

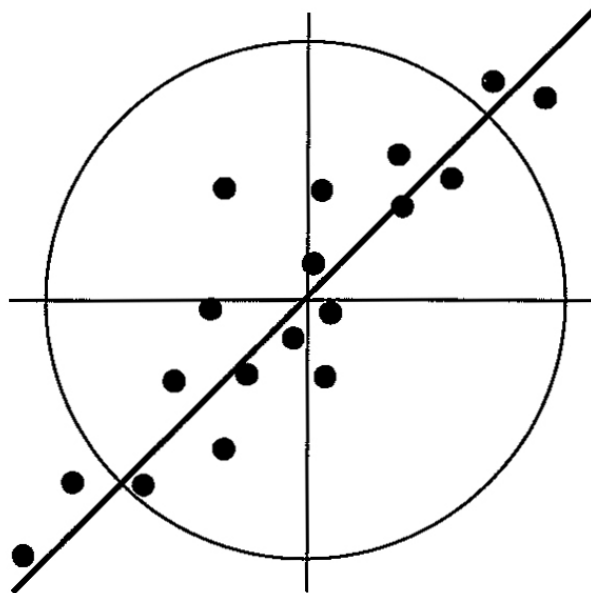


RAPPORT LNR 5566-2008

Sammenlignende laboratorieprøving (SLP)

Kommunalt avløpsslam

SLAM 0711



Hovedkontor

Gaustadalleen 21
0349 Oslo
Telefon (47) 22 18 51 00
Telefax (47) 22 18 52 00
Internet: www.niva.no

Sørlandsavdelingen

Televeien 3
4879 Grimstad
Telefon (47) 37 29 50 55
Telefax (47) 37 04 45 13

Østlandsavdelingen

Sandvikaveien 41
2312 Ottestad
Telefon (47) 62 57 64 00
Telefax (47) 62 57 66 53

Vestlandsavdelingen

Nordnesboder 5
5005 Bergen
Telefon (47) 55 30 22 50
Telefax (47) 55 30 22 51

Midt-Norge

Postboks 1264 Pirsenteret
7462 Trondheim
Telefon (47) 73 87 10 34 / 44
Telefax (47) 73 87 10 10

Tittel Prøvningsammenligning nr. 11 for kommunalt avløps slam, 2007	Løpenr. (for bestilling) 5566-2008	Dato 2008-02-27
	Prosjektnr. Undernr. O-27003	Sider Pris 67
Forfatter(e) Håvard Hovind	Fagområde Kjemisk analyse	Distribusjon Åpen
	Geografisk område Norge	Trykket CopyCat

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

Sammendrag: I november 2007 - januar 2008 ble det gjennomført en prøvningsammenligning for laboratorier som ønsker å utføre kontrollanalyser av slam fra kommunale avløpsanlegg. Både tungmetaller og nyttestoffer ble bestemt i en prøve av avvannet slam fra RA 2 renseanlegg, og en tørket og knust slamprøve fra Sellikdalen renseanlegg (jernfelt og utråtnet slam). Resultatene var jevnt over bra, spesielt for bly, kopper og sink hvor 88 % av resultatene var akseptable i prøve A. Totalt sett var kvaliteten i resultatene noe svakere denne gangen i forhold til tidligere prøvningsammenligninger. Tre av laboratoriene oppnådde at alle deres rapporterte resultater for tungmetaller var akseptable. I alt ni av laboratoriene hadde mer enn 80 % akseptable resultater for tungmetallene, dvs. resultater innenfor medianverdien av laboratorienes resultater ± 20 %, og tre laboratorier hadde 60 - 80 % akseptable resultater. Fire laboratorier hadde bare 36 - 57 % akseptable resultater. Ett laboratorium hadde ingen 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.

<p>Fire norske emneord</p> <ol style="list-style-type: none"> Kommunalt slam Tungmetaller Slp Kvalitetssikring 	<p>Fire engelske emneord</p> <ol style="list-style-type: none"> Municipal sludge Heavy metals Intercomparison Quality assurance
--	---

Håvard Hovind

Håvard Hovind
Prosjektleder

Torgunn Sætre

Torgunn Sætre
Seksjonsleder

Jarle Nygard

Jarle Nygard
Ansvarlig

O - 27003

Prøvingssammenligning nr. 11

for kommunalt avløpsslam,

2007

Forord

En nasjonal akkrediteringsordning for laboratorier ble opprettet i 1991. Ansvar for gjennomføring av ordningen er tillagt Norsk Akkreditering (NA) som er en egen etat under Nærings- og handelsdepartementet. Ved akkreditering etter NS-EN ISO/IEC 17025 står kravet til sporbarhet av målingene sentralt. For analyselaboratorier innebærer dette at nøyaktigheten av resultatene må dokumenteres gjennom deltakelse i sammenlignende laboratorieprøvninger (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 deltakende laboratorier. Deltakeravgiften er for tiden kr 4 500.- pluss moms pr. slp, uavhengig av hvilke eller hvor mange analyser laboratoriene velger å utføre.

Oslo, 28. februar 2008

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	9
3.3 Bly	10
3.4 Krom	10
3.5 Kopper	11
3.6 Nikkel	11
3.7 Sink	11
3.8 Kalsium	12
3.9 Kalium	12
3.10 Totalfosfor	12
3.11 Nitrogen	12
3.12 Totalt organisk karbon	13
3.13 Totalt tørrstoffinnhold	13
3.14 Glødetap	13
3.15 pH i vannuttrekk	42
3.16 Ammonium i vannuttrekk	42
4. Vurdering av resultatene	42
5. Henvisninger	48
Tillegg	49
Tillegg 1 Innholdsdeklarasjon av slam	50
Tillegg 2 Alfabetisk oversikt over deltakerne	51
Tillegg 3 Analyseresultatene fra de enkelte deltakerne	52

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 informasjon om nyttestoffene i slammet.

Fra 1992 har NIVA arrangert sammenlignende laboratorieprøvnings (slp, eller også omtalt som ringtester) knyttet til løpende kontroll av kommunalt avløpslam 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 deltakelse i slik prøvningssammenligning.

Årets prøvningssammenligning ble gjennomført i løpet av november 2007 - januar 2008, og det ble benyttet en avvannet slamprøve fra RA 2 renseanlegg (prøve A), og en tørket og homogenisert slamprøve fra Sellikdalen renseanlegg (jernfelt og utråtnet slam) fra 1994 (prøve B). Følgende analysevariable ble bestemt i begge prøvene: kvikksølv, kadmium, bly, krom, kopper, nikkel, sink, kalsium, kalium, totalfosfor, Kjeldahlnitrogen, totalt organisk karbon, totalt tørrstoffinnhold og glødetap av dette, samt pH og ammonium i et vannuttrekk av det avvannede slammet (prøve A).

De enkelte laboratorienes middelveier for hver enkelt analysevariabel og prøve ble lagt til grunn for vurderingen av laboratorienes prestasjoner. Ved vurderingen av analyseresultatene ble medianverdien av de beregnede middelveier fra hvert enkelt laboratorium brukt som "sann verdi". De laboratorier som rapporterte resultater der middelveien lå innenfor medianverdien $\pm 20\%$, ble karakterisert som akseptable, og har derfor en beregnet Z-faktor som er mindre eller lik ± 2 . For pH ble 0,25 pH-enheter benyttet som akseptansegrense. Det var gjennomgående best resultater for bly, kopper og sink med 80 % akseptable resultater i prøve A.

Tre av laboratoriene oppnådde 100 % akseptable middelveier for sine innsendte metallresultater, og disse hadde rapportert resultater for alle de etterspurte analysevariable. Ni laboratorier hadde mer enn 80 % akseptable resultater for tungmetallene, og tre laboratorier hadde 60 - 80 % akseptable resultater. Fire laboratorier hadde bare 36 - 57 % akseptable resultater og disse prestasjonene er altfor svake. Ett laboratorium hadde ingen akseptable resultater og må kontrollere beregningen. Systematisk arbeid med metodene må til for å forbedre kvaliteten ved analysene, som kan dokumenteres ved bruk av referanse-materialer. Dette må også omfatte oppslutningstrinnet i analyseprosessen. Det ble ikke observert noen signifikant forskjell i resultatene etter oppslutning med mikrobølgeovn eller autoklav.

To laboratorier har utelatt bestemmelse av tungmetallene ved prøvningssammenligningen. Disse anbefales å utvide analyseprogrammet til å omfatte alle variable som er aktuelle ved kontroll av kommunalt avløpslam.

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 avløpslam som jordforbedringsmiddel (1). Dette medfører at det skal utføres jevnlig 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 informasjon om nyttestoffene i slammet, se Tillegg 1.

Etter ønske fra Statens Forurensningstilsyn organiseres det sammenlignende laboratorieprøvinger for alle laboratorier som kunne tenke seg å utføre kontrollanalyser av kommunalt slam. Prøvingssammenligningen ble gjennomført november 2006 - januar 2007.

2. Gjennomføring

2.1 Deltakere

Det ble sendt ut en invitasjon til å delta i prøvingsssammenligningen til alle offentlige og private laboratorier som kunne tenkes å være interesserte i å utføre slike analyser. Omtrent 50 laboratorier ble invitert til å delta. 20 svarte positivt til dette, og 19 av disse laboratoriene sendte inn resultater for enkelte eller alle analysevariable. En alfabetisk oversikt over hvilke laboratorier som deltok i denne slp'en er gjengitt i Tillegg 2. Ett av laboratoriene sendte inn resultater for to ulike oppslutningsmetoder.

2.2 Slamprøver

Det ble sendt ut to prøver til deltakerne. Prøve A var avvannet slam fra RA 2 renseanlegg, mens prøve B var en tørket og homogenisert slamprøve fra Sellikdalen renseanlegg. Den fuktige prøven A ble blandet godt mekanisk før passende porsjoner ble overført til glassbeholdere og tett lukket. Prøve B ble tørket ved 105 °C og homogenisert ved knusing i mølle i 1994 da den ble brukt første gang. Resten av den gamle slamprøven ble godt omrørt før den ble fordelt på prøveglass. Prøvene ble sendt til deltakerne i slutten av november 2007.

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 standardavvik 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, Kjeldahl nitrogen, totalt organisk karbon, totalt

tørrestoffinnhold og glødetap av dette, samt pH og ammonium i et vannuttrekk av den våte prøven. Alle resultater for tungmetaller skulle angis i mikrogram pr. gram tørrestoff, og i prosent av tørrestoffet for de øvrige analysevariable. Tørrestoffinnholdet 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.

2.4 Prøveutsendelse og resultatrapportering

Det tørkede slammet ble delt opp i delprøver og overført til små prøvebeholdere, mens den våte prøven ble overført til glassbeholdere. Det ble sendt ut ca. 100 g av den våte prøven (A), og ca. 25 g av det tørkede slammet (B). Prøvene ble sendt til deltakerne 27. november 2007, 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 11 januar 2008. Med ulike begrunnelser ba noen få laboratorier om en mindre forskyvning av rapporteringsfristen, noe som også ble innvilget. Etter at resultatene var mottatt fra praktisk talt alle laboratoriene, ble det sendt ut en oversikt over laboratorienes resultater, samt foreløpige sanne verdier.

2.5 Behandling av analysedata

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

For hver enkelt analysevariabel og prøve er medianverdien av alle laboratorienes middelværdier bestemt, dessuten ble også middelværdien og standardavviket av disse beregnet. Laboratorier med middelværdier som avviker mer enn $\pm 50\%$ fra medianverdien ble utelatt ved beregning av nye middelværdier og standardavvik som ble benyttet ved de endelige statistiske beregninger. Forkastede resultater er gjengitt i parentes i tabellene i Tillegg 3.

Medianverdien av deltakernes middelværdier for de respektive analysevariable, bestemt etter at avvikende middelværdier 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 middelværdien.

3. Resultater

Laboratorienes enkeltresultater er gjengitt i tabellene 6 - 21 i Tillegg 3, hvor også den beregnede middelværdi og standardavvik ved de enkelte laboratorier er gjengitt for hver analysevariabel og prøve. Medianverdien for laboratorienes middelværdier er også gitt i disse tabellene, i tillegg til middelværdien og standardavviket mellom laboratorienes middelværdier. Resultater som avviker for mye fra medianverdien (den sanne verdi), er utelatt fra de endelige beregningene og er derfor satt i parentes i tabellene 6 - 21. Tabell 1 gir et sammendrag av resultatene ved denne sammenlignende laboratorieprøvingen.

Resultatene fra deltakerne er framstilt grafisk i figurene 1 - 28. 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 laboratoriens 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 (\bar{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	\bar{x}	s	n	u	m	\bar{x}	s	n	u
Hg, µg/g	0,443	0,482	0,145	13	0	2,12	2,17	0,35	13	0
Cd, µg/g	0,507	0,503	0,089	13	3	3,58	3,39	1,07	15	1
Pb, µg/g	13,7	13,6	1,8	15	2	142,5	149,8	27,4	14	3
Cr, µg/g	14,08	14,11	1,84	14	2	31,85	32,56	7,59	12	4
Cu, µg/g	183	182,9	12,3	15	2	724	756,3	128,8	15	2
Ni, µg/g	10,03	9,83	1,05	14	1	21,5	21,02	2,34	11	4
Zn, µg/g	307,1	299,1	26,1	16	1	1392	1450	254	16	1
Ca, %	1,012	1,009	0,107	14	0	1,002	1,046	0,211	14	0
K, %	0,226	0,239	0,032	13	1	0,072	0,074	0,009	12	2
TOT-P, %	1,679	1,676	0,088	14	1	1,903	1,922	0,104	13	2
TOT-N, %	4,617	4,22	0,84	13	0	2,303	2,308	0,100	13	1
TOC, %	37,5	37,5	2,8	3	0	23,6	23,6	0,5	3	0
TTS, %	20,75	20,69	0,54	18	1	96,43	96,45	0,88	17	2
TGT, %	72,07	72,23	0,98	15	2	50,8	50,71	1,26	16	1
pH	7,82	7,79	0,33	13	0					
NH4-N, %	1,50	1,62	0,27	5	2					

Resultater som ligger innenfor den beregnede medianverdi $\pm 20\%$, er karakterisert som akseptable i denne rapporten, og laboratoriens 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 gjennomført sammenligningen ved at medianverdien fra alle ikke forkastede laboratorier 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 tvilsomt og uakseptabelt, og hvis Z er større enn 3 bedømmes resultatet som fullstendig uakseptabelt. Ved denne slp'en ble avvik opp til ± 20 % vurdert som akseptable. For pH i vannuttrekket av prøve A er $\pm 0,25$ pH-enheter benyttet som akseptansegrense, og da beregnes $Z = (\text{Laboratoriets resultat} - \text{"sann" verdi}) / 0,125$.

3.1 Kvikksølv

Laboratoriernes enkeltresultater er gjengitt i Tabell 6, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 1 og 2. 13 av 19 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. Alle laboratoriene, unntatt to, foretok reduksjon med tinnklorid. Begge fikk systematisk høye resultater for prøve A, mens resultatene for prøve B er akseptable. Det ser ikke ut til at det er noen markert forskjell mellom de ulike metodene som er benyttet.

For prøve A og B var henholdsvis 62 og 77 % av resultatene akseptable, dvs den andelen av resultatene som ligger innenfor medianverdien ± 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 A. Ett laboratorium (nr. 6) rapporterte resultater mindre enn deteksjonsgrensen for prøve A, og ble derfor utelatt ved de statistiske beregningene.

Det er svært varierende overensstemmelse mellom resultatene for prøve A og B ved de enkelte laboratoriene, og presisjonen ved noen av laboratoriene er svært varierende. Det er de systematiske avvik som er dominerende mellom laboratoriene, selv om spredningen mellom enkeltresultatene kan være stor ved enkelte laboratorier.

3.2 Kadmium

Laboratoriernes enkeltresultater er gjengitt i Tabell 7, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 3 og 4. Alle deltakerne unntatt tre sendte inn resultater for kadmium, og de aller fleste av disse benyttet ICP-AES til selve bestemmelsen. Fem laboratorier benyttet atomabsorpsjon med grafittovn under bestemmelsen. To laboratorier (nr. 16 og 18) benyttet ICP-MS til bestemmelsen, og har oppnådd akseptable resultater for begge prøvene. Ett laboratorium (nr. 15) som benyttet flamme atomabsorpsjon har oppnådd akseptable resultater for prøve B, men altfor høye resultater for prøve A som har det laveste innholdet av kadmium.

Som det fremgår av Tabell 2 er 69 % av middelverdiene definert som akseptable for prøvene A og B. Laboratorium nr. 19 rapporterte altfor lave resultater for kadmium i begge prøver. Presisjonen innen laboratoriet varierer noe fra ett laboratorium til et annet, selv om få laboratorier har spesielt stor spredning i sine resultater. De systematiske avvik dominerer, og fører til at presisjonen mellom laboratoriene blir mindre bra.

Både de laboratorier som benytter ICP-AES 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

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 8, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 5 og 6. Laboratorium 19 rapporterte så lave resultater at prøve B ikke er med i figuren. 17 av deltakerne sendte inn resultater for bly. Fire av laboratoriene bestemte bly med grafittovn, og ett laboratorium benyttet flamme atomabsorpsjon (nr. 15) med akseptable resultater. De øvrige laboratorier benyttet ICP-AES unntatt to som bestemte bly med ICP-MS (nr. 16 og 18). Ett laboratorium (nr. 1) som benyttet ED-XRF fikk akseptable resultater for begge prøvene. 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 88 og 71 % for prøve A og B. Spredningen i resultater mellom laboratoriene er sammenlignbare for begge prøvene. Presisjonen ved de enkelte laboratorier er gjennomgående sammenlignbar ved bestemmelse av dette metallet, med et relativt standard avvik som stort sett varierer mellom 1 og 10 %. Det ser ikke ut til å være store systematiske forskjeller mellom de ulike bestemmelsesmetodene.

3.4 Krom

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 9, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 7 og 8. Laboratorium 19 rapporterte så lave resultater for begge prøver at de ikke er kommet med i figuren. 15 laboratorier sendte inn resultater for krom i begge slamprøvene. De aller fleste laboratoriene bestemte krom med ICP-AES, mens ett laboratorium (nr. 16) benyttet ICP-MS. Laboratorium nr. 15 benyttet flamme atomabsorpsjon og fikk systematisk altfor lave resultater. Grafittovn ble benyttet av to laboratorier, og begge fikk akseptable resultater. Ett laboratorium (nr. 1) bestemte krom med ED-XRF, og fikk systematisk lave resultater, der resultatet for prøve B var uakseptabelt.

For prøvene A og B ble henholdsvis 81 og 56 % av middelverdiene bedømt som akseptable, og dette er i gjennomsnitt omtrent som ved siste slam-slp, selv om en del resultater for prøve B er altfor lave. Interferenser under bestemmelsen kan være en sannsynlig årsak til avvikende resultater.

Oppslutningstrinnet kan være en av årsakene til spredningen mellom resultatene for dette metallet, og resultatene fra de laboratoriene som benyttet mikrobølgeovn hadde alle akseptable resultater.

3.5 Kopper

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 10, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 9 og 10. Laboratorium 19 rapporterte så lave resultater for begge prøver at de ikke er kommet med i figuren. 17 av 19 laboratorier sendte inn resultater for kopper i slamprøvene, med jevnt over meget gode resultater for begge prøvene, der henholdsvis 88 og 82 % av middelveiene ble bedømt som akseptable.

De aller fleste av laboratoriene bestemte kopper med ICP-AES denne gangen. Ett laboratorium benyttet ICP-MS, og tre laboratorier benyttet flamme atomabsorpsjon, alle med gode resultater. Ett laboratorium benyttet grafittovn og fikk systematisk altfor lave resultater, mens det ene laboratoriet som benyttet ED-XRF med meget bra resultater.

3.6 Nikkel

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 11, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 11 og 12. Laboratorium 19 rapporterte så lave resultater for begge prøver at de ikke er kommet med i figuren. 15 av de deltagende laboratorier sendte inn resultater for nikkel. De fleste laboratoriene benyttet ICP-AES til bestemmelsen, mens ett laboratorium benyttet ICP-MS, grafittovn ble benyttet av ett laboratorium og to laboratorier anvendte flamme atomabsorpsjon.

Henholdsvis 87 og 67 % av de rapporterte middelveier var akseptable for de to prøvene, og det er noe bedre enn tidligere. Hos de laboratorier som har rapportert avvikende resultater er det ingen klar sammenheng med hvilken metode som er benyttet. Interferenser kan være sannsynlig årsak til de systematisk avvikende resultater.

3.7 Sink

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 12, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 13 og 14. Laboratorium 19 rapporterte så lave resultater for begge prøver at de ikke er kommet med i figuren. 17 laboratorier sendte inn resultater for sink, og andel akseptable resultater var 95 % i begge prøvene, slik at resultatene for dette metallet kan anses for å være meget tilfredsstillende. Nesten alle laboratorier anvendte ICP-AES ved bestemmelsen, ett laboratorium benyttet ICP-MS og fire benyttet flamme atomabsorpsjon. Ett laboratorium som benyttet ED-XRF og fikk gode resultater for begge prøver. Det er de systematiske feilene som dominerer mellom laboratoriens resultater.

3.8 Kalsium

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 13, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 15 og 16. For kalsium ble det mottatt resultater fra 14 av deltakerne. For dette metallet var andelen akseptable resultater henholdsvis 100 og 86 % i prøvene A og B, og dette er meget bra.

Nesten alle laboratoriene benyttet ICP-AES ved bestemmelsen, mens ett laboratorium benyttet ICP-MS og to flamme atomabsorpsjon. Ett laboratorium benyttet ED-XRF med bra resultat. Det er ingen påvisbar forskjell mellom resultatene for de ulike metodene.

3.9 Kalium

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 14, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 17 og 18. Det ble mottatt resultater for kalium fra 14 av laboratoriene. Resultatene for kalium er noe svakere enn ved siste slp, med 79 % akseptable middelveier for begge prøvene. Blant de avvikende verdier var det både systematisk for høye og for lave resultater.

Nesten alle laboratoriene benyttet ICP-AES ved bestemmelsen, mens ett laboratorium benyttet ICP-MS og to flamme atomabsorpsjon. Ett laboratorium benyttet ED-XRF med systematisk altfor høye resultater for begge prøvene. Laboratorium nr. 9 benyttet flamme atomabsorpsjon, og har systematisk for lave resultater for kalium. For prøve A kommer resultatet ikke med på figur 17. Det er ingen påvisbar forskjell mellom resultatene for de ulike metodene.

3.10 Totalfosfor

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 15, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 19 og 20. 15 laboratorier rapporterte resultater for totalfosfor, og andel akseptable resultater for prøve A og B var henholdsvis 93 og 87 %. Åtte laboratorier rapporterte at de bestemte totalfosfor med ICP-AES, mens seks laboratorier benyttet en automatisert spektrofotometrisk metode. Begge metoder er representert ved de største avvikene. Ett laboratorium benyttet ED-XRF med akseptable resultater. Laboratorium nr. 19 ser ut til å ha rapportert resultatene i feil enhet og kommer derfor ikke med i figurene. Systematisk altfor høyt resultat for prøve B fører også til at resultatet ikke kommer med i figur 20 for laboratorium nr 7.

3.11 Nitrogen

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 16, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 21 og 22. For prøve B faller resultatet til laboratorium 7 utenfor figur 22. For bestemmelsen av nitrogen ble det mottatt 13 resultatsett for begge prøvene. De fleste laboratoriene benyttet Kjeldahlmetoden til denne bestemmelsen. Ett laboratorium har benyttet en automatisert fotometrisk metode til sluttbestemmelsen, mens ett laboratorium benyttet en elementanalysator med høytemperatur forbrenning. Henholdsvis

69 og 92 % av middelverdiene lå innenfor den generelle akseptansegrensen på ± 20 %, noe som er vesentlig dårligere enn ved siste slp, spesielt for prøve A.

3.12 Totalt organisk karbon

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 17. Det er kun rapportert resultater fra tre laboratorier for hver av de to prøvene. Med så få resultater har det ingen hensikt å framstille dette grafisk, og ettersom det ikke er mulig å evaluere disse resultatene er denne parameteren heller ikke tatt med i tabell 2. Laboratoriene bestemte karboninnholdet ved høytemperatur forbrenning med relativt sammenlignbare resultater.

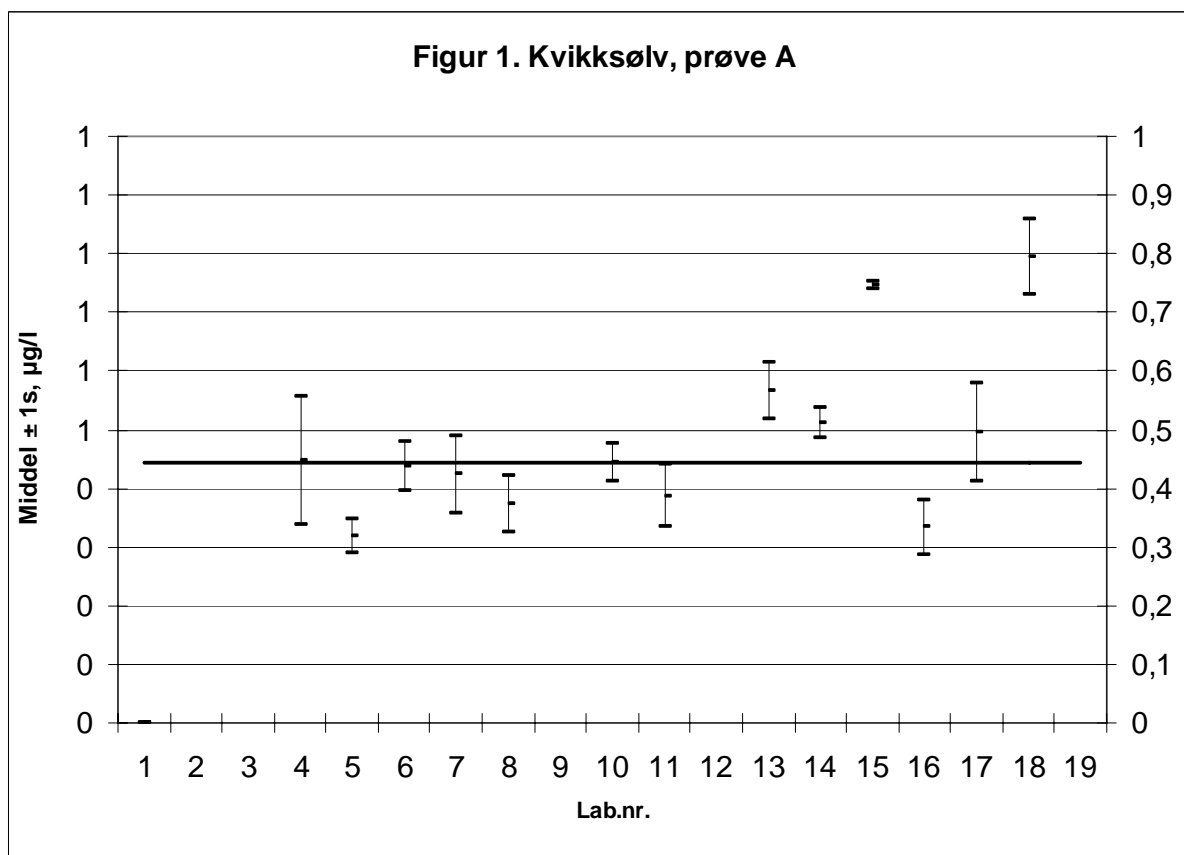
3.13 Totalt tørrstoffinnhold

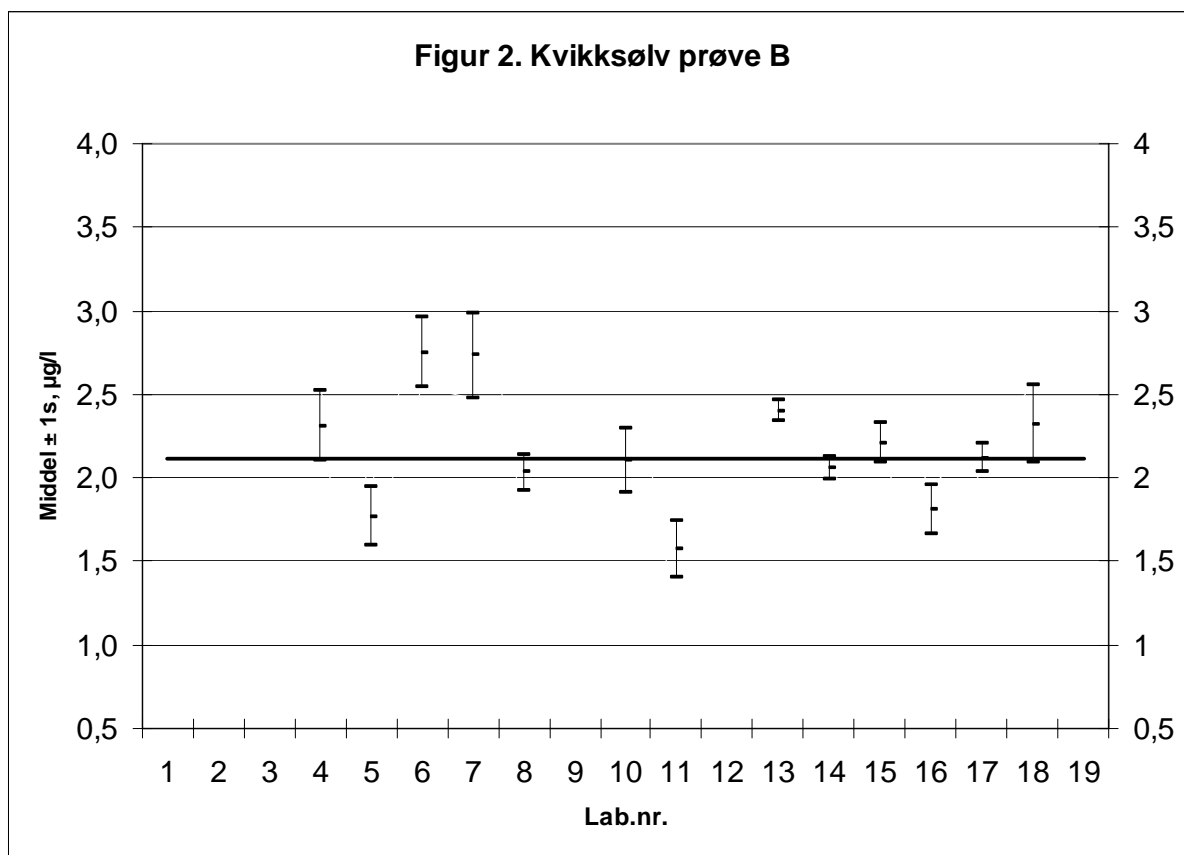
Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 18, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 23 og 24. Det ble mottatt resultater for totalt tørrstoffinnhold fra alle laboratoriene. Det er noe varierende resultater hos noen av laboratoriene, og dette vil være med å 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 ± 20 %, med unntak av et spesielt lavt resultat for prøve B (nr. 7) som ikke kommer med i figur 24. Laboratorium nr. 19 har åpenbart rapportert vanninnholdet i prøvene istedenfor tørrstoffinnholdet, og faller derfor utenfor figurene. Forskjellen mellom laboratoriene er gjennomgående innenfor ± 2 % for begge prøvene. Med akseptansegrenser på ± 20 % er henholdsvis 95 og 89 % av resultatene akseptable for prøve A og B.

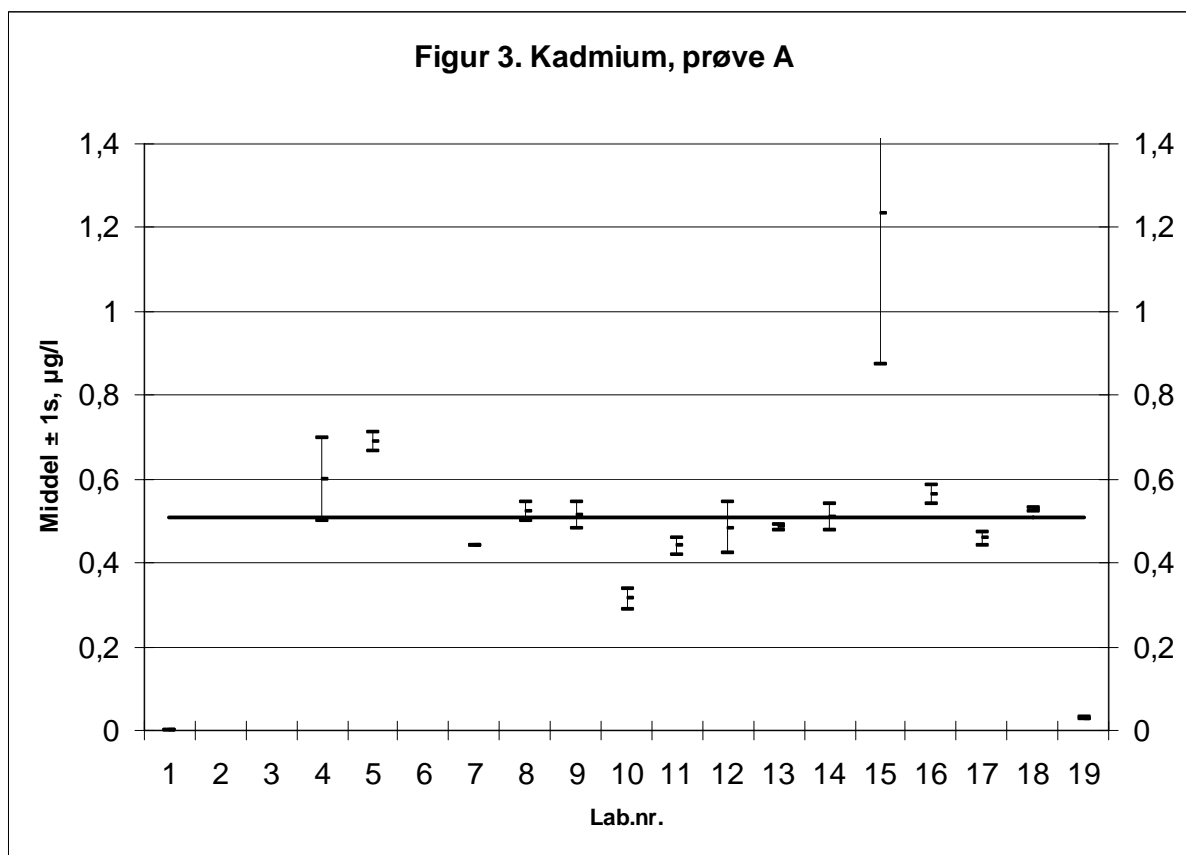
3.14 Glødetap

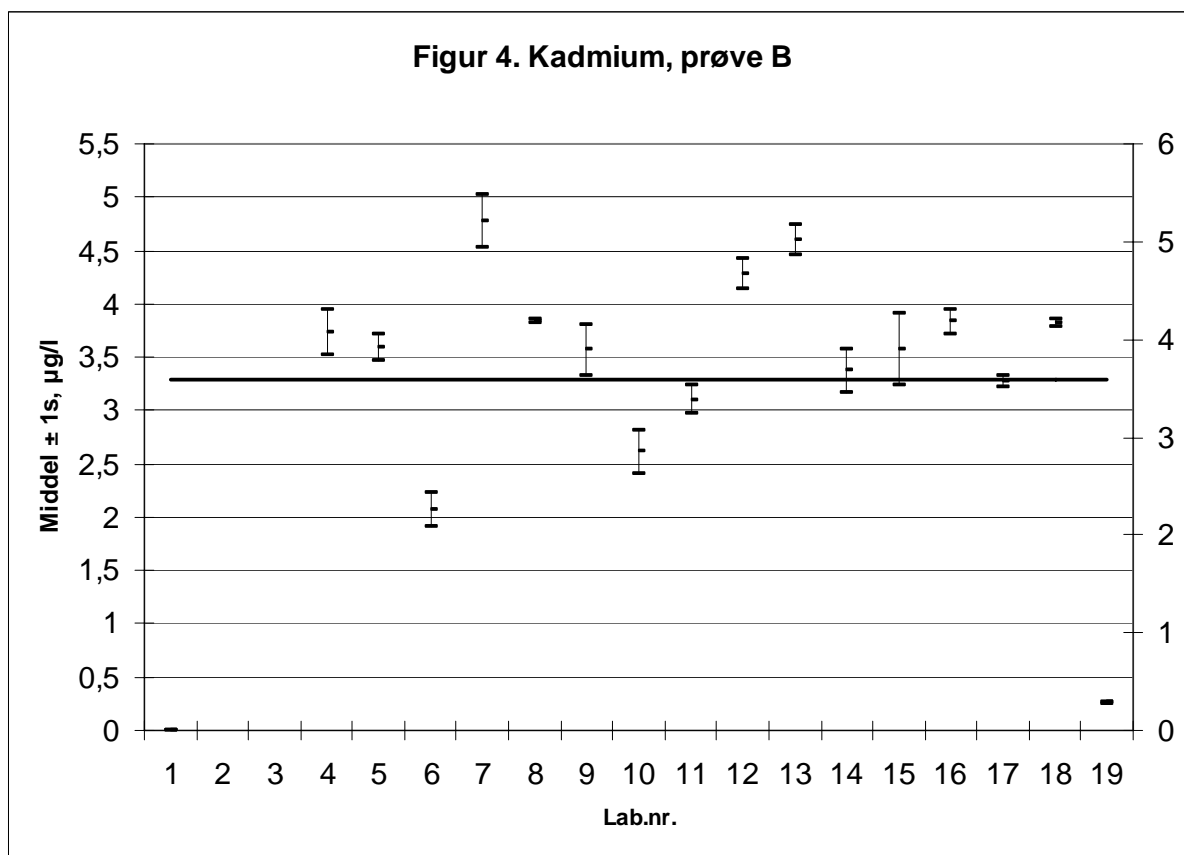
Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 19, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 25 og 26. 17 laboratorier bestemte glødetapet i prøvene A og B. Alle resultatene unntatt ett for laboratorium nr. 15 og begge for nr. 19 er akseptable når man benytter en akseptansegrense på ± 20 % av medianverdien. Det kan virke som om disse to laboratoriene kan ha rapportert gløderesten istedenfor glødetapet. Med akseptansegrenser på ± 20 % er henholdsvis 88 og 94 % av resultatene akseptable for prøve A og B.

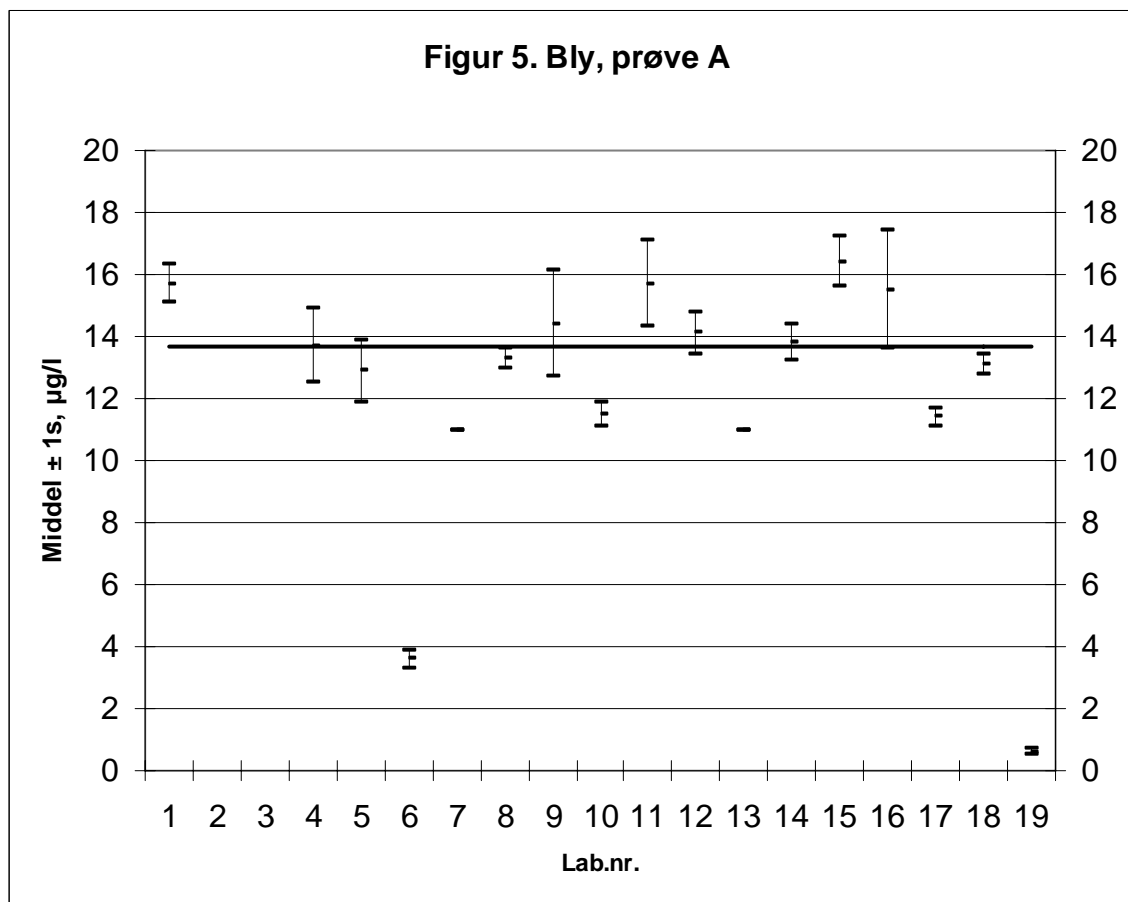
Forts. side 42

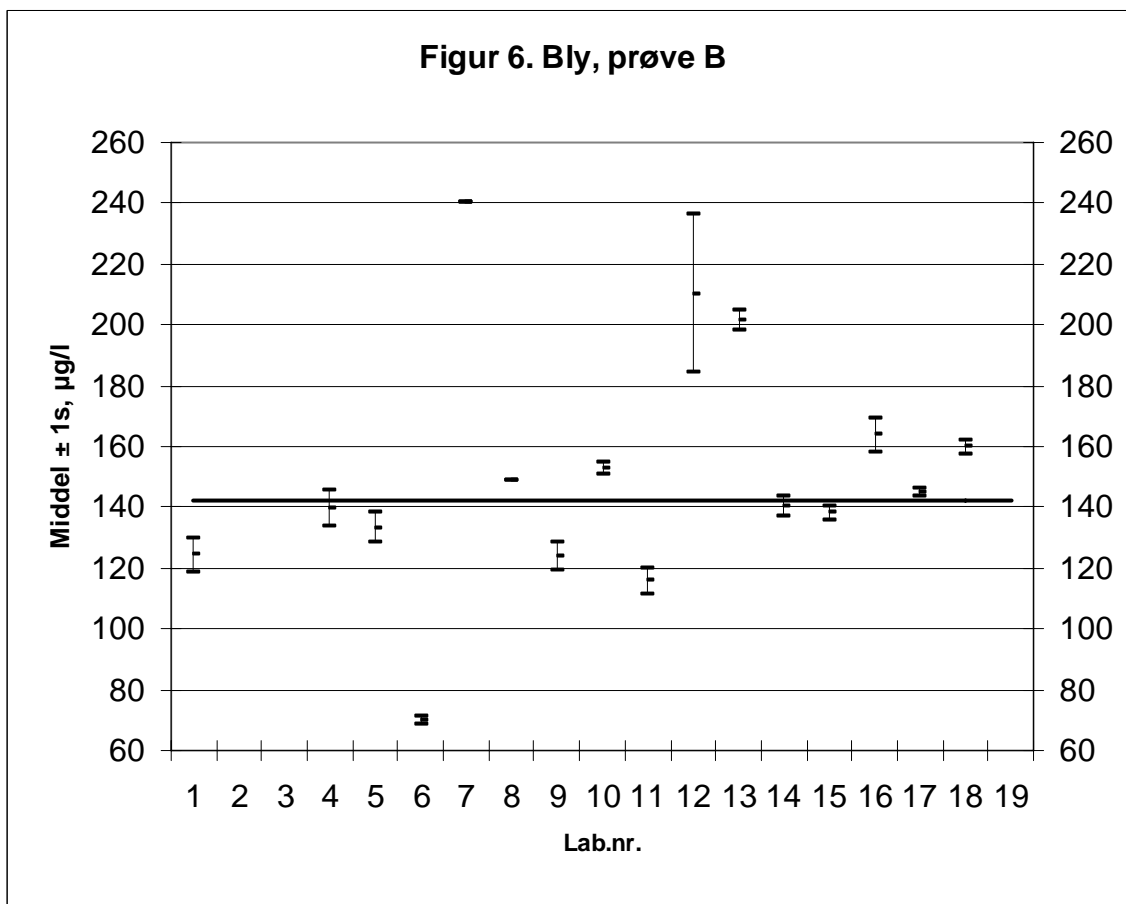


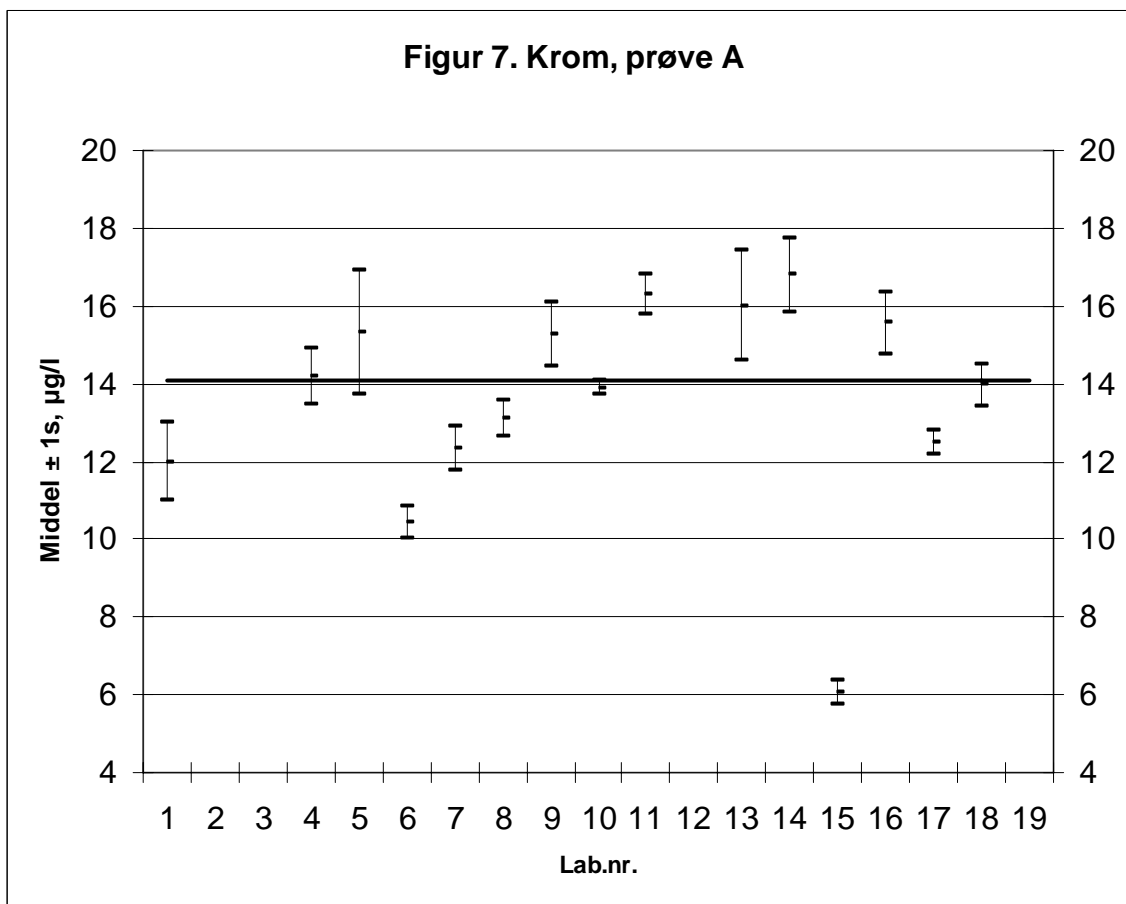


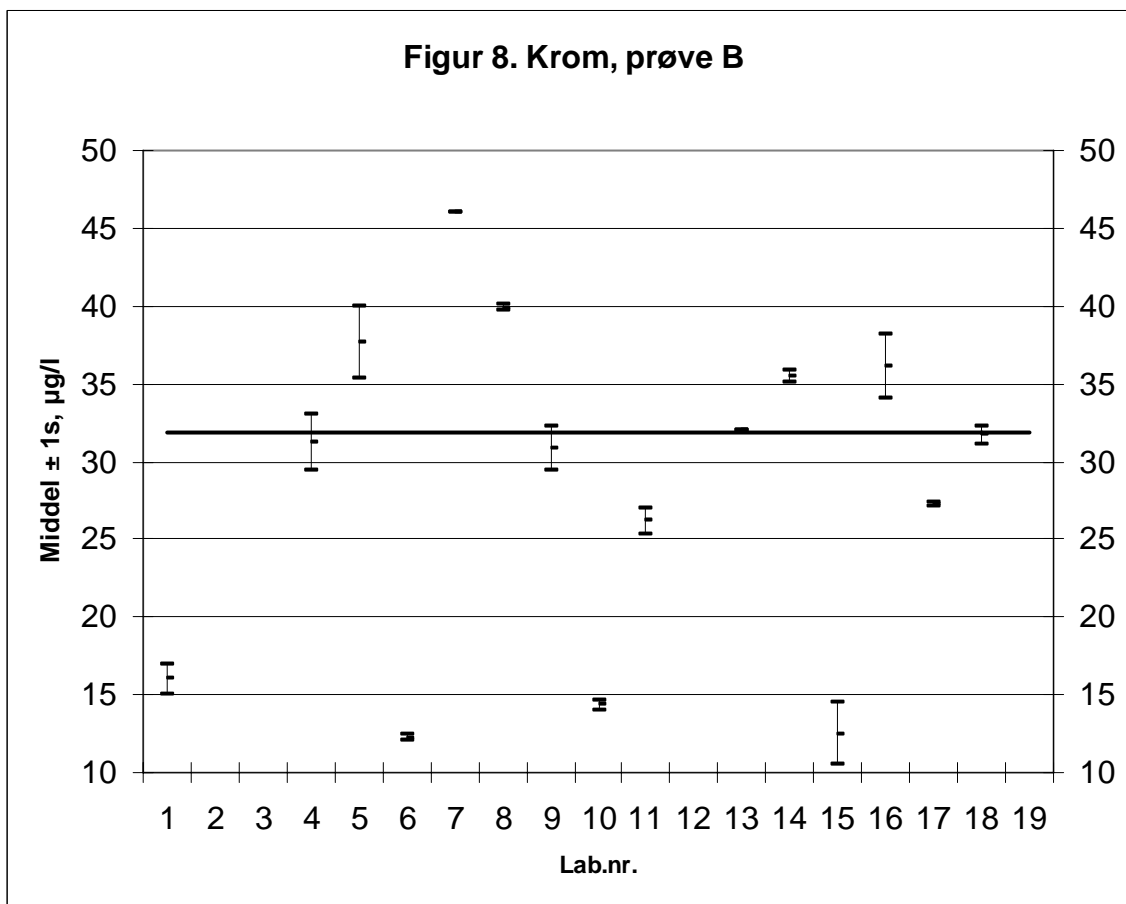


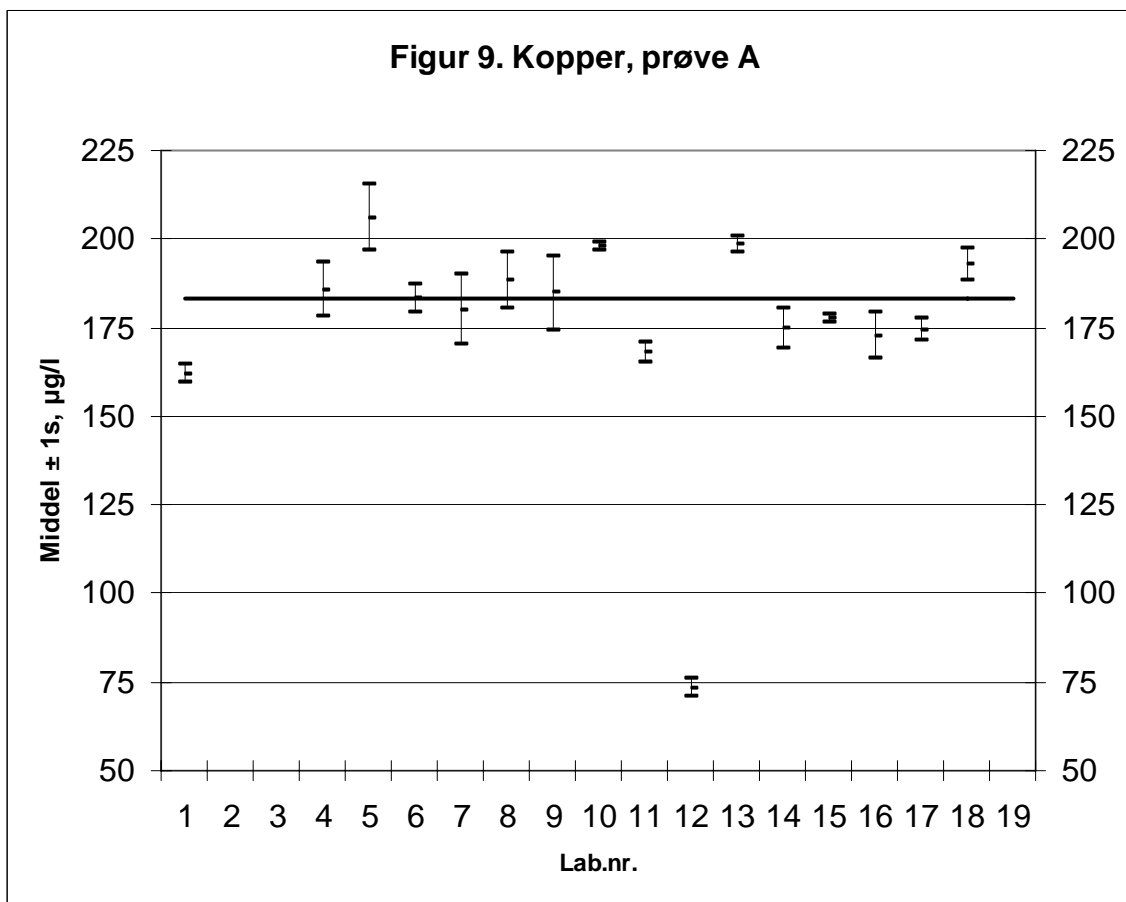


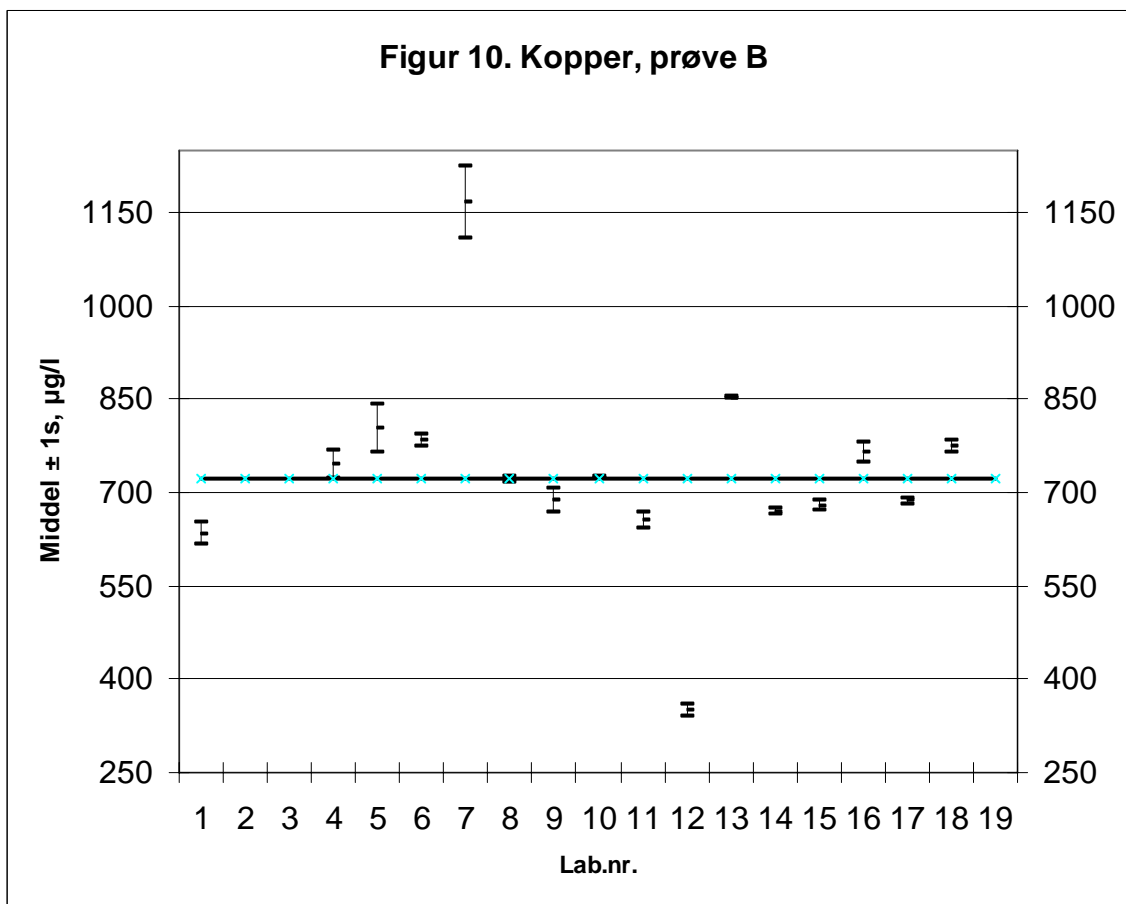


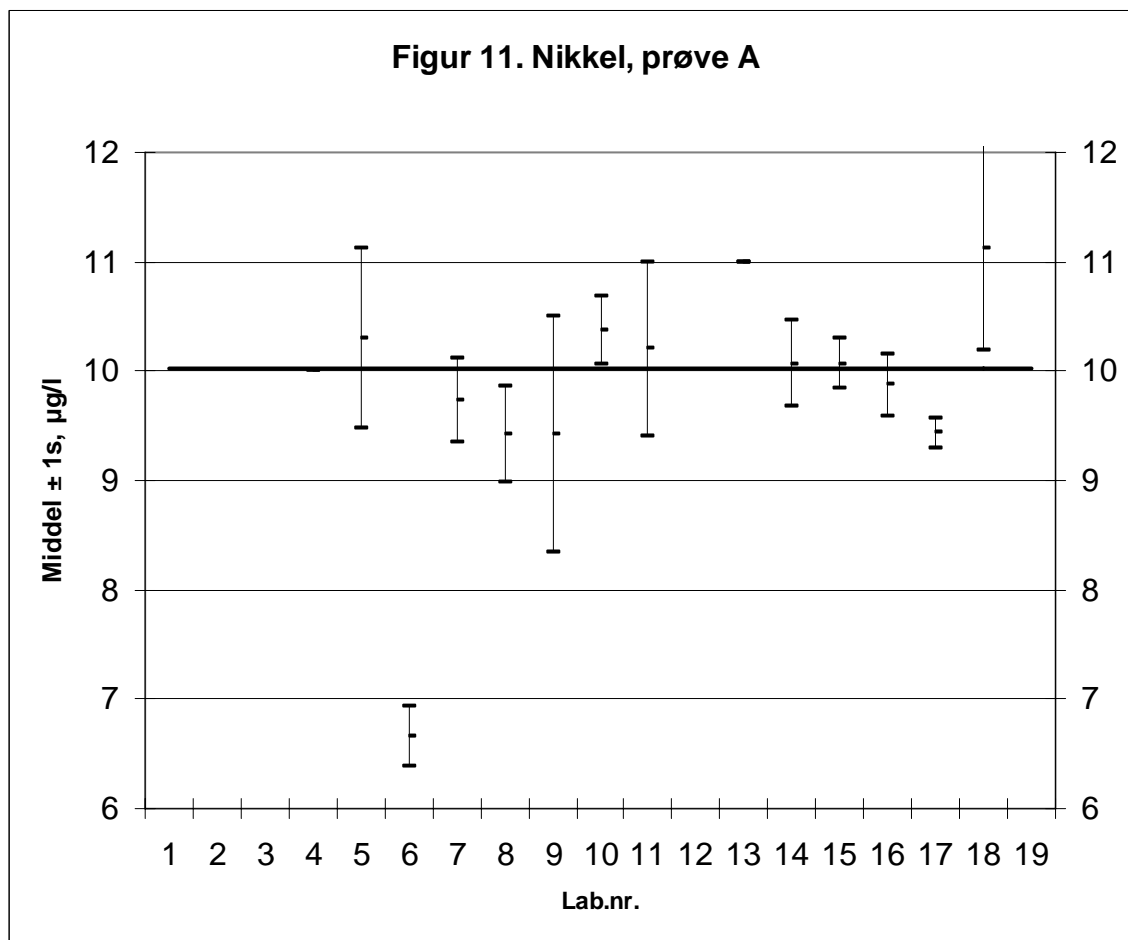


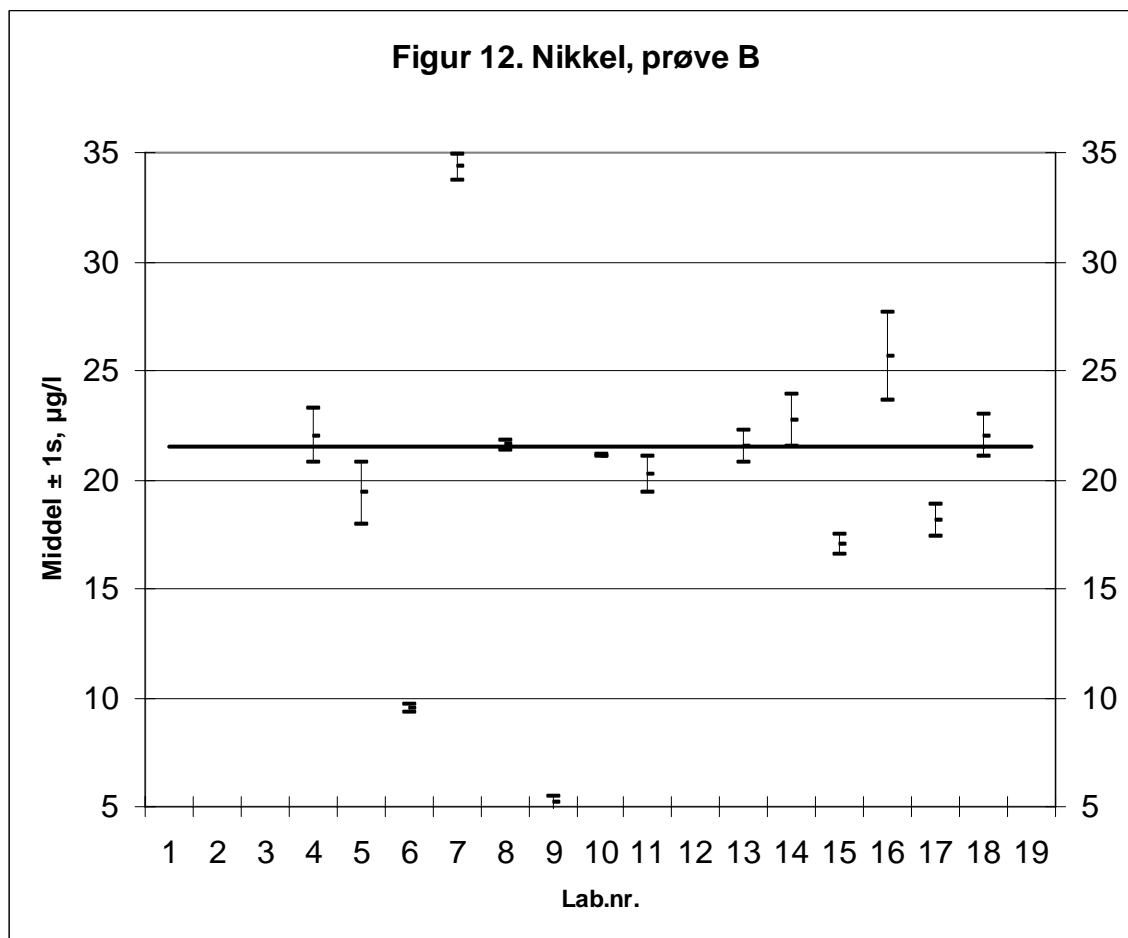


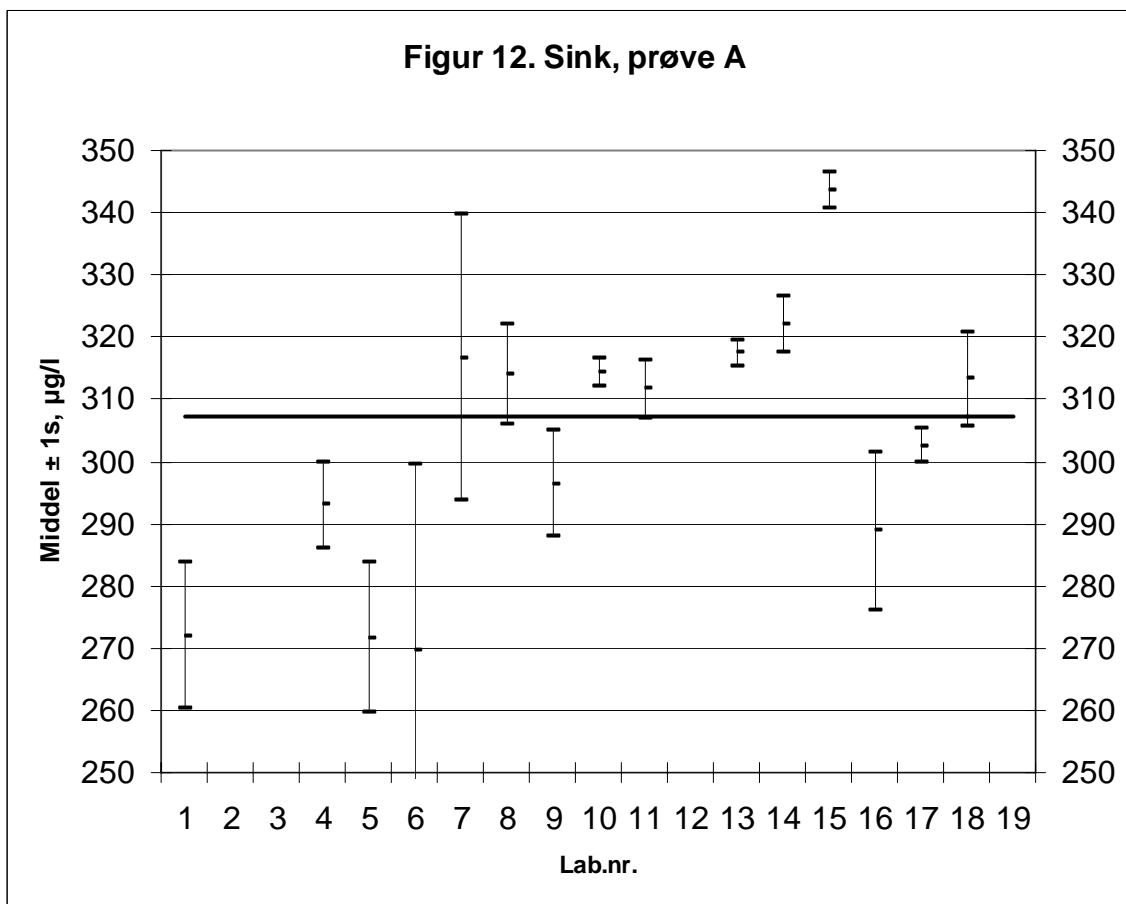


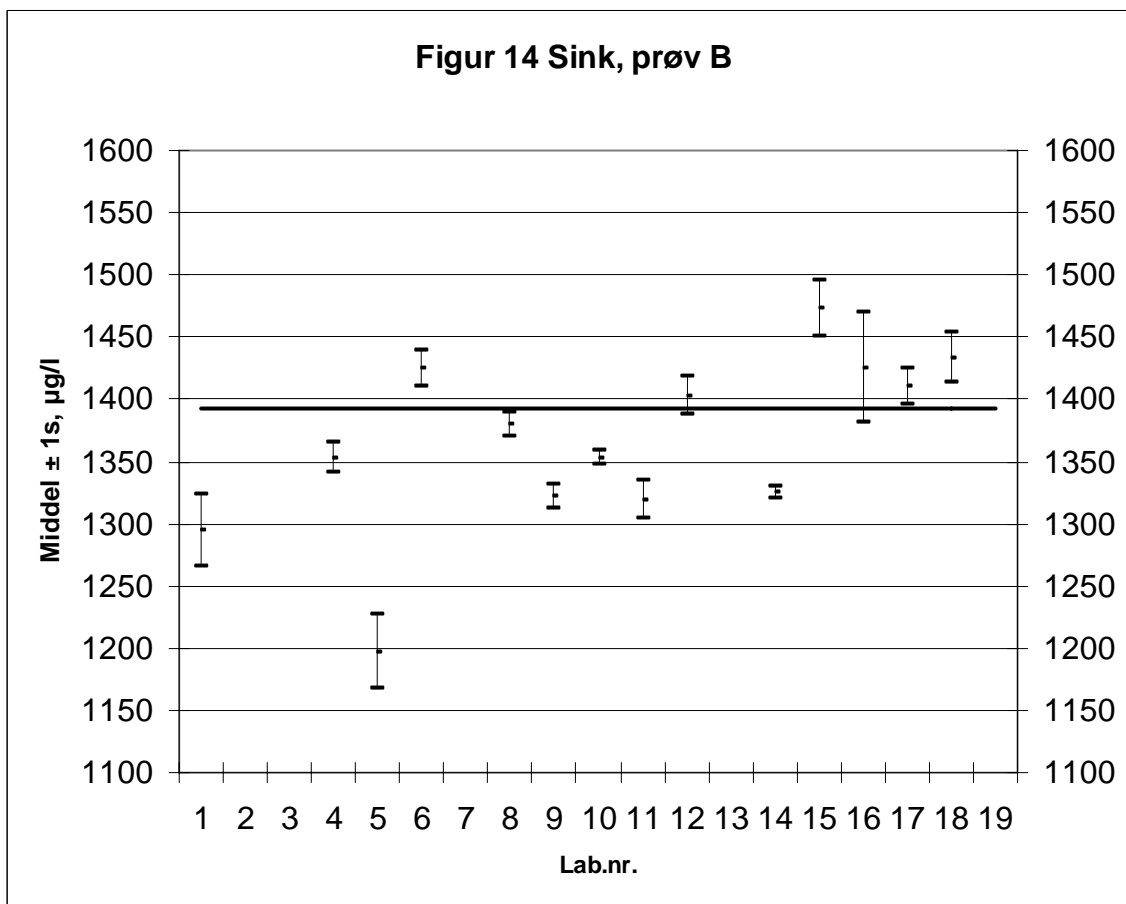


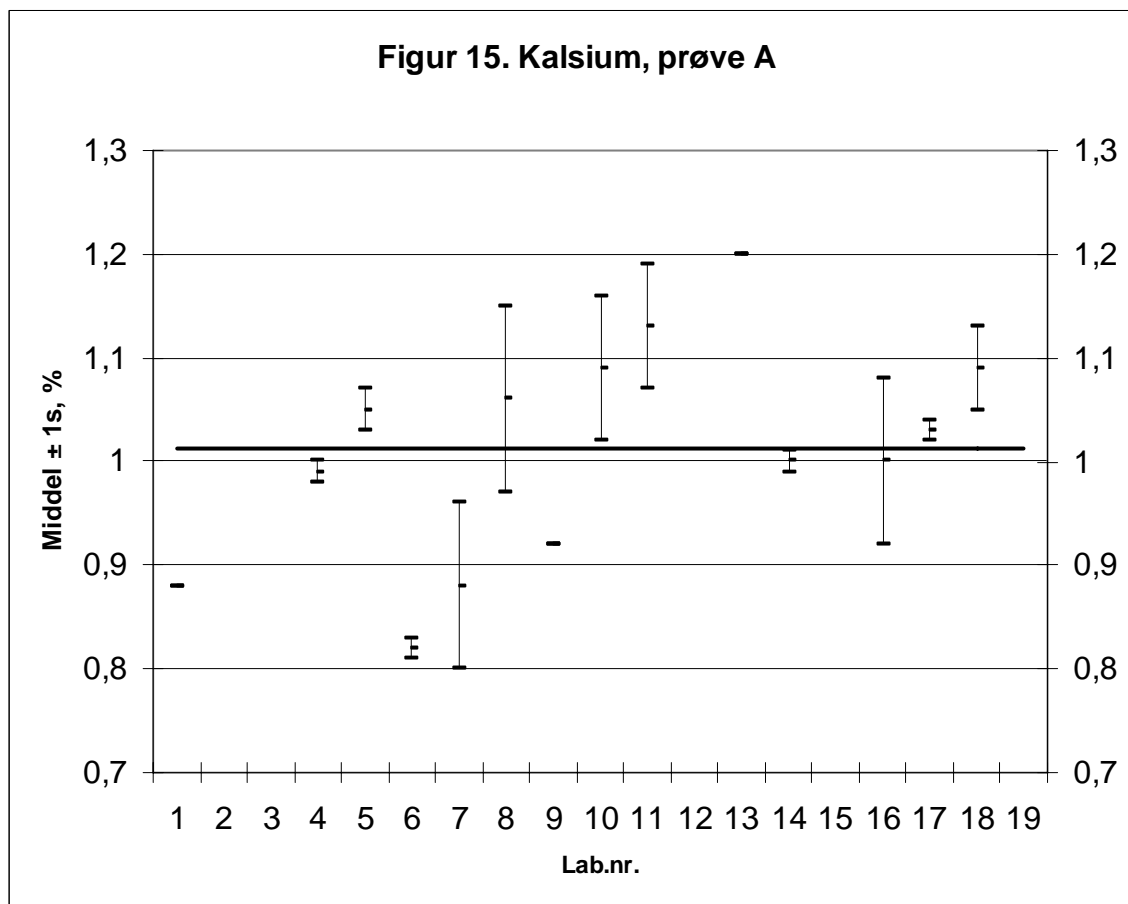


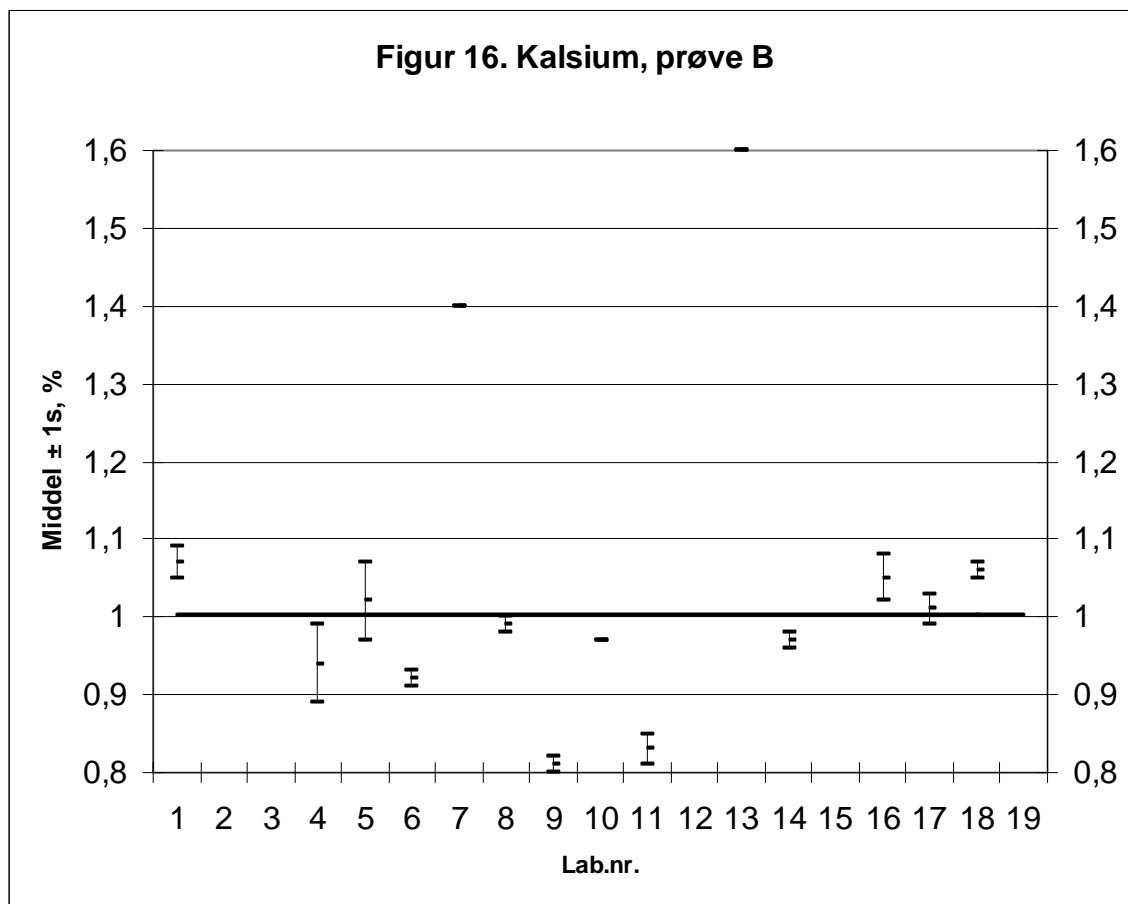


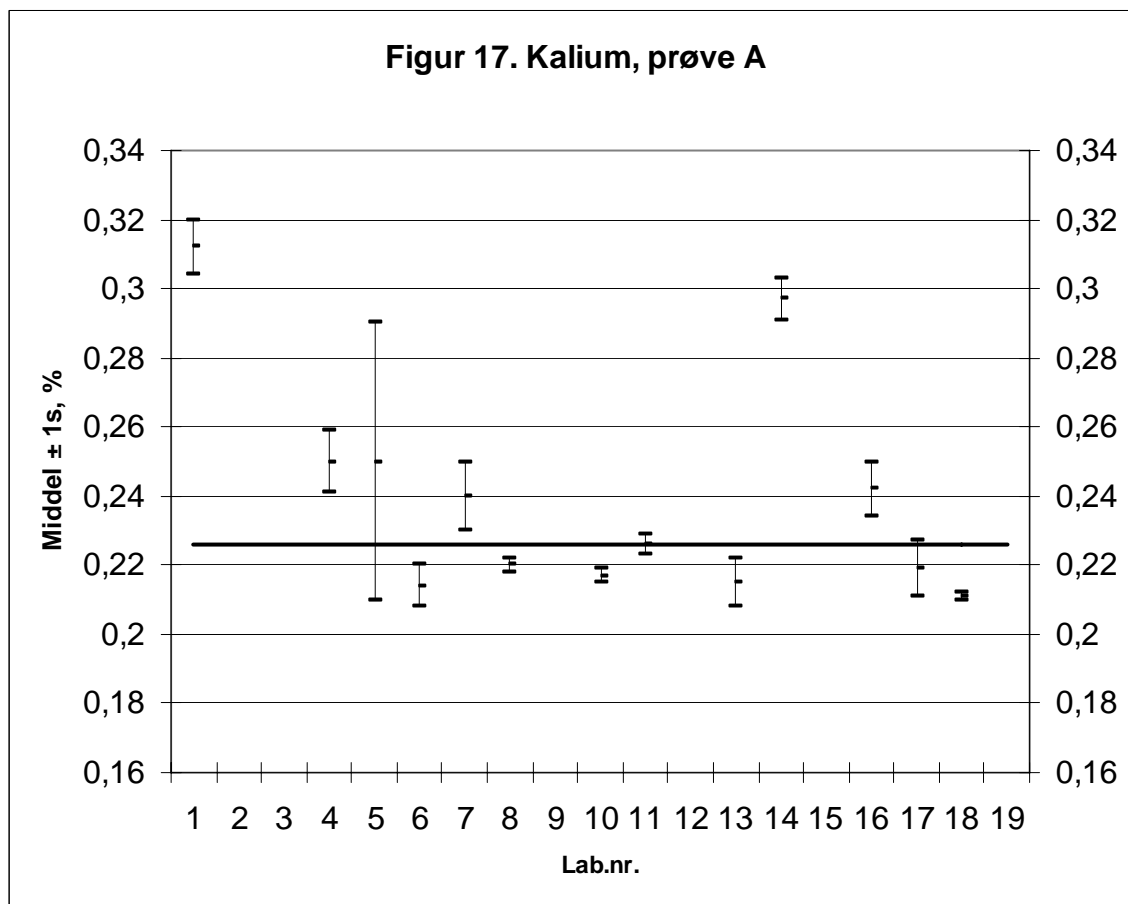


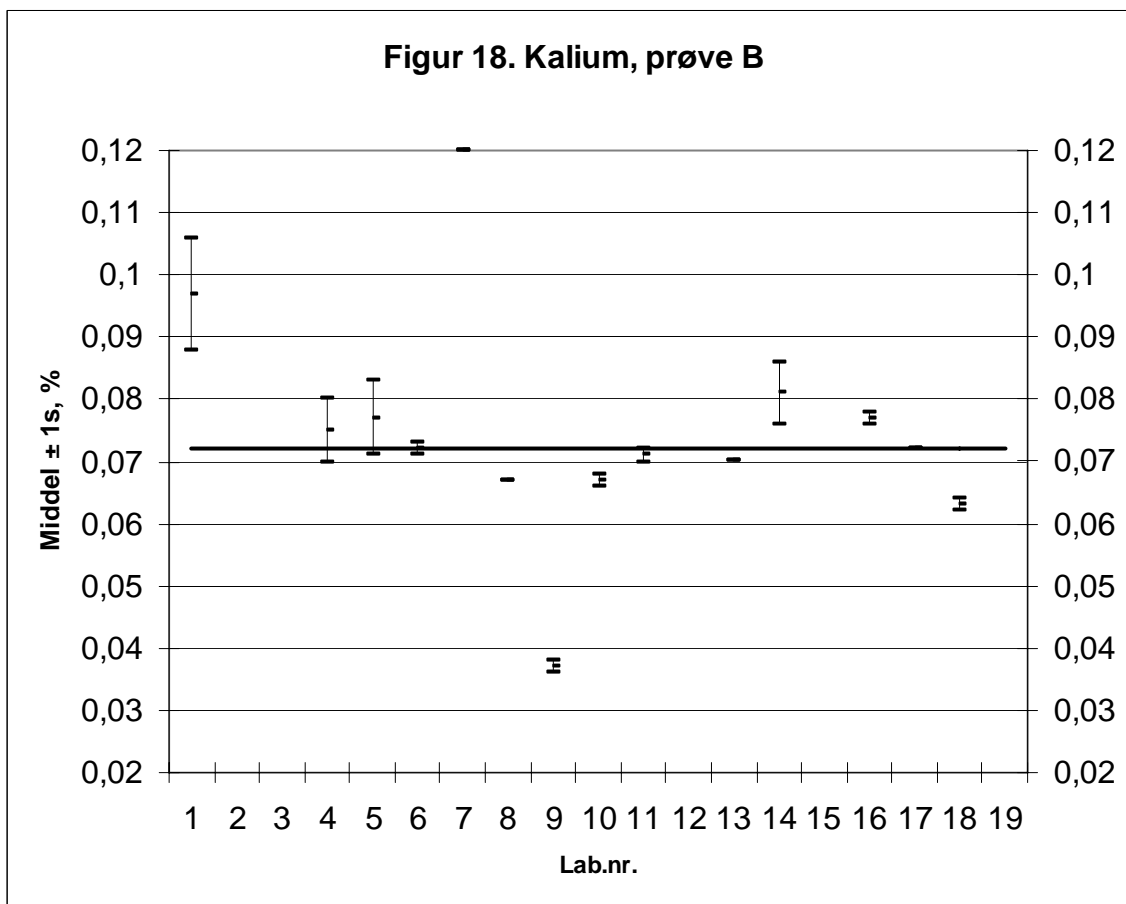


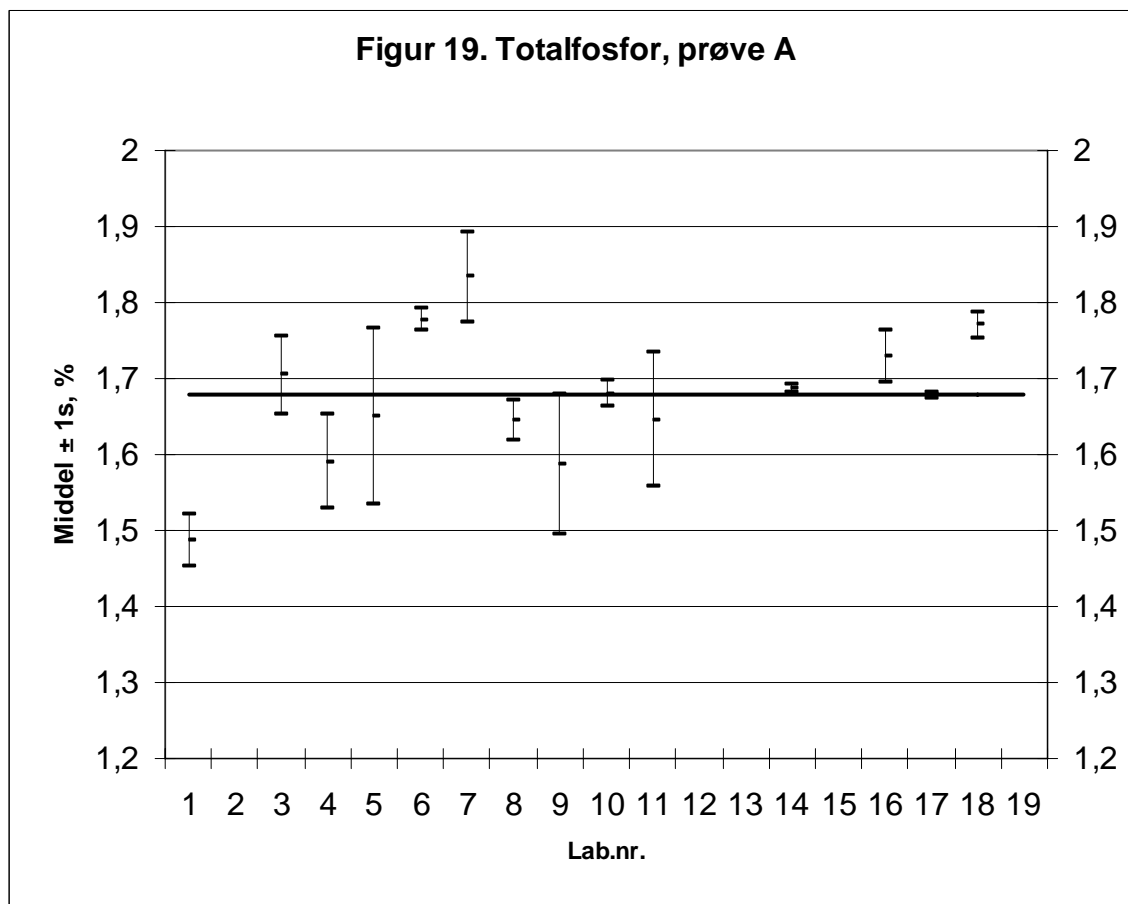


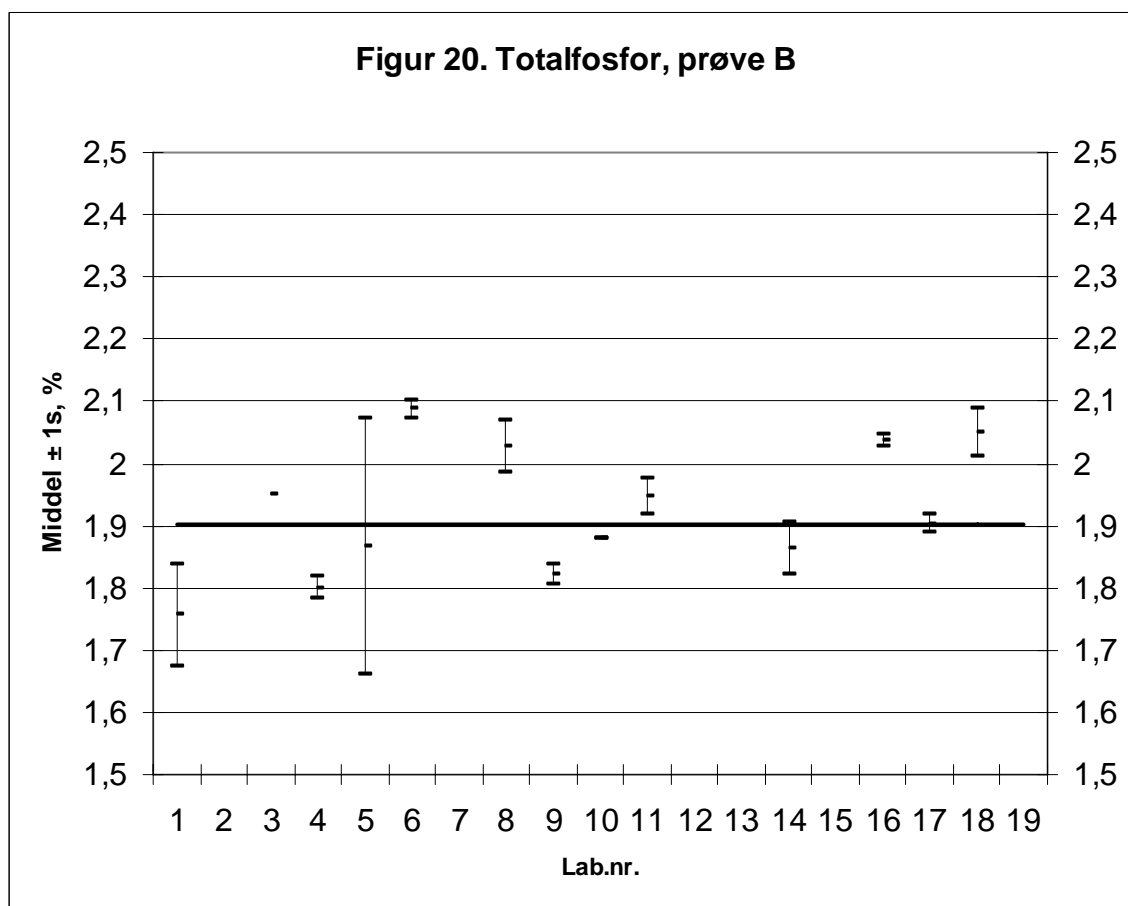


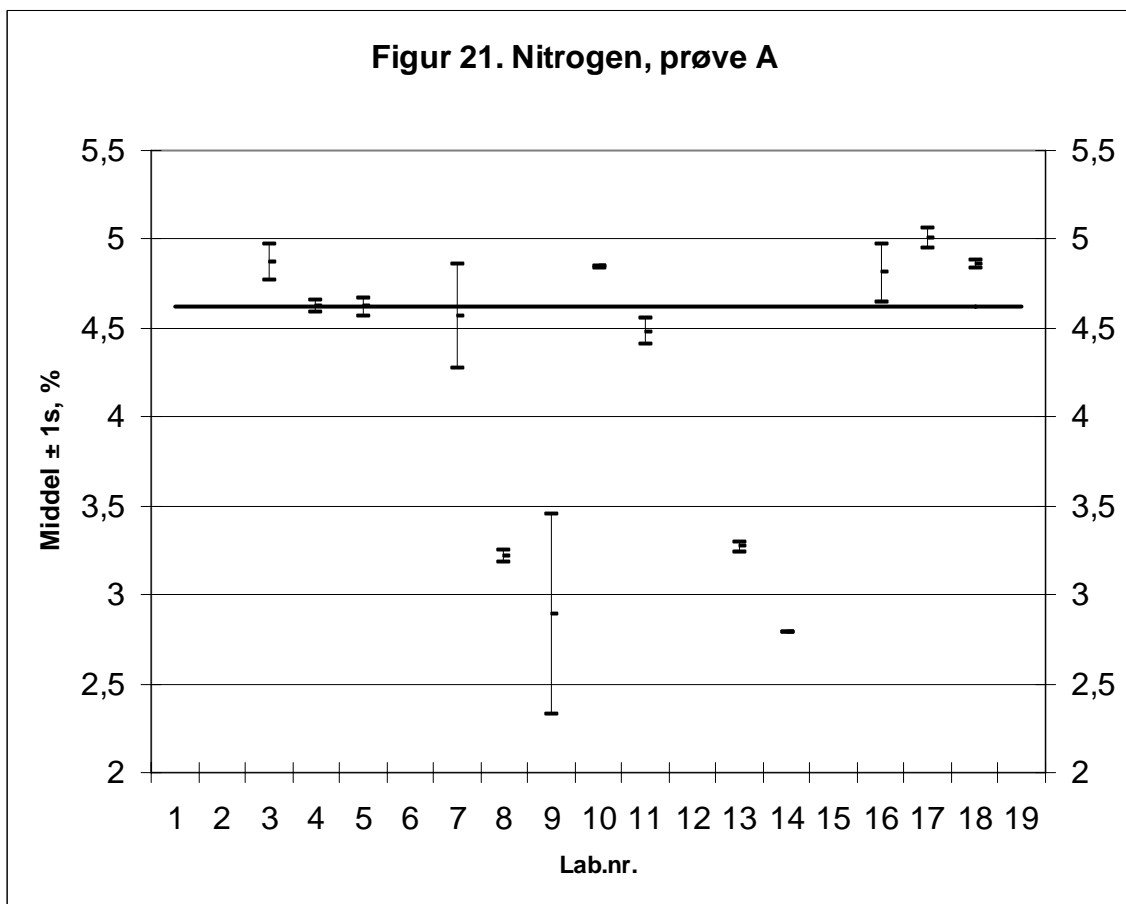


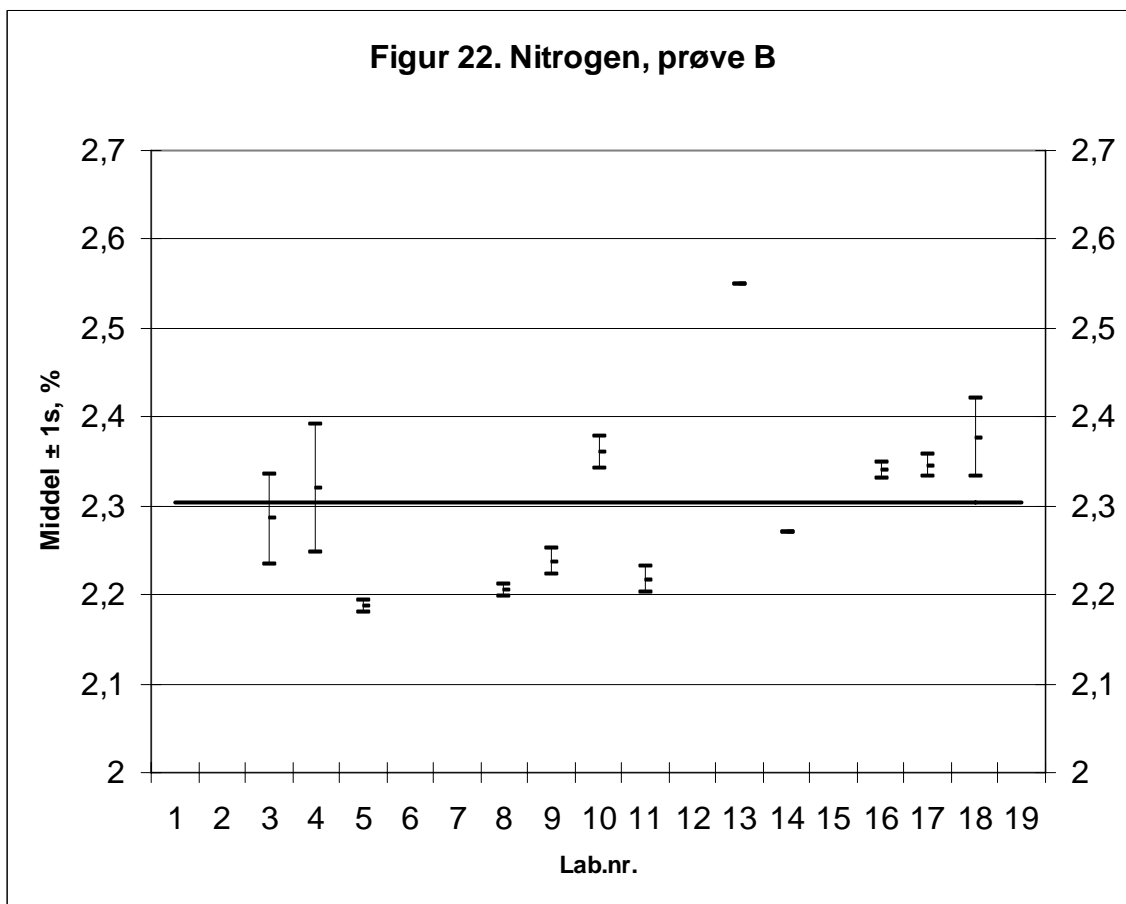


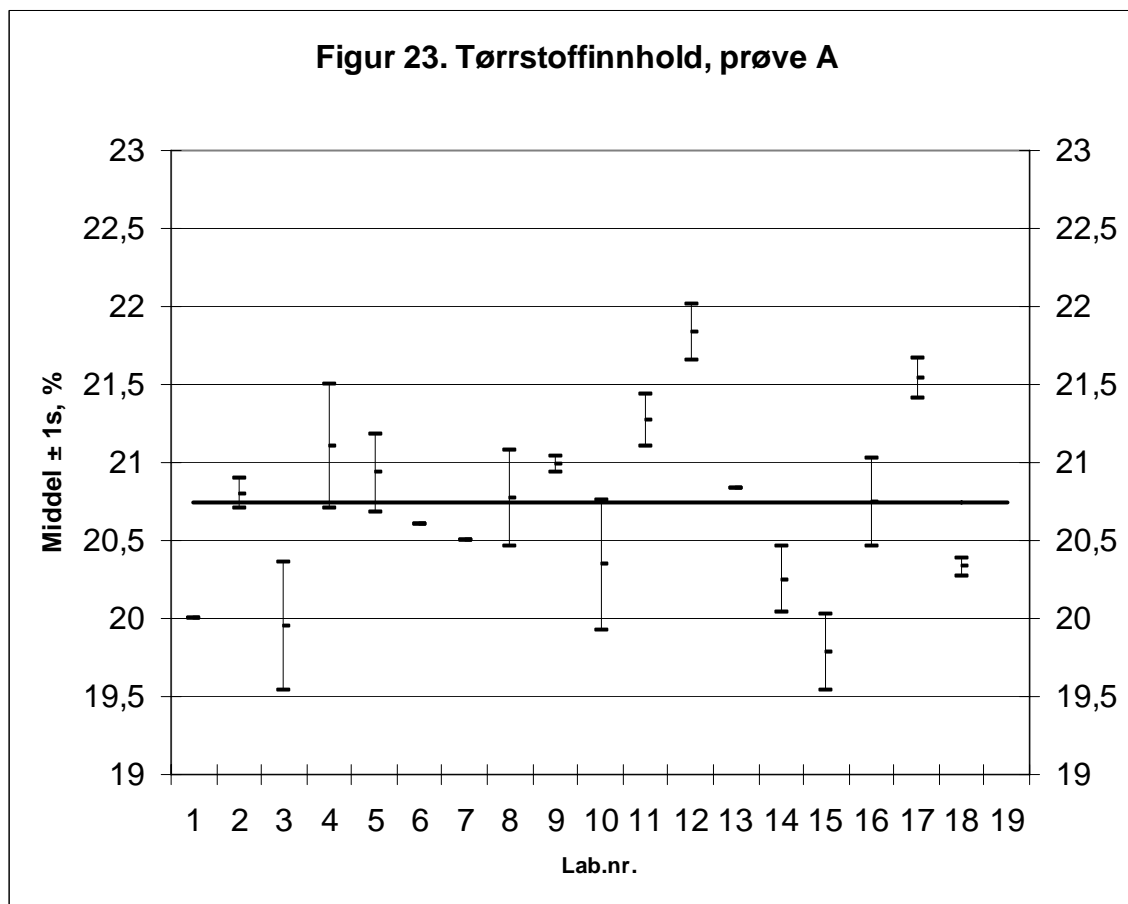


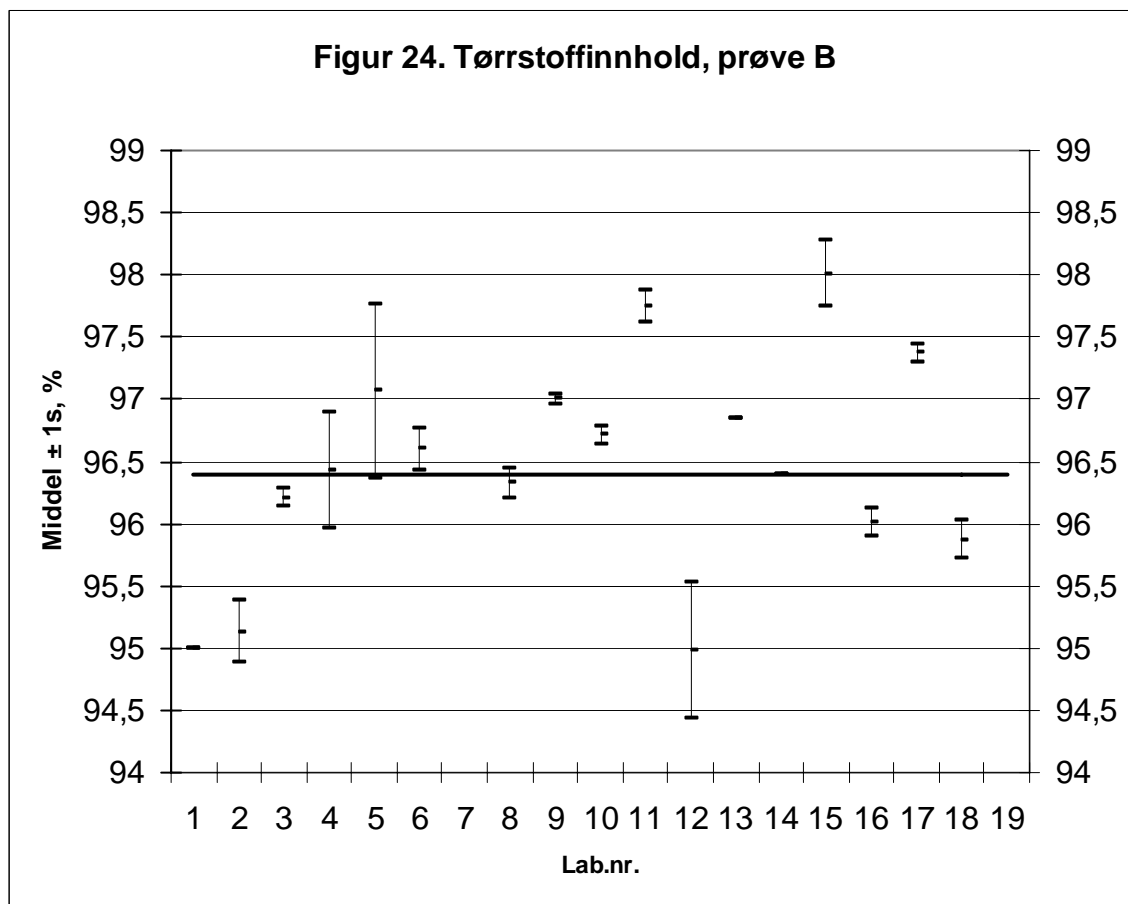


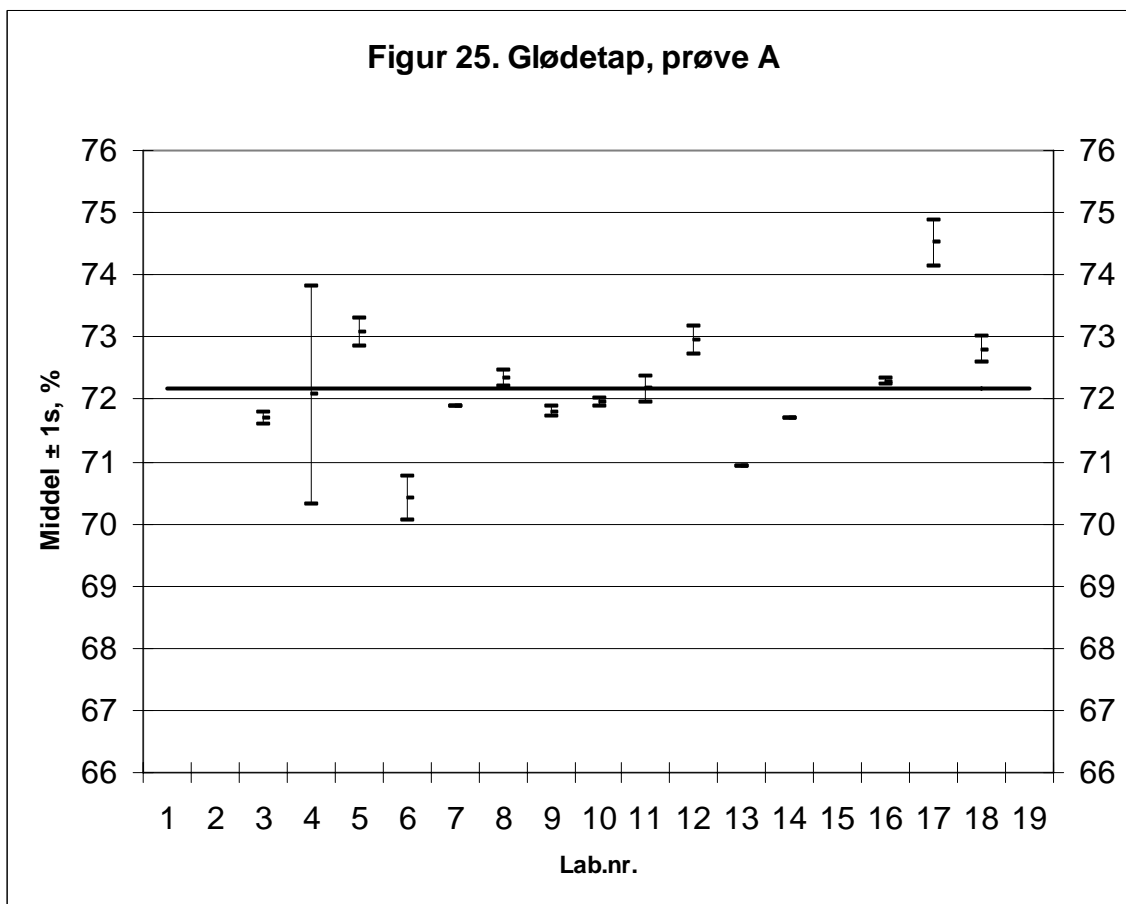


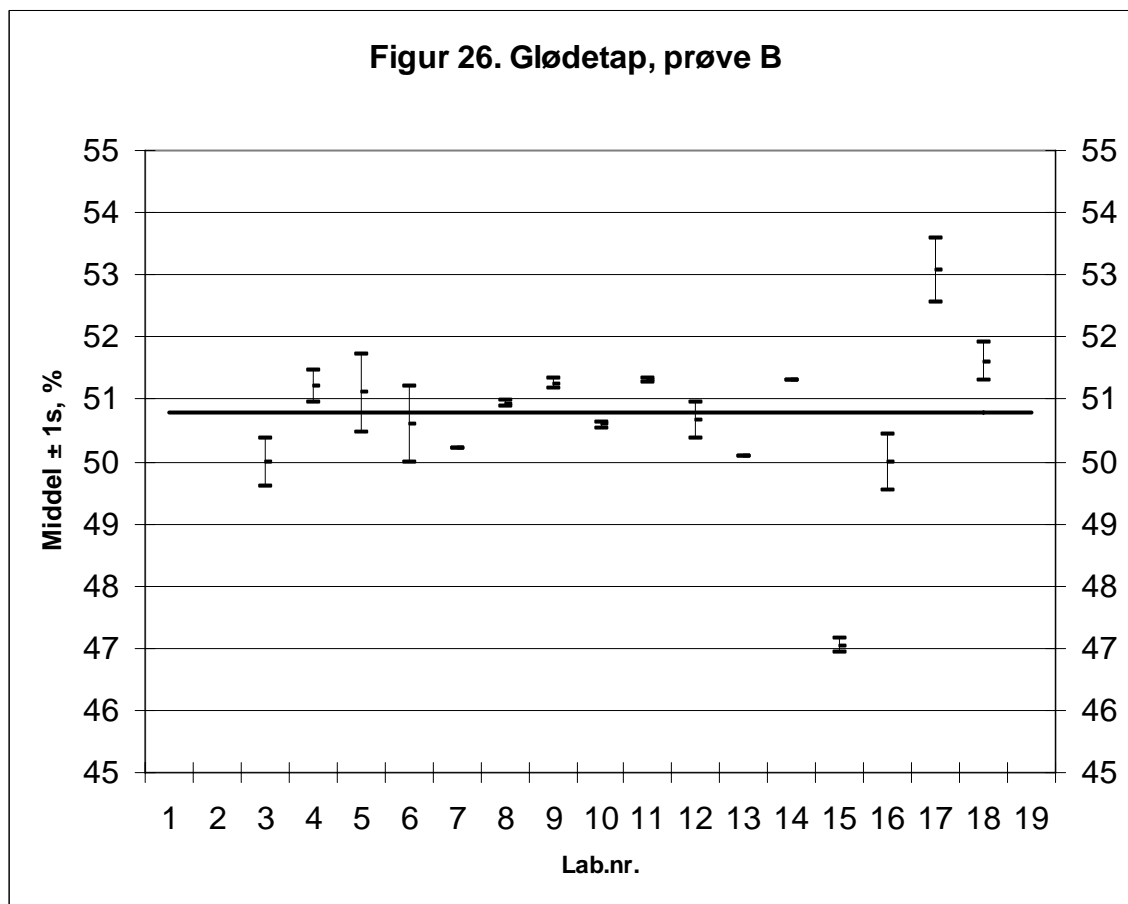


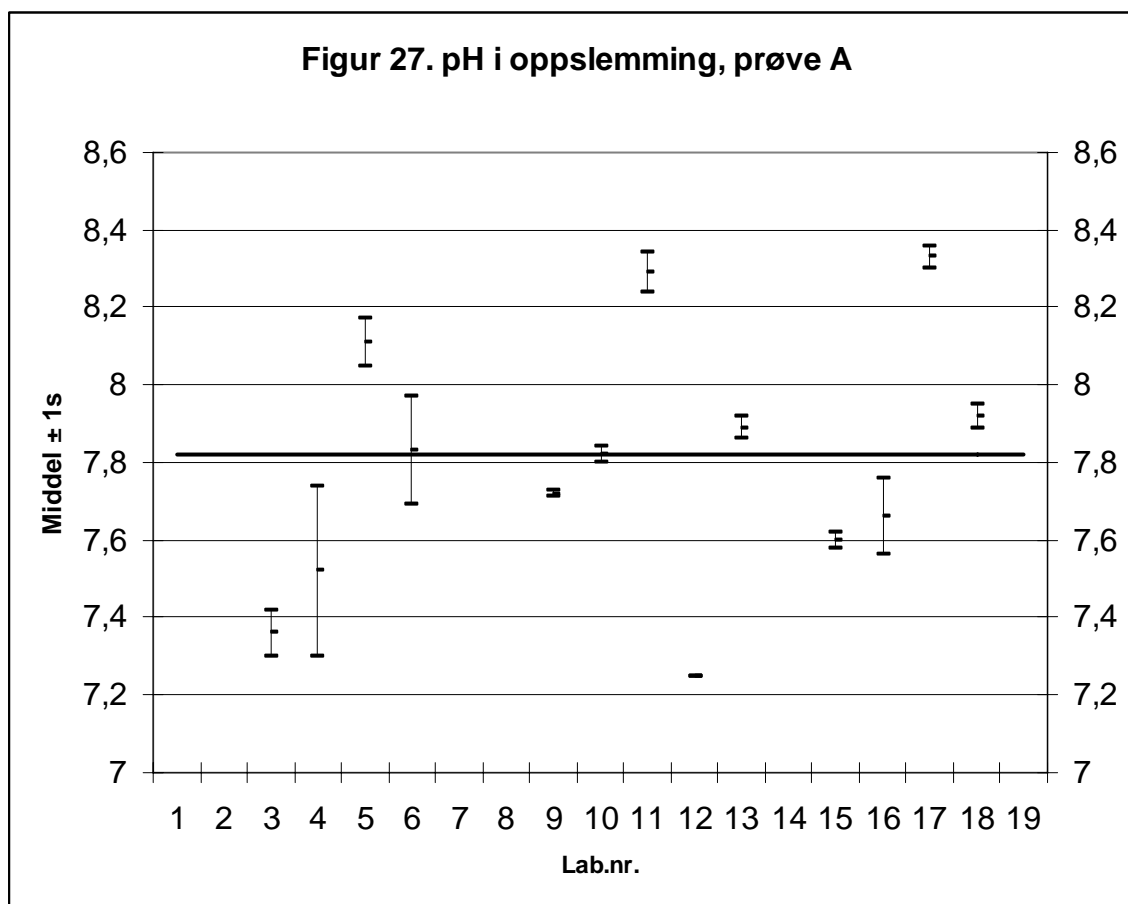


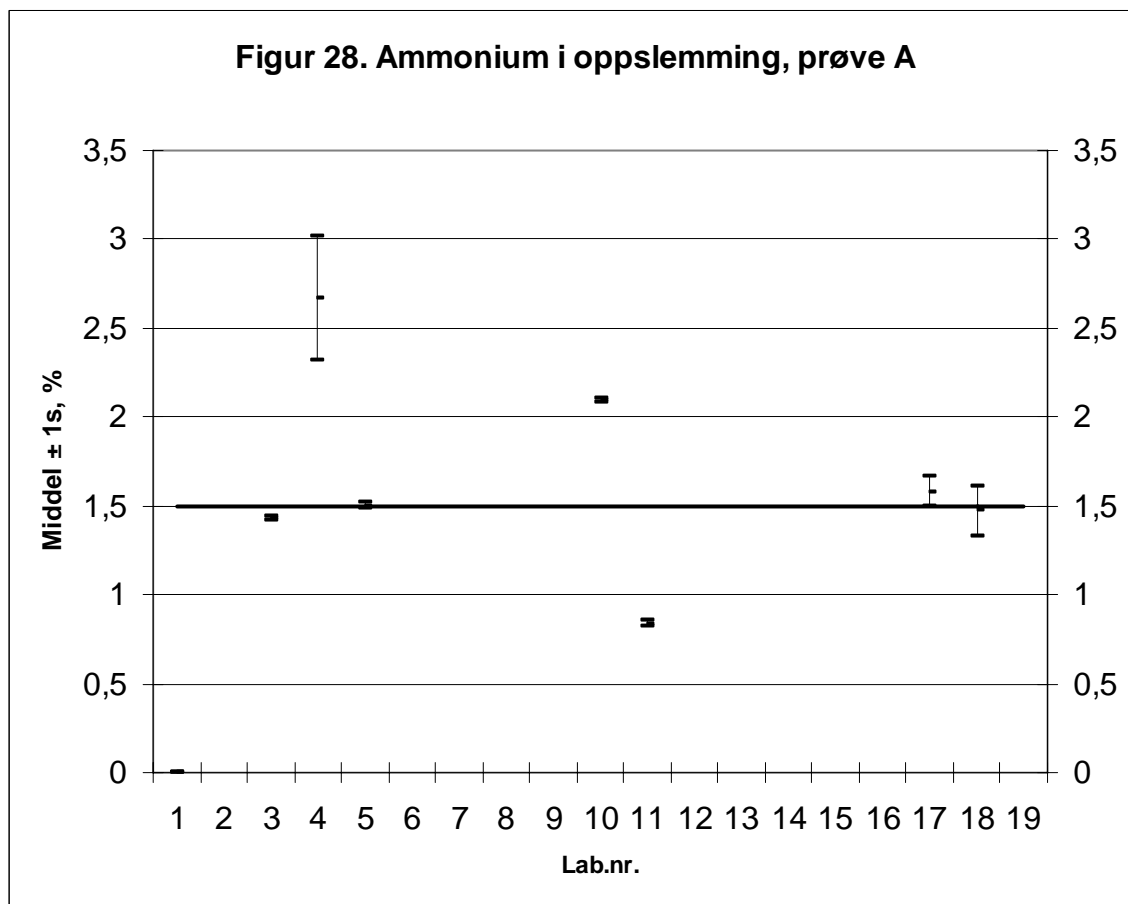












3.15 pH i vannuttrekk

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 20, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 27. 13 laboratorier rapporterte pH for et vannuttrekk av slamprøve A. De fleste har angitt at de rystet ut 5 gram slam i vann til 50 ml, eller tilsvarende mengdeforhold, mens noen få har fulgt standarden NS-EN 12176, hvor 5 g slam rystes ut til 100 g suspensjon. Ulikheter i forbehandlingen kan være årsaken til enkelte avvikende resultater. Av de rapporterte resultater lå seks middelveier utenfor sann verdi $\pm 0,25$ pH-enheter, som tilsvarer 54 % akseptable resultater. Ved beregning av Z-score for pH er det benyttet en akseptansegrense på 0,25 enheter, som tilsvarer $Z = 2$.

3.16 Ammonium i vannuttrekk

Det har kommet som et ønske fra flere av deltakerne at ammonium i et vannuttrekk burde være med i denne slp'en. Derfor er denne analysevariabelen tatt med denne gangen. Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 21, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 30. I alt syv laboratorier har sendt inn resultater for denne variabelen, og 57 % av middelveiene er vurdert som akseptable i forhold til en akseptansegrense på ± 20 %. Laboratorium nr. 4 har rapportert svært høye resultater for ammonium. Laboratorier med systematisk avvikende resultater må undersøke hva som kan være årsaken til dette.

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: ± 20 % av medianverdien av de innsendte resultater. For pH ble det valgt å benytte en absoluttverdi på $\pm 0,25$ pH-enheter som akseptansegrense. Til denne vurderingen har vi brukt medianverdien av de innsendte resultater som et uttrykk for den "sanne" verdi. Vi kjenner strengt tatt ikke den sanne verdi, og vet derfor 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 totaloppløsning med flussyre, eller oppløsning med kongevann som også gir noe høyere resultater for enkelte metaller sett i forhold til oppløsning med 7 mol/l salpetersyre. Det er ingen signifikant forskjell mellom resultatene der oppløsningen er foretatt med mikrobølgeovn i forhold til oppløsning i autoklav. For noen metaller blir resultatene systematisk for høye, uten at dette nødvendigvis betyr at man får medbestemt alt av de enkelte metallene.

Til vurdering av resultatene ved denne slp'en er det beregnet en Z-faktor (se Tabell 2, side 44-45), og Z-verdier mindre eller lik 2 bedømmes som akseptable. En Z-verdi lik 2 tilsvarer en feil på ± 20 % (eller $\pm 0,25$ 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.

Ett laboratorium (nr. 1) hadde denne gangen benyttet ED-XRF ved bestemmelse av metallene og det ser ut til at denne metoden jevnt over fungerer meget tilfredsstillende for de fleste metaller, men ga systematisk for høye resultater for kalium. Forøvrig er det 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 korleksjon 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 12 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. Tre laboratorie anvendte atomabsorpsjon i flamme, selv om grafittovn ble brukt ved fem laboratorier til bestemmelse av kadmium og bly, og i et par tilfeller ved bestemmelse av nikkel og krom.

Av Tabell 2 fremgår det at det er en viss forskjell i andel akseptable resultater mellom de enkelte analysevariable. I tillegg til at enkelte metaller er tilstede i lave konsentrasjoner, kan dette også skyldes at enkelte metaller 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 metallene er meget bra ved denne slp'en. Disse metallene er dessuten til stede i høye konsentrasjoner sett i forhold til de anvendte metodenes deteksjonsgrenser. Det er en gjennomgående tendens til at andel akseptable resultater er høyere for prøve A (den våte prøven) enn for prøve B som er tørket og knust og derfor skulle være mer homogen enn det avvannede slammet. Blant annet er andel akseptable resultater for bly, krom og nikkel i prøve A over 80 %. Det er mulig at dette kan ha sammenheng med at metallene er lettere å løse ut fra det våte slammet en den tørkede prøven som dessuten har vært lagret i over ti år.

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 kan delta med noen få analysevariable, og således oppnå en høy andel akseptable resultater selv om mange viktige analysevariable ikke er bestemt. Dette representerer ikke noe stort problem ved denne slp'en. Det ideelle er et høyt prosenttall i begge tilfeller. Denne oversikten er gjengitt i Tabell 3. Av denne fremgår det at 9 av laboratoriene har mer enn 80 % akseptable middelverdier blant sine innsendte analyseresultater for *tungmetallene*, og 3 av disse hadde akseptable resultater for alle sine innsendte verdier, noe som er meget bra! 3 laboratorier har mellom 60 og 80 % akseptable resultater, mens 4 laboratorier har bare 36 til 57 % akseptable resultater. Tre laboratorier rapporterte ikke resultater for metallene i det hele tatt.

Tabell 2. Evaluering av laboratorienes resultater ved analyse av slamprøvene. Oversikt over laboratorienes Z-faktor, beregnet i forhold til medianverdien. % akseptable er beregnet i forhold til antall resultater for hver variabel. > benyttes når resultatet er rapportert som "< enn deteksjonsgrensen".

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					1,4	-1,3	-1,5	-5,0	-1,1	-1,3			-1,1	-0,7
2														
3														
4	0,1	0,9	1,8	0,4	0,0	-0,2	0,1	-0,2	0,1	0,3	0,0	0,2	-0,5	-0,3
5	-2,9	-1,7	3,5	0,0	-0,6	-0,6	0,7	1,8	1,3	1,1	0,3	-1,0	-1,2	-1,4
6	-0,1	2,9	>	-4,2	-7,3	-5,0	-2,6	-6,1	0,0	0,8	-3,4	-5,5	-1,2	0,2
7	-0,4	2,9	-1,3	3,3	-2,0	7,1	-1,2	4,4	-0,2	6,1	-0,3	5,9	0,3	6,3
8	-1,6	-0,4	0,3	0,7	-0,3	0,5	-0,7	2,5	0,3	0,0	-0,6	0,0	0,2	-0,1
9			0,1	0,0	0,5	-1,3	0,8	-0,3	0,1	-0,5	-0,6	-7,5	-0,3	-0,5
10	0,0	-0,1	-3,8	-2,7	-1,6	0,7	-0,1	-5,4	0,8	0,0	0,3	-0,2	0,2	-0,3
11	-1,3	-2,6	-1,3	-1,4	1,4	-1,9	1,6	-1,8	-0,8	-1,0	0,2	-0,6	0,1	-0,5
12			-0,5	1,9	0,3	4,8			-5,9	-5,1			-2,3	0,1
13	2,8	1,3	-0,4	2,8	-2,0	4,1	1,4	0,0	0,8	1,8	1,0	0,0	0,3	3,1
14	1,5	-0,3	0,0	-0,6	0,0	-0,2	1,9	1,1	-0,5	-0,8	0,0	0,5	0,5	-0,5
15	6,8	0,4	14,3	0,0	1,9	-0,3	-5,6	-6,0	-0,3	-0,6	0,0	-2,1	1,2	0,6
16	-2,5	-1,5	1,1	0,7	1,3	1,5	1,0	1,5	-0,6	0,6	-0,2	1,9	-0,6	0,2
17	1,2	0,0	-1,0	-0,9	-1,7	0,2	-0,9	-1,4	-0,6	-0,5	-0,6	-1,6	-0,2	0,1
18	7,9	0,9	0,4	0,7	-0,4	1,2	-0,1	0,0	0,5	0,7	1,1	0,2	0,2	0,3
19			-9,4	-9,3	-9,5	-9,9	-9,9	-10,0	-9,9	-9,9	-9,9	-9,9	-9,9	10,0
% aksept.	62	77	69	69	88	71	81	56	88	82	87	67	88	82

Tabell 2 forts.

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 A	NH4N
1	-1,3	0,6	3,8	3,5	-1,1	-0,8			-0,4	-0,1				
2									0,0	-0,1				
3					0,2	0,3	0,5	-0,1	-0,4	0,0	-0,1	-0,2	-3,9	-0,5
4	-0,3	-0,7	1,0	0,5	-0,5	-0,5	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	-2,4	7,8
5	0,3	0,2	1,1	0,6	-0,2	-0,2	0,0	-0,5	0,1	0,1	0,1	0,1	2,3	0,0
6	-1,9	-0,8	-0,5	0,0	0,6	1,0			-0,1	0,0	-0,2	0,0	0,1	
7	-1,3	4,0	0,6	6,7	0,9	7,0	-0,1	8,5	-0,1	-4,4	0,0	-0,1		
8	0,5	-0,1	-0,3	-0,6	-0,2	0,7	-3,0	-0,4	0,0	0,0	0,0	0,0		
9	-0,9	-1,9	-8,0	-4,9	-0,5	-0,4	-3,7	-0,3	0,1	0,1	-0,1	0,1	-0,8	
10	0,8	-0,3	-0,4	-0,7	0,0	-0,1	0,5	0,2	-0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	4,0
11	1,1	-1,7	0,0	-0,1	-0,2	0,2	-0,3	-0,4	0,2	0,1	0,0	0,1	3,8	-4,4
12									0,5	-0,1	0,1	0,0	-4,6	
13	1,9	6,0	-0,5	-0,3			-2,9	1,1	0,0	0,0	-0,2	-0,1	0,5	
14	-0,2	-0,3	3,1	1,3	0,1	-0,2	-4,0	-0,1	-0,3	0,0	-0,1	0,1		
15									-0,5	0,2	-5,9	-0,7	-1,8	
16	-0,2	0,5	0,7	0,7	0,3	0,7	0,4	0,2	0,0	0,0	0,0	-0,2	-1,3	
17	0,2	0,1	-0,3	0,0	0,0	0,0	0,8	0,2	0,4	0,1	0,3	0,4	4,1	0,5
18	0,8	0,6	-0,7	-1,3	0,5	0,8	0,5	0,3	-0,2	-0,1	0,1	0,2	0,8	-0,2
19					-10,0	-10,0			28,5	-10,5	-5,4	9,8		
% aksept.	100	86	79	79	93	87	69	92	95	89	88	94	54	57

Tabell 3. Vurdering av de enkelte laboratoriers resultater for tungmetallene ved slamringtest nr. 11, 2007. 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	8	7	57	50
2				
3				
4	14	14	100	100
5	14	12	86	86
6	14	5	36	36
7	14	7	50	50
8	14	13	93	93
9	12	11	92	79
10	14	11	79	79
11	14	13	93	93
12	8	4	50	29
13	14	10	71	71
14	14	14	100	100
15	14	9	64	64
16	14	13	93	93
17	14	14	100	100
18	14	13	93	93
19	12	0	0	0
	Sum 222 (av maks 238)	Sum 191	Middel 86	Middel 74

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, slik de er gitt i Norsk Standard NS 9421 (2). Til sammenligning er de konsentrasjoner som ble bestemt i de to slamprøvene (medianverdien av laboratorienes resultater) også gjengitt. Alle resultatene for det avvannede slammet ligger under myndighetenes maksimumsverdier, mens kadmium, bly, koppar og sink i det gamle slammet ligger over dagens maksimumkrav til slam som kan benyttes på jordbruksarealer.

For slamtyper der metallkonsentrasjonene er meget lave i forhold til kravgrensen, 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 interferenseffekter for flere metaller i ulike slamtyper.

Nok en gang må det understrekes at de laboratorier som har oppnådd resultater bedømt som ikke akseptable, må gjennomgå metodene grundig - også 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.

Resultatene for den tørkede og knuste slamprøven fra Sellikdalen renseanlegg ga sammenlignbare resultater denne gangen med de som ble oppnådd i 1994.

Tabell 4. Oversikt over tillatte maksimalkonsentrasjoner ($\mu\text{g/g}$) for tungmetaller i kommunalt slam som skal brukes som jordforbedringsmiddel (2). Medianverdiene for prøvene A og B ved denne prøvingssammenligningen er også gjengitt.

Metall	Tillatt maksimalinnhold		Medianverdier	
	Jordbruks-areal	Grøntareal	Prøve A	Prøve B
Hg	3	5	0,44	2,12
Cd	2	5	0,51	3,58
Pb	80	200	13,7	143
Cr	100	150	14,1	31,9
Cu	650	1000	183	724
Ni	50	80	10,0	21,5
Zn	800	1500	307	1392

5. Henvisninger

1. Miljøverndepartementet: Forskrift om avløpsslam. Fastsett av Sosial- og helsedepartementet og Miljøverndepartementet 2. januar 1995 med endringer av 27. september 1996). T - 1075. ISBN 82-457-0035-5.
2. Norsk Standard NS 9421. Krav til prøvetaking og analyse av slam. 1. utgave, mars 1998.

TILLEGG

- Tillegg 1 Eksempel på utfylt innholdsdeklarasjon av slam
- Tillegg 2 Alfabetisk oversikt over deltakerne
- Tillegg 3 Analyseresultatene fra de enkelte deltakerne

TILLEGG 1**Tillegg C (informativt)****Eksempel på utfyllt innholdsdeklarasjon av slam**

Renseanlegg:	A/S Renseanlegget
Slambehandlingsmetode:	Kjemisk (aluminiumsfelling)
Slamtype:	Avvannet slam
Prøvetype:	Månedsblandprøve
Prøvetakingsperiode:	November 1996
Analyseperiode:	Desember 1996

Tabell C.1 - Analyse på fysiske egenskaper og næringsstoffer

Parameter (enhet)	Metode	Usikkerhet	Resultat
Surhetsgrad, pH	prEN 12176	±10 %	7,1
Tørrstoff (TS), % av våtvekt	prEN 12879	±10 %	25
Organisk stoff, % av TS	prEN 12879	±10 %	52
Kjeldahl-nitrogen, % av TS	Egen metode	±10 %	1,7
Totalt fosfor, % av TS	Egen metode	±10 %	1,2
Kalium, % av TS	NS 4770:1994	±10 %	0,6
Totalt kalsium, % av TS	NS 4770:1994	±10 %	1,4

Tabell C.2 - Analyse på tungmetaller som skal deklarerer:

Parameter	Metode	Usikkerhet	Resultat	Krav ⁴⁾ - Jordbruksareal	Krav ⁴⁾ - Grøntareal
Kadmium, mgCd/kg TS	NS 4770:1994	±10 %	2,0	2,0 ⁵⁾	5
Bly, mgPb/kg TS	NS 4770:1994	±10 %	54	80	200
Kvikksølv, mgHg/kg TS	NS 4768:1989	±15 %	0,5	3	5
Nikkel, mgNi/kg TS	NS 4770:1994	±10 %	36	50	80
Sink, mgZn/kg TS	NS 4770:1994	±10 %	320	800	1500
Kobber, mgCu/kg TS	NS 4770:1994	±10 %	95	650	1000
Krom, mgCr/kg TS	NS 4770:1994	±10 %	37	100	150

⁴⁾ Se fotnote 4 på side 7.

⁵⁾ Se fotnote 5 på side 7.

TILLEGG 2**Tabell 5. Alfabetisk oversikt over deltakerne ved prøvningsammenligning for analyse av slam 2007.**

Navn	Poststed
AnalyCen A/S	1506 MOSS
Chemlab Services A/S	5812 BERGEN
Eurofins Norge AS	3023 DRAMMEN
Forsvarets Forskningsinstitutt	2027 KJELLER
Hardanger Miljøseniter AS	5750 ODDA
Intertek West-Lab AS	4098 TANANGER
Kystlab AS, Avd. Molde	6422 MOLDE
LabNett Skien	3702 SKIEN
NIVA	0349 OSLO
NOAH Holding	3081 HOLMESTRAND
NRV avd. NorAnalyse	2011 STRØMMEN
Oslo kommune	0506 OSLO
PFI AS	7491 TRONDHEIM
Teknologisk Institutt, Miljølaboratoriet	3601 KONGSBERG
Trondheim kommune, Analysesenteret	7047 TRONDHEIM
Vannlaboratoriet AS	4604 KRISTIANSAND
VEAS	3470 SLEMMESTAD
Vestfoldlab AS	3170 SEM
ØMM-lab AS	1715 YVEN

TILLEGG 3. Analyseresultatene (tørrvekt) fra de enkelte deltakere.

Resultater i parentes er utelatt ved de endelige statistiske beregninger.

Tabell 6. Kvikksølv, µg/g

Lab. nr.				Std.avvi					Std. avvik	
	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	k	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1										
2										
3										
4	0,41	0,36	0,57	0,447	0,110	2,29	2,11	2,530	2,31	0,21
5	0,30	0,30	0,35	0,317	0,029	1,80	1,59	1,92	1,77	0,17
6	0,3896	0,4723	0,4482	0,437	0,043	2,7930	2,5130	2,9310	2,75	0,21
7	0,42	0,36	0,49	0,423	0,065	2,70	2,50	3,00	2,73	0,25
8	0,329	0,367	0,425	0,374	0,048	1,988	2,153	1,940	2,03	0,11
9										
10	0,48	0,43	0,42	0,443	0,032	1,880	2,18	2,24	2,10	0,19
11	0,380	0,339	0,442	0,387	0,052	1,38	1,63	1,70	1,57	0,17
12										
13	0,531	0,599		0,565	0,048	2,440	2,360		2,40	0,06
14	0,48	0,53	0,52	0,510	0,026	2,12	1,98	2,07	2,06	0,07
15	0,75	0,74		0,745	0,007	2,14	2,15	2,35	2,21	0,12
16	0,303	0,387	0,309	0,333	0,047	1,632	1,927	1,858	1,81	0,15
17	0,581	0,411	0,494	0,495	0,085	2,068	2,080	2,219	2,12	0,08
18	0,75	0,84		0,795	0,064	2,54	2,34	2,09	2,32	0,23
19										
Medianverdi				0,443	0,048				2,12	0,17
Middelverdi				0,482	0,050				2,17	0,16
Standardavvik				0,145					0,35	
Antall				13	13				13	13

Tabell 7. Kadmium, µg/g

Lab. nr.	Std.avvi					Std.avvik				
	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	k	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1										
2										
3										
4	0,50	0,70	0,60	0,600	0,100	3,50	3,80	3,90	3,73	0,21
5	0,66	0,70	0,70	0,687	0,023	3,72	3,47	3,58	3,59	0,13
6	<0,3	<0,3	<0,3			2,21	2,11	1,90	2,07	0,16
7	0,44	0,44	0,44	0,440	0,000	4,5	4,8	5,0	4,77	0,25
8	0,549	0,517	0,504	0,523	0,023	3,83	3,87	3,83	3,84	0,02
9	0,516	0,541	0,480	0,512	0,031	3,80	3,32	3,58	3,57	0,24
10	0,30	0,30	0,34	0,313	0,023	2,84	2,55	2,45	2,61	0,20
11	0,44	0,46	0,42	0,440	0,020	3,00	3,24	3,05	3,10	0,13
12	0,43	0,47	0,55	0,483	0,061	4,45	4,16	4,23	4,28	0,15
13	0,48	0,49		0,485	0,007	4,5	4,7		4,60	0,14
14	0,54	0,50	0,48	0,507	0,031	3,3	3,2	3,6	3,37	0,21
15	1,65	1,04	1,01	(1,233)	0,361	3,39	3,36	3,97	3,57	0,34
16	0,581	0,565	0,536	0,561	0,023	3,934	3,713	3,844	3,83	0,11
17	0,471	0,438	0,462	0,457	0,017	3,215	3,277	3,313	3,27	0,05
18	0,53	0,53	0,52	0,527	0,006	3,84	3,79	3,84	3,82	0,03
19	0,028	0,030		(0,029)	0,001	0,256	0,246	0,263	(0,26)	0,01
Medianverdi				0,507	0,023				3,58	0,15
Middelverdi				0,503	0,048				3,39	0,15
Standardavvik				0,089					1,072	
Antall				13	15				15	16

Tabell 8. Bly, µg/g

Lab. nr.					Std.avvi						Std. avvik
	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	k	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel		
1	16	16	15	15,7	0,6	126	129	118	124,3	5,7	
2											
3											
4	13	15	13	13,7	1,2	133	143	143	139,7	5,8	
5	13,9	11,9	13,0	12,9	1,0	138	128	134	133,3	5,0	
6	3,25	3,55	3,93	(3,6)	0,3	68,3	71,0	69,7	(69,7)	1,4	
7	11	11	11	11	0,0	240	240	240	(240)	0,0	
8	13,6	13,0	13,3	13,3	0,3	149,0	149,0	149,0	149,0	0,0	
9	16,3	13,1	13,7	14,4	1,7	128,9	120,8	121,0	123,6	4,6	
10	11,3	11,2	12,0	11,5	0,4	152	151	155	152,7	2,1	
11	14,16	16,80	16,01	15,7	1,4	119,8	111,3	116,2	115,8	4,3	
12	14,8	13,5	13,9	14,1	0,7	204	188	239	210,3	26,1	
13	11	11		11,0	0,0	199	204		201,5	3,5	
14	14,2	14,0	13,1	13,8	0,6	138	139	144	140,3	3,2	
15	17,2	15,6	16,3	16,4	0,8	139,3	135,2	139,6	138,0	2,5	
16	13,70	15,28	17,50	15,5	1,9	167,2	157,3	166,7	163,7	5,6	
17	11,63	11,08	11,51	11,4	0,3	144,77	146,00	143,30	144,7	1,4	
18	13,0	12,9	13,5	13,1	0,3	160	157	162	159,7	2,5	
19	0,528	0,654	0,766	(0,6)	0,1	2,20	1,52	2,51	(2,1)	0,5	
Medianverdi				13,7	0,6				142,5	3,2	
Middelverdi				13,6	0,7				149,8	4,4	
Standardavvik				1,8					27,4		
Antall				15	17				14	17	

Tabell 9. Krom, µg/g

Lab. nr.					Std.avvi						Std. avvik
	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	k	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel		
1	12	11	13	12,00	1,00	16	17	15	16,00	1,00	
2											
3											
4	13,6	15,0	14,0	14,20	0,72	29,1	32,3	32,2	31,20	1,82	
5	14,9	13,5	16,7	15,03	1,60	37,4	35,4	40,0	37,60	2,31	
6	10,79	10,52	10,00	10,44	0,40	12,0	12,4	12,2	(12,20)	0,20	
7	13	12	12	12,33	0,58	46	46	46	46,00	0,00	
8	12,7	13,0	13,6	13,10	0,46	40,0	40,0	39,7	39,90	0,17	
9	16,05	15,32	14,41	15,26	0,82	29,30	31,10	32,10	30,83	1,42	
10	13,7	14,0	14,0	13,90	0,17	14,5	14,0	14,6	(14,37)	0,32	
11	16,78	16,30	15,77	16,28	0,51	25,44	27,13	25,97	26,18	0,86	
12											
13	15	17		16,00	1,41	32	32		32,00	0,00	
14	15,9	17,8	16,7	16,80	0,95	35,2	35,4	35,9	35,50	0,36	
15	6,3	6,2	5,7	(6,07)	0,32	13,5	10,2	13,8	(12,50)	2,00	
16	15,75	14,66	16,24	15,55	0,81	36,97	38,46	34,39	36,61	2,06	
17	13,10	12,56	12,57	12,74	0,31	27,35	27,31	27,07	27,24	0,15	
18	13,7	13,6	14,6	13,97	0,55	31,8	31,1	32,2	31,70	0,56	
19	0,101			(0,10)		0,060			(0,06)		
Medianverdi				14,08	0,58				31,85	0,56	
Middelverdi				14,11	0,71				32,56	0,88	
Standardavvik				1,84					7,59		
Antall				14	15				12	16	

Tabell 10. Kopper, µg/g

Lab. nr.					Std.avvi						Std. avvik
	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	k	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel		
1	160	161	165	162,0	2,6	653	621	624	632,7	17,7	
2											
3											
4	179	194	184	185,7	7,6	719	762	755	745,3	23,1	
5	216	197	205	206,0	9,5	846	794	771	803,7	38,4	
6	183	187	179	183,0	4,0	776	794	784	784,7	9,0	
7	190	180	170	180,0	10,0	1100	1200	1200	1166,7	57,7	
8	189	180	196	188,3	8,0	723	723	717	721,0	3,5	
9	196	183	175	184,7	10,6	664	696	701	687,0	20,1	
10	197	199	197	197,7	1,2	725	726	721	724,0	2,6	
11	171,3	165,7	167,0	168,0	2,9	645,7	663,8	6,77,5	654,8	12,8	
12	70,3	75,0	74,2	(73,2)	2,5	359	341	350	(350)	9,0	
13	200	197		198,5	2,1	852	853		852,5	0,7	
14	173	170	181	174,7	5,7	670	665	673	669,3	4,0	
15	177,8	176,0	178,4	177,4	1,2	685,8	671,3	679,8	679,0	7,3	
16	177,9	165,4	174,7	172,7	6,5	776,8	769,1	746,2	764,0	15,9	
17	172,01	175,68	169,50	172,4	3,1	681,14	689,15	688,90	686,4	4,6	
18	193	188	197	192,7	4,5	784	764	772	773,3	10,1	
19	1,60	1,40	1,68	(1,6)	0,1	3,63	3,84	4,08	(3,9)	0,2	
Medianverdi				183,0	4,0				724,0	9,0	
Middelverdi				182,9	4,8				756,3	13,9	
Standardavvik				12,3					128,8		
Antall				15	17				15	17	

Tabell 11. Nikkel, µg/g

Lab. nr.					Std.avvi						Std. avvik
	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	k	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel		
1											
2											
3											
4	10	10	10	10,00	0,00	20,6	22,4	23,0	22,00	1,25	
5	10,5	9,4	11,0	10,30	0,82	18,8	18,3	21,0	19,37	1,44	
6	6,47	6,55	6,97	6,66	0,27	9,33	9,70	9,57	(9,53)	0,19	
7	10,0	9,9	9,3	9,73	0,38	35	34	34	(34,3)	0,58	
8	9,55	8,93	9,77	9,42	0,44	21,5	21,4	21,8	21,57	0,21	
9	9,20	10,60	8,47	9,42	1,08	5,51	4,99	5,06	(5,19)	0,28	
10	10,7	10,3	10,1	10,37	0,31	21,0	21,1	21,1	21,07	0,06	
11	9,68	11,11	9,82	10,20	0,79	20,88	20,53	19,31	20,24	0,82	
12											
13	11	11		11,00	0,00	21	22		21,50	0,71	
14	9,7	10,5	10,0	10,07	0,40	23,0	21,4	23,7	22,70	1,18	
15	10,2	10,2	9,8	10,07	0,23	16,5	17,1	17,4	17,00	0,46	
16	10,19	9,65	9,78	9,87	0,28	26,89	26,74	23,36	25,66	2,00	
17	9,57	9,31	9,42	9,43	0,13	17,81	18,98	17,58	18,12	0,75	
18	10,4	10,8	12,2	11,13	0,95	22,6	20,9	22,5	22,00	0,95	
19	0,109	0,119	0,147	(0,13)	0,02	0,139	0,177	0,179	(0,17)	0,02	
Medianverdi				10,03	0,31				21,50	0,71	
Middelverdi				9,83	0,41				21,02	0,73	
Standardavvik				1,05					2,34		
Antall				14	15				11	15	

Tabell 12. Sink, µg/g

Lab. nr.					Std.avvi						Std. avvik
	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	k	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel		
1	262	285	269	272,0	11,8	1326	1291	1268	1295	29	
2											
3											
4	288	301	290	293,0	7,0	1360	1360	1340	1353	12	
5	281	258	276	271,7	12,1	1218	1210	1162	1197	30	
6	281	236	292	269,7	29,7	1432	1434	1408	1425	14	
7	330	330	290	316,7	23,1	2200	2300	2300	2267	58	
8	322	306	314	314,0	8,0	1390	1380	1370	1380	10	
9	296,7	304,8	287,8	296,4	8,5	1329	1311	1326	1322	10	
10	312	315	316	314,3	2,1	1350	1360	1350	1353	6	
11	316,4	307,1	311,4	311,6	4,7	1320	1304	1334	1319	15	
12	229	247	238	238,0	9,0	1420	1390	1400	1403	15	
13	319	316		317,5	2,1	1819	1817		1818	1	
14	321	318	327	322,0	4,6	1324	1321	1330	1325	5	
15	340,7	343,4	346,5	343,5	2,9	1455	1464	1499	1473	23	
16	291,3	275,0	300,0	288,8	12,7	1398	1476	1400	1425	44	
						1414,4	1421,0	1393,5			
17	299,75	302,27	305,43	302,5	2,8	9	0	2	1410	14	
18	305	315	320	313,3	7,6	1455	1417	1426	1433	20	
19	1,90	1,62	2,14	(1,9)	0,3	6,69	6,54	7,06	(7)	0	
Medianverdi				307,1	7,6				1392	14	
Middelverdi				299,1	8,8				1450	18	
Standardavvik				26,1					254		
Antall				16	17				16	17	

Tabell 13. Kalsium, %

Lab. nr.				Std.avvi					Std. avvik	
	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	k	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	0,8813	0,8825	0,8877	0,88	0,00	1,087	1,065	1,043	1,07	0,02
2										
3										
4	0,992	0,974	0,992	0,99	0,01	0,885	0,992	0,930	0,94	0,05
5	1,06	1,02	1,06	1,05	0,02	0,98	1,07	1,02	1,02	0,05
6	0,827	0,813	0,811	0,82	0,01	0,922	0,927	0,914	0,92	0,01
7	0,87	0,96	0,81	0,88	0,08	1,4	1,4	1,4	1,40	0,00
8	1,03	1,16	0,996	1,06	0,09	0,995	0,997	0,986	0,99	0,01
9	0,920	0,921	0,913	0,92	0,00	0,807	0,818	0,818	0,81	0,01
10	1,170	1,050	1,060	1,09	0,07	0,969	0,965	0,970	0,97	0,00
11	1,069	1,117	1,197	1,13	0,06	0,844	0,808	0,843	0,83	0,02
12										
13	1,2	1,2		1,20	0,00	1,6	1,6		1,60	0,00
14	0,99	1,01	0,99	1,00	0,01	0,98	0,97	0,96	0,97	0,01
15										
16	1,083	0,934	0,973	1,00	0,08	1,019	1,056	1,072	1,05	0,03
17	1,042	1,029	1,013	1,03	0,01	0,994	1,028	1,013	1,01	0,02
18	1,09	1,06	1,13	1,09	0,04	1,06	1,06	1,07	1,06	0,01
19										
Medianverdi				1,012	0,019				1,002	0,008
Middelverdi				1,009	0,034				1,046	0,016
Standardavvik				0,107					0,211	
Antall				14	14				14	14

Tabell 14. Kalium, %

Lab. nr.				Std.avvi					Std. avvik	
	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	k	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	0,3057	0,3092	0,3211	0,312	0,008	0,1077	0,0943	0,0897	0,097	0,009
2										
3										
4	0,240	0,257	0,252	0,250	0,009	0,070	0,078	0,078	0,075	0,005
5	0,25	0,21	0,29	0,250	0,040	0,08	0,07	0,08	0,077	0,006
6	0,215	0,220	0,208	0,214	0,006	0,073	0,072	0,072	0,072	0,001
7	0,25	0,23	0,24	0,240	0,010	0,12	0,12	0,12	(0,120)	0,000
8	0,222	0,218	0,221	0,220	0,002	0,068	0,068	0,067	0,067	0,000
9	0,045	0,047	0,043	(0,045)	0,002	0,038	0,037	0,036	(0,037)	0,001
10	0,215	0,219	0,216	0,217	0,002	0,066	0,067	0,067	0,067	0,001
11	0,223	0,226	0,229	0,226	0,003	0,071	0,071	0,072	0,071	0,001
12										
13	0,22	0,21		0,215	0,007	0,07	0,07		0,070	0,000
14	0,29	0,30	0,30	0,297	0,006	0,085	0,082	0,076	0,081	0,005
15										
16	0,251	0,235	0,241	0,242	0,008	0,078	0,077	0,076	0,077	0,001
17	0,227	0,217	0,212	0,219	0,008	0,0668	0,0733	0,0751	0,072	0,004
18	0,211	0,210	0,211	0,211	0,001	0,064	0,062	0,063	0,063	0,001
19										
Medianverdi				0,226	0,007				0,072	0,001
Middelverdi				0,239	0,008				0,074	0,002
Standardavvik				0,032					0,009	
Antall				13	14				12	14

Tabell 15. Totalfosfor, %

Lab. nr.					Std.avvi					Std. avvik
	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	k	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	
1	1,449	1,492	1,519	1,487	0,035	1,849	1,719	1,701	1,756	0,081
2										
3	1,669	1,764	1,680	1,704	0,052	2,017	1,934	1,902	1,951	0,059
4	1,61	1,64	1,52	1,590	0,062	1,78	1,81	1,81	1,800	0,017
5	1,76	1,66	1,53	1,650	0,115	1,97	2,00	1,63	1,867	0,206
6	1,76	1,78	1,79	1,777	0,015	2,10	2,09	2,07	2,087	0,015
7	1,8	1,9	1,8	1,833	0,058	3,2	3,3	3,2	(3,233)	0,058
8	1,616	1,654	1,665	1,645	0,026	2,077	2,003	2,005	2,028	0,042
9	1,681	1,500	1,581	1,587	0,091	1,809	1,840	1,820	1,823	0,016
10	1,660	1,690	1,690	1,680	0,017	1,880	1,880	1,880	1,880	0,000
11	1,659	1,551	1,726	1,645	0,088	1,969	1,960	1,915	1,948	0,029
12										
13										
14	1,69	1,69	1,68	1,687	0,006	1,83	1,85	1,91	1,863	0,042
15										
16	1,763	1,695	1,727	1,728	0,034	2,027	2,035	2,047	2,036	0,010
17	1,674	1,680	1,681	1,678	0,004	1,911	1,911	1,887	1,903	0,014
18	1,78	1,78	1,75	1,770	0,017	2,09	2,03	2,02	2,05	0,038
19	0,0017	0,0015	0,0016	(0,0016)	0,0001	0,0018	0,0016	0,0018	(0,0017)	0,0001
Medianverdi				1,679	0,034				1,903	0,029
Middelverdi				1,676	0,041				1,922	0,042
Standardavvik				0,088					0,104	
Antall				14	15				13	15

Tabell 16. Nitrogen, %

Lab. nr.					Std.avvi					Std. avvik
	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	k	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	
1										
2										
3	4,979	4,782	4,845	4,869	0,101	2,227	2,309	2,320	2,285	0,051
4	4,60	4,66	4,60	4,620	0,035	2,40	2,30	2,26	2,320	0,072
5	4,59	4,59	4,67	4,617	0,046	2,19	2,18	2,19	2,187	0,006
6										
7	4,4	4,4	4,9	4,567	0,289	4,3	4,3	4,3	(4,3)	0,000
8	3,175	3,240	3,229	3,215	0,035	2,199	2,203	2,212	2,205	0,007
9	2,95	2,88	2,84	2,890	0,056	2,22	2,24	2,25	2,237	0,015
10	4,851	4,846	4,837	4,845	0,007	2,373	2,338	2,368	2,360	0,019
11	4,494	4,550	4,399	4,481	0,076	2,205	2,233	2,214	2,217	0,014
12										
13	3,29	3,25		3,270	0,028	2,55	2,55		2,550	0,000
14	2,79			2,790		2,27			2,270	
15										
16	5,00	4,70	4,73	4,810	0,165	2,34	2,35	2,33	2,340	0,010
17	4,943	5,065	5,008	5,005	0,061	2,341	2,359	2,336	2,345	0,012
18	4,83	4,87	4,87	4,857	0,023	2,42	2,38	2,33	2,377	0,045
19										
Medianverdi				4,617	0,051				2,303	0,013
Middelverdi				4,218	0,077				2,308	0,021
Standardavvik				0,837					0,100	
Antall				13	12				12	12

Tabell 17. Totalt organisk karbon, %

Lab. nr.				Std.avvi						
	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	k	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
4	36,2	35,1	35,2	35,50	0,61	23,8	23,8	24,1	23,90	0,17
5	39,0	39,7	39,5	39,40	0,36	24,4	20,6	24,7	23,23	2,29
7	36,3			36,30		29,9			29,90	
Medianverdi				37,45	0,48				23,57	1,23
Middelverdi				37,5	0,5				23,6	1,2
Standardavvik				2,8					0,5	
Antall				2	2				2	2

Tabell 18. Totalt tørrstoff, %

Lab. nr.	Std.avvi					Std.				
	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	k	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	avvik
1	20	20	20	20,00	0,00	95	95	95	95,00	0,00
2	20,9	20,8	20,7	20,80	0,10	95,4	94,9	95,1	95,13	0,25
3	19,54	20,35	19,96	19,95	0,41	96,28	96,15	96,20	96,21	0,07
4	20,7	21,1	21,5	21,10	0,40	95,9	96,8	96,6	96,43	0,47
5	20,7	21,2	20,9	20,93	0,25	96,4	97,0	97,8	97,07	0,70
6	20,6	20,6	20,6	20,60	0,00	96,7	96,4	96,7	96,60	0,17
7	20,5	20,5	20,5	20,50	0,00	53,6	53,6	53,6	(53,6)	0,00
8	20,7	20,5	21,1	20,77	0,31	96,2	96,4	96,4	96,33	0,12
9	20,93	21,03	21,01	20,99	0,05	97,02	96,96	97,03	97,00	0,04
10	20,82	20,15	20,06	20,34	0,42	96,70	96,78	96,65	96,71	0,07
11	21,10	21,27	21,44	21,27	0,17	97,89	97,64	97,69	97,74	0,13
12	21,99	21,86	21,64	21,83	0,18	95,09	94,39	95,45	94,98	0,54
13	20,83			20,83		96,84			96,84	
14	20,1	20,4		20,25	0,21	96,4			96,40	
15	19,51	19,85	19,98	19,78	0,24	97,75	98,00	98,27	98,01	0,26
16	20,42	20,87	20,93	20,74	0,28	96,13	95,89	96,02	96,01	0,12
17	21,633	21,593	21,388	21,54	0,13	97,288	97,413	97,408	97,37	0,07
18	20,3	20,4	20,3	20,33	0,06	96,0	95,9	95,7	95,87	0,15
19	80,7	79,3	79,7	(79,9)	0,72	4,79	5,16	4,96	(4,97)	0,19
Medianverdi				20,75	0,19				96,43	0,13
Middelverdi				20,70	0,22				96,45	0,20
Standardavvik				0,54					0,88	
Antall				18	18				17	17

Tabell 19. Glødetap, %

Lab. nr.					Std.avvi					Std.
	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	k	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	avvik
1										
2										
3	71,79	71,59	71,68	71,69	0,10	50,24	49,53	50,17	49,98	0,39
4	73,8	72,1	70,3	72,07	1,75	50,9	51,4	51,3	51,20	0,26
5	73,2	73,2	72,8	73,07	0,23	50,6	51,8	50,9	51,10	0,62
6	70,3	70,1	70,8	70,40	0,36	49,9	50,9	51,0	50,60	0,61
7	71,9	71,9	71,9	71,90	0,00	50,2	50,2	50,2	50,20	0,00
8	72,2	72,4	72,4	72,33	0,12	50,9	50,9	51,0	50,93	0,06
9	71,82	71,85	71,72	71,80	0,07	51,32	51,27	51,15	51,25	0,09
10	71,92	72,01	71,89	71,94	0,06	50,59	50,52	50,62	50,58	0,05
11	72,36	72,20	71,92	72,16	0,22	51,30	51,27	51,33	51,30	0,03
12	73,11	72,69	73,01	72,94	0,22	50,66	50,38	50,96	50,67	0,29
13	70,92			70,92		50,09			50,09	
14	71,7			71,70		51,3			51,30	
15	29,12	29,68	28,89	(29,23)	0,41	47,13	46,94	47,04	47,04	0,10
16	72,34	72,26	72,25	72,28	0,05	50,21	50,28	49,47	49,99	0,45
17	74,88	74,52	74,13	74,51	0,38	53,66	52,93	52,66	53,08	0,52
18	72,8	73,0	72,6	72,80	0,20	51,6	51,3	51,9	51,60	0,30
19	24,00	37,90	37,50	(33,13)	7,91	100,90	100,80	100,80	(100,8)	0,06
Medianverdi				72,07	0,22				50,80	0,26
Middelverdi				72,17	0,80				50,68	0,25
Standardavvik				0,95					1,24	
Antall				15	15				16	15

Tabell 20. pH
Prøve B

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik
1					
2					
3	7,40	7,30	7,31	7,34	0,06
4	7,76	7,32	7,47	7,52	0,22
5	8,17	8,07	8,08	8,11	0,06
6	7,712	7,790	7,983	7,83	0,14
7					
8					
9	7,73	7,72	7,72	7,72	0,01
10	7,84	7,83	7,80	7,82	0,02
11	8,341	8,285	8,241	8,29	0,05
12	7,25	7,25	7,25	7,25	0,00
13	7,92	7,88	7,86	7,89	0,03
14	7,66				
15	7,60	7,61	7,58	7,60	0,02
16	7,57	7,65	7,77	7,66	0,10
17	8,34	8,29	8,35	8,33	0,03
18	7,90	7,92	7,95	7,92	0,03
19					
Medianverdi				7,82	0,03
Middelverdi				7,79	0,06
Standardavvik				0,33	
Antall				13	13

Tabell 21. Ammonium, %
Prøve B

Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik
1					
2					
3	1,437	1,416	1,437	1,430	0,012
4	2,4	3,063	2,550	(2,671)	0,348
5	1,49	1,49	1,52	1,500	0,017
6					
7					
8					
9					
10	2,082	2,098	2,099	2,093	0,010
11	0,836	0,821	0,852	(0,836)	0,016
12					
13					
14					
15					
16					
17	1,574	1,668	1,499	1,580	0,085
18	1,63	1,36	1,43	1,473	0,140
19					
Medianverdi				1,500	0,017
Middelverdi				1,615	0,090
Standardavvik				0,273	
Antall				5	7