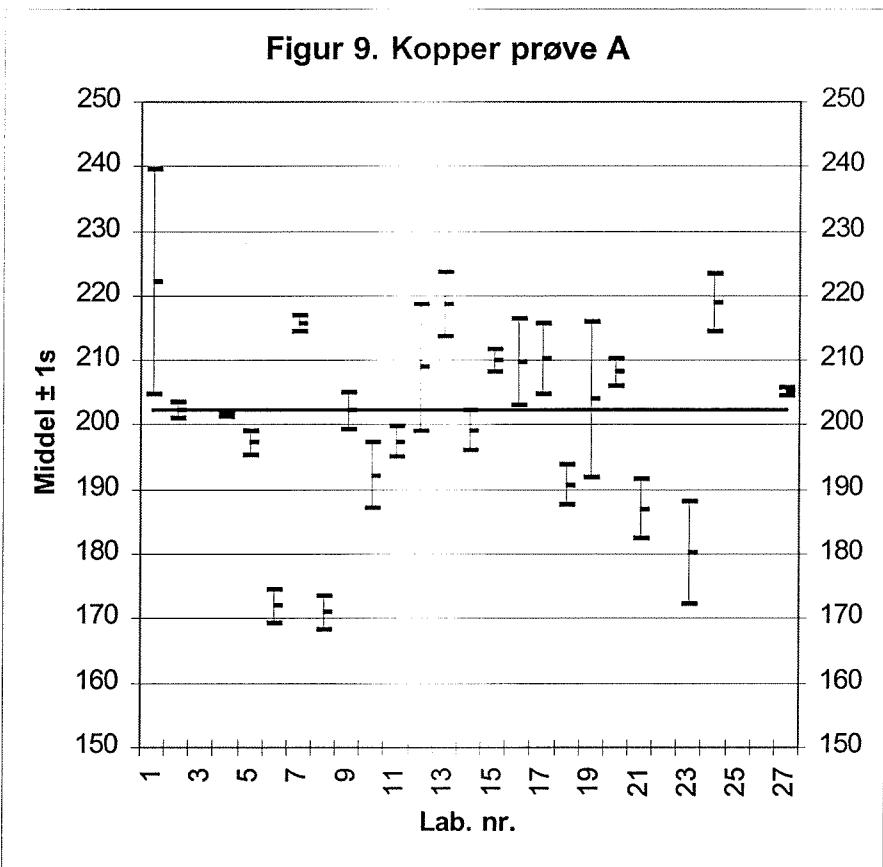


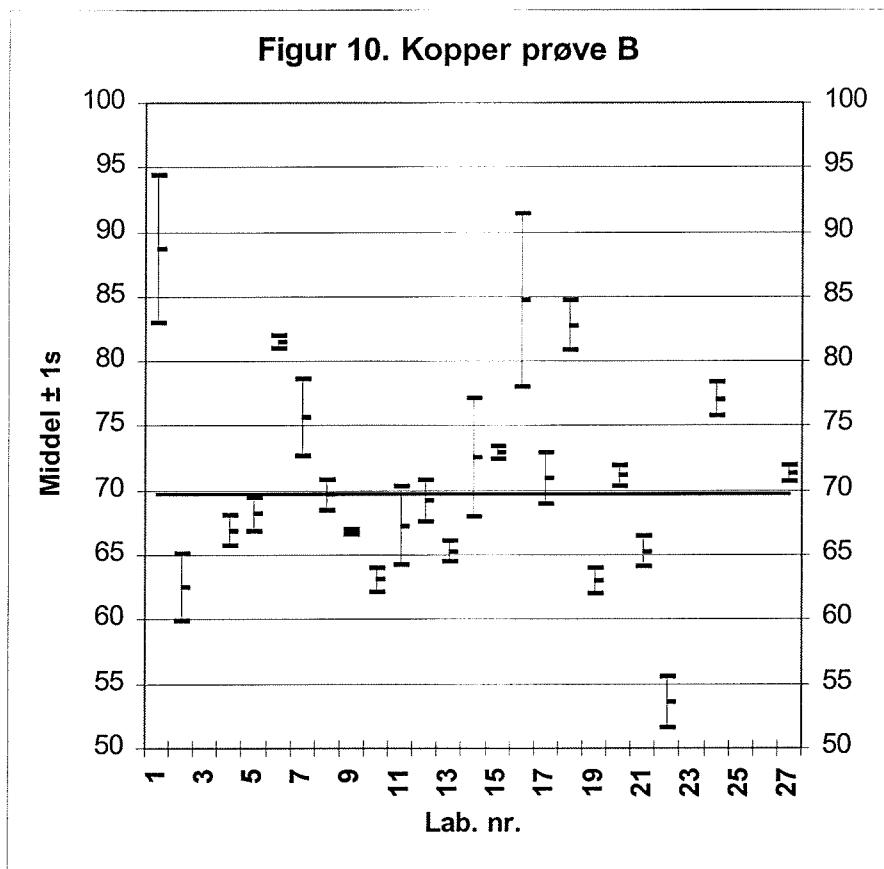


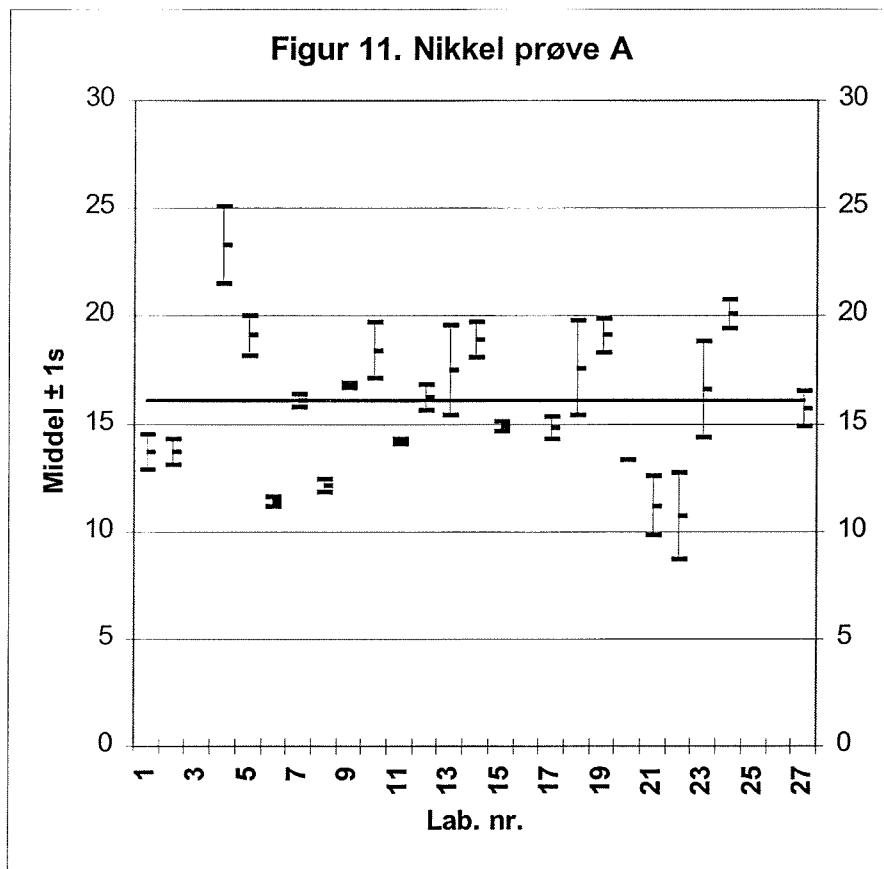


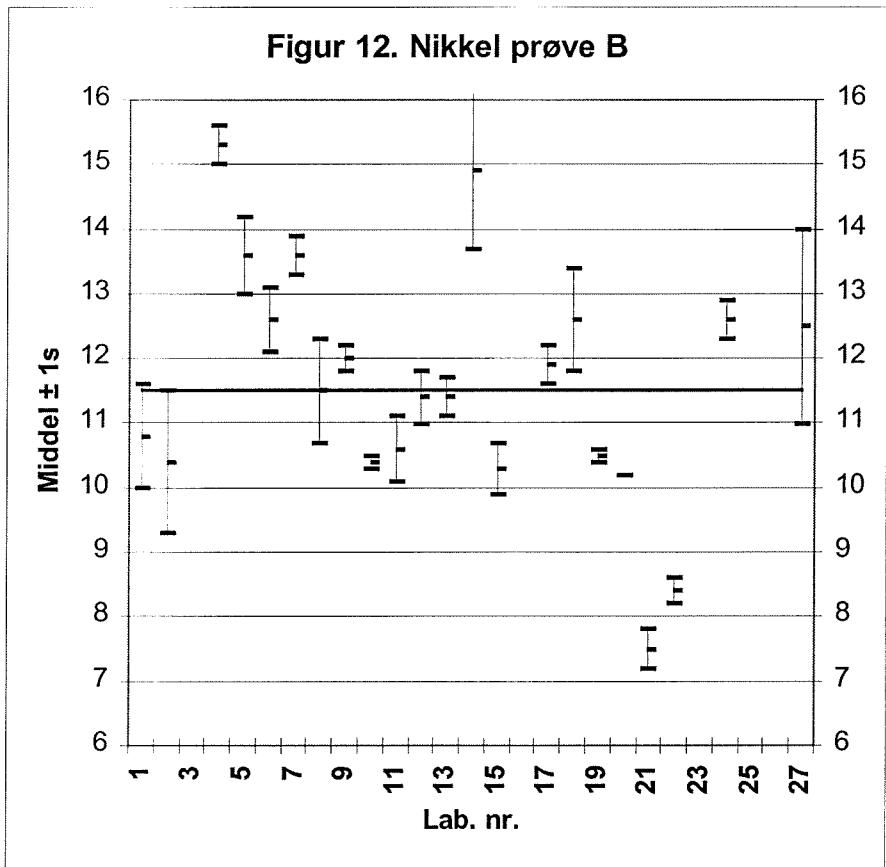


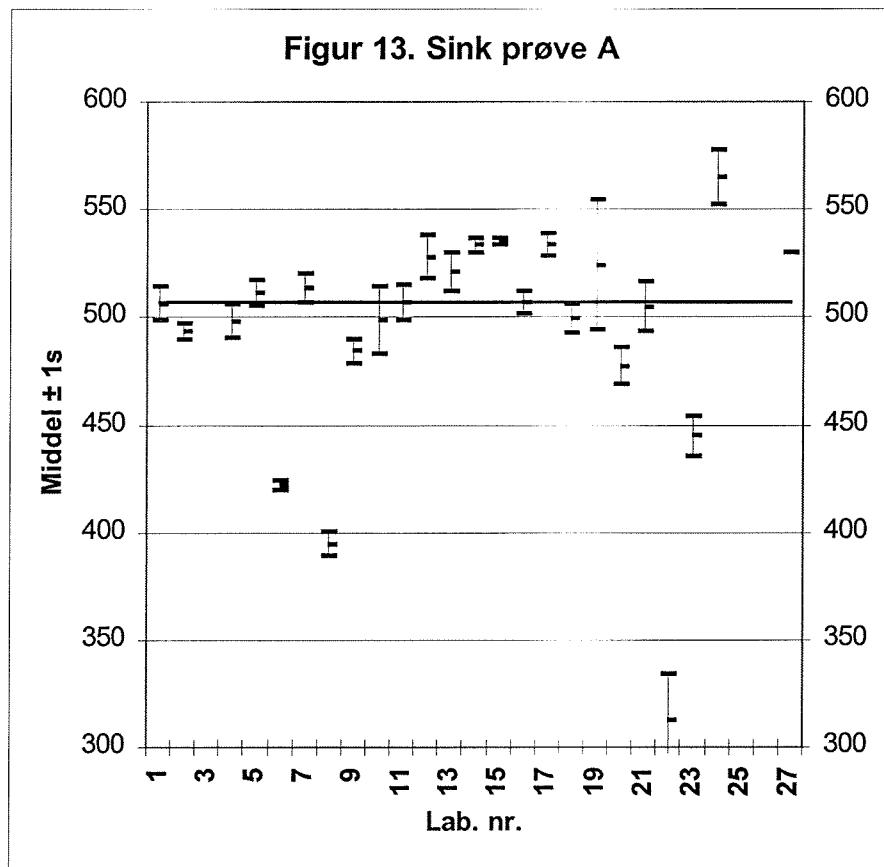
Figur 8. Krom prøve B

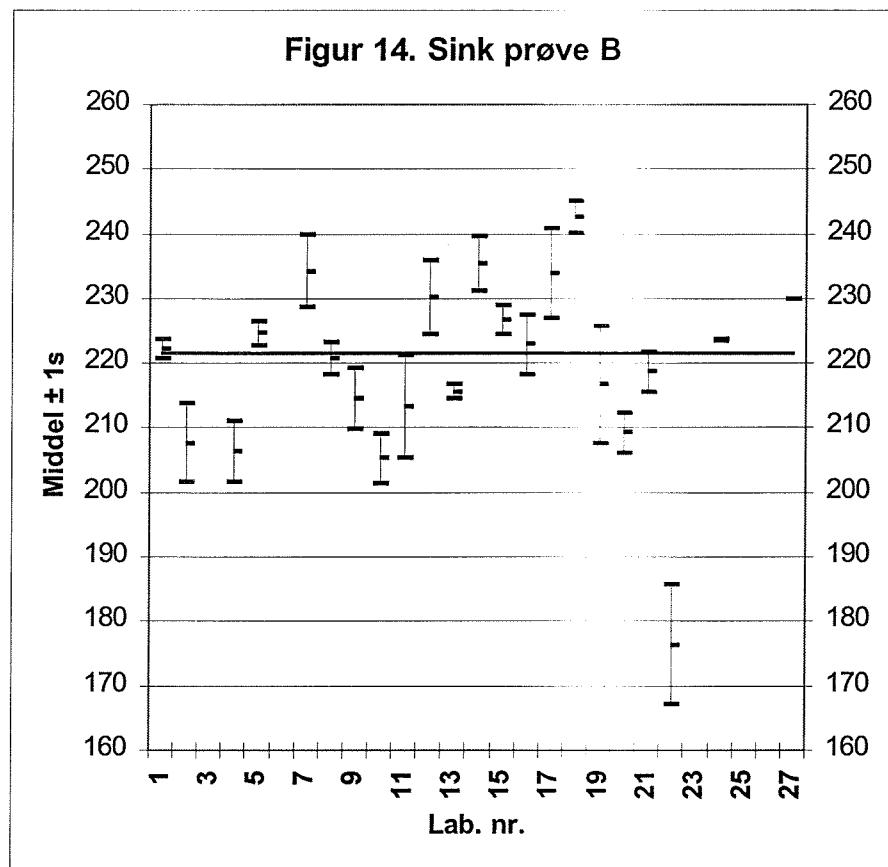


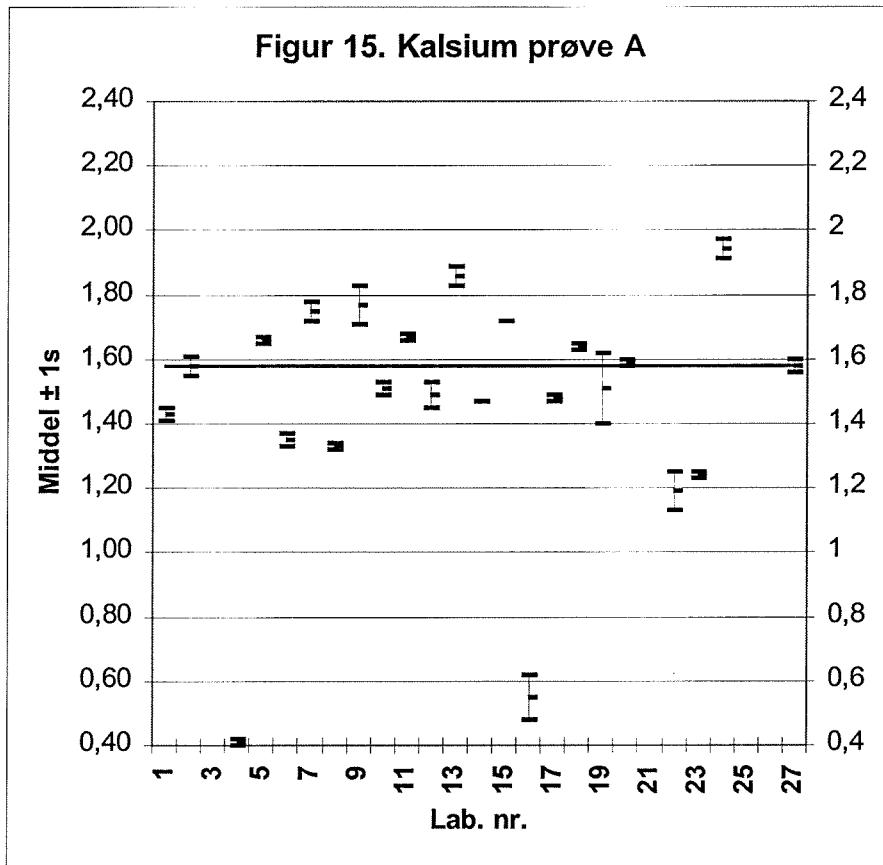


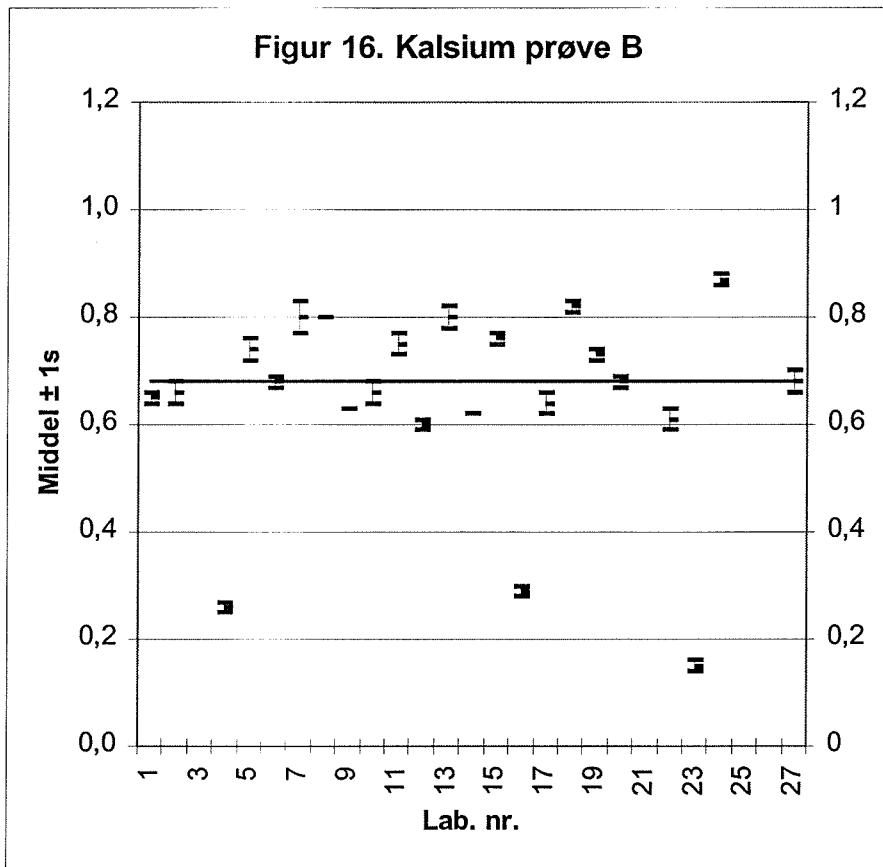


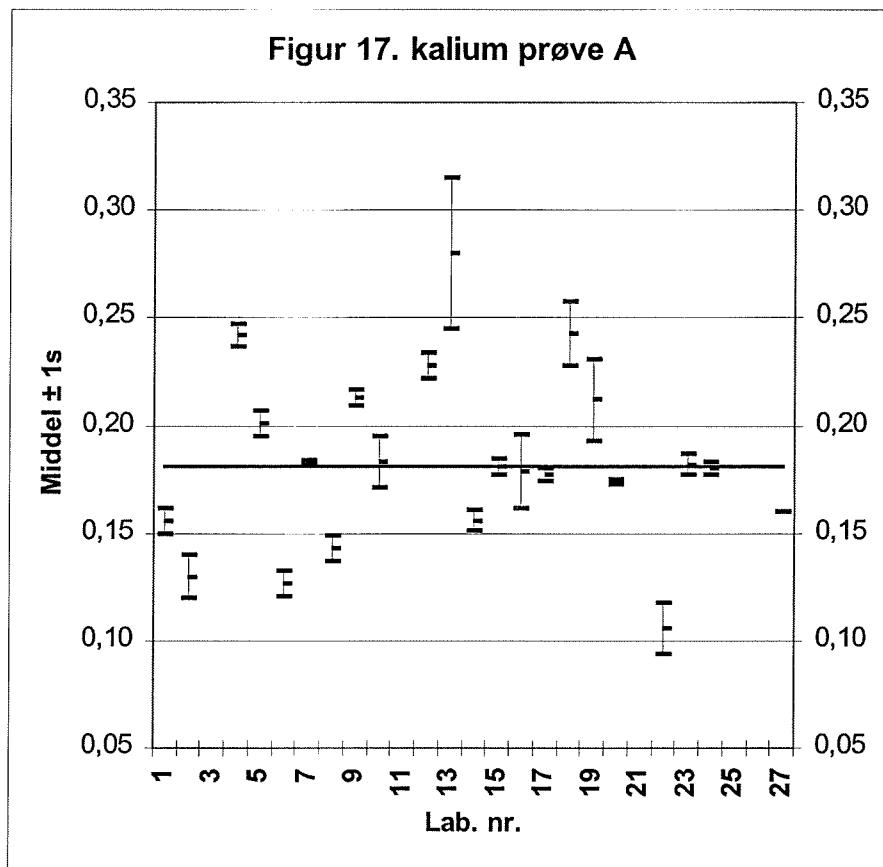


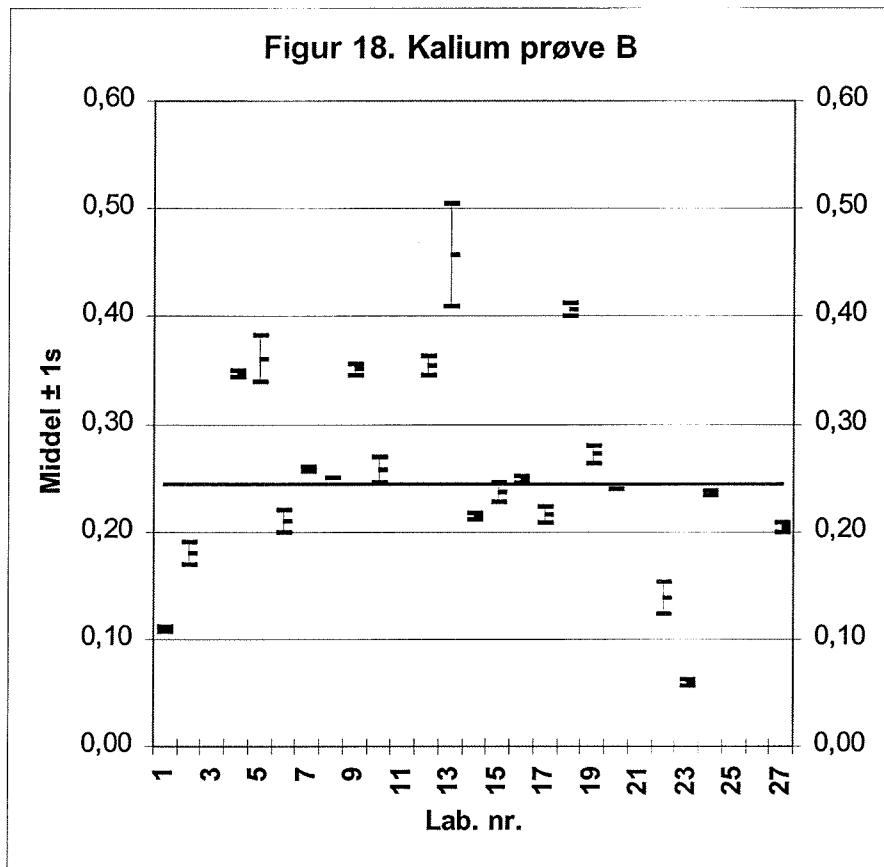


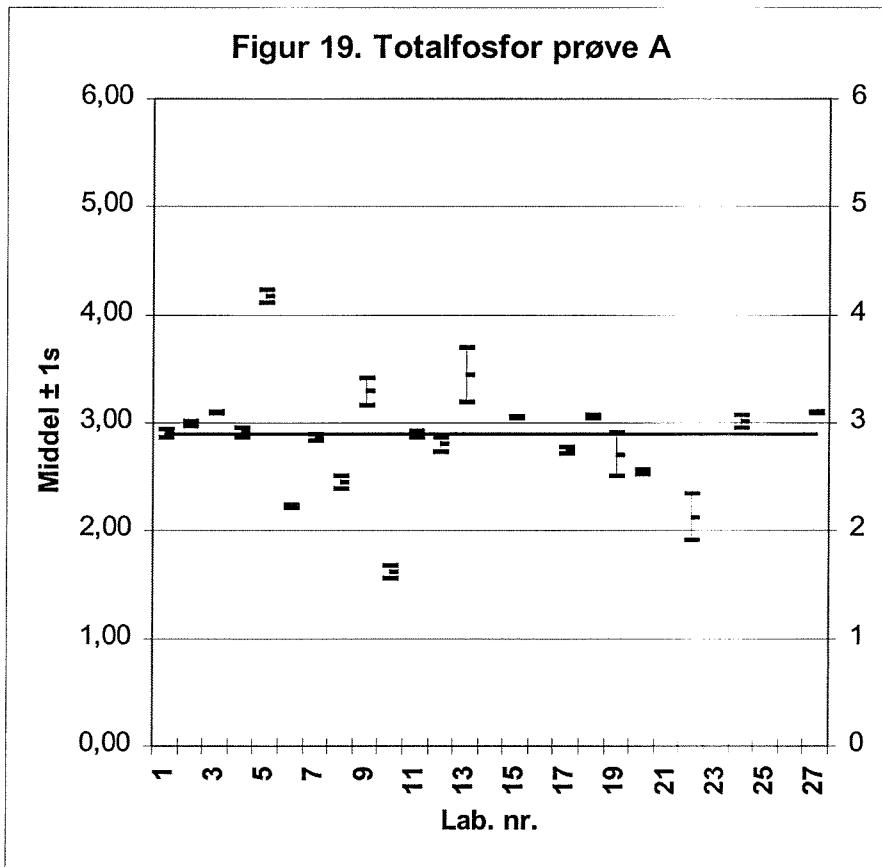


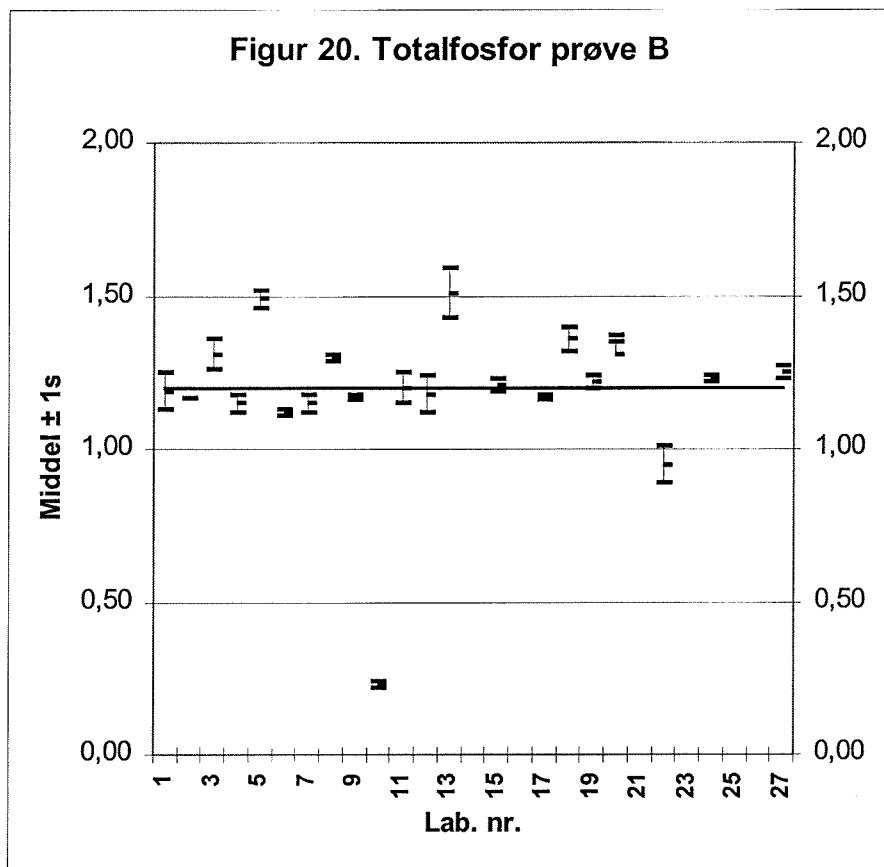


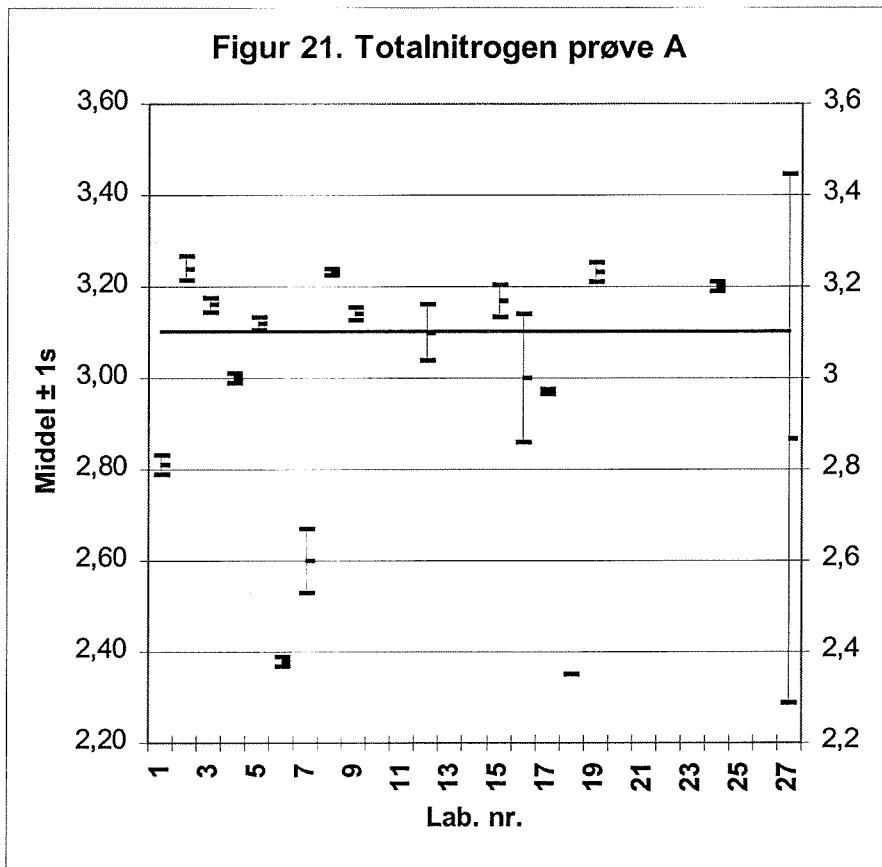


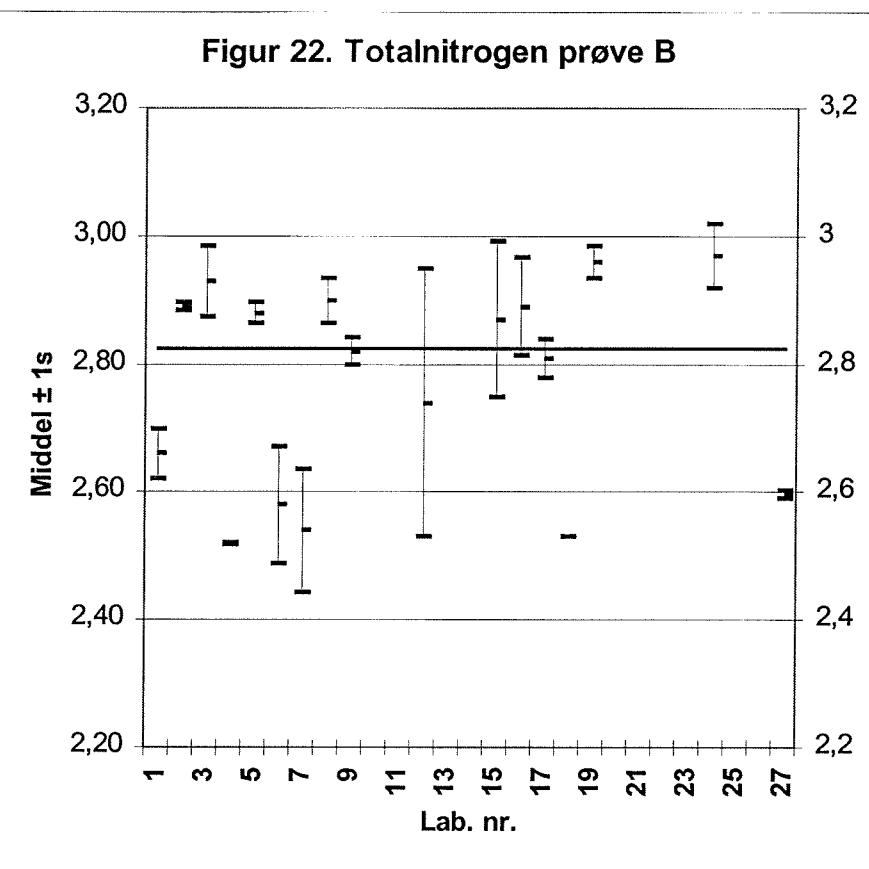


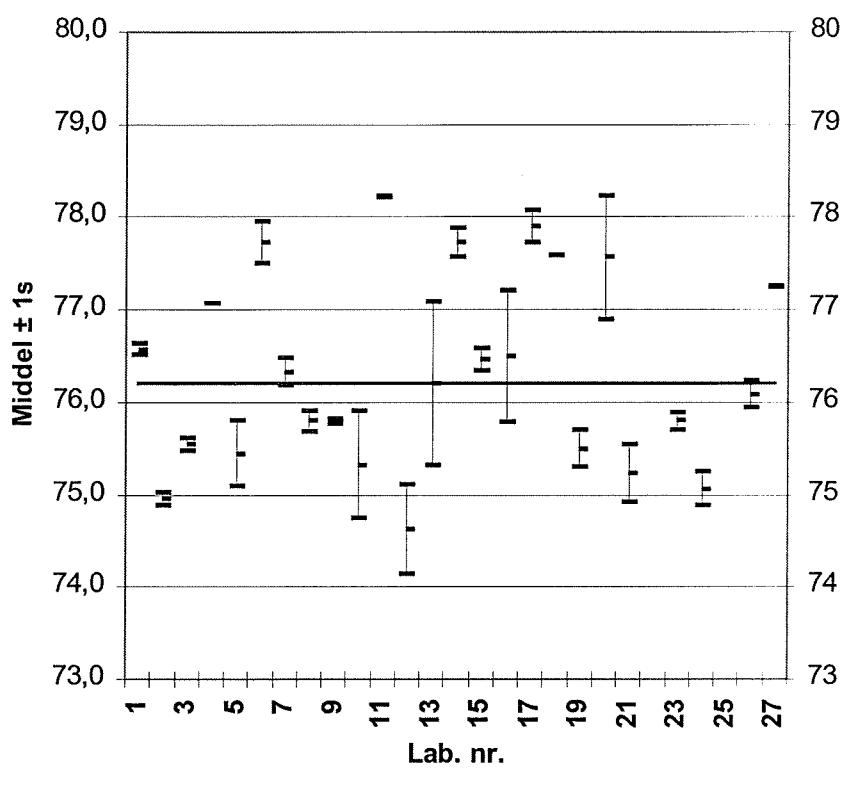


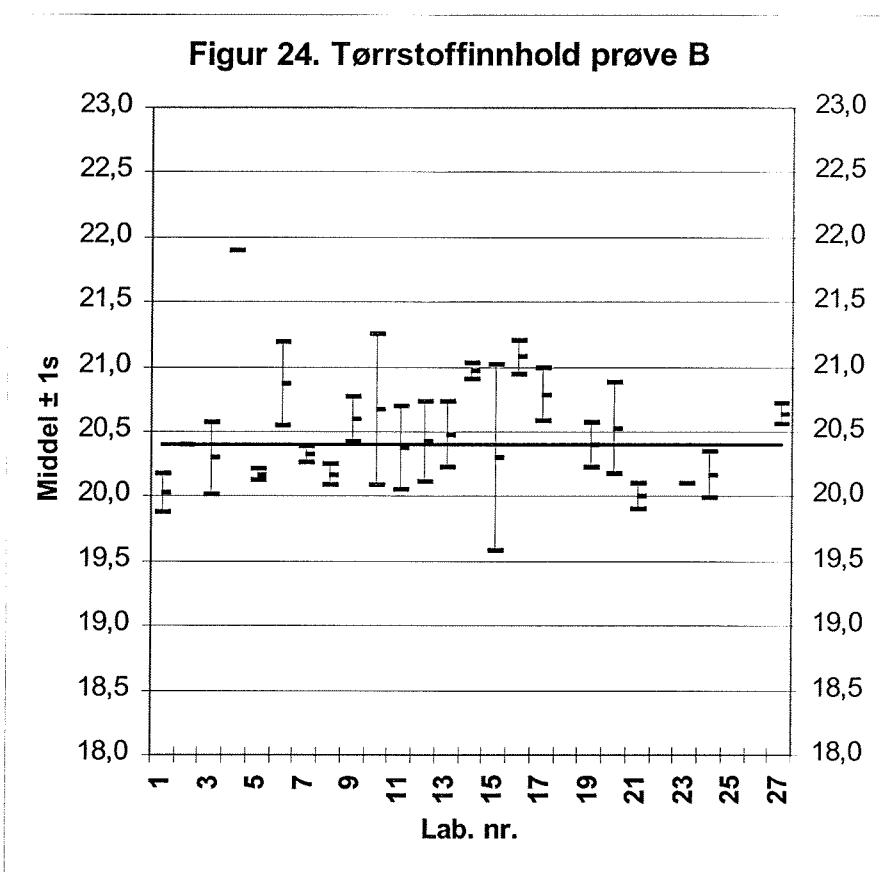


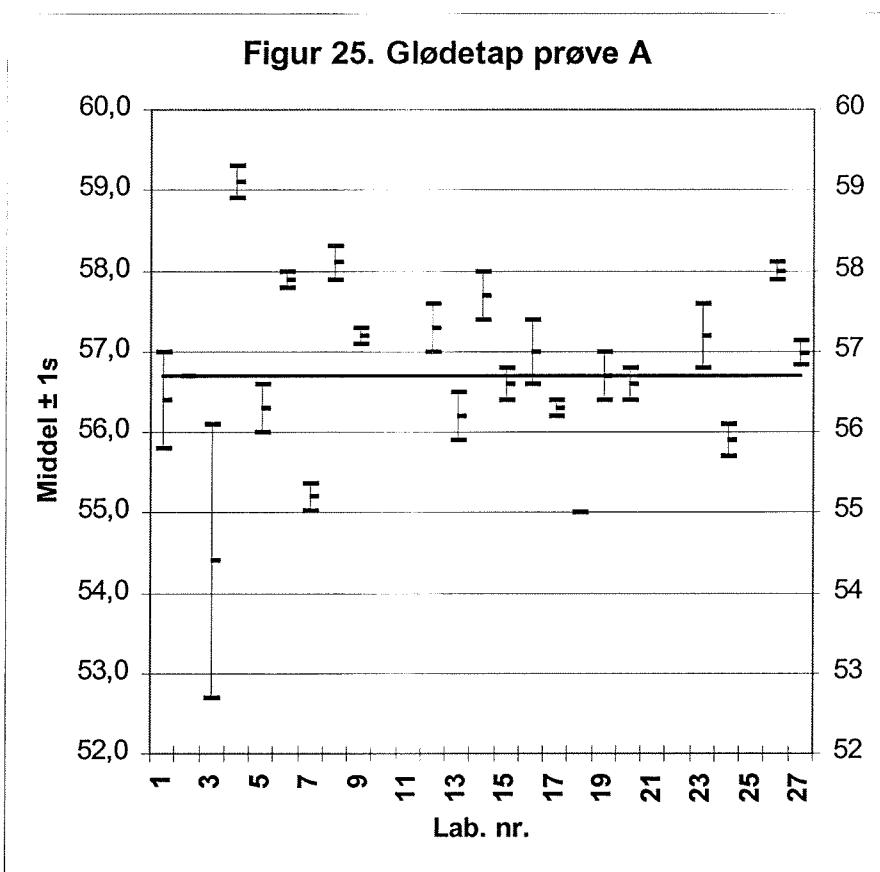
Figur 20. Totalfosfor prøve B

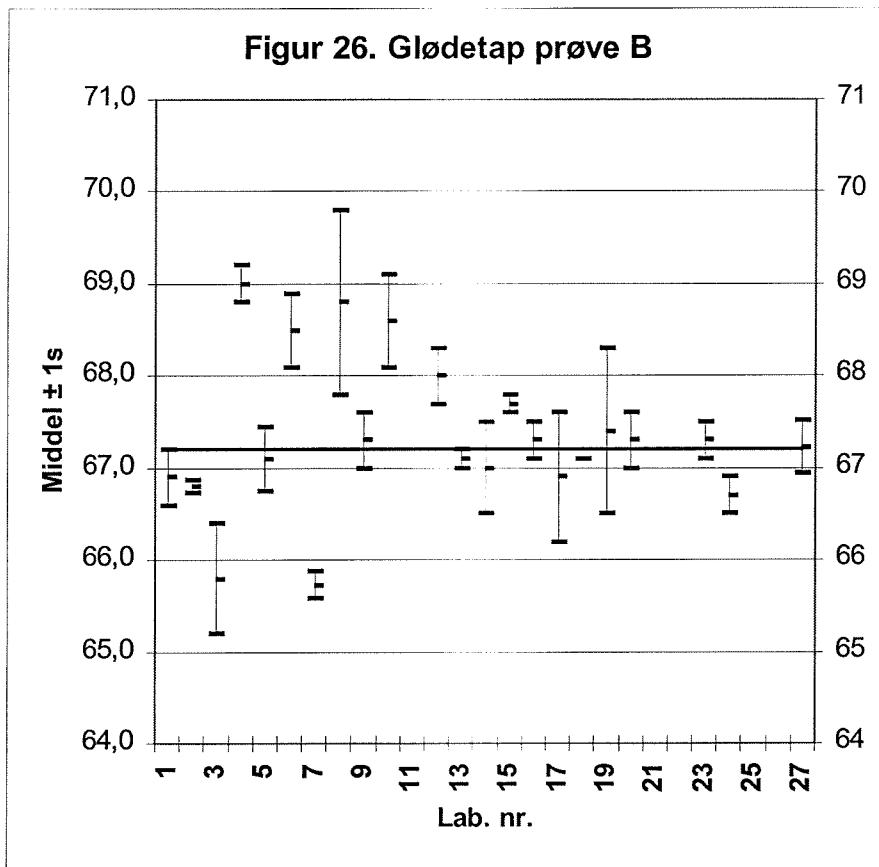


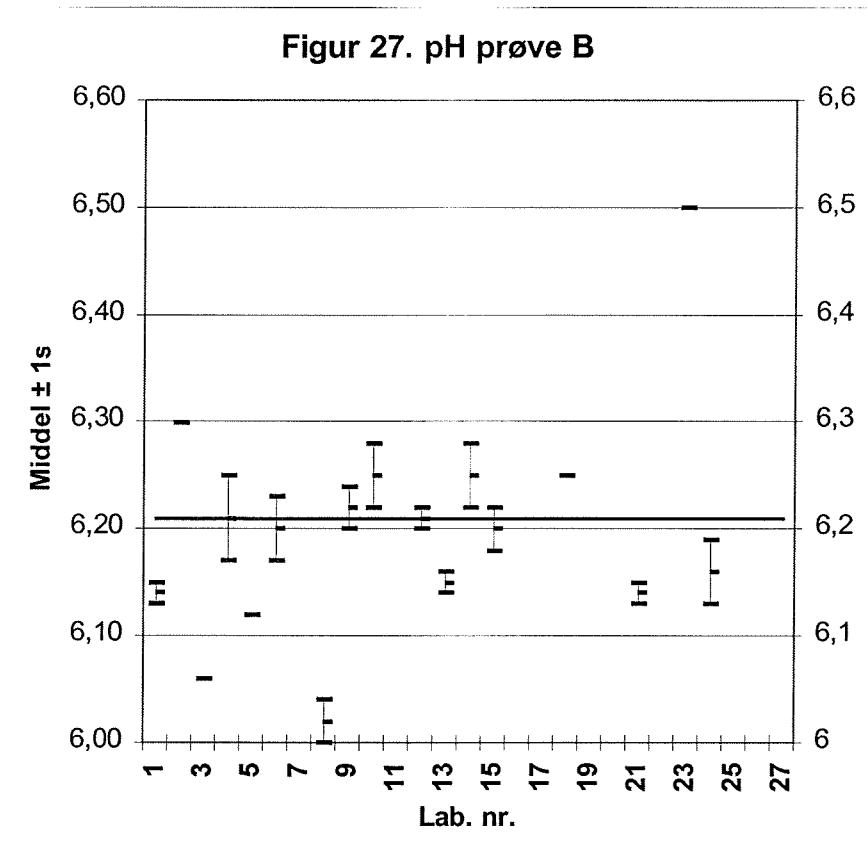
Figur 22. Totalnitrogen prøve B

Figur 23. Tørrstoffinnhold prøve A

Figur 24. Tørrstoffinnhold prøve B

Figur 25. Glødetap prøve A





3.14 Glødetap

Laboratorienees enkeltresultater er gjengitt i Tabell 19, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 25 og 26. 23 laboratorier bestemte glødetapet i prøvene. Ett laboratorium (nr. 7) rapporterte gløderesten istedenfor glødetapet for begge prøvene, og disse resultatene ble omregnet til glødetap. Laboratorium nr. 21 rapporterte resultatene i mg/g istedenfor %, og dette er også regnet om. Etter disse endringene er alle resultatene akseptable for begge prøver.

3.15 pH i vannuttrekk

Laboratorienees enkeltresultater er gjengitt i Tabell 20, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 27. 20 laboratorier rapporterte pH for et vannuttrekk av slamprøve B. Åtte av laboratoriene rapporterte pH også for den tørkede og knuste prøven, selv om dette ikke var forutsatt. 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 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. Tre av resultatene for pH er over 7, 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 de generelle krav til den totale feil som 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 kjenner den sanne verdi, vet vi ikke i hvor "riktige" resultatene er. Det vi finner et uttrykk for ved denne vurderingen er hvor sammenlignbare er 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 totaloppløsning med flussyre, sett i forhold til oppslutning med 7 mol/l salpetersyre, eller oppslutning med kongevann som gir noe høyere resultater for enkelte metaller. Dette kan ses av Tabell 2 hvor laboratorium 5B har benyttet kongevann og z-score er vesentlig 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 $\pm 20\%$. 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 slamprøvne. 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	-0,3	-0,8	-1,3	6,2	0,5	1,5	-4,3	-2,2	1,0	2,7	-1,5	-0,6	0,0	0,0
2	-0,3	-0,7	-0,3	0,2	-0,7	0,0	-0,3	0,0	-1,0	-1,5	-1,0	-0,3	-0,3	-0,6
3	4	7,4	9,7	-1,5	-0,9	-2,9	-2,9	-1,2	0,2	0,0	-0,4	4,5	3,3	-0,2
5	1,3	-0,3	2,4	7,6	1,5	3,7	2,6	3,5	-0,2	-0,2	1,8	1,9	0,1	0,1
5B	1,4	0,3	4,7	11,4	1,9	2,9	4,4	4,2	0,6	0,2	2,0	0,5	0,2	0,0
6	-1,2	25,5	-1,8	118,4	-2,7	35,8	-4,1	-1,0	-1,5	1,7	-2,9	0,9	-1,7	76,5
7	1,7	0,3	-0,1	0,6	0,4	0,6	-0,9	-0,2	0,7	0,9	0,0	1,8	0,1	0,6
8	-0,9	2,0	-0,5	-2,0	-2,3	-0,7	-2,6	-0,1	-1,5	0,0	-2,5	0,0	-2,2	0,0
9	-0,5	-2,0	-1,3	-0,4	-1,1	-0,9	1,7	1,7	0,0	-0,4	0,4	0,4	-0,4	-0,3
10	-0,2	-2,5	-0,1	0,4	0,4	0	2,5	0,0	-0,5	-0,9	1,4	-0,9	-0,2	-0,7
11	-0,1	-0,6	-1,0	-0,6	0,4	-0,6	-0,5	0,3	-0,2	-0,3	-1,2	-0,8	0,0	-0,4
12			2,5	1,8	-0,8	-0,2	2,0	3,1	0,4	-0,1	0,0	-0,1	0,4	0,4
13	0,5	0,2	0,1	-0,3	1,7	0,9	0,1	-1,1	0,8	-0,6	0,8	-0,1	0,3	-0,3
14			-1,9	0,2	-0,2	-0,7	-5,1	-2,4	-0,1	0,4	1,7	2,9	0,5	0,6
15	0,1	0,9	1,1	0,3	0,5	-1	0,6	0,5	0,4	0,5	-0,8	-1,1	0,6	0,2
16			4,1	0,1	-3,7				0,4	0,2	-0,8	0,3	0,5	0,6
17	0,1	2,0	0,2	1,3	0,4	-0,2	-1,0	-0,9	0,4	0,2	2,1	0,0	0,1	0,1
18	0,0	40,0	0,7	-1,6	-0,9	0,4	2,2	3,8	-0,5	1,9	0,9	1,0	-0,1	1,0
19			-0,4	2,5	-0,3	0,1	3,4	0,6	0,1	-1,0	1,9	-0,9	0,3	-0,2
20	-0,1	0,0	-0,2	-4,1	0	2,7	0,2	1,7	0,3	0,2	-1,7	-1,1	-0,6	-0,5
21	6,6	4,7	0,3	0,5	0,4	1,6	-6,8	-5,1	-0,7	-0,6	-3,0	-3,5	0,0	-0,1
22	0,7	1,6	-3,2	-1,3	-1,7	-1,6	-1,5	-2,8	-3,1	-2,3	-3,4	-2,7	-3,8	-2,0
23	4,6	-0,2	4,2	-4,1	11,8	-5	0,8	-8,0	-1,1	-7,8	0,3	-8,2	-1,2	-7,8
24	-0,5	-1,5	0,7	-0,2	-1,7	0,3	2,1	0,3	0,9	1,1	2,5	1,0	1,1	0,1
25	-3,5	-8,8	-5,8	<-4,0	-6,5	<-7,9								
26														
27	3,1	0,8	-0,1	6,8	0	1,4	-0,4	0	0,2	0,2	-0,3	0,8	0,5	0,4
% aksept.	75	70	76	75	76	79	57	65	96	83	74	78	92	92

NIVA 4490-2002

Lab.nr.	Ca A	Ca B	KA	KB	TOT-PA	TOT-PB	TOT-NA	TOT-NB	TTS A	TTS B	TGT A	TGT B	pHB
1	-0,9	-0,5	-1,4	-5,6	0,0	-0,1	-0,9	-0,6	0,0	-0,2	-0,1	0,0	-0,7
2	0,0	-0,3	-2,8	-2,6	0,3	-0,3	0,4	0,2	-0,2	0,0	0,0	-0,1	0,9
3					0,7	0,9	0,2	0,4	-0,1	0,0	-0,4	-0,2	-1,5
4	-7,4	-6,1	3,4	4,2	0,0	-0,4	-0,3	-1,1	0,1	0,7	0,4	0,3	0,0
5	0,5	0,9	1,1	4,8	4,4	2,4	0,1	0,2	-0,1	-0,1	0,0	0,0	-0,9
5 B	1,0	0,3	4,5	5,3	4,8	2,3							
6	-1,5	0,0	-3,0	-1,4	-2,3	-0,7	-2,3	-0,9	0,2	0,2	0,2	0,2	-0,1
7	1,1	1,8	0,1	0,6	-0,1	-0,4	-1,6	-1,0	0,0	0,0	-0,3	-0,2	
8	-1,6	1,8	-2,1	0,2	-1,6	0,8	0,4	0,3	-0,1	-0,1	0,3	0,2	-1,9
9	1,2	-0,8	1,8	4,4	1,3	-0,2	0,1	0,0	-0,1	0,1	0,1	0,0	0,1
10	-0,4	-0,2	0,1	0,5	-4,4	-8,1			-0,1	0,1	-1,2	0,2	0,4
11	0,6	1,0			0,0	0,0			0,3	0,0			
12	-0,6	-1,2	2,6	4,5	-0,4	-0,2	0,0	-0,3	-0,2	0,0	0,1	0,1	0,0
13	1,8	1,8	5,5	8,7	1,9	2,6			0,0	0,0	-0,1	0,0	-0,6
14	-0,7	-1,0	-1,4	-1,2					0,2	0,3	0,2	0,0	0,4
15	0,9	1,2	0,0	-0,3	0,5	0,1	0,2	0,2	0,0	0,0	0,0	0,1	-0,1
16	-6,5	-5,8	-0,1	0,2		46,9	-0,3	0,2	0,0	0,3	0,1	0,0	
17	-0,6	-0,5	-0,2	-1,2	-0,5	-0,2	-0,4	-0,1	0,2	0,2	-0,1	0,0	13,0
18	0,4	2,1	3,4	6,7	0,5	1,4	-2,4	-1,0	0,2	4,2	-0,3	0,0	0,4
19	-0,4	0,7	1,7	1,1	-0,7	0,2	0,4	0,5	-0,1	0,0	0,0	0,0	8,9
20	0,1	0,0	-0,4	-0,3	-1,2	1,3			0,2	0,1	0,0	0,0	14,7
21									-0,1	-0,2			-0,8
22	-2,5	-1,0	-4,1	-4,3	-2,7	-2,1			-0,1	-0,1	0,1	0,0	2,9
23	-1,8	-7,7	0,1	-7,6					-0,2	-0,1	-0,1	-0,1	-0,5
24	2,3	2,8	-0,1	-0,3	0,4	0,3	0,3	0,5	-0,2	-0,1			
25													
26										0,0	0,1	0,0	0,2
27	0,0	0,0	-1,2	-1,6	0,7	0,4	-0,8	-0,8	0,1	0,1	0,0	0,0	
% akzept.	83	78	64	55	81	77	88	100	100	96	100	100	80

Det er ingen analysemetode som skiller seg spesielt ut fra de andre når det gjelder andelen akseptable resultater blant de deltagende laboratorier, forutsatt at konsentrasjonen er høy nok til at metoden kan anvendes direkte. Ved lave konsentrasjoner må man som en generell regel ha muligheten for å velge en tilstrekkelig følsom metode til selve sluttbestemmelsen. Ved kontrollanalyse av kommunalt avløpsslam burde ikke dette representer noe stort problem, for de fleste laboratorier vil kontroll av kontaminering og korreksjon for mulige interferenser være mer vesentlig for kvaliteten av analyseresultatene.

Tabell 3. Vurdering av de enkelte laboratoriers resultater for tungmetallene Hg, Cd, Pb, Cr, Cu, Ni og Zn ved slamringtest nr. 7, 2001. 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	12	8	67	57
2	14	14	100	100
3				
4	14	8	57	57
5	14	9	64	64
5B	14	9	64	64
6	14	7	50	50
7	14	14	100	100
8	14	10	71	71
9	14	14	100	100
10	14	12	86	86
11	14	14	100	100
12	12	10	83	71
13	14	14	100	100
14	12	9	75	64
15	14	14	100	100
16	7	4	57	29
17	14	14	100	100
18	14	11	79	79
19	12	10	83	71
20	14	12	86	86
21	14	8	57	57
22	14	7	50	50
23	14	5	36	36
24	14	12	86	86
25	6	0	0	0
26				
27	14	12	86	86
Middel	12,6	9,9	75	72

For bestemmelse av kvikksølv var kalddamp atomabsorpsjon nesten enerådende teknikk, men to laboratorier har angitt at de benyttet atomfluorescens ved bestemmelsen. For de øvrige metallene benyttet opp til ti laboratorier ICP til selve sluttbestemmelsen. 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 høytopløselig ICP-MS til sluttbestemmelsen, og har fått en hel del resultater som ligger noe lavere enn 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 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 prøvingssammenligningen. Disse to metallene er dessuten tilstede i høye konsentrasjoner sett i forhold til de anvendte metodenes deteksjonsgrenser. Derimot er andel akseptable resultater for krom vesentlig lavere, noe som blant annet skyldes at effektiviteten ved oppslutningstrinnet påvirker sluttresultatet.

Ved vurdering av de enkelte laboratorieters 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 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 antallrapporterte resultater, er gjengitt i Tabell 3. Av denne fremgår det at 13 av 27 laboratorier har mer enn 80 % akseptable middelverdier blant sine innsendte analyseresultater for tungmetallene, og tre av disse hadde akseptable resultater for alle sine innsendte verdier. 6 laboratorier har mellom 60 og 80 % akseptable resultater, mens 1 laboratorium har færre enn 40 % akseptable resultater. Det er noe svakere enn ved forrige prøvingssammenligning for kommunalt slam.

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 tre slamprøvene (medianverdien av laboratoriernes 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 tre 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 referansematerialer 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 9604 er også gjengitt.

Metall	Tillatt maksimalinnhold			Medianverdier	
	Jordbruks-areal	Grøntareal	Prøve A	Prøve B	Prøve C
Hg	5	7	1,57	1,23	1,09
Cd	4	10	1,17	0,99	1,47
Pb	100	300	40,6	33,6	32,2
Cr	125	200	18,6	17,4	25,9
Cu	1000	1500	446,3	421,3	196,3
Ni	80	100	12,0	12,1	37,3
Zn	1500	3000	374,6	330,3	434,9

5. Henvisninger

- Miljøverndepartementet: Forskrift om avløpsslam. Fastastt av Sosial- og helsedepartementet og Miljøverndepartementet 2. januar 1995. T - 1075. ISBN 82-457-0035-5.
- W.J. Dixon: Biometrics 1953, 9, 74.

TILLEGG 1**INNHOLDSDEKLARASJON AV SLAM**

Renseanlegg

Slambehandlingsmetode

Prøvetakingsperiode

.....

PRODUKTFAKTA

pH	
Tørrstoff (TS), %	
Organisk stoff, % av TS	
Kjeldahl-Nitrogen, % av TS	
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 2001.**

Navn	Poststed
Alex Stewart AS - Hardanger Miljøsenter	5750 Odda
AnalyCen AS	1506 Moss
ANØ Miljøkompetanse	2027 Kjeller
Buskerud Vann- og Avløpssenter AS	3023 Drammen
Chemlab Services AS	5812 Bergen
HiA, Analyselaboratoriet	4601 Kristiansand
Labnett Lillehammer	2624 Lillehammer
Miljølaboratoriet i Telemark	3701 Skien
Namdal Analysesenter	7800 Namsos
NINA-NIKU	7485 Trondheim
NIVA	0411 Oslo
NMT i Asker og Bærum	1361 Østerås
Næringsmiddelkontrollen i Trondheim	7047 Trondheim
Næringsmiddeltilsynet i Salten	8013 Bodø
Næringsmiddeltilsynet i Sandefjord	3202 Sandefjord
Næringsmiddeltilsynet i Tønsberg	3103 Tønsberg
Oslo kommune, Vann- og avløpsetaten	0506 Oslo
4Planteforsk Holt	9292 Tromsø
Renor AS	1930 Aurskog
Rogalandsforskning - Miljølaboratoriet	4068 Stavanger
Romsdal næringsmiddeltilsyn	6415 Molde
Sentralrenseanlegget RA-2	2011 Strømmen
SERO AS	1375 Billingstad
SINTEF Kjemi	0314 Oslo
Skolmar Jordlaboratorium	3205 Sandefjord
VEAS	3470 Slemmestad
WestLab Services AS	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										
2	0,910	0,900	0,900	0,90	0,01	0,410	0,410	0,390	0,40	0,01
3										
4	1,900	1,440	1,510	(1,62)	0,25	0,910	0,860	0,830	(0,87)	0,04
5	1,075	1,042	1,041	1,05	0,02	0,421	0,412	0,448	0,43	0,02
6	0,810	0,860	0,790	0,82	0,04	1,550	1,470	1,660	(1,56)	0,10
7	1,100	1,220	0,932	1,08	0,14	0,438	0,514	0,402	0,45	0,06
8	0,800	0,890		0,85	0,06	0,510	0,520	0,560	0,53	0,03
9	0,910	0,850	0,880	0,88	0,03	0,300	0,340	0,410	0,35	0,06
10	1,201	0,701	0,823	0,91	0,26	0,304	0,352	0,333	0,33	0,02
11	0,890	0,970	0,910	0,92	0,04	0,410	0,380	0,450	0,41	0,04
12										
13	0,940	1,020	0,980	0,98	0,04	0,460	0,390	0,490	0,45	0,05
14										
15	0,928	0,942	0,946	0,94	0,01	0,493	0,512	0,440	0,48	0,04
16										
17	0,900	0,910	1,010	0,94	0,06	0,530	0,557	0,493	0,53	0,03
18	0,940	0,980	0,880	0,93	0,05	2,300	2,130	2,170	(2,20)	0,09
19										
20	0,965	0,934	0,870	0,92	0,05	0,375	0,465	0,475	0,44	0,06
21	1,910	1,410	1,290	(1,54)	0,33	0,690	0,670	0,580	0,65	0,06
22	1,084	0,837	1,070	1,00	0,14	0,503	0,555	0,469	0,51	0,04
23	1,220	1,430	1,410	1,35	0,12	0,460	0,610	0,220	0,43	0,20
24	0,818	0,910	0,925	0,88	0,06	0,393	0,361	0,364	0,37	0,02
25	0,541	0,650	0,619	(0,60)	0,06	0,115	0,026	0,020	(0,05)	0,05
26										
27	1,160	1,100	1,400	1,22	0,16	0,460	0,470	0,500	0,48	0,02
Medianverdi				0,93	0,06				0,44	0,04
Middelverdi				0,98	0,10				0,45	0,05
Standardavvik				0,14					0,08	
Antall				17					16	
5B	0,99	1,06	1,09	1,05	0,05	0,44	0,47	0,45	0,45	0,02

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	1,870	2,040	1,760	1,89	0,14	0,920	0,940	0,960	0,94	0,02
2	2,360	2,330	2,280	2,32	0,04	0,570	0,560	0,550	0,56	0,01
3										
4	1,830	1,870	1,850	1,85	0,02	0,540	0,490	0,560	0,53	0,04
5	2,530	2,870	2,660	2,69	0,17	1,020	1,000	1,050	1,02	0,03
6	1,810	1,780	1,760	1,78	0,03	7,400	7,700	7,250	(7,45)	0,23
7	2,070	2,120	2,260	2,15	0,10	0,640	0,600	0,610	0,62	0,02
8	2,090	2,040	2,080	2,07	0,03	0,470	0,460	0,470	0,47	0,01
9	1,980	1,840	1,870	1,90	0,07	0,520	0,680	0,470	0,56	0,11
10	2,170	2,190	2,200	2,19	0,02	0,589	0,600	0,621	0,60	0,02
11	1,940	1,960	1,940	1,95	0,01	0,540	0,550	0,540	0,54	0,01
12	2,660	2,780	2,720	2,72	0,06	0,660	0,690	0,700	0,68	0,02
13	2,250	2,190	2,150	2,20	0,05	0,600	0,560	0,530	0,56	0,04
14	1,950	1,590	1,760	1,77	0,18	0,587	0,588	0,593	0,59	0,00
15	2,360	2,500	2,350	2,40	0,08	0,560	0,610	0,630	0,60	0,04
16	3,300	2,940	2,920	3,05	0,21	0,620	0,520	0,610	0,58	0,06
17	2,350	1,990	2,320	2,22	0,20	0,690	0,630	0,650	0,66	0,03
18	2,360	2,370	2,240	2,32	0,07	0,470	0,490	0,500	0,49	0,02
19	2,000	2,290	1,990	2,09	0,17	0,799	0,745	0,628	0,72	0,09
20	2,040	2,060	2,310	2,14	0,15	0,352	0,337	0,329	0,34	0,01
21	2,300	2,100	2,300	2,23	0,12	0,640	0,670	0,520	0,61	0,08
22	1,550	1,343	1,523	1,47	0,11	0,502	0,494	0,514	0,50	0,01
23	2,990	3,190	3,070	3,08	0,10	0,335	0,351	0,340	0,34	0,01
24	2,450	2,270	2,240	2,32	0,11	0,560	0,570	0,570	0,57	0,01
25	1,091	0,862	0,771	(0,91)	0,16				(<0,35)	
26										
27	2,260	1,940	2,250	2,15	0,18	0,910	0,990	1,030	0,98	0,06
Medianverdi				2,17	0,10				0,58	0,02
Middelverdi				2,21	0,10				0,61	0,04
Standardavvik				0,38					0,17	
Antall				24					23	
5B	3,18	3,23	3,15	3,19	0,04	1,03	1,42	1,27	1,24	0,20

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	26,50	26,00	26,30	26,3	0,3	17,00	14,20	16,00	15,7	1,4
2	26,30	26,30	24,20	25,6	1,2	13,10	13,00	12,20	12,8	0,5
3										
4	19,41	16,68	17,06	17,7	1,5	10,80	10,53	7,68	9,7	1,7
5	24,30	32,20	29,40	28,6	4,0	18,90	16,50	21,10	18,8	2,3
6	18,80	17,90	17,90	18,2	0,5	63,40	62,20	62,80	(62,8)	0,6
7	25,90	27,00	25,40	26,1	1,1	15,10	13,30	15,80	14,6	1,8
8	19,20	18,50	20,00	19,2	0,8	12,90	12,90	12,40	12,7	0,3
9	23,10	21,40	22,20	22,2	0,9	12,20	12,80	12,50	12,5	0,3
10	25,50	26,60	26,00	26,0	0,6	13,80	13,50	13,80	13,7	0,2
11	25,06	26,76	25,91	25,9	0,9	13,11	12,51	13,16	12,9	0,4
12	24,40	24,30	20,40	23,0	2,3	13,50	13,60	13,10	13,4	0,3
13	29,90	26,70	31,10	29,2	2,3	14,80	16,80	13,20	14,9	1,8
14	24,10	24,40	25,20	24,6	0,6	13,50	13,00	11,90	12,8	0,8
15	26,00	26,00	26,50	26,2	0,3	12,30	12,30	12,50	12,4	0,1
16	16,80	16,00	14,40	15,7	1,2					
17	26,10	25,50	26,40	26,0	0,5	13,40	13,40	13,50	13,4	0,1
18	23,00	22,70	22,60	22,8	0,2	14,20	15,20	13,40	14,3	0,9
19	23,30	24,00	24,50	24,3	0,4	14,40	12,70	14,40	13,8	1,0
20	24,70	25,30	24,90	25,0	0,3	17,90	16,10	18,20	17,4	1,1
21	28,00	24,70	25,40	26,0	1,7	15,50	15,80	16,40	15,9	0,5
22	21,69	19,70	20,89	20,8	1,0	11,51	11,90	10,92	11,4	0,5
23	54,00	55,00	54,60	(54,5)	0,5	6,71	6,82	7,11	6,88	0,2
24	20,90	20,64	20,57	20,7	0,2	14,22	14,51	13,71	14,1	0,4
25	8,29	7,53	10,73	(8,85)	1,7				(<2,8)	
26										
27	24,75	24,40	26,10	25,1	0,9	15,05	14,26	17,60	15,6	1,7
Medianverdi					25,0	0,9			13,7	0,5
Middelverdi					23,7	1,0			14,0	0,8
Standardavvik					3,5				2,0	
Antall					23				21	
5B	26,7	31,1	29,2	29,0	2,2	16,7	16,4	19,6	17,6	1,8

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	21,40	22,00	21,50	21,6	0,3	11,30	11,70	11,20	11,4	0,3
2	37,20	38,30	38,00	37,8	0,6	14,00	14,20	14,20	14,1	0,1
3										
4	33,63	39,70	26,93	33,4	6,4	15,60	13,57	15,41	14,9	1,1
5	46,70	47,80	48,30	47,6	0,8	19,50	20,30	19,30	19,7	0,5
6	22,60	22,50	21,80	22,3	0,4	13,10	13,70	12,60	13,1	0,6
7	33,80	34,90	35,00	34,6	0,7	14,10	14,20	14,60	14,3	0,3
8	26,90	28,70	28,80	28,1	1,1	14,30	14,70	14,30	14,4	0,2
9	43,36	46,60	42,25	44,1	2,3	16,34	16,15	16,80	16,4	0,3
10	51,30	46,80	43,80	47,3	3,8	14,70	14,30	15,00	14,7	0,4
11	36,64	35,31	35,28	35,7	0,8	15,41	15,03	14,62	15,0	0,4
12	45,70	44,10	46,80	45,5	1,4	18,90	19,10	19,20	19,1	0,2
13	37,90	40,62	35,50	38,0	2,6	13,66	13,11	12,11	13,0	0,8
14	17,60	19,40	19,10	18,7	1,0	11,30	10,60	11,30	11,1	0,4
15	38,90	40,10	41,70	40,2	1,4	15,70	15,30	15,00	15,3	0,4
16										
17	32,60	35,30	34,60	34,2	1,4	13,30	13,30	13,20	13,3	0,1
18	50,10	45,00	43,50	46,2	3,5	20,70	20,70	19,00	20,1	1,0
19	50,70	49,10	52,30	50,7	1,6	15,20	14,90	16,30	15,5	0,7
20	38,90	40,20	36,70	38,6	1,8	16,00	18,30	16,80	17,0	1,2
21	11,20	11,10	13,70	12,0	1,5	6,00	6,20	9,30	7,2	1,9
22	38,42	27,51	29,96	32,0	5,7	9,97	11,14	10,48	10,5	0,6
23	44,70	37,97	39,50	40,7	3,5	2,97	2,74	3,06	(2,9)	0,2
24	45,20	47,40	44,30	45,6	1,6	15,53	15,14	14,65	15,1	0,4
25										
26										
27	36,05	35,30	37,70	36,4	1,2	15,20	14,75	13,90	14,6	0,7
Medianverdi				37,8	1,4				14,6	0,4
Middelverdi				36,1	2,0				14,5	0,5
Standardavvik				10,1					3,0	
Antall				23					22	
5B	53,7	51,6	53,6	53,0	1,2	19,8	21,3	20,4	20,5	0,8

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	216,0	242,0	209,0	222,3	17,4	95,0	84,0	87,0	88,7	5,7
2	203,0	201,0	203,0	202,3	1,2	63,6	59,6	64,4	62,5	2,6
3										
4	200,9	201,4	202,0	201,7	0,4	67,2	67,8	65,5	66,9	1,2
5	195,3	198,4	198,3	197,3	1,8	67,0	67,9	69,6	68,2	1,3
6	173,0	174,0	169,0	172,0	2,6	82,1	81,3	81,1	81,5	0,5
7	217,0	215,0	215,0	215,7	1,2	79,1	73,3	74,7	75,7	3,0
8	169,0	170,0	174,0	171,0	2,6	69,0	71,0	69,0	69,7	1,2
9	205,5	199,8	201,6	202,3	2,9	66,7	66,7	67,0	66,8	0,2
10	197,0	193,0	187,0	192,3	5,0	63,2	64,0	62,2	63,1	0,9
11	194,7	198,5	199,2	197,5	2,4	64,0	68,1	69,8	67,3	3,0
12	206,0	201,0	220,0	209,0	9,8	68,5	68,0	71,0	69,2	1,6
13	224,5	215,2	216,7	218,8	5,0	65,7	64,4	65,9	65,3	0,8
14	201,5	195,7	200,4	199,2	3,1	67,4	75,2	75,3	72,6	4,6
15	211,0	211,0	208,0	210,0	1,7	72,9	73,5	72,5	73,0	0,5
16	204,0	208,0	217,0	209,7	6,7	77,0	88,0	89,0	84,7	6,7
17	216,0	210,0	205,0	210,3	5,5	69,0	71,0	73,0	71,0	2,0
18	188,0	190,0	194,0	190,7	3,1	84,7	82,6	81,0	82,8	1,9
19	197,0	197,0	218,0	204,0	12,1	63,8	61,8	63,3	63,0	1,0
20	209,0	210,0	206,0	208,3	2,1	71,0	70,5	72,0	71,2	0,8
21	186,0	192,0	183,0	187,0	4,6	64,0	66,0	66,0	65,3	1,2
22	150,4	134,8	131,2	138,8	10,2	52,8	52,2	55,9	53,6	2,0
23	172,0	188,0	181,0	180,3	8,0	14,7	15,6	15,5	(15,3)	0,5
24	222,5	214,1	220,4	219,0	4,4	76,1	76,6	78,6	77,1	1,3
25										
26										
27	205,0	205,0	206,0	205,3	0,6	72,0	71,0	71,0	71,3	0,6
Medianverdi				202,3	3,1				69,7	1,3
Middelverdi				198,5	4,8				70,9	1,9
Standardavvik				18,7					8,1	
Antall				24					23	
5B	213	213	214	213,2	0,7	72	72	68	70,6	2,0

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	13,10	13,30	14,60	13,7	0,8	10,90	9,90	11,50	10,8	0,8
2	14,40	13,20	13,40	13,7	0,6	11,50	9,40	10,20	10,4	1,1
3										
4	25,36	22,04	22,41	23,3	1,8	15,01	15,38	15,65	15,3	0,3
5	18,10	19,40	19,70	19,1	0,9	13,00	14,20	13,70	13,6	0,6
6	11,20	11,40	11,50	11,4	0,2	12,30	13,10	12,30	12,6	0,5
7	15,80	16,00	16,40	16,1	0,3	13,30	13,80	13,60	13,6	0,3
8	12,30	12,20	11,70	12,1	0,3	11,30	12,40	10,80	11,5	0,8
9	16,80	16,83	16,64	16,8	0,1	11,75	12,10	12,16	12,0	0,2
10	19,60	18,50	17,10	18,4	1,3	10,40	10,50	10,40	10,4	0,1
11	14,27	14,14	14,20	14,2	0,1	10,90	10,90	10,01	10,6	0,5
12	15,50	16,50	16,50	16,2	0,6	11,30	11,80	11,10	11,4	0,4
13	16,70	19,80	15,90	17,5	2,1	11,60	11,50	11,10	11,4	0,3
14	18,70	19,80	18,20	18,9	0,8	13,60	16,00	15,00	14,9	1,2
15	14,70	15,00	14,90	14,9	0,2	10,10	10,70	10,00	10,3	0,4
16										
17	14,20	15,20	14,90	14,8	0,5	11,60	11,80	12,20	11,9	0,3
18	20,00	17,00	15,80	17,6	2,2	13,40	12,60	11,90	12,6	0,8
19	18,40	19,10	19,90	19,1	0,8	10,40	10,40	10,60	10,5	0,1
20	13,30	13,30	13,30	13,3	0,0	10,20	10,20	10,20	10,2	0,0
21	9,90	11,10	12,70	11,2	1,4	7,70	7,20	7,70	(7,5)	0,3
22	13,06	9,42	9,62	10,7	2,0	8,60	8,16	8,31	8,4	0,2
23	19,00	14,90	15,80	16,6	2,2	2,21	2,00	2,15	(2,1)	0,1
24	20,40	20,60	19,30	20,1	0,7	12,40	12,60	12,90	12,6	0,3
25										
26										
27	16,20	15,10		15,7	0,8	11,40	13,50		12,5	1,5
Medianverdi				16,1	0,8				11,5	0,3
Middelverdi				15,9	0,9				11,8	0,5
Standardavvik				3,2					1,7	
Antall				23					21	
5B	19,6	18,5	20,2	19,4	0,9	12,4	12,1	11,4	12,0	0,5

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	515,0	500,0	504,0	506,3	7,8	221,0	222,0	224,0	222,3	1,5
2	498,0	491,0	492,0	493,7	3,8	201,0	213,0	209,0	207,7	6,1
3										
4	506,4	497,2	491,3	498,3	7,6	206,7	211,0	201,7	206,5	4,7
5	505,1	516,8	512,3	511,4	5,9	222,6	225,3	226,2	224,7	1,9
6	424,0	423,0	420,0	422,3	2,1	1928,0	1930,0	1890,0	(1916)	22,5
7	507,0	520,0	514,0	513,7	6,5	240,0	234,0	229,0	234,3	5,5
8	390,0	393,0	401,0	394,7	5,7	218,0	221,0	223,0	220,7	2,5
9	487,7	477,6	487,6	484,3	5,8	211,4	212,2	220,1	214,6	4,8
10	514,0	499,0	483,0	498,7	15,5	207,0	208,0	201,0	205,3	3,8
11	499,4	505,1	515,5	506,7	8,2	204,7	215,5	220,0	213,4	7,9
12	529,0	535,0	521,0	528,0	9,9	224,0	235,0	232,0	230,3	5,7
13	531,0	519,0	513,0	521,0	9,2	215,0	217,0	215,0	215,7	1,2
14	537,2	531,0	532,1	533,4	3,3	235,5	239,7	231,1	235,4	4,3
15	534,0	537,0	535,0	535,3	1,5	228,0	224,0	228,0	226,7	2,3
16	510,0	510,0	501,0	507,0	5,2	222,0	228,0	219,0	223,0	4,6
17	540,0	531,0	531,0	534,0	5,2	227,0	234,0	241,0	234,0	7,0
18	494,0	498,0	507,0	499,7	6,7	245,0	243,0	240,0	242,7	2,5
19	503,0	511,0	559,0	524,3	30,3	216,0	208,0	226,0	216,7	9,0
20	477,0	486,0	469,0	477,3	8,5	206,0	210,0	212,0	209,3	3,1
21	512,0	511,0	492,0	505,0	11,3	216,0	218,0	222,0	218,7	3,1
22	337,4	301,8	299,5	(312,9)	21,2	187,1	171,1	170,9	176,4	9,3
23	443,0	455,0	437,0	445,0	9,2	48,2	47,0	49,0	(48,1)	1,0
24	550,5	570,6	573,7	564,9	12,6	227,7	220,7	222,6	223,7	3,6
25										
26										
27	530,0	530,0	530,0	530,0	0,0	230,0	230,0	230,0	230,0	0,0
Medianverdi				506,7	7,1				221,5	4,0
Middelverdi				501,5	8,5				219,6	4,9
Standardavvik				38,0					14,0	
Antall				23					22	
5B	515	513	514	514,2	1,1	222	224	212	219,4	6,3

Tabell 13. Kalsium, %

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	1,450	1,420	1,430	1,43	0,02	0,640	0,660	0,640	0,65	0,01
2	1,550	1,600	1,590	1,58	0,03	0,640	0,670	0,670	0,66	0,02
3										
4	0,424	0,408	0,407	(0,41)	0,01	0,268	0,257	0,261	0,26	0,01
5	1,669	1,663	1,647	1,66	0,01	0,720	0,737	0,757	0,74	0,02
6	1,330	1,340	1,370	1,35	0,02	0,690	0,680	0,670	0,68	0,01
7	1,740	1,760	1,760	1,75	0,01	0,787	0,818	0,800	0,80	0,02
8	1,320	1,310	1,370	1,33	0,03	0,800	0,800	0,800	0,80	0,00
9	1,701	1,805	1,817	1,77	0,06	0,625	0,634	0,626	0,63	0,00
10	1,530	1,500	1,500	1,51	0,02	0,680	0,670	0,640	0,66	0,02
11	1,670	1,680	1,660	1,67	0,01	0,760	0,750	0,730	0,75	0,02
12	1,518	1,443	1,504	1,49	0,04	0,607	0,584	0,596	0,60	0,01
13	1,840	1,900	1,840	1,86	0,03	0,800	0,790	0,820	0,80	0,02
14	1,472	1,466	1,464	1,47	0,00	0,614	0,613	0,619	0,62	0,00
15	1,720	1,720	1,720	1,72	0,00	0,762	0,750	0,763	0,76	0,01
16	0,628	0,545	0,479	(0,55)	0,07	0,280	0,296	0,286	0,29	0,01
17	1,450	1,510	1,490	1,48	0,01	0,630	0,630	0,670	0,64	0,02
18	1,630	1,650	1,650	1,64	0,01	0,830	0,830	0,810	0,82	0,01
19	1,390	1,560	1,590	1,51	0,11	0,716	0,741	0,720	0,73	0,01
20	1,585	1,598	1,585	1,59	0,01	0,670	0,680	0,690	0,68	0,01
21										
22	1,250	1,140	1,180	1,19	0,06	0,628	0,615	0,588	0,61	0,02
23	1,295	1,303	1,283	1,29	0,01	0,148	0,163	0,150	0,15	0,01
24	1,912	1,937	1,968	1,94	0,03	0,876	0,868	0,860	0,87	0,01
25										
26										
27	1,580	1,554	1,600	1,58	0,02	0,672	0,704	0,660	0,68	0,02
Medianverdi				1,58	0,02				0,68	0,01
Middelverdi				1,56	0,03				0,65	0,01
Standardavvik				0,19					0,18	
Antall				21					23	
5B	1,67	1,67	1,65	1,66	0,01	0,70	0,70	0,67	0,69	0,02

Tabell 14. Kalium, %

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	0,157	0,150	0,162	0,156	0,006	0,107	0,110	0,109	0,109	0,002
2	0,130	0,120	0,140	0,130	0,010	0,180	0,170	0,190	0,180	0,010
3										
4	0,247	0,237	0,243	0,242	0,005	0,345	0,346	0,351	0,347	0,003
5	0,205	0,205	0,194	0,201	0,006	0,369	0,378	0,336	0,361	0,022
6	0,130	0,120	0,130	0,127	0,006	0,210	0,220	0,200	0,210	0,010
7	0,183	0,184	0,183	0,183	0,001	0,256	0,259	0,260	0,258	0,002
8	0,150	0,140	0,140	0,143	0,006	0,250	0,250	0,250	0,250	0,000
9	0,218	0,211	0,211	0,213	0,004	0,346	0,353	0,355	0,351	0,005
10	0,190	0,190	0,170	0,183	0,012	0,250	0,250	0,270	0,257	0,012
11										
12	0,233	0,231	0,221	0,228	0,006	0,357	0,363	0,345	0,355	0,009
13	0,300	0,300	0,240	0,280	0,035	0,510	0,420	0,440	0,457	0,047
14	0,161	0,153	0,154	0,156	0,005	0,213	0,213	0,218	0,215	0,003
15	0,178	0,185	0,181	0,181	0,004	0,232	0,247	0,231	0,237	0,009
16	0,168	0,198	0,170	0,179	0,017	0,246	0,251	0,248	0,248	0,003
17	0,177	0,180	0,175	0,177	0,003	0,206	0,221	0,220	0,216	0,008
18	0,240	0,230	0,260	0,243	0,015	0,410	0,410	0,400	0,407	0,006
19	0,193	0,212	0,231	0,212	0,019	0,265	0,280	0,270	0,272	0,008
20	0,174	0,174	0,175	0,174	0,001	0,240	0,240	0,240	0,240	0,000
21										
22	0,119	0,097	0,102	0,106	0,012	0,140	0,122	0,152	0,138	0,015
23	0,177	0,182	0,187	0,182	0,005	0,063	0,059	0,058	0,060	0,003
24	0,182	0,177	0,180	0,180	0,003	0,235	0,238	0,235	0,236	0,002
25										
26										
27	0,160	0,160		0,160	0,000	0,207	0,205	0,200	0,204	0,004
Medianverdi				0,181	0,006				0,244	0,005
Middelverdi				0,184	0,008				0,255	0,008
Standardavvik				0,042					0,095	
Antall				22					22	
5B	0,248	0,263	0,278	0,263	0,015	0,321	0,411	0,410	0,381	0,052

Tabell 15. Totalfosfor, %

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	2,940	2,870	2,900	2,90	0,04	1,240	1,220	1,120	1,19	0,06
2	3,008	2,980		2,99	0,02	1,168	1,162		1,17	0,00
3	3,100	3,090		3,10	0,01	1,270	1,340		1,31	0,05
4	2,958	2,868	2,900	2,91	0,05	1,177	1,160	1,126	1,15	0,03
5	4,124	4,248	4,156	4,18	0,06	1,458	1,483	1,524	1,49	0,03
6	2,210	2,240	2,250	2,23	0,02	1,130	1,120	1,110	1,12	0,01
7	2,840	2,900	2,840	2,86	0,03	1,180	1,130	1,150	1,15	0,03
8	2,410	2,420	2,520	2,45	0,06	1,290	1,300	1,310	1,30	0,01
9	3,148	3,375	3,343	3,29	0,12	1,160	1,182	1,173	1,17	0,01
10	1,560	1,640	1,670	1,62	0,06	0,240	0,230	0,230	(0,23)	0,01
11	2,930	2,880	2,890	2,90	0,03	1,170	1,250	1,170	1,20	0,05
12	2,720	2,810	2,860	2,80	0,07	1,210	1,110	1,210	1,18	0,06
13	3,580	3,170	3,610	3,45	0,25	1,600	1,450	1,490	1,51	0,08
14										
15	3,060	3,060	3,040	3,05	0,01	1,190	1,210	1,220	1,21	0,02
16						7,000	6,300	7,200	(6,83)	0,47
17	2,790	2,740	2,730	2,75	0,03	1,180	1,160	1,180	1,17	0,01
18	3,070	3,030	3,070	3,06	0,02	1,390	1,380	1,320	1,36	0,04
19	2,480	2,790	2,860	2,71	0,20	1,200	1,240	1,220	1,22	0,02
20	2,540	2,570	2,530	2,55	0,02		1,350	1,360	1,36	0,01
21										
22	2,370	2,000	2,010	2,13	0,21	1,000	0,960	0,880	0,95	0,06
23										
24	3,000	3,070	2,950	3,01	0,06	1,220	1,240	1,230	1,23	0,01
25										
26										
27	3,100	3,100	3,090	3,10	0,01	1,230	1,260	1,260	1,25	0,02
Medianverdi					2,90	0,04			1,20	0,02
Middelverdi					2,86	0,07			1,23	0,05
Standardavvik					0,51				0,13	
Antall					21				20	
5B	4,33	4,31	4,26	4,30	0,04	1,51	1,51	1,40	1,48	0,07

Tabell 16. Nitrogen, %

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	2,790	2,830	2,810	2,810	0,020	2,680	2,610	2,680	2,657	0,040
2	3,260	3,240	3,210	3,237	0,025	2,890	2,890	2,900	2,893	0,006
3	3,140	3,170	3,160	3,157	0,015	2,930	2,880	2,990	2,933	0,055
4	3,006	3,014	2,993	3,004	0,011	2,521	2,521	2,525	2,522	0,002
5	3,108	3,117	3,135	3,120	0,014	2,885	2,894	2,863	2,881	0,016
6	2,370	2,390	2,380	2,380	0,010	2,680	2,540	2,510	2,577	0,091
7	2,640	2,640	2,520	2,600	0,069	2,640	2,520	2,450	2,537	0,096
8	3,220	3,230		3,225	0,007	2,870	2,920		2,895	0,035
9	3,120	3,150	3,140	3,137	0,015	2,800	2,830	2,840	2,823	0,021
10										
11										
12	3,110	3,040	3,160	3,103	0,060	2,540	2,960	2,730	2,743	0,210
13										
14										
15	3,190	3,130	3,190	3,170	0,035	2,730	2,940	2,940	2,870	0,121
16	2,840	3,090	3,070	3,000	0,139	2,840	2,860	2,980	2,893	0,076
17	2,976	2,975	2,966	2,972	0,006	2,781	2,804	2,841	2,809	0,030
18	2,350			2,350		2,530			2,530	
19	3,220	3,210	3,250	3,227	0,021	2,930	2,960	2,980	2,957	0,025
20										
21										
22										
23										
24	3,190	3,190	3,210	3,197	0,012	2,970	2,920	3,020	2,970	0,050
25										
26										
27	2,900	2,900	2,800	2,867	0,058	2,590	2,600	2,600	2,597	0,006
Medianverdi				3,103	0,018				2,823	0,038
Middelverdi				2,974	0,032				2,770	0,055
Standardavvik				0,285					0,164	
Antall				17					17	

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
5	28,2	28,1	28,0	28,1	0,1	34,9	35,6	34,7	35,1	0,5
9	194,7	194,0	205,9	(198,2)	6,7	337,6	344,6	336,1	(339,4)	4,5
19	24,4	24,7	24,8	24,6	0,2	28,7	28,6	28,7	28,7	0,1
20	25,3	25,3	25,6	25,4	0,2	32,4	33,2	33,5	33,0	0,6
Medianverdi				25,4	0,2				33,0	0,5
Middelverdi				26,0	1,8				32,3	1,4
Standardavvik				1,8					3,3	
Antall				3					3	

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	76,50	76,60	76,60	76,57	0,06	20,00	20,20	19,90	20,03	0,15
2	74,90	75,00		74,95	0,07	20,40	20,40		20,40	0,00
3	75,60	75,50		75,55	0,07	20,10	20,50		20,30	0,28
4	77,07			77,07		21,90			21,90	
5	75,69	75,20		75,45	0,35	20,20	20,14		20,17	0,04
6	77,60	77,60	78,00	77,73	0,23	21,00	20,50	21,10	20,87	0,32
7	76,30	76,20	76,50	76,33	0,15	20,30	20,30	20,40	20,33	0,06
8	75,73	75,74	75,93	75,80	0,11	20,26	20,10	20,15	20,17	0,08
9	75,78	75,81		75,80	0,02	20,48	20,79	20,52	20,60	0,17
10	75,00	75,00	76,00	75,33	0,58	21,00	21,00	20,00	20,67	0,58
11	78,24	78,24	78,22	78,23	0,01	20,74	20,12	20,28	20,38	0,32
12	74,4	74,30	75,20	74,63	0,49	20,70	20,50	20,10	20,43	0,31
13	76,1	77,14	75,40	76,21	0,88	20,27	20,76	20,40	20,48	0,25
14	77,60	77,90	77,70	77,73	0,15	20,90	21,00	21,00	20,97	0,06
15	76,4	76,60	76,40	76,47	0,12	20,90	20,50	19,50	20,30	0,72
16	77,12	75,72	76,67	76,50	0,71	20,95	21,20	21,09	21,08	0,13
17	77,71	78,03	77,97	77,90	0,17	20,99	20,59	20,80	20,79	0,20
18	77,60			77,60		29,00			(29,00)	
19	75,30	75,70	75,50	75,50	0,20	20,50	20,50	20,20	20,40	0,17
20	77,40	78,30	77,00	77,57	0,67	20,50	20,20	20,90	20,53	0,35
21	74,90	75,30	75,50	75,23	0,31	20,10	19,90	20,00	20,00	0,10
22										
23	75,80	75,90	75,70	75,80	0,10	20,10	20,10		20,10	0,00
24	75,18	74,86	75,16	75,07	0,18	20,17	20,35	20,00	20,17	0,18
25										
26	76,26	76,03	75,98	76,09	0,15					
27	77,24	77,26		77,25	0,01	20,72	20,64	20,57	20,64	0,08
Medianverdi				76,21	0,15				20,40	0,17
Middelverdi				76,33	0,25				20,51	0,21
Standardavvik				1,05					0,42	
Antall				25					23	

Tabell 19. Glødetap, %

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	56,60	55,70	56,90	56,40	0,62	66,70	67,20	66,90	66,93	0,25
2	56,70	56,70		56,70	0,00	66,90	66,70		66,80	0,14
3	55,60	53,20		54,40	1,70	65,40	66,20		65,80	0,57
4	58,87	59,07	59,31	59,08	0,22	69,29	68,91	68,91	69,04	0,22
5	56,55	56,07		56,31	0,34	67,38	66,79		67,09	0,42
6	58,00	57,90	57,90	57,93	0,06	68,90	68,30	68,20	68,47	0,38
7	55,30	55,00	55,30	55,20	0,17	65,90	65,60	65,70	65,73	0,15
8	58,12	57,98	58,29	58,13	0,16	68,54	68,07	69,92	68,84	0,96
9	57,27	57,11		57,19	0,11	67,08	67,67	67,20	67,32	0,31
10	49,90	50,30		50,10	0,28	68,20	68,40	69,10	68,57	0,47
11										
12	57,10	57,20	57,60	57,30	0,26	68,20	68,10	67,70	68,00	0,26
13	56,20	56,48	55,79	56,16	0,35	66,98	66,97	67,21	67,05	0,14
14	58,10	57,60	57,50	57,73	0,32	66,50	67,40	67,00	66,97	0,45
15	56,40	56,60	56,80	56,60	0,20	67,80	67,70	67,70	67,73	0,06
16	56,70	56,80	57,50	57,00	0,44	67,10	67,40	67,50	67,33	0,21
17	56,25	56,35	56,36	56,32	0,06	66,18	67,57	66,92	66,89	0,70
18	55,00			55,00		67,10			67,10	
19	56,90	56,90	56,30	56,70	0,35	68,30	67,40	66,50	67,40	0,90
20	56,40	56,70	56,80	56,63	0,21	67,60	67,10	67,10	67,27	0,29
21										
22										
23	56,70	57,40	57,50	57,20	0,44	67,20	67,50	67,20	67,30	0,17
24	55,78	55,74	56,06	55,86	0,17	66,54	66,84	66,72	66,70	0,15
25										
26	58,02	58,05	57,89	57,99	0,09					
27	57,08	56,87		56,98	0,15	67,55	67,14	67,00	67,23	0,28
Medianverdi				56,7	0,2				67,2	0,3
Middelverdi				56,5	0,3				67,3	0,4
Standardavvik				1,7					0,8	
Antall				23					22	

Tabell 20. pH

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvi	A
				k		
1	6,14	6,13	6,14	6,14	0,01	
2	6,30			6,30		8,40
3	6,06	6,06		6,06	0,00	
4	6,17	6,23	6,24	6,21	0,04	
5	6,13	6,12		6,12	0,00	
6	6,19	6,18	6,23	6,20	0,03	
7						
8	6,00	6,03	6,03	6,02	0,02	7,62
9	6,23	6,22	6,20	6,22	0,02	8,18
10	6,23	6,28	6,23	6,25	0,03	8,12
11						
12	6,20	6,22	6,20	6,21	0,01	
13	6,14	6,15	6,15	6,15	0,01	
14	6,28	6,25	6,23	6,25	0,03	8,32
15	6,18	6,21		6,20	0,02	8,21
16						
17	7,51			7,51		
18	6,25			6,25		7,35
19	7,05	7,14	7,12	7,10	0,05	
20	7,66	7,73	7,65	7,68	0,04	
21	6,13	6,14		6,14	0,01	
22						
23	6,50			6,50		
24	6,14	6,19	6,16	6,16	0,03	8,32
25						
26						
27						
Medianverdi				6,21	0,02	
Middelverdi				6,38	0,02	
Standardavvik				0,47		
Antall				20		