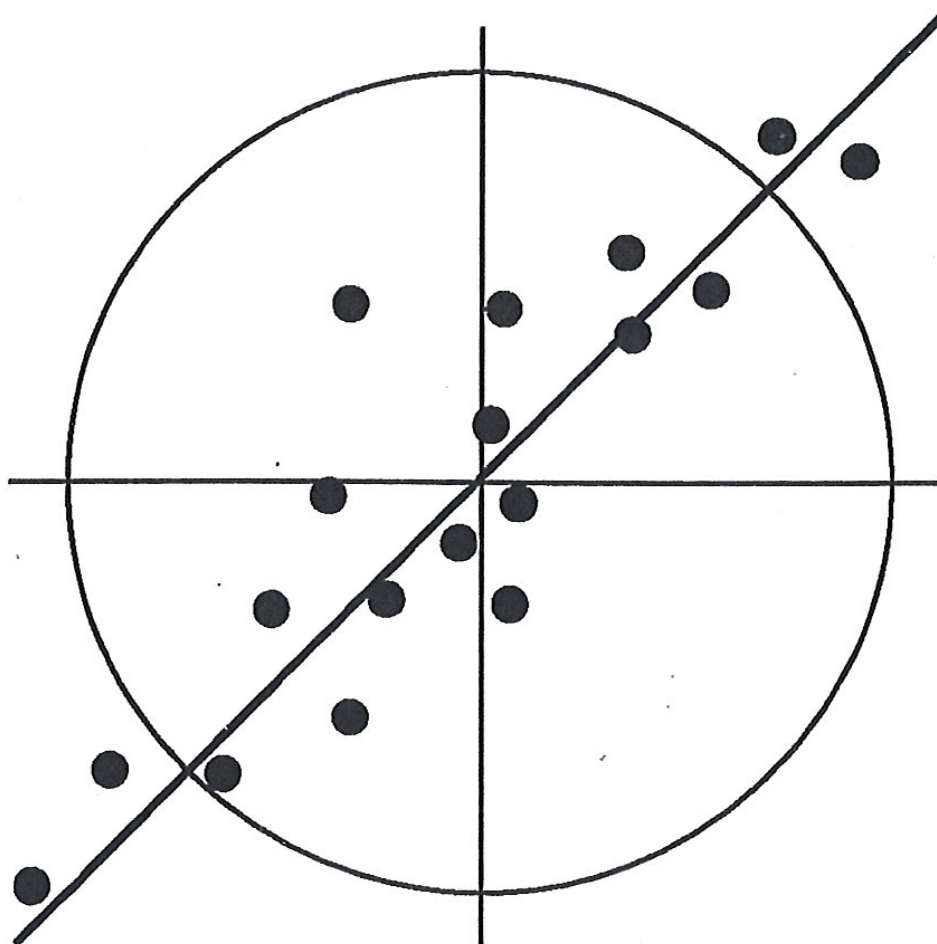


Prøvningsammenligning nr. 14 for
kommunalt avløpslam, 2011

SLAM 1114



Hovedkontor

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

Sørlandsavdelingen

Jon Lilletuns vei 3
4879 Grimstad
Telefon (47) 22 18 51 00
Telefax (47) 37 04 45 13

Østlandsavdelingen

Sandvikaveien 41
2312 Ottestad
Telefon (47) 22 18 51 00
Telefax (47) 62 57 66 53

Vestlandsavdelingen

Thormøhlensgate 53 D
5006 Bergen
Telefon (47) 22 18 51 00
Telefax (47) 55 31 22 14

NIVA Midt-Norge

Pirsenteret, Havnegata 9
Postboks 1266
7462 Trondheim
Telefon (47) 22 18 51 00
Telefax (47) 73 54 63 87

Tittel Prøvningsammenligning nr. 14 for kommunalt avløps slam, 2011	Løpenr. (for bestilling) 6210-2011	Dato
	Prosjektnr. Undernr. O 10465	Sider Pris 82
Forfatter(e) Eva Hagebø	Fagområde Kjemisk analyse	Distribusjon Fri
	Geografisk område Norge	Trykket NIVA

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

Sammendrag: I januar - august 2011 ble det gjennomført en prøvningsammenligning for laboratorier som ønsker å utføre kontrollanalyser av slam fra kommunale avløpsanlegg. Både tungmetaller og nyttestoffer ble bestemt i prøver av avvannet slam fra renseanleggene VEAS og Bekkelaget. Resultatene var jevnt over bra, spesielt for kopper hvor 100 % av resultatene var akseptable både i prøve A og B, og sink der henholdsvis 100 og 88 % var akseptable. Også for TOT-P og totalt tørrstoffinnhold var det 100 % akseptable resultater. Totalt sett var kvaliteten i resultatene denne gangen sammenlignbare med tidligere prøvningsammenligninger, i gjennomsnitt var 80 % av resultatene for tungmetallene akseptable. 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 fire laboratorier hadde 60 - 80 % akseptable resultater. To laboratorier hadde bare 43 % akseptable resultater. 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"> 1. Kommunalt slam 2. Tungmetaller 3. Slp 4. Kvalitetssikring 	<p>Fire engelske emneord</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Municipal sludge 2. Heavy metals 3. Intercomparison 4. Quality assurance
--	---



Eva Hagebø
Prosjektleder



Kristin MacBeath
Forskningsleder
ISBN 978-82-577-5945-2



Bjørn Faafeng
Seniorrådgiver

O - 10465

Prøvingssammenligning nr. 14

for kommunalt avløpsslam,

2011

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. Klima- og forurensningsdirektoratet (Klif) har gjort kjent at man ønsker å kvalitetssikre de analyser som utføres for etaten, og vil derfor benytte akkrediterte laboratorier.

NIVAs kjemiseksjon har lang erfaring i å arrangere SLP (Sammenlignende laboratorieprøvninger) med deltakere fra industri og andre laboratorier. NIVA er akkreditert for å arrangere slike tester i henhold til NS-EN ISO/IEC 17043.

Vi arrangerer SLPer for blant annet:

- vassdrag, inkludert drikkevannsparmetre
- industriavløpsvann
- kommunalt avløpsslam

De sammenlignende laboratorieprøvningene er åpne for alle interesserte og finansieres i sin helhet av de deltakende laboratorier. Deltakeravgiften er for tiden kr 4 750.- pluss mva pr. slp, uavhengig av hvilke eller hvor mange analyser laboratoriene velger å utføre.

Oslo, 24 august 2011

Eva Hagebø

Innhold

Sammendrag	5
1. Bakgrunn	6
2. Gjennomføring	6
2.1 Deltakere	6
2.2 Slamprøver og kontroll	6
2.3 Analysevariable og metoder	6
2.4 Prøveutsendelse og resultatrapportering	7
2.5 Behandling av analysedata	7
3. Resultater	8
3.1 Kvikksølv	10
3.2 Kadmium	10
3.3 Bly	11
3.4 Krom	11
3.5 Kopper	12
3.6 Nikkel	12
3.7 Sink	12
3.8 Kalsium	13
3.9 Magnesium	13
3.10 Aluminium	13
3.11 Jern	13
3.12 Mangan	14
3.13 Kalium	14
3.14 Totalfosfor	14
3.15 Nitrogen	14
3.16 Totalt organisk karbon	53
3.17 Totalt tørrstoffinnhold	53
3.18 Glødetap	53
3.19 pH i vannuttrekk	53
3.20 Ammonium i vannuttrekk	53
4. Vurdering av resultatene	54
5. Henvisninger	59
Tillegg	62
Tillegg 1 Alfabetisk oversikt over deltakere	63
Tillegg 2 Analyseresultatene fra de enkelte deltakerne	64

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. Klima- og forurensningsdirektoratet (Klif) 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 januar – august 2011, og det ble benyttet en avvannet slamprøve fra VEAS renseanlegg (prøve A), og en avvannet slamprøve fra Bekkelaget renseanlegg (prøve B). Følgende analysevariable ble bestemt i begge prøvene: kvikksølv, kadmium, bly, krom, kobber, nikkel, sink, kalsium, magnesium, kalium, aluminium, jern, mangan, totalfosfor, totalnitrogen, totalt organisk karbon, totalt tørrstoffinnhold og glødetap av dette, samt pH og ammonium i et vannuttrekk av det avvannede slammet. Det ser fremdeles ut til at bestemmelse av ammonium i vannuttrekk av det avvannede slammet har tvilsom verdi da spredningen mellom laboratoriene er stor, i denne testen gjelder det også for totalt organisk karbon. Det er få laboratorier som analyserer på disse to parameterne og deltagelsen på disse parameterne må bli større dersom de skal ha noen verdi.

De enkelte laboratorienes middelverdier for hver enkelt analysevariabel og prøve ble lagt til grunn for vurderingen av laboratorienes prestasjoner. Ved vurderingen av analyseresultatene ble medianverdien av de beregnede middelverdier fra hvert enkelt laboratorium brukt som "sann verdi". De laboratorier som rapporterte resultater der middelverdien lå innenfor medianverdien $\pm 20\%$, ble karakterisert som akseptable, og har derfor en beregnet Z-faktor som er mindre eller lik ± 2 . For pH ble 0,25 pH-enheter benyttet som akseptansgrense. Det var gjennomgående best resultater for kobber, jern, tot-P, totalt tørrstoff, glødetap og pH med 100 % akseptable resultater i begge prøvene.

Tre 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 avløpsslam 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.

Etter ønske fra Klima- og forurensningsdirektoratet (Klif) organiseres det sammenlignende laboratorieprøvinger for alle laboratorier som kunne tenke seg å utføre kontrollanalyser av kommunalt slam. Prøvingssammenligningen ble gjennomført januar – august 2011.

2. Gjennomføring

2.1 Deltakere

Det ble sendt ut en invitasjon til å delta i prøvingssammenligningen til alle offentlige og private laboratorier som kunne tenkes å være interesserte i å utføre slike analyser. Omtrent 25 laboratorier ble invitert til å delta. 18 svarte positivt til dette, og alle 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 1.

2.2 Slamprøver og kontroll

Det ble sendt ut to prøver til deltakerne. Prøve A var avvannet slam fra VEAS, mens prøve B var en avvannet slamprøve fra Bekkelaget renseanlegg. De fuktige prøvene ble blandet godt mekanisk før passende porsjoner ble overført til glassbeholdere og tett lukket. Prøvene ble sendt til deltakerne i januar 2011.

Det tas ut prøver til analyse av alle aktuelle analysevariable ved NVAs laboratorium for å kontrollere at konsentrasjonene er på et akseptabelt nivå. Det ble glemt å ta ut prøver til homogenitetstesting. Men vi ser av de gode resultatene fra tørrstoffanalysene at prøvene har vært homogene.

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

2.4 Prøveutsendelse og resultatrapportering

De våte prøvene ble overført til glassbeholdere etter grundig omrøring. Det ble sendt ut henimot 100 g av begge prøvene. De ble sendt til deltakerne 17. januar 2011, 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 10. februar 2011. Med ulike begrunnelser ba noen få laboratorier om en mindre forskyvning av rapporteringsfristen, noe som også ble innvilget. Etter at resultatene var mottatt ble det sendt ut en oversikt over deltakernes resultater og foreløpige sanne verdier. Noen skrivefeil ble rettet etter dette.

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 2.

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. Måleusikkerheten til de sanne verdier ble estimert ved å følge den beskrivelsen som er gitt i ISO 13528 (2005), Annex C (3), første del: Først bestemmes medianen til de rapporterte verdier, deretter beregnes standardavviket til de absolutte differansene mellom de enkelte laboratoriers resultater og medianverdien. Dette standardavviket benyttes uten ytterligere gjentakelser til å beregne den utvidete usikkerheten.

De p resultatene fra deltakerne kalles $x_1, x_2, \dots, x_i, \dots, x_p$, og er sortert i stigende rekkefølge, Sterkt avvikende resultater er allerede utelatt. Følgende beregninger blir så gjennomført:

$$m^* = \text{medianen til } x_i \quad (i = 1, 2, \dots, p)$$

$$s^* = 1,483 \cdot \text{medianen til } |x_i - m^*| \quad (i = 1, 2, \dots, p)$$

der p er antall resultater. Den utvidete usikkerheten er da $2 \times s^*$ som tilsvarer en dekningsfaktor på 2. Måleusikkerheten er gjengitt i tabell 1 B nedenfor.

3. Resultater

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i tabellene 6 - 25 i Tillegg 2, hvor også den beregnede middelværdi og standardavvik ved de enkelte laboratorier er gjengitt for hver analysevariabel og prøve. Medianverdien for laboratoriens middelværdier er også gitt i disse tabellene, i tillegg til middelværdien og standardavviket mellom laboratoriens middelværdier. Resultater som avviker for mye fra medianverdien (dvs mer enn $\pm 50\%$ fra den sanne verdi), er utelatt fra de endelige beregningene og er derfor satt i parentes i tabellene 6 - 25. Deltakerne er anonymisert ved at de bare kan identifiseres med et nummer. Dette er kjent bare for det enkelte laboratorium og den som organiserer slp'en. Tabell 1 A gir et sammendrag av resultatene ved denne sammenlignende laboratorieprøvingen.

Tabell 1 A. Oversikt over medianverdier (m) og middelværdier (\bar{x}) for de to prøvene 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). Resultatene er angitt på tørrvektbasis

Param., enhet	Prøve A					Prøve B				
	m	\bar{x}	s	n	u	m	\bar{x}	s	n	u
Hg, µg/g	0,53	0,50	0,12	13	1	0,71	0,68	0,12	13	1
Cd, µg/g	0,59	0,61	0,08	14	2	0,73	0,78	0,08	14	2
Pb, µg/g	14,72	14,40	2,53	14	0	18,78	18,58	3,48	14	0
Cr, µg/g	12,30	12,38	1,74	15	1	20,12	19,98	4,01	15	2
Cu, µg/g	207,93	210,14	19,55	15	0	274,67	275,98	23,63	15	0
Ni, µg/g	10,50	11,01	2,55	14	1	16,80	16,91	2,63	14	1
Zn, µg/g	296,33	300,49	32,73	15	0	467,30	463,37	45,68	15	0
Ca, %	17,97	16,82	2,29	13	1	2,55	2,41	0,28	13	1
Mg, mg/g	4,07	4,19	0,35	12	0	3,39	3,43	0,38	12	0
Al, mg/g	25,22	25,51	2,19	12	0	20,90	22,62	6,95	12	0
Fe, %	2,00	2,03	0,16	12	0	9,49	9,45	0,58	12	0
Mn, mg/g	0,13	0,13	0,02	12	0	0,18	0,18	0,02	12	0
K, %	0,20	0,21	0,04	13	0	0,19	0,20	0,05	13	0
TOT-P, %	2,05	2,06	0,12	14	0	3,34	3,39	0,24	14	0
TOT-N, %	2,20	2,09	0,34	9	1	3,81	3,41	0,86	9	1
TOC, %	15,63	15,36	3,59	3	0	26,63	26,63	3,77	3	0
TTS, %	47,95	48,04	0,92	18	0	28,23	28,38	0,49	18	0
TGT, %	38,37	38,42	0,68	12	0	58,30	58,25	0,55	12	0
pH	10,06	9,99	0,23	9	0	8,18	8,20	0,18	12	0

Tabell 1 B. Den utvidete usikkerheten til sann verdi som er beregnet på grunnlag av de innsendte resultater fra deltakerne.

Parameter, enhet	A sann	A utvidet usikkerhet	A % usikkerhet	B sann	B utvidet usikkerhet	B % usikkerhet
Hg, µg/g	0,53	0,157	29,5	0,71	0,122	17,1
Cd, µg/g	0,59	0,229	30,9	0,73	0,098	13,2
Pb, µg/g	14,72	4,498	30,6	18,78	5,388	28,7
Cr, µg/g	12,47	1,781	14,3	20,12	7,129	35,4
Cu, µg/g	207,93	36,788	17,7	274,67	38,95	14,2
Ni, µg/g	10,50	2,393	22,8	16,80	4,414	26,3
Zn, µg/g	296,33	53,289	18,0	467,30	82,158	17,6
Ca, %	17,97	1,335	7,4	2,55	0,198	7,8
Mg, mg/g	4,07	0,466	11,4	3,39	0,628	18,5
Al, mg/g	25,22	5,299	21,0	20,90	2,821	13,5
Fe, %	2,00	0,355	17,8	9,49	1,470	15,5
Mn, mg/g	0,13	0,017	12,9	0,18	0,035	19,7
K, %	0,20	0,026	13,4	0,19	0,046	24,6
TOT-P, %	2,05	0,327	16,0	3,34	0,629	18,8
TOT-N, %	2,20	0,186	8,4	3,81	0,287	7,5
TOC, %	15,63	1,928	12,3	26,63	1,177	4,9
TTS, %	47,95	1,394	2,9	28,23	0,984	3,5
TGT, %	38,27	0,534	1,4	58,30	1,033	1,8
pH	10,06	0,297		8,18	0,514	

Resultatene fra deltakerne er framstilt grafisk i figurene 1 - 38. Middelveien av det enkelte laboratoriums resultater er plottet som funksjon av laboratoriets nummer. Middelveien 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 laboratorienes middelveier). Beliggenheten til laboratoriets middelvei 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. Noen få resultater som avviker altfor mye fra de sanne verdier kommer ikke med i figurene.

Resultater som ligger innenfor den beregnede medianverdi $\pm 20\%$, er karakterisert som akseptable i denne rapporten, og laboratorienes middelveier for hver analysevariabel og prøve er benyttet ved bedømmelsen. I Tabell 2 er gjengitt en evaluering av middelveien 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 $Z = (\text{Laboratoriets resultat} - \text{"sann"} \text{ verdi}) / 0,125$.

3.1 Kvikksølv

Laboratoriernes enkeltresultater er gjengitt i Tabell 5, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 1 og 2. 13 av 18 laboratorier sendte inn resultater for kvikksølv i disse to prøvene. Ett laboratorium som rapporterte resultater mindre enn deteksjonsgrensen ved laboratoriet er utelatt fra de statistiske beregningene.

Nesten alle laboratoriene har angitt at de benyttet kalddamp atomabsorpsjon ved bestemmelse av kvikksølv, mens ett laboratorium benyttet atomfluorescens med godt resultat. Ett laboratorium benyttet røntgenfluorescens (EDXRF) ved bestemmelsen, men deteksjonsgrensen er for høy for konsentrasjonsnivået i disse prøvene. Praktisk talt alle laboratoriene foretok reduksjon med tinnklorid, med unntak av ett som benyttet natrium borhydrid.

For prøve A og B var henholdsvis 69 og 85 % av resultatene akseptable, dvs den andelen av resultatene som har en Z-score som er mindre eller lik 2. Dette er noe bedre enn ved siste slp, men man skal merke seg at den utvidete usikkerheten til den sanne verdi er relativt stor, mellom 40 og 50 %. 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 kunne føre til for lave resultater.

Det er varierende overenstemmelse mellom laboratorienes resultat for prøve A og B, og presisjonen ved de enkelte laboratoriene er svært varierende. Det er de systematiske avvik som er dominerende mellom laboratoriene, selv om spredningen mellom enkeltresultatene kan være stor hos enkelte deltakere.

3.2 Kadmium

Laboratoriernes enkeltresultater er gjengitt i Tabell 6, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 3 og 4. Fjorten deltagere sendte inn resultater for kadmium. Syv av disse benyttet ICP AES, OES, MS) til selve bestemmelsen. Seks laboratorier benyttet atomabsorpsjon med grafittovn under bestemmelsen, og ett laboratorium benyttet flamme atomabsorpsjon. Ett laboratorium benyttet EDXRF til bestemmelsen, men denne metoden er for lite følsom til å kunne bestemme de konsentrasjonene av kadmium som er i disse prøvene.

Som det fremgår av Tabell 7 er henholdsvis 86 og 43 % av middelverdiene definert som akseptable for prøvene A og B. Laboratorium nr. 3 rapporterte altfor høye resultater for kadmium i begge prøvene. Alle laboratoriene som oppsluttet prøvene (unntatt nr. 3) benyttet salpetersyre til dette, de fleste i autoklav, mens tre laboratorier benyttet mikrobølgeovn. 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 ved for store avvik, 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 7, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 5 og 6. 14 av deltakerne sendte inn resultater for bly. Fire av laboratoriene bestemte bly med grafittovn, og ett laboratorium benyttet flamme atomabsorpsjon med alfor lave resultater. Blant de øvrige laboratorier benyttet syv ICP-AES, og to laboratorier ICP-MS, ett ICP-OES og ett ICP-MS-HR. Ett laboratorium som benyttet EDXRF hvor prøve B ligger utenfor akseptansgrensene, men det kan se ut som en forbyting av prøveresultat for resultat A og B. 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 79 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 8, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 7 og 8. 15 laboratorier sendte inn resultater for krom i begge prøvene. De aller fleste laboratoriene (8 stykker) bestemte krom med ICP-AES, og ett laboratorium med ICP-MS og fikk systematisk for høyt resultat for prøve B. Ett laboratorium benyttet flamme atomabsorpsjon og fikk systematisk for høye resultater. Grafittovn ble benyttet av to laboratorier, og begge fikk akseptable resultater. Ett laboratorium bestemte krom med EDXRF, og fikk systematisk for lavt resultat for prøve B, mens resultatet for prøve A var akseptabelt, dog med en noe dårlig presisjon.

For prøvene A og B ble henholdsvis 80 og 67 % av middelverdiene bedømt som akseptable, og dette er i gjennomsnitt noe bedre enn ved siste slam-slp,

Oppslutningstrinnet kan være en av årsakene til spredningen mellom laboratoriene for dette metallet, men alle unntatt ett benyttet oppslutning i salpetersyre med autoklav eller mikrobølgeovn.

3.5 Kopper

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 9, mens de enkelte laboratoriers middelveidier er framstilt grafisk i figur 9 og 10. 15 av 18 laboratorier sendte inn resultater for kopper i slamprøvene, med jevnt over meget gode resultater for begge prøvene, der alle middelveidier ble bedømt som akseptable for begge prøvene

De aller fleste av laboratoriene bestemte kopper med ICP-AES denne gangen, og ett laboratorium benyttet ICP-MS. Tre laboratorier benyttet flammeatomabsorpsjon, alle med gode resultater. Ett laboratorium benyttet EDXRF med bra resultater.

3.6 Nikkel

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 10, mens de enkelte laboratoriers middelveidier er framstilt grafisk i figur 11 og 12. 15 av de deltagende laboratorier sendte inn resultater for nikkel. De fleste laboratoriene benyttet ICP-AES til bestemmelsen, grafittovn ble benyttet av ett laboratorium, og to laboratorier anvendte flammeatomabsorpsjon der ett resultat ble for høyt. Ett laboratorium benyttet ICP-MS med godt resultat. Ett laboratorium benyttet EDXRF til bestemmelsen, men denne metoden er for lite følsom til å kunne bestemme de konsentrasjonene av nikkel som er i disse prøvene.

Henholdsvis 67 og 73, % av de rapporterte middelveidier var akseptable for de to prøvene, og det er dårligere enn tidligere. Hos de laboratorier som har rapportert avvikende resultater er det ingen klar sammenheng med hvilken metode som er benyttet. Interferenser kan være en mulig årsak til de systematisk avvikende resultater.

3.7 Sink

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 11, mens de enkelte laboratoriers middelveidier er framstilt grafisk i figur 13 og 14. 15 laboratorier sendte inn resultater for sink, og alle resultater var akseptable forutenom ett prøvesvar i prøve A som gir 93 % akseptable resultat og det samme for prøve B, slik at resultatene for dette metallet er meget tilfredsstillende. De fleste laboratoriene anvendte ICP-AES ved bestemmelsen, tre benyttet flammeatomabsorpsjon. Ett laboratorium som benyttet EDXRF fikk gode resultater for begge prøver.

3.8 Kalsium

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 12, mens de enkelte laboratoriers middelveidier er framstilt grafisk i figur 15 og 16. For kalsium ble det mottatt resultater fra 13

av deltakerne. For dette metallet var andelen akseptable resultater henholdsvis 85 og 100 % i de to prøvene, og dette er veldig bra.

Nesten alle laboratoriene benyttet ICP-AES ved bestemmelsen, mens to laboratorier benyttet flammeatomabsorpsjon. Ett laboratorium benyttet EDXRF med bra resultat. Det er ingen påvisbar forskjell mellom resultatene for de ulike metodene.

3.9 Magnesium

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 13, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 17 og 18. For magnesium ble det mottatt resultater fra 12 av deltakerne. For dette metallet var andelen akseptable resultater 92 % for prøve A og 100% for B og dette er veldig bra.

Nesten alle laboratoriene benyttet ICP-AES ved bestemmelsen, mens to laboratorier benyttet flammeatomabsorpsjon. Ett laboratorium benyttet EDXRF og resultatene var akseptable Det er ingen påvisbar forskjell mellom resultatene for de ulike metodene.

3.10 Aluminium

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 14, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 19 og 20. 12 av de deltakende laboratorier sendte inn resultater for aluminium. De fleste laboratoriene benyttet ICP-AES til bestemmelsen, mens ett laboratorium anvendte flammeatomabsorpsjon, og ett grafittovn. Begge fikk akseptable resultater for prøve A mens prøve B for grafittovn fikk ikke akseptabelt resultat. Da avviket i forhold til de andre resultatene og at resultatet for prøve A er innenfor kan det se ut som om det er tilfeldig at det er metoden som er årsaken til avviket. Ett laboratorium benyttet EDXRF med gode resultater.

Henholdsvis 100 og 92 % av de rapporterte middelveier var akseptable for de to prøvene.

3.11 Jern

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 15, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 21 og 22. 12 av de deltakende laboratorier sendte inn resultater for jern. De fleste laboratoriene benyttet ICP-AES til bestemmelsen, ett laboratorium benyttet ICP-MS, mens to laboratorier anvendte flammeatomabsorpsjon. Ett laboratorium benyttet EDXRF.

Alle de rapporterte middelveier var akseptable for de to prøvene, og det er veldig bra.

3.12 Mangan

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 16, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 23 og 24. 12 av de deltakende laboratorier sendte inn resultater for mangan. De fleste laboratoriene benyttet ICP-AES til bestemmelsen, mens to laboratorier anvendte flammeatomabsorpsjon. Ett laboratorium benyttet ICP-MS der det ene

resultatet var akseptabelt og ett laboratorium benyttet EDXRF, der det ene resultatet var akseptabelt.

Henholdsvis 75 og 100 % av de rapporterte middelverdier var akseptable for de to prøvene, og det er bra.

3.13 Kalium

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 17, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 25 og 26. Det ble mottatt resultater for kalium fra 12 av laboratoriene. Resultatene for kalium er omtrent like gode som ved siste slp, med henholdsvis 69 og 77 % akseptable middelverdier for de to prøvene. Blant de avvikende verdier var det både systematisk for høye og for lave resultater og for to resultatpar var avviket så stort at de ble utelatt fra de statistiske beregninger.

Nesten alle laboratoriene benyttet ICP-AES ved bestemmelsen, mens to benyttet flamme atomabsorpsjon. Ett laboratorium benyttet EDXRF med systematisk altfor høye resultater for begge prøvene og kommer ikke med på figurene.

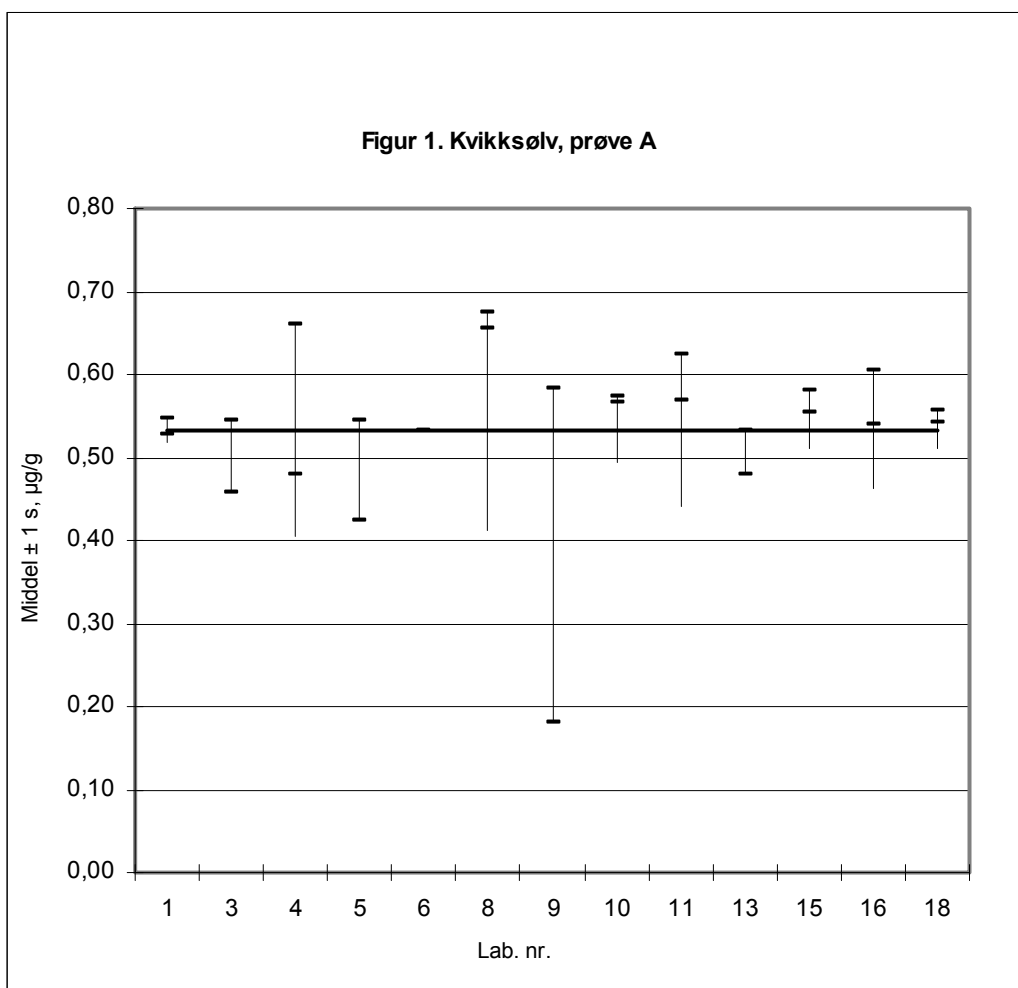
3.14 Totalfosfor

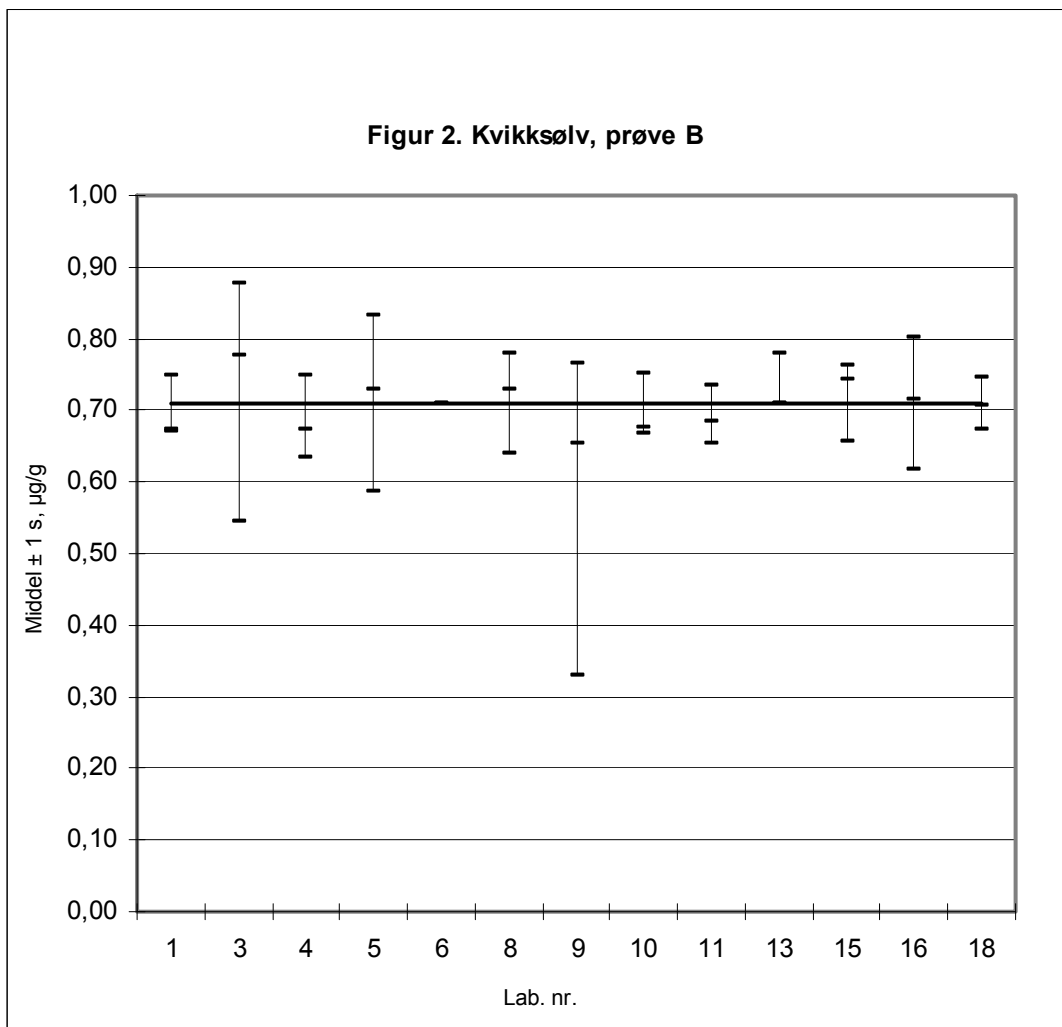
Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 18, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 27 og 28. 14 laboratorier rapporterte resultater for totalfosfor, og alle resultatene i begge prøver var akseptable. Åtte laboratorier rapporterte at de bestemte totalfosfor med ICP-AES, mens fem laboratorier benyttet en manuell eller automatisert spektrofotometrisk metode. Ett laboratorium benyttet EDXRF med akseptable resultater.

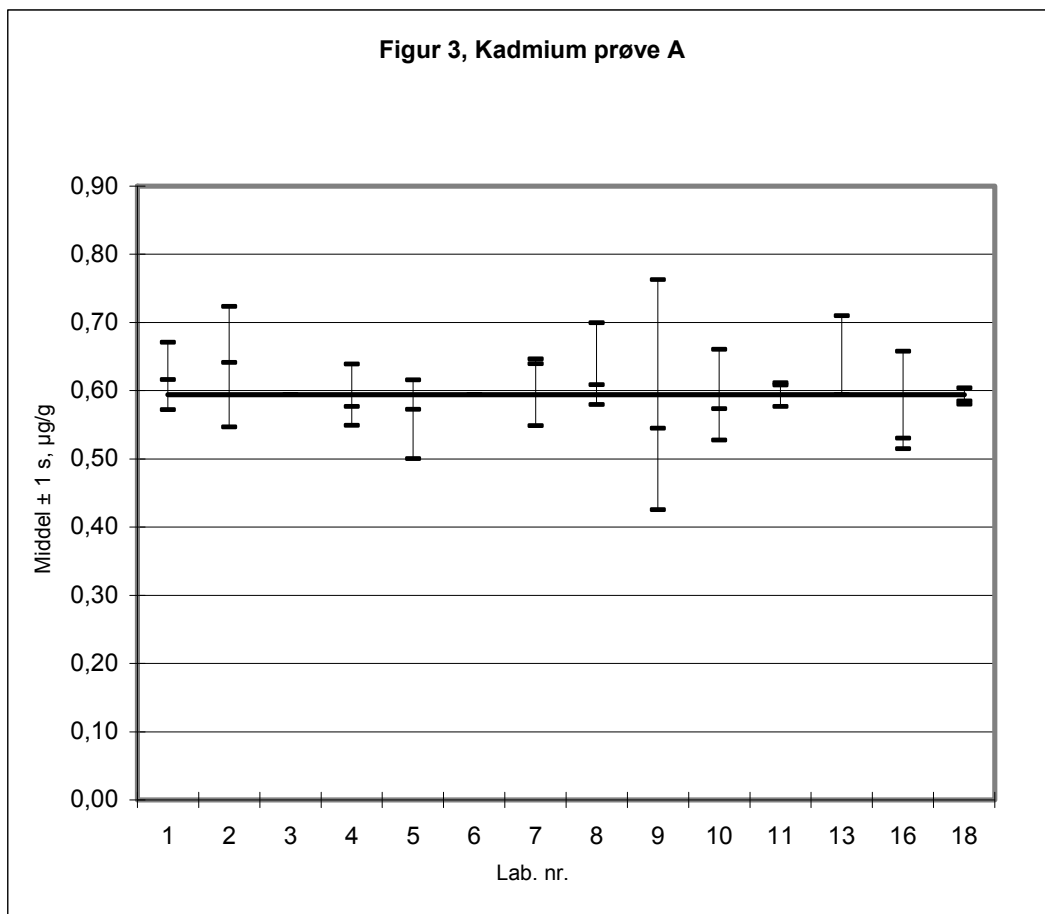
3.15 Nitrogen

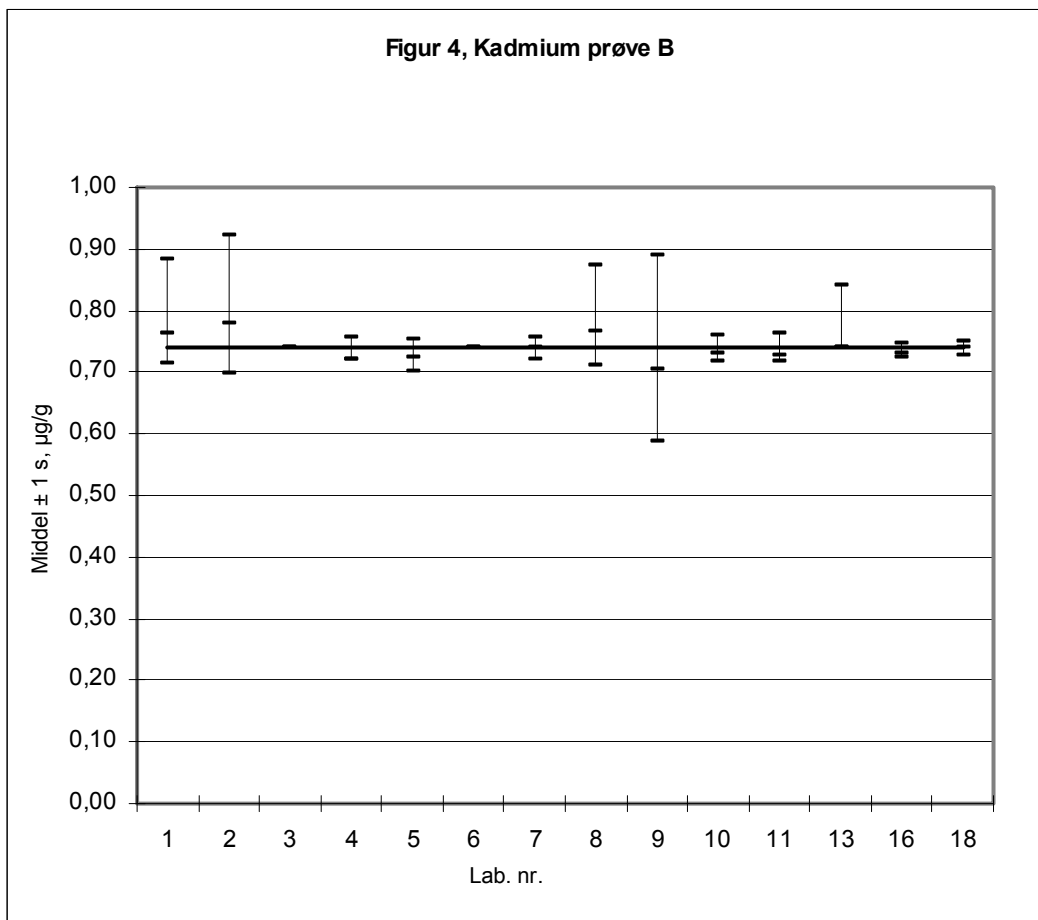
Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 19, mens de enkelte laboratoriers middelverdier er framstilt grafisk i figur 29 og 30. For bestemmelsen av nitrogen ble det mottatt 9 resultatsett for begge prøvene. De fleste laboratoriene benyttet Kjeldahlmetoden til denne bestemmelsen, mens tre laboratorier benyttet elementanalysator med høytemperatur forbrenning. 91 % av middelverdiene lå innenfor den generelle akseptansegrensen på ± 20 %, noe som er meget bra.

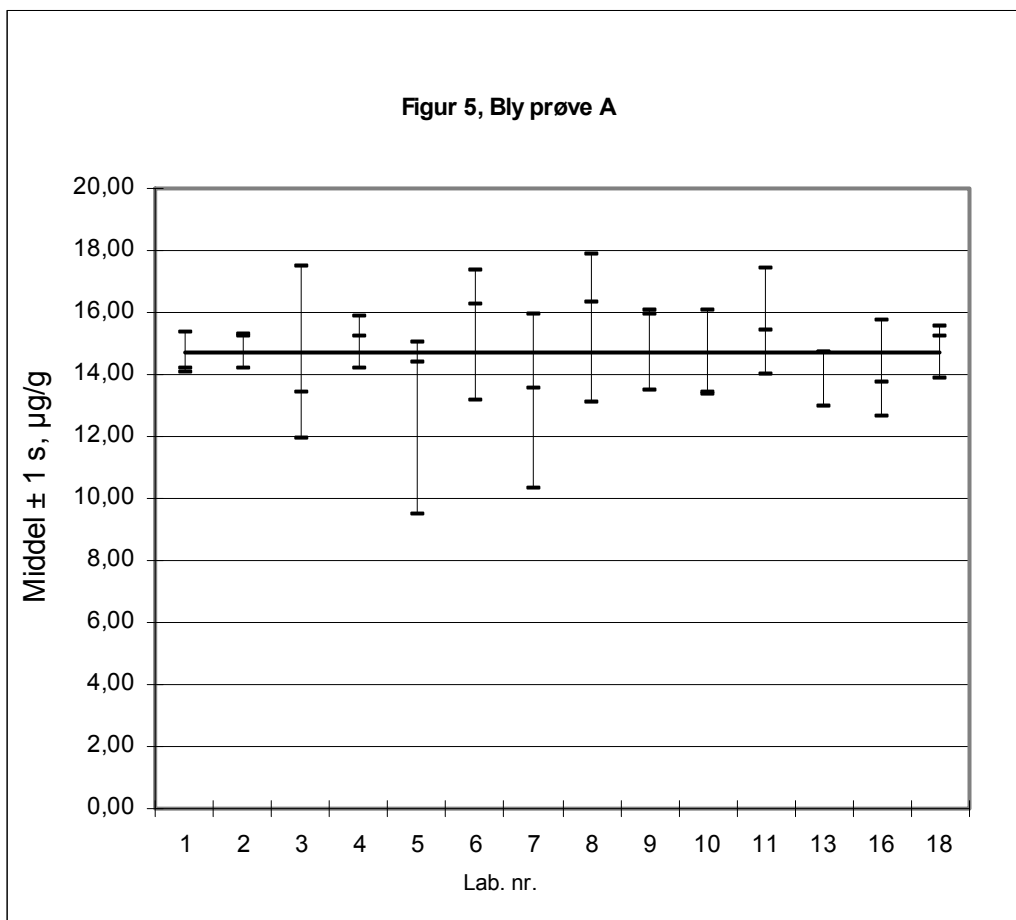
Forts. side 53

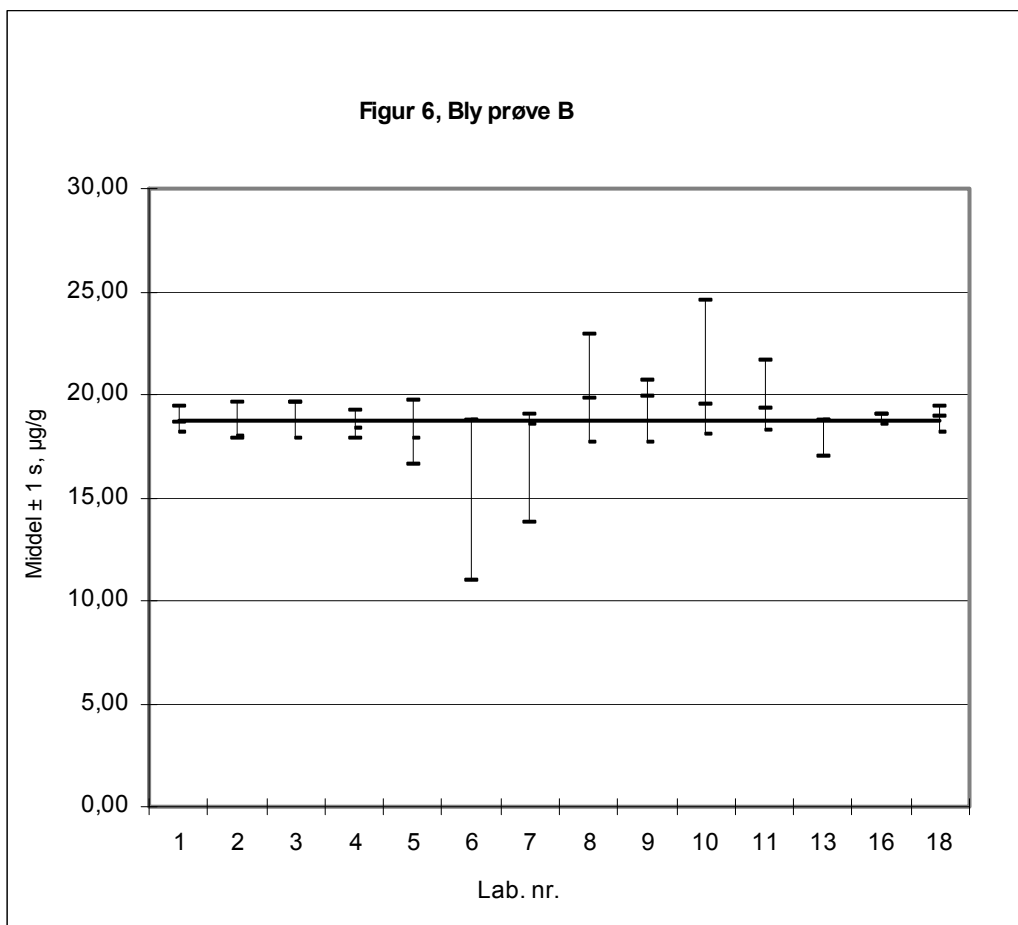


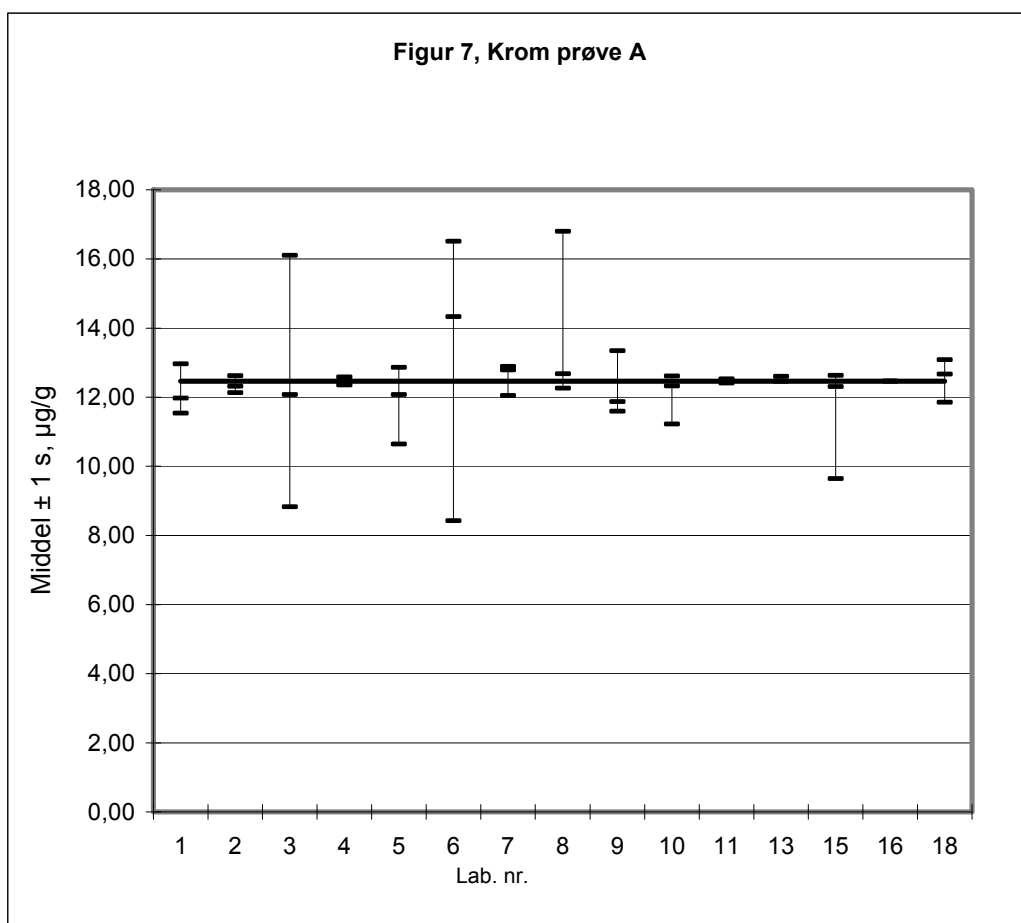


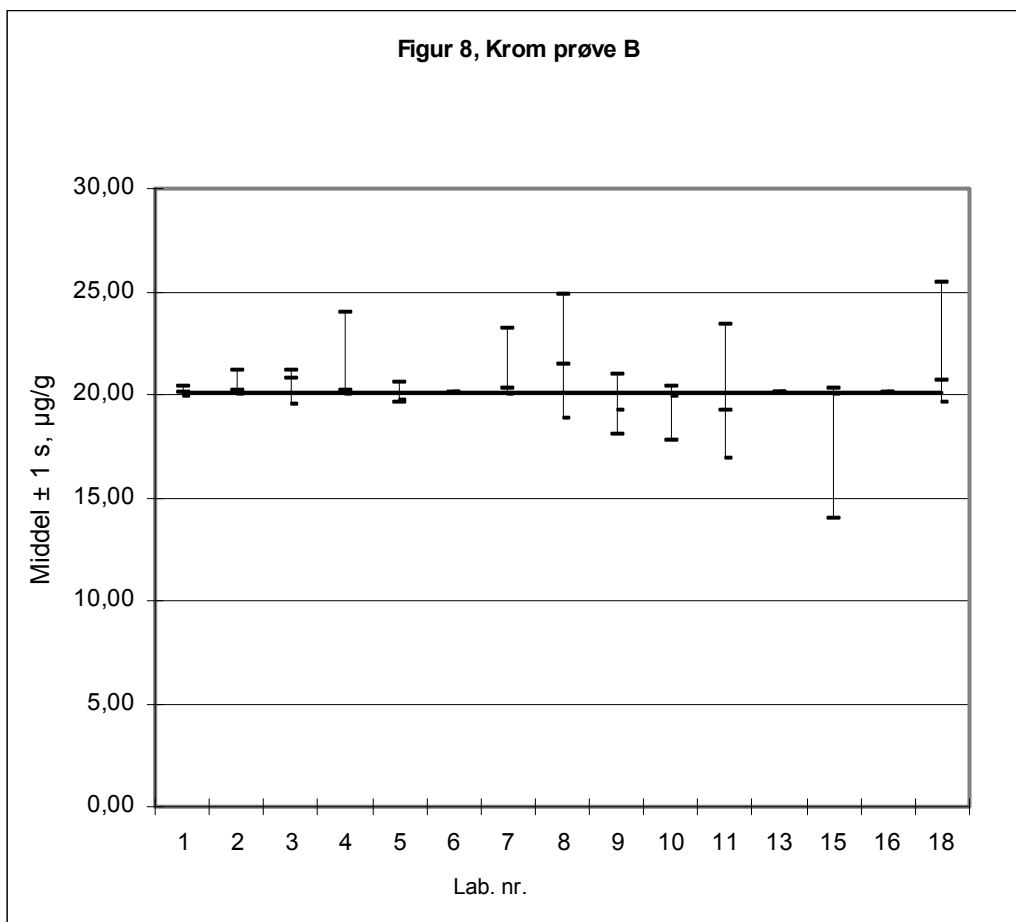


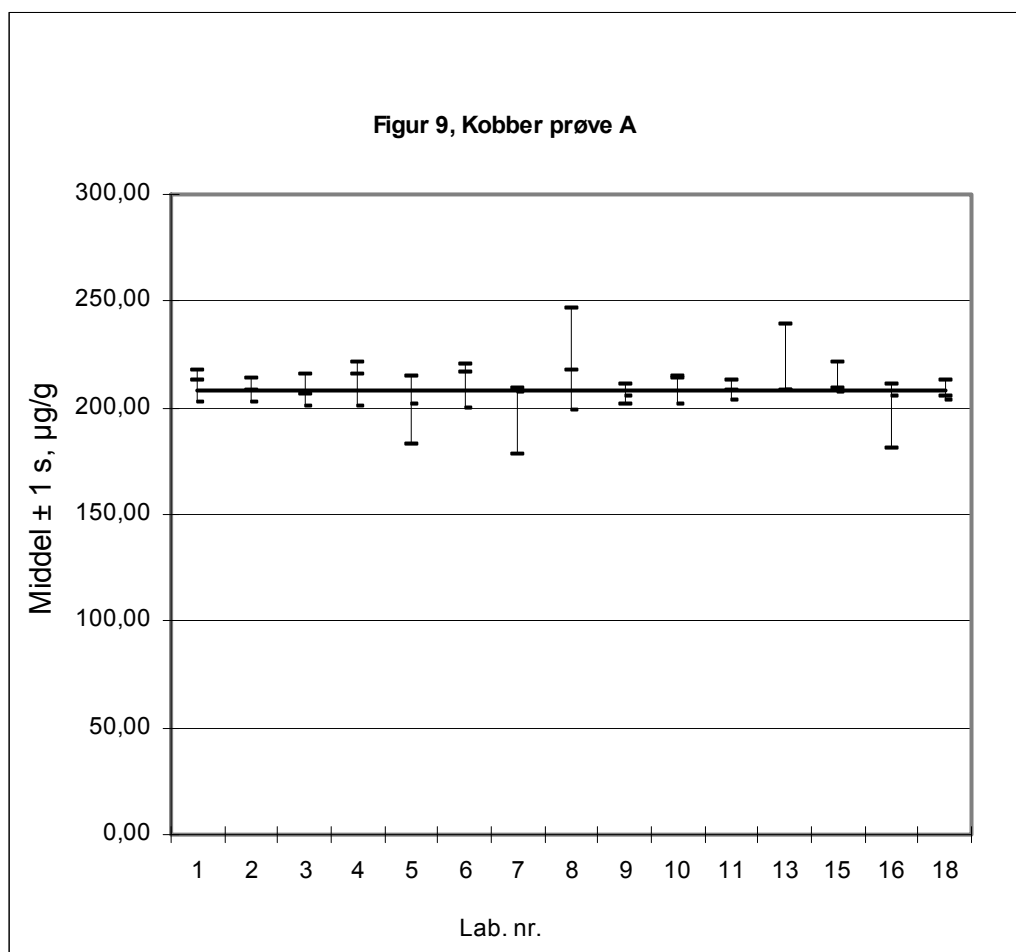


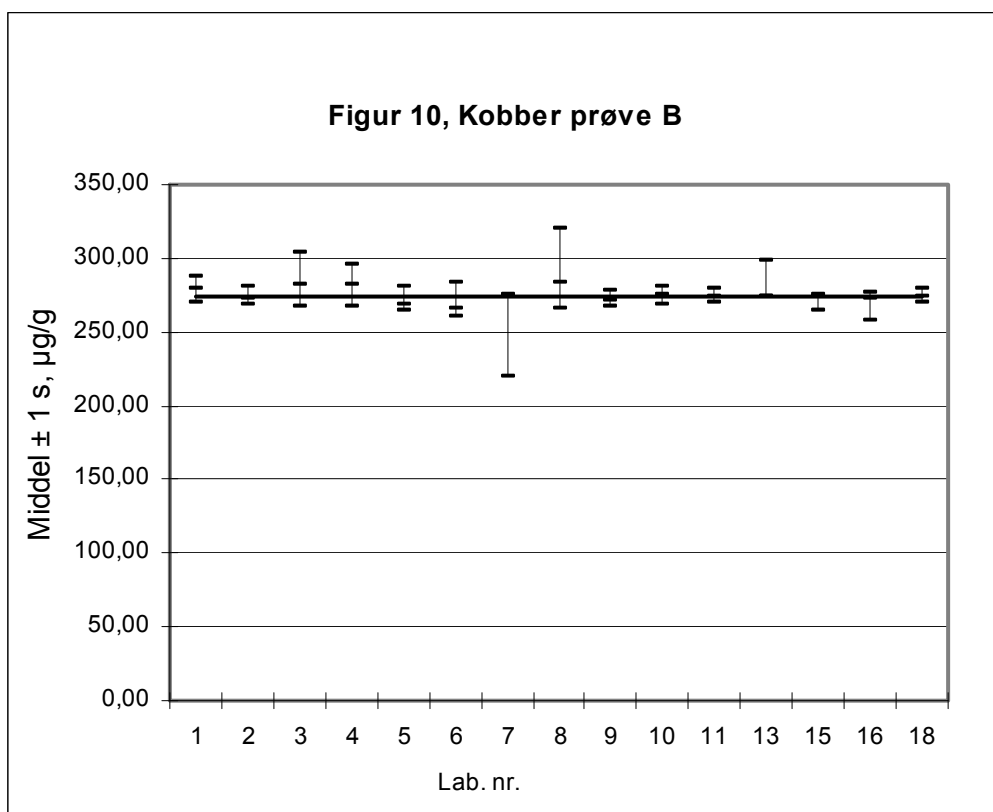


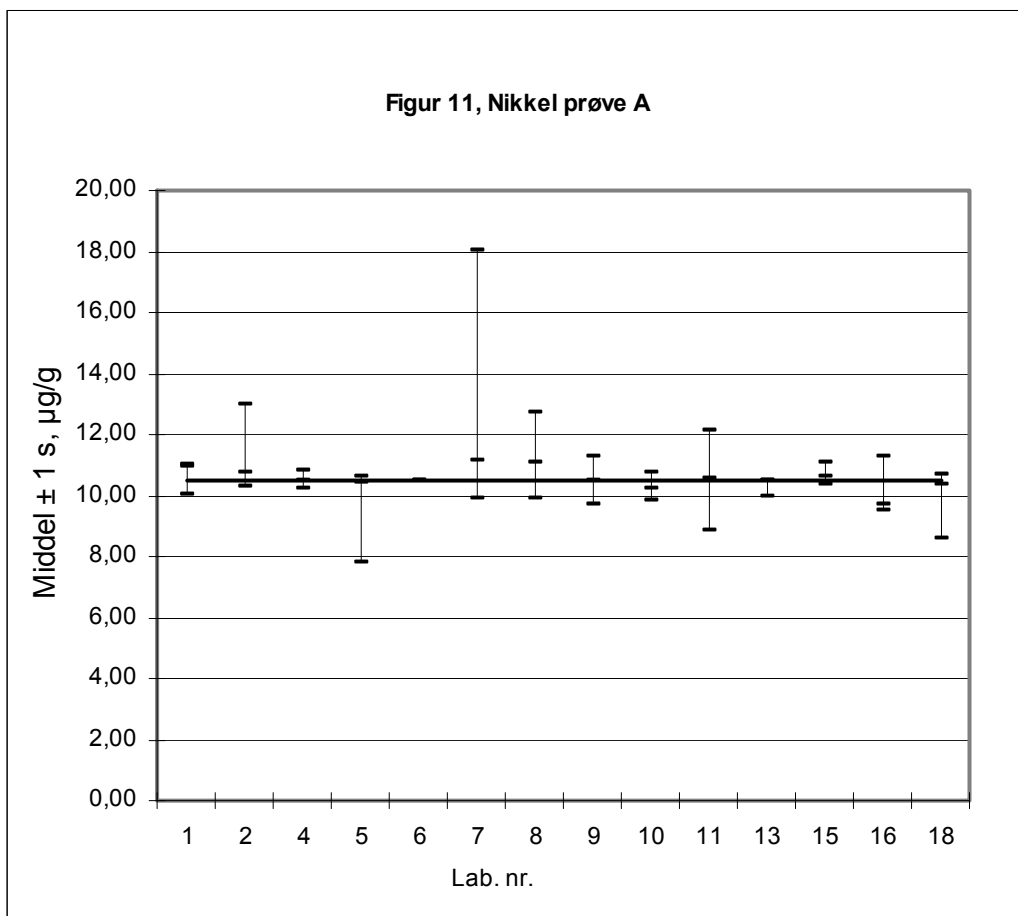


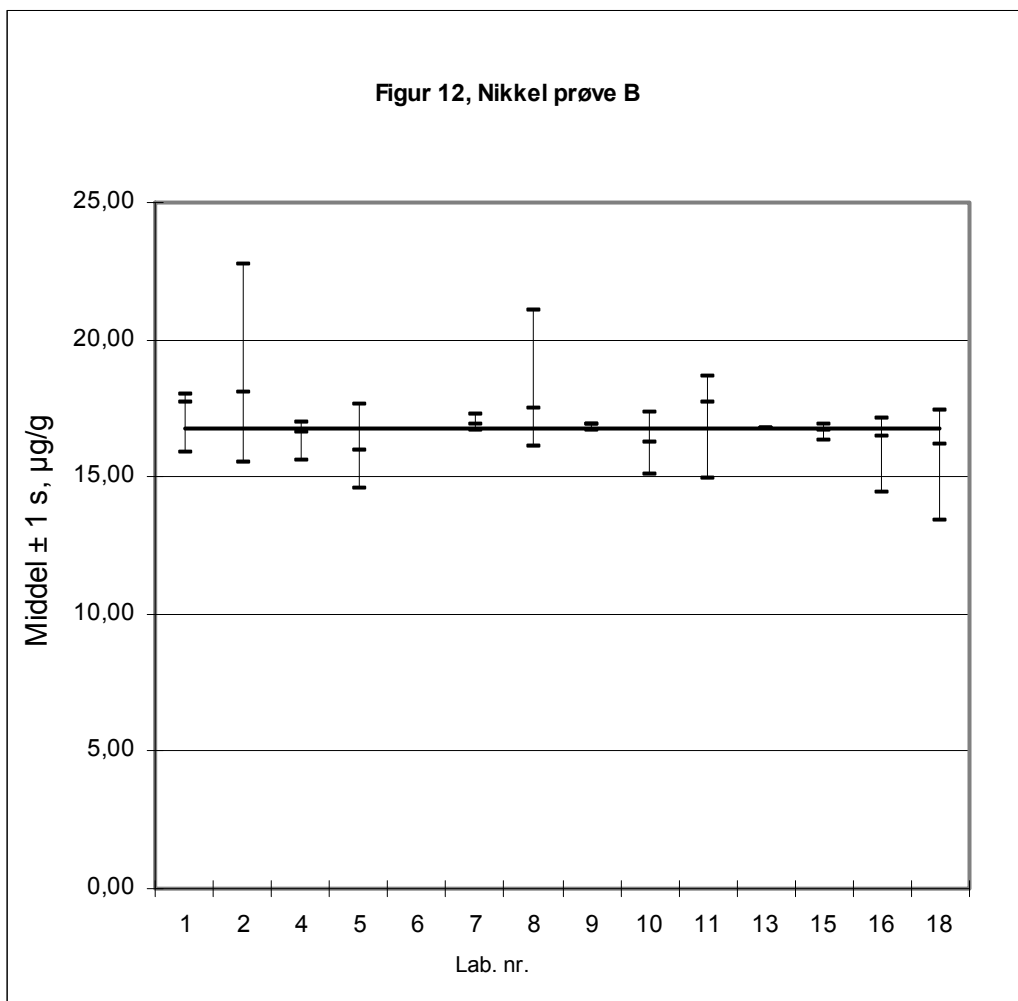


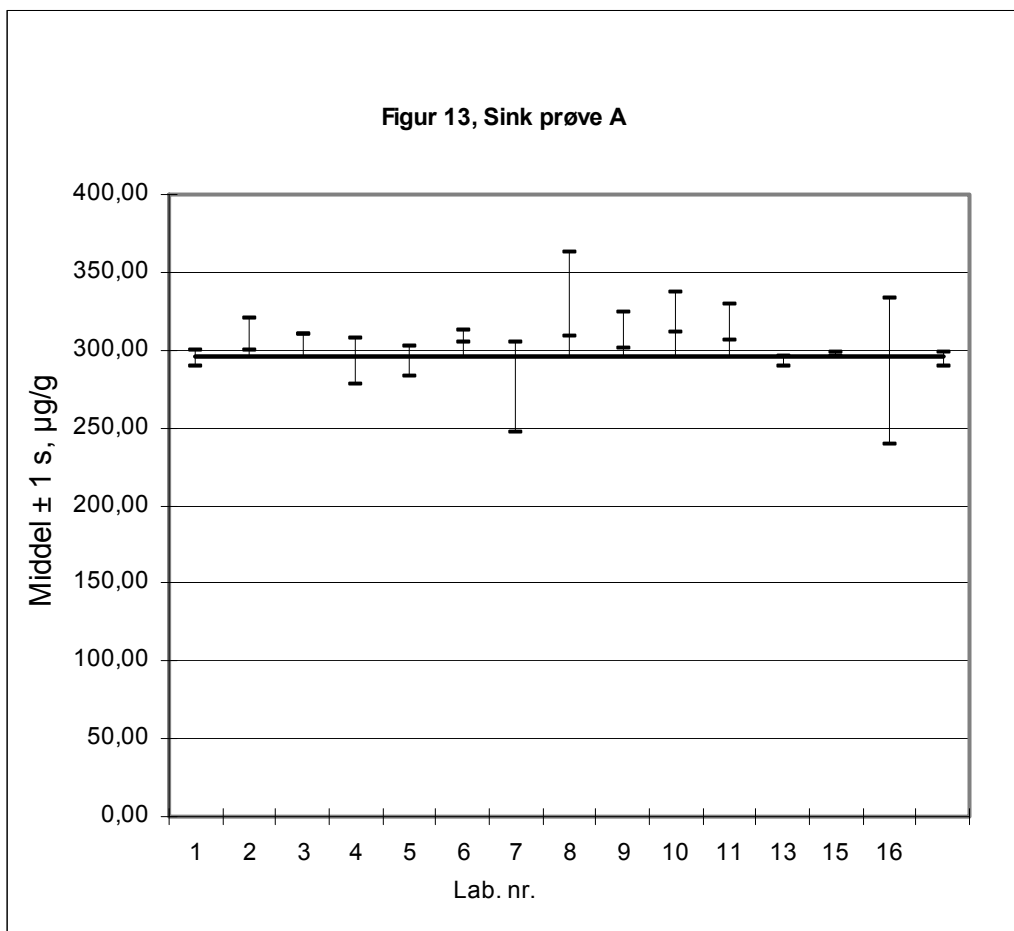


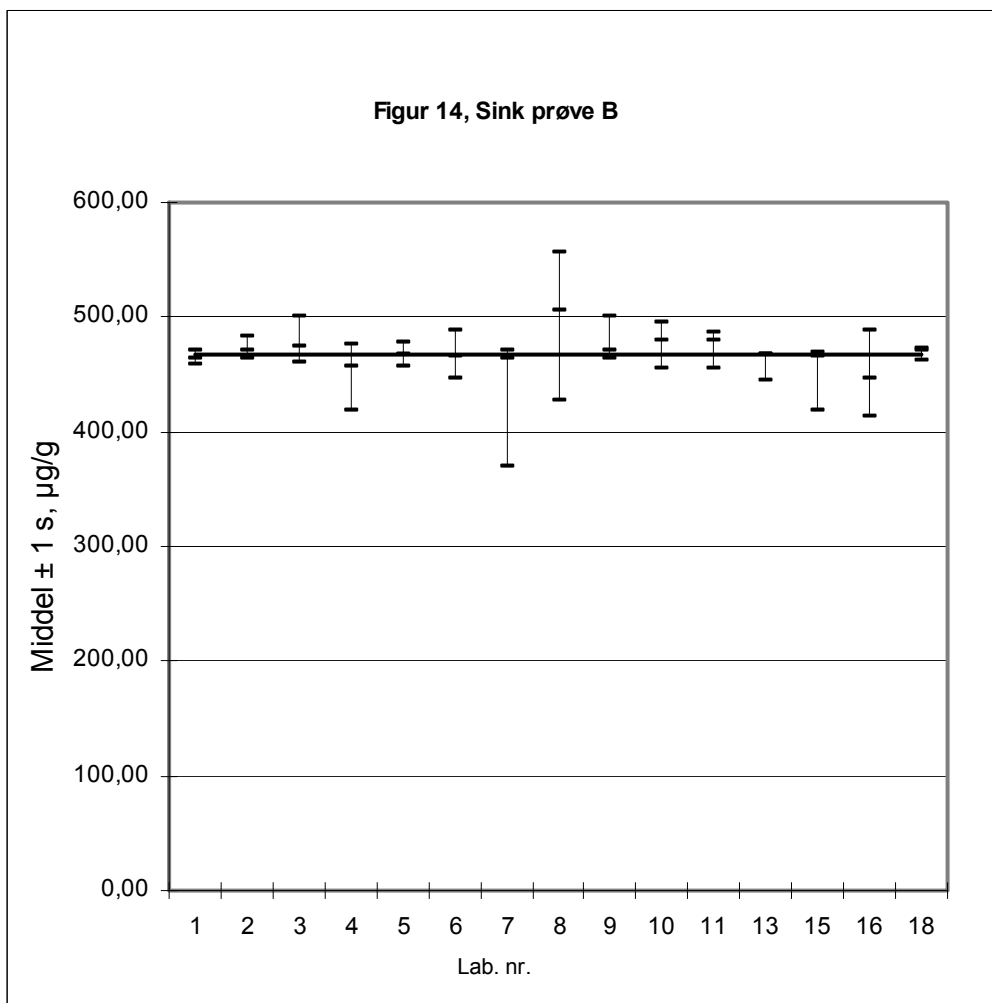


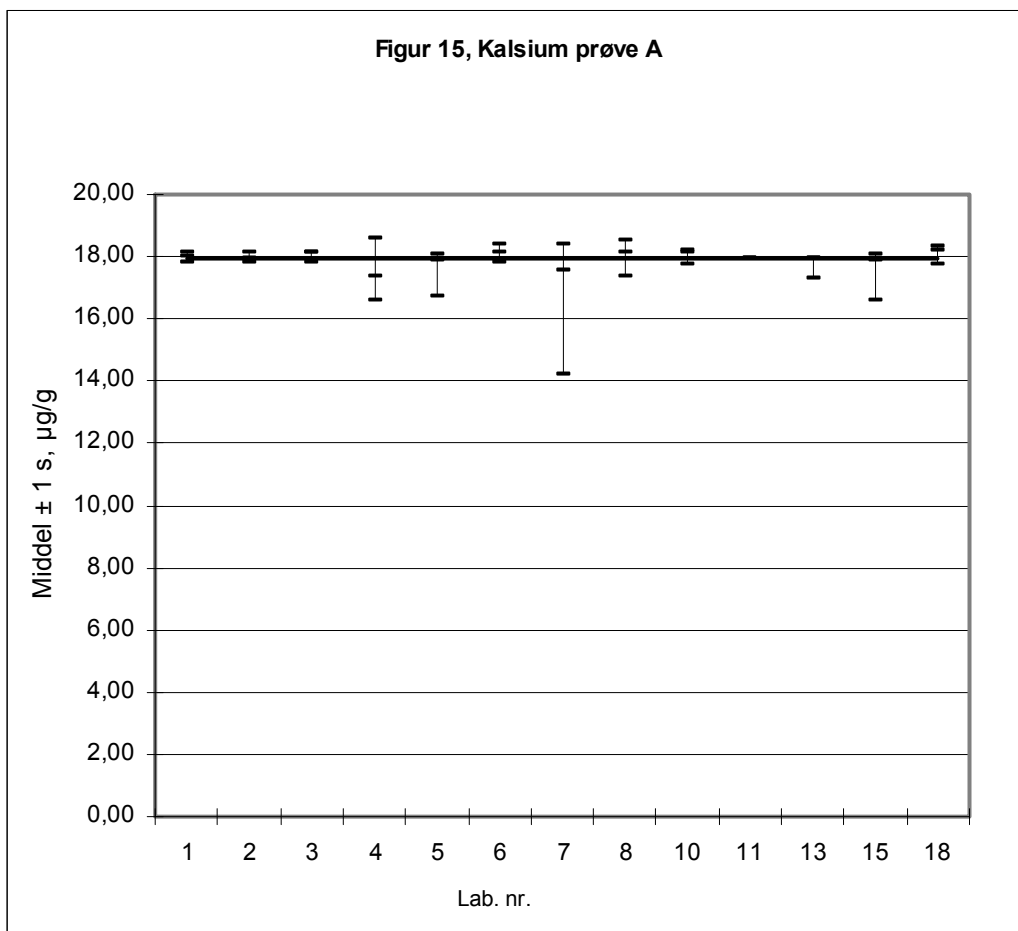


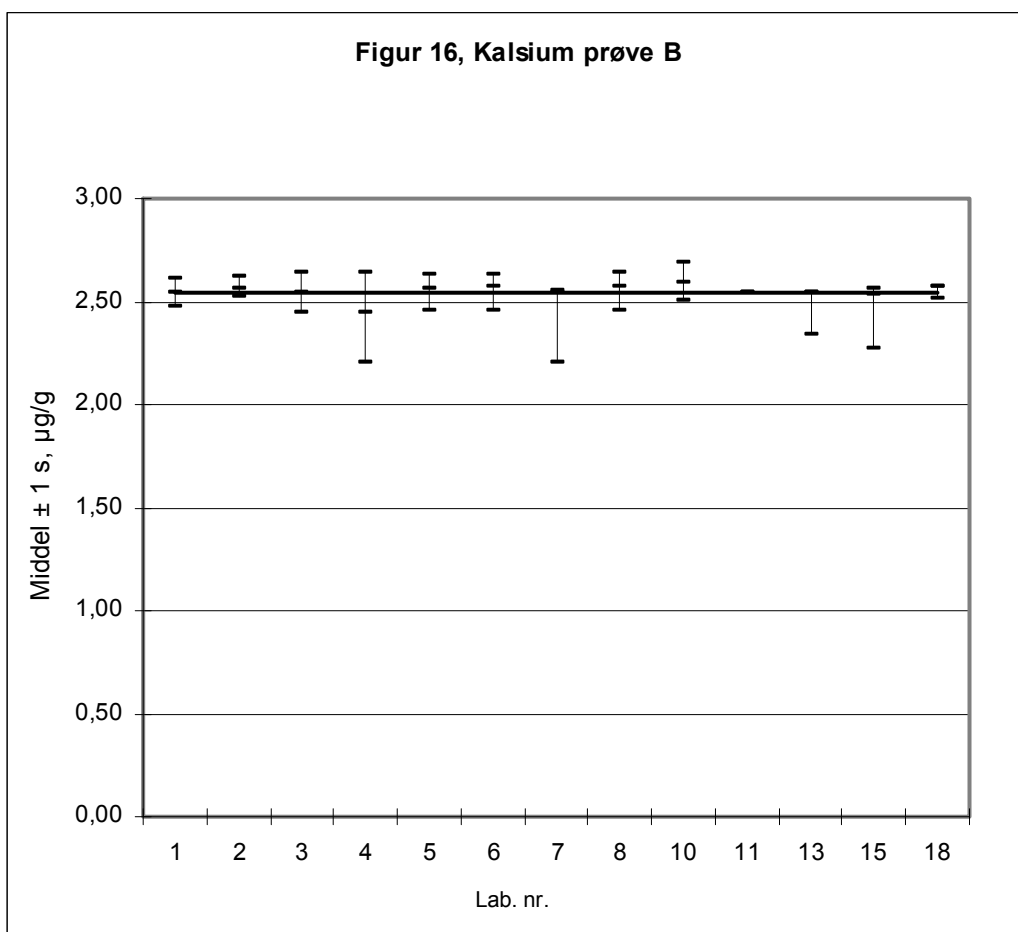


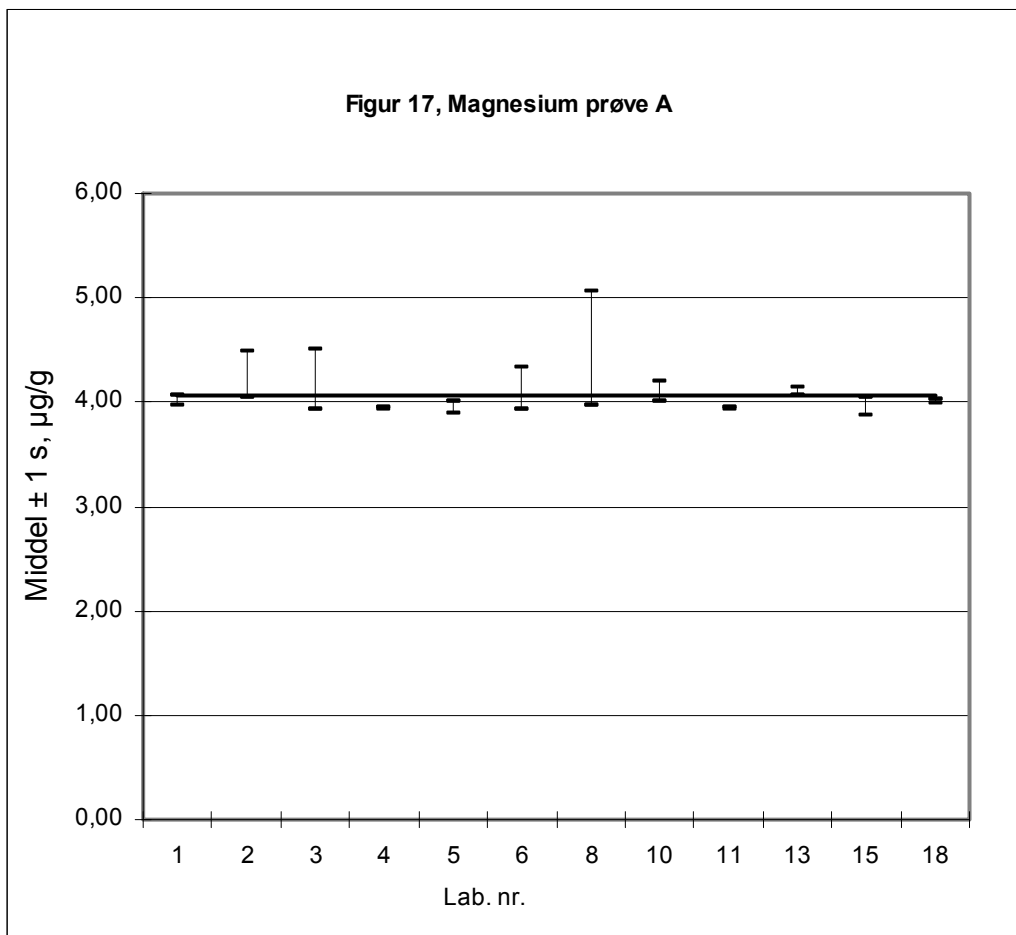


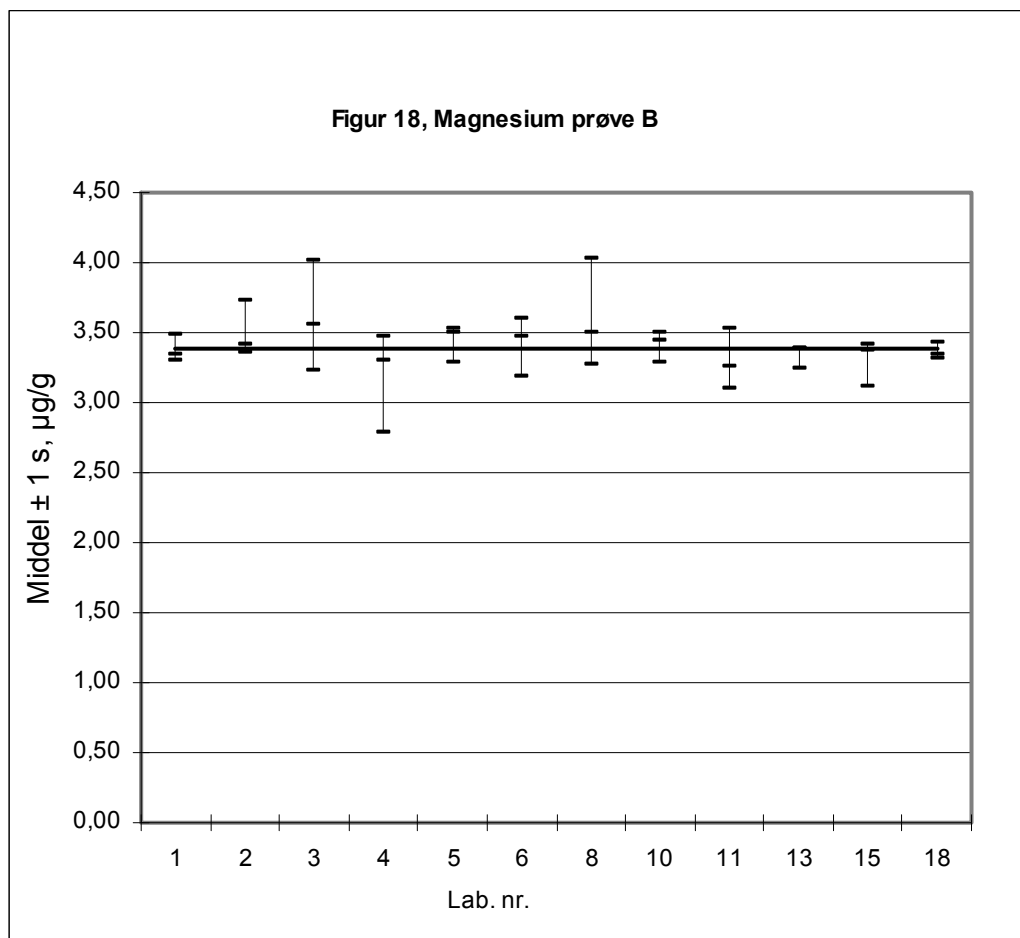


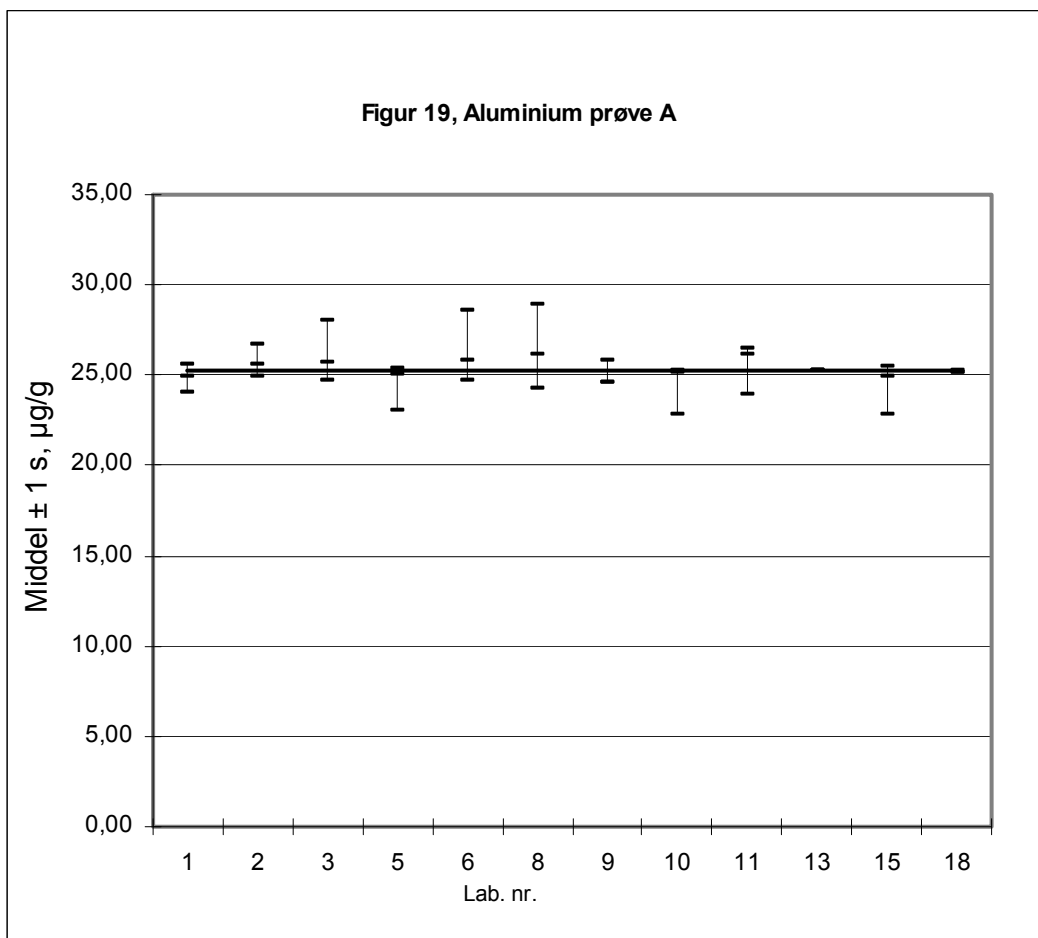


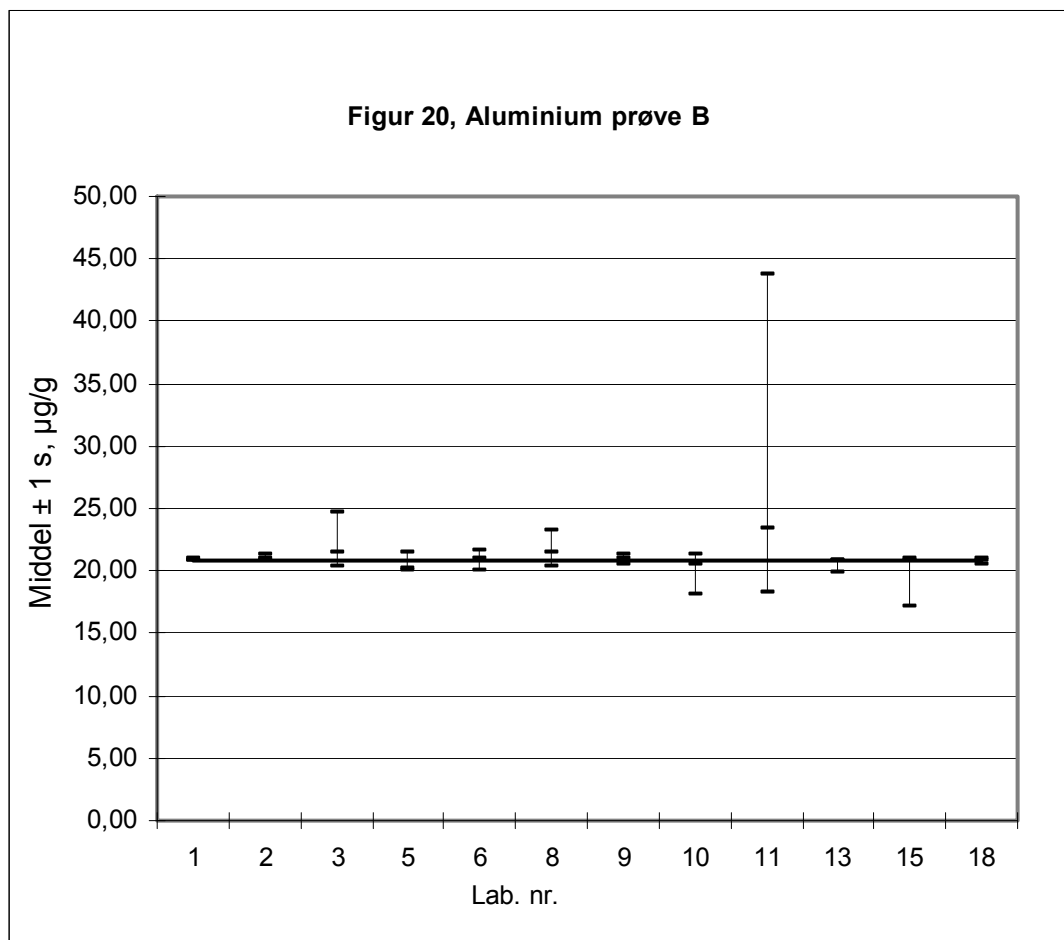


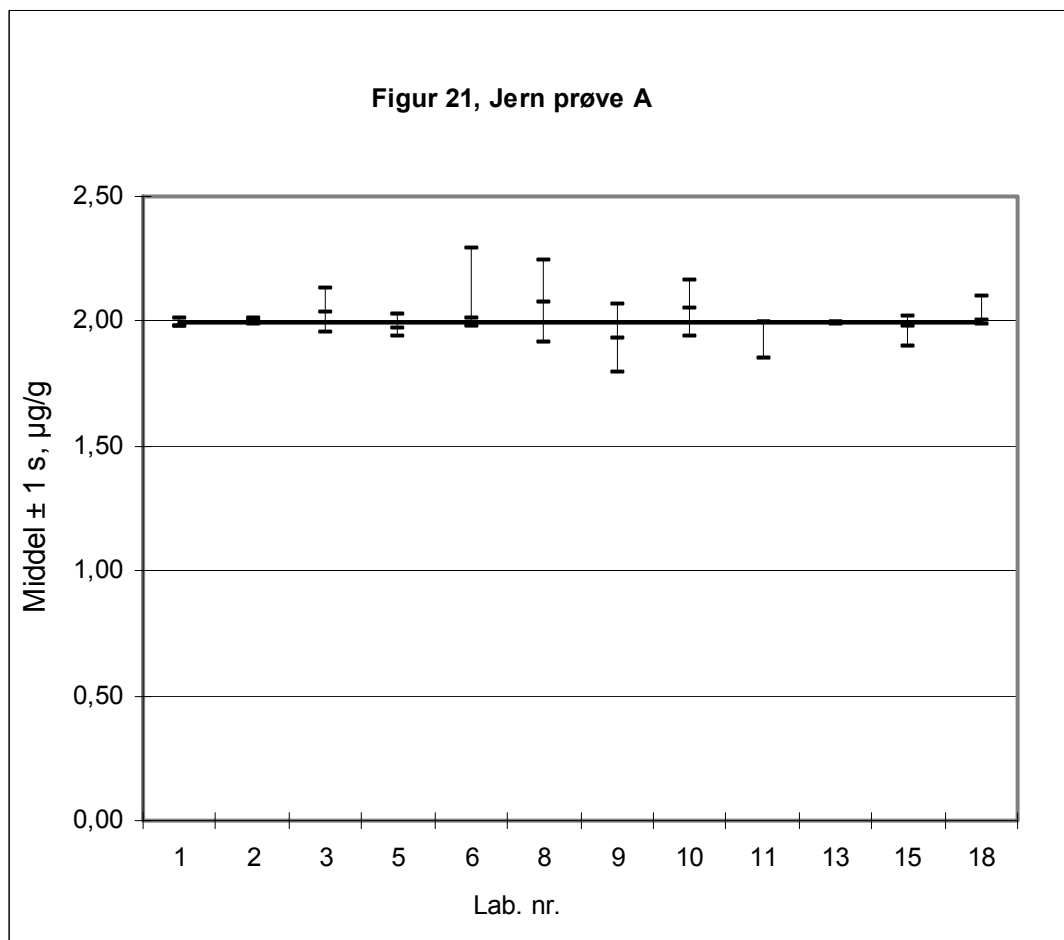


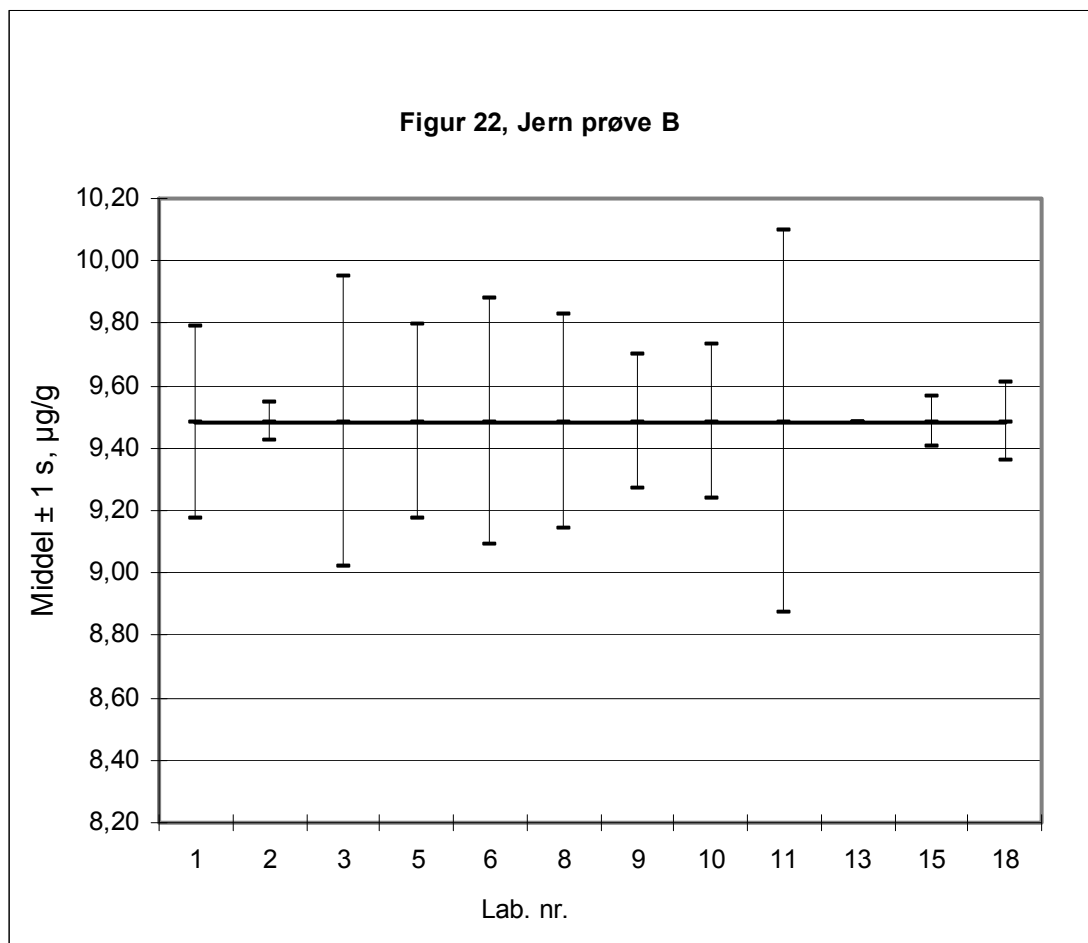


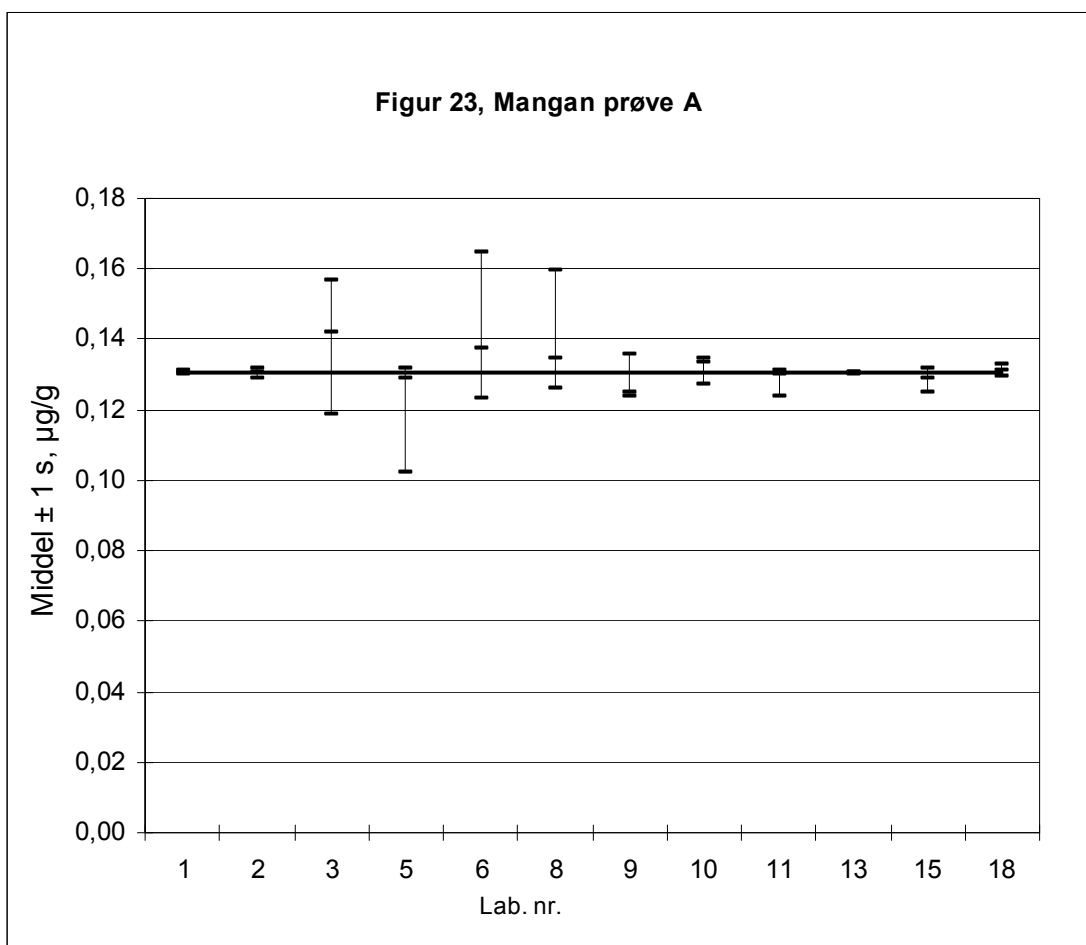


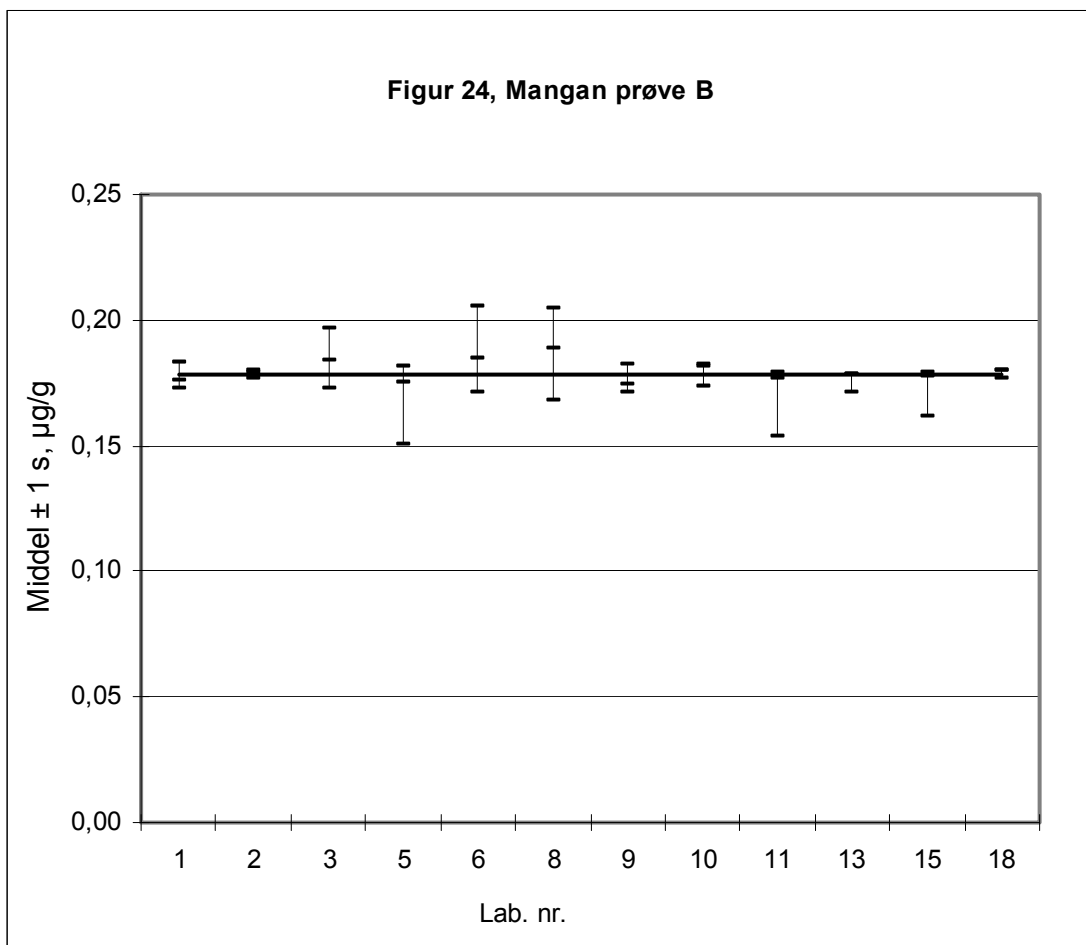


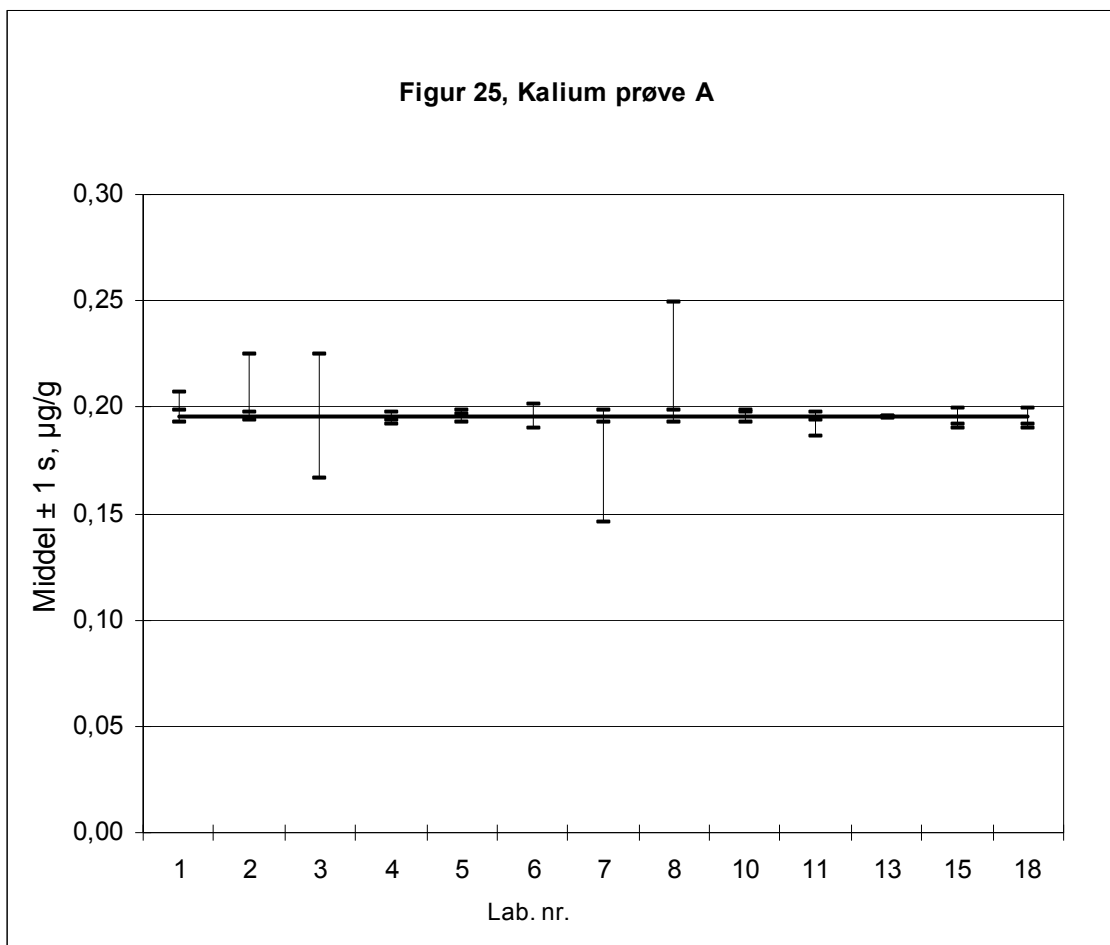


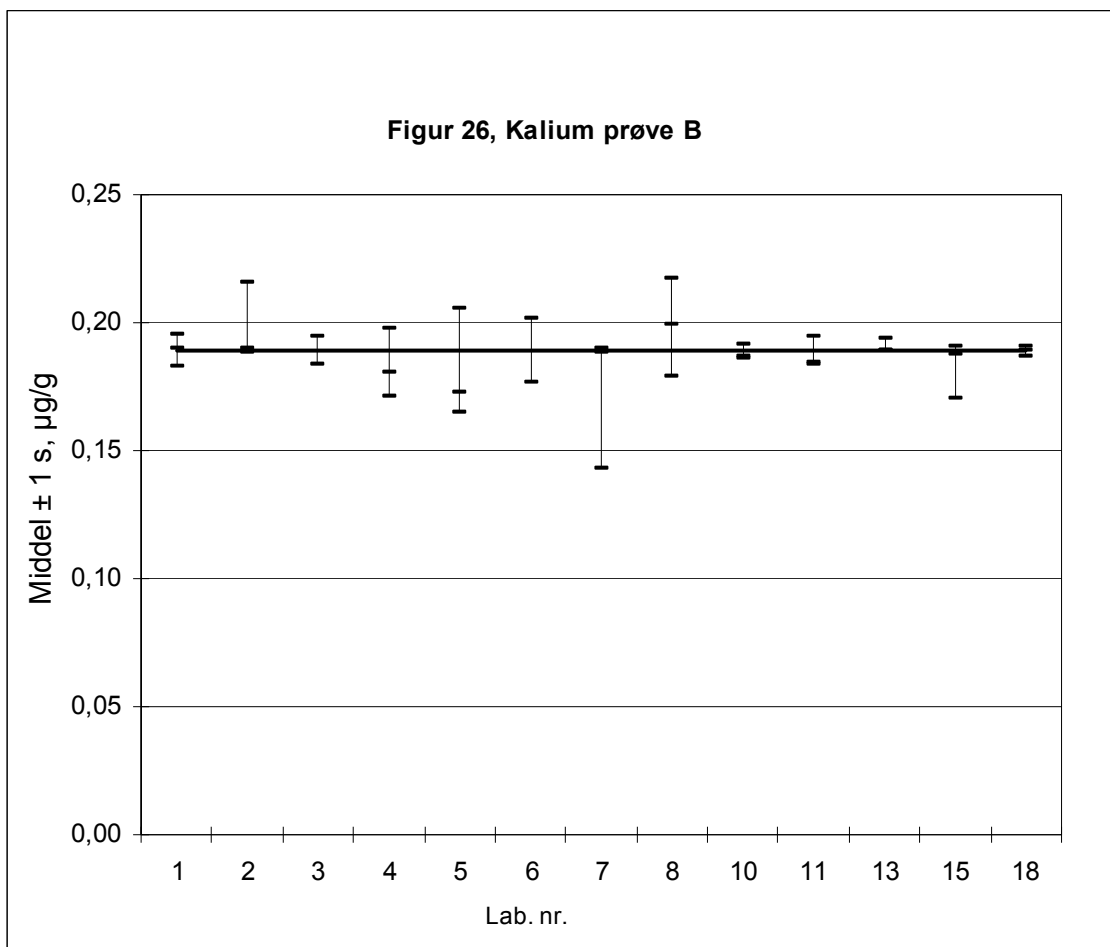


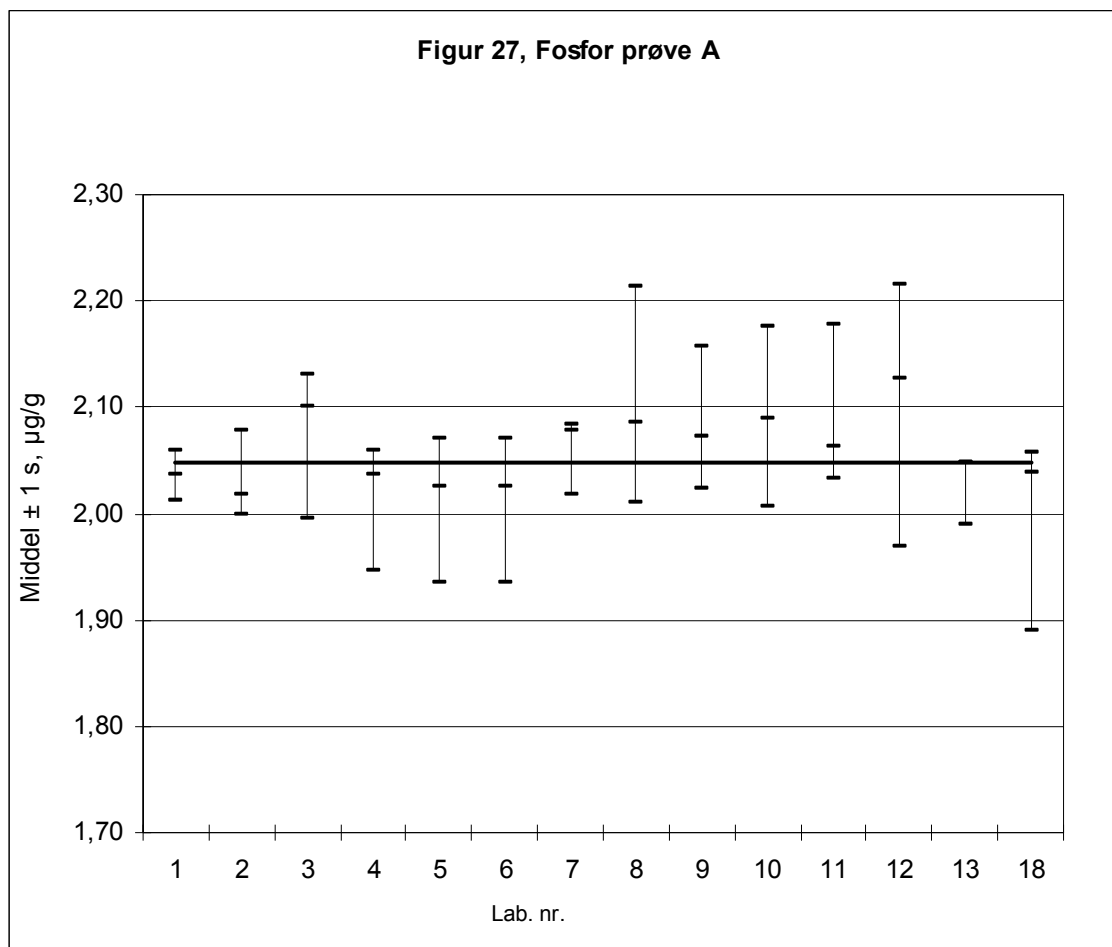


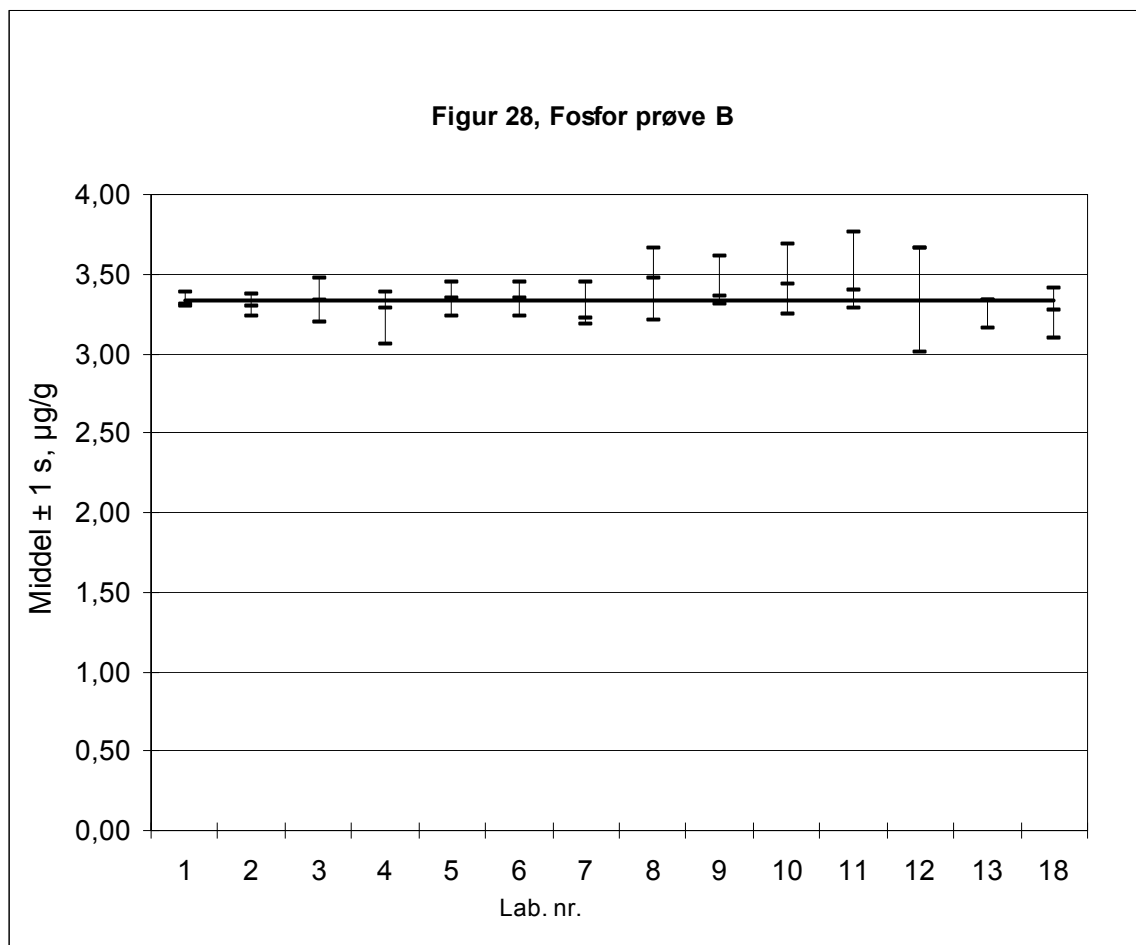


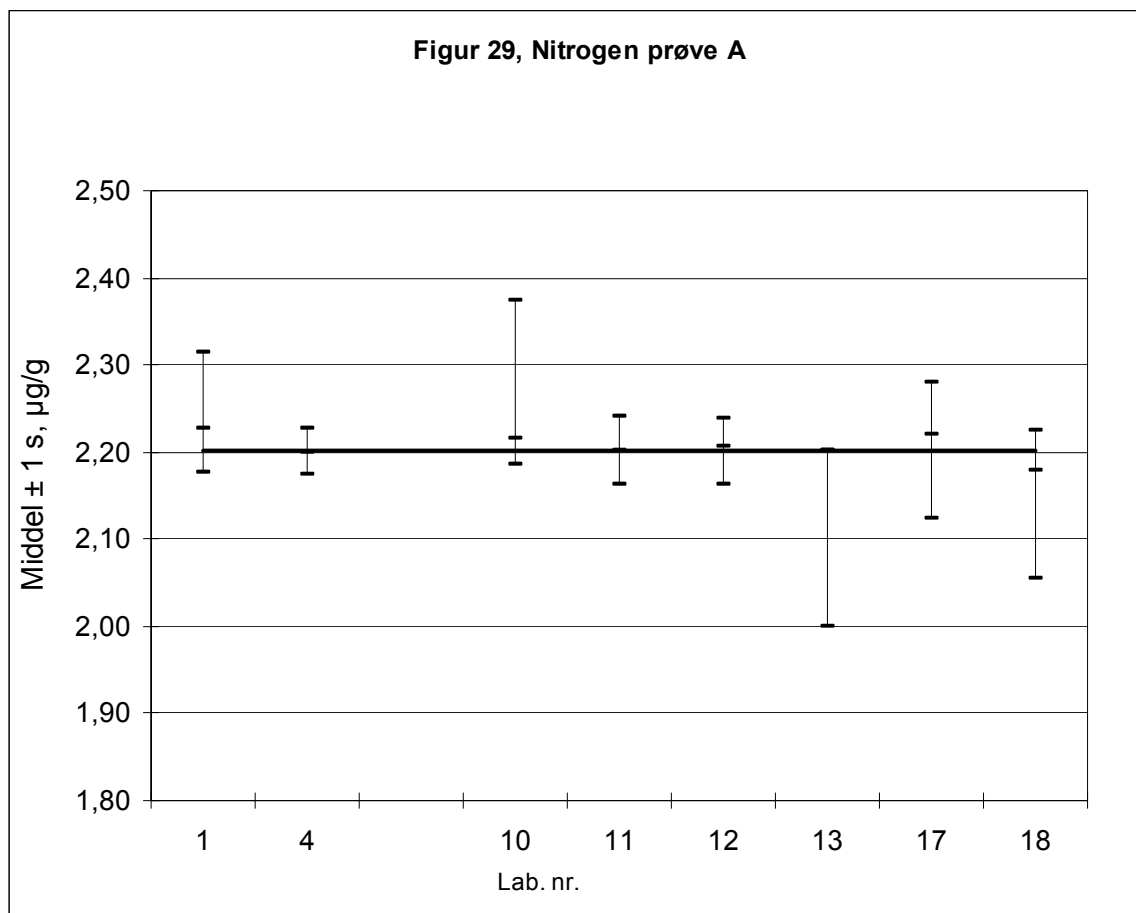


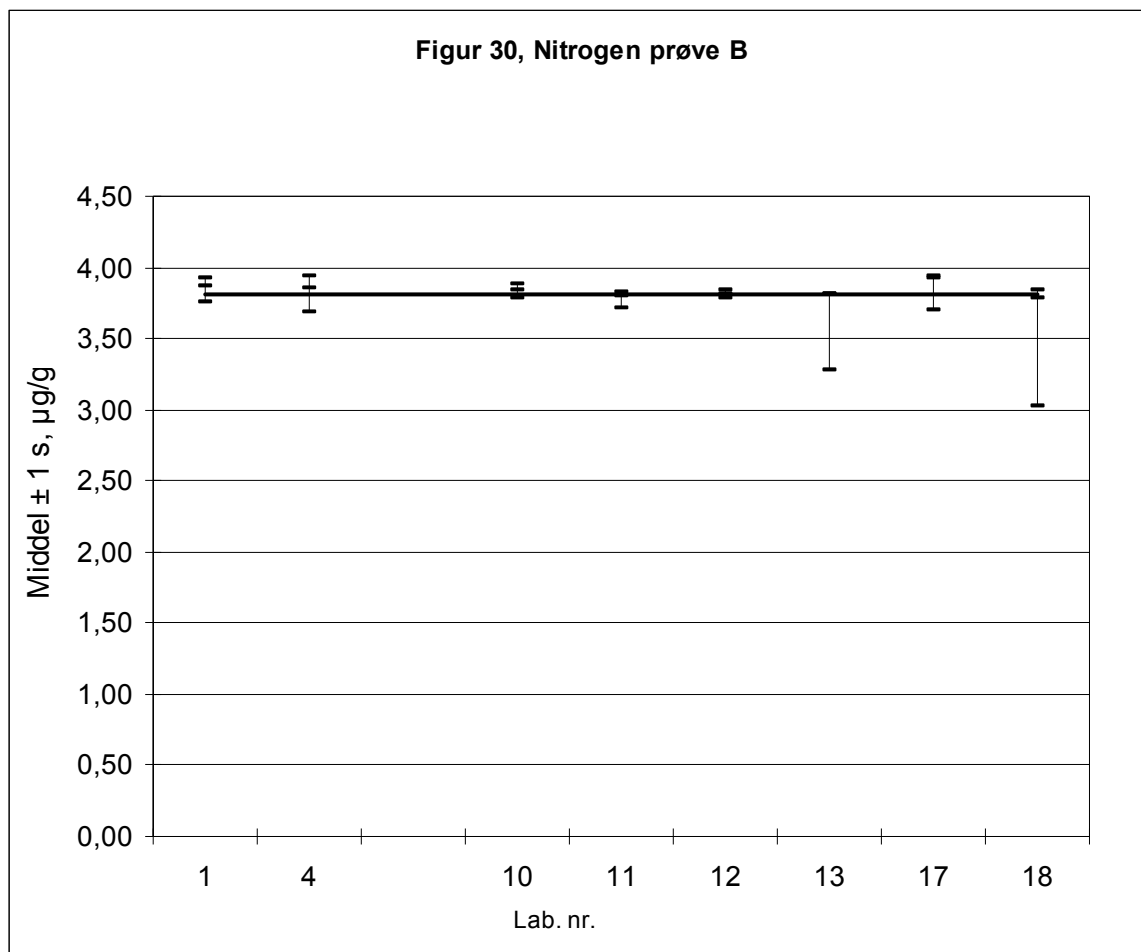


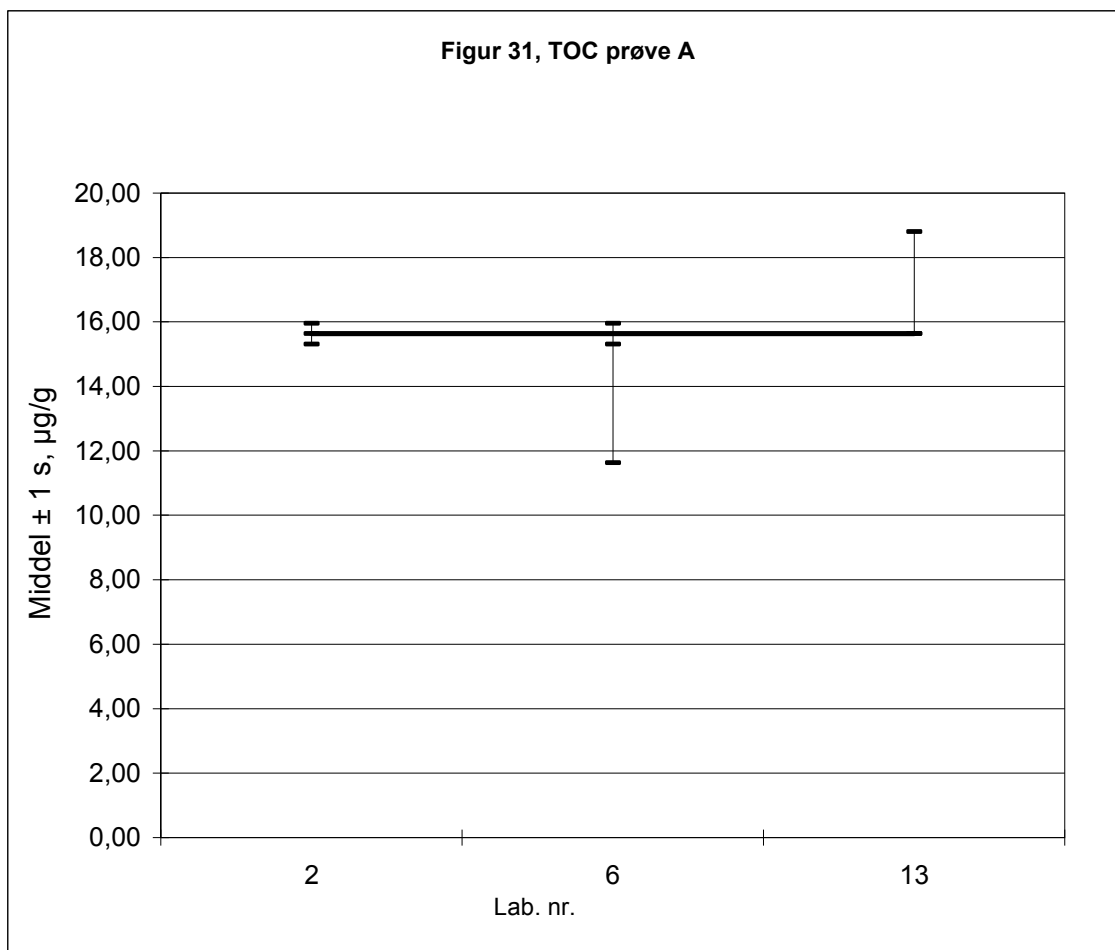


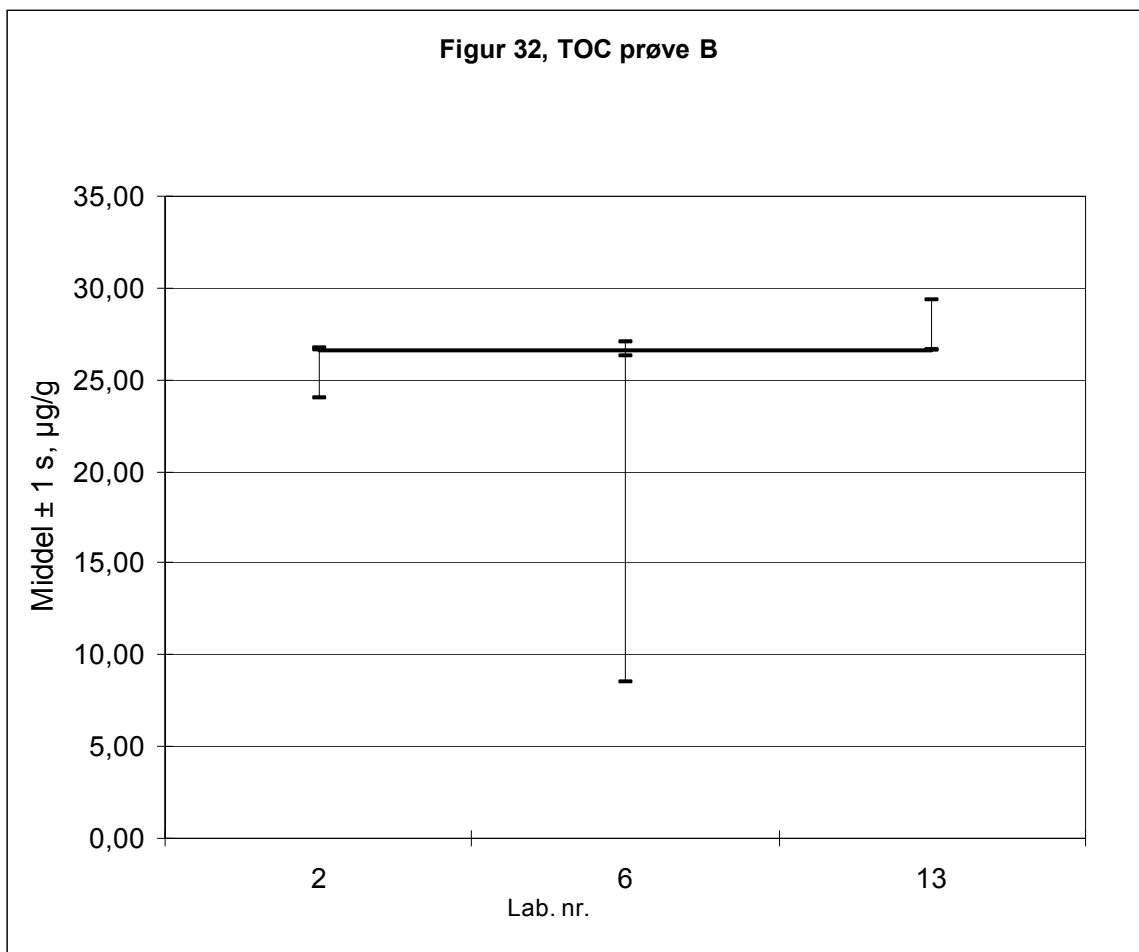


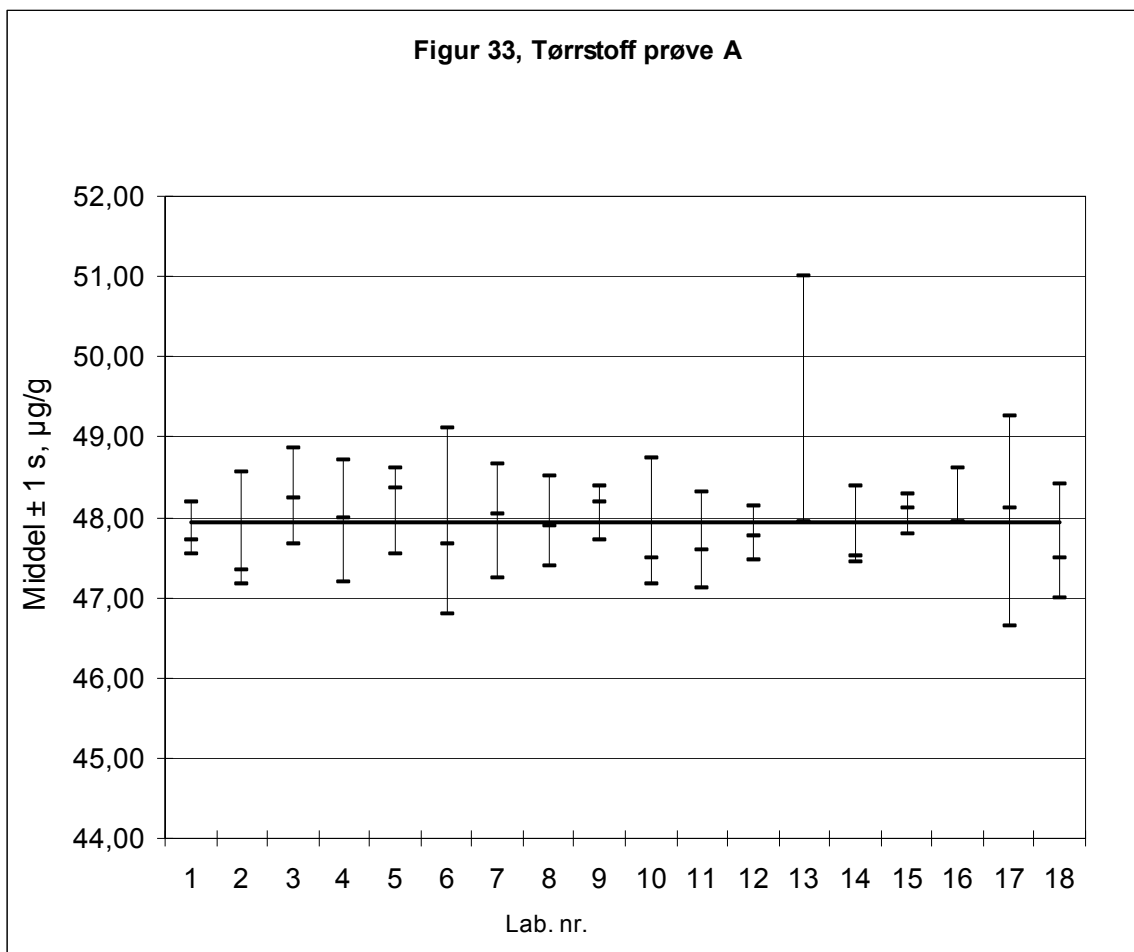


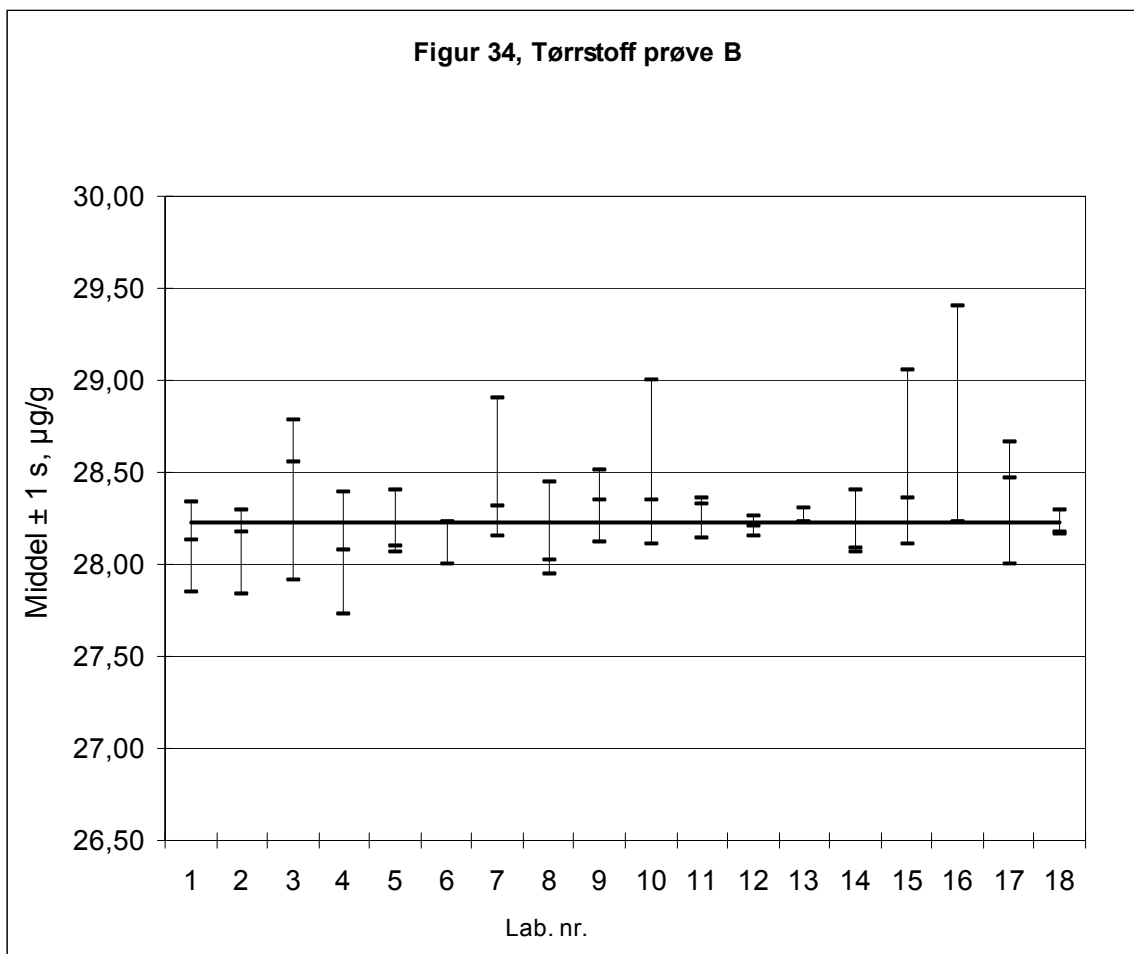


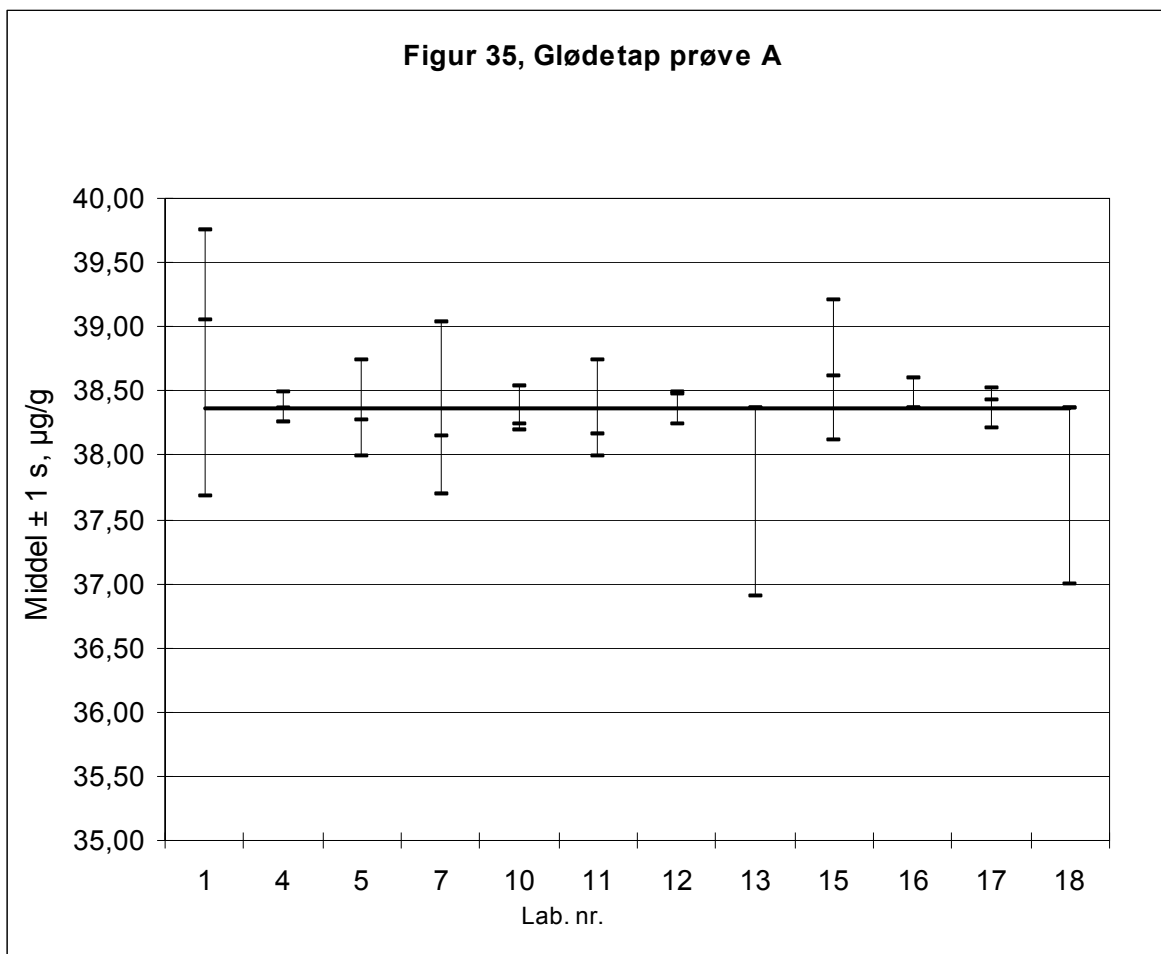


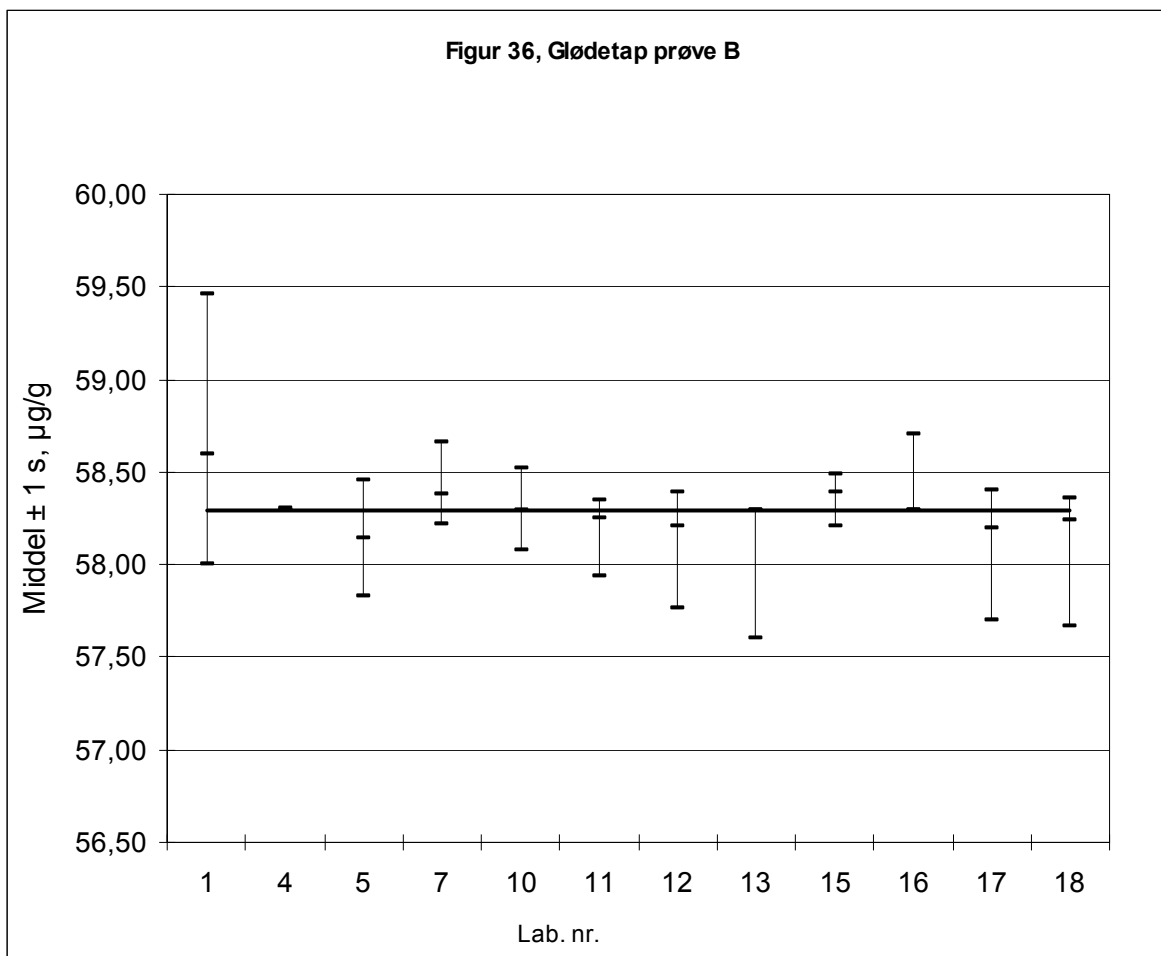


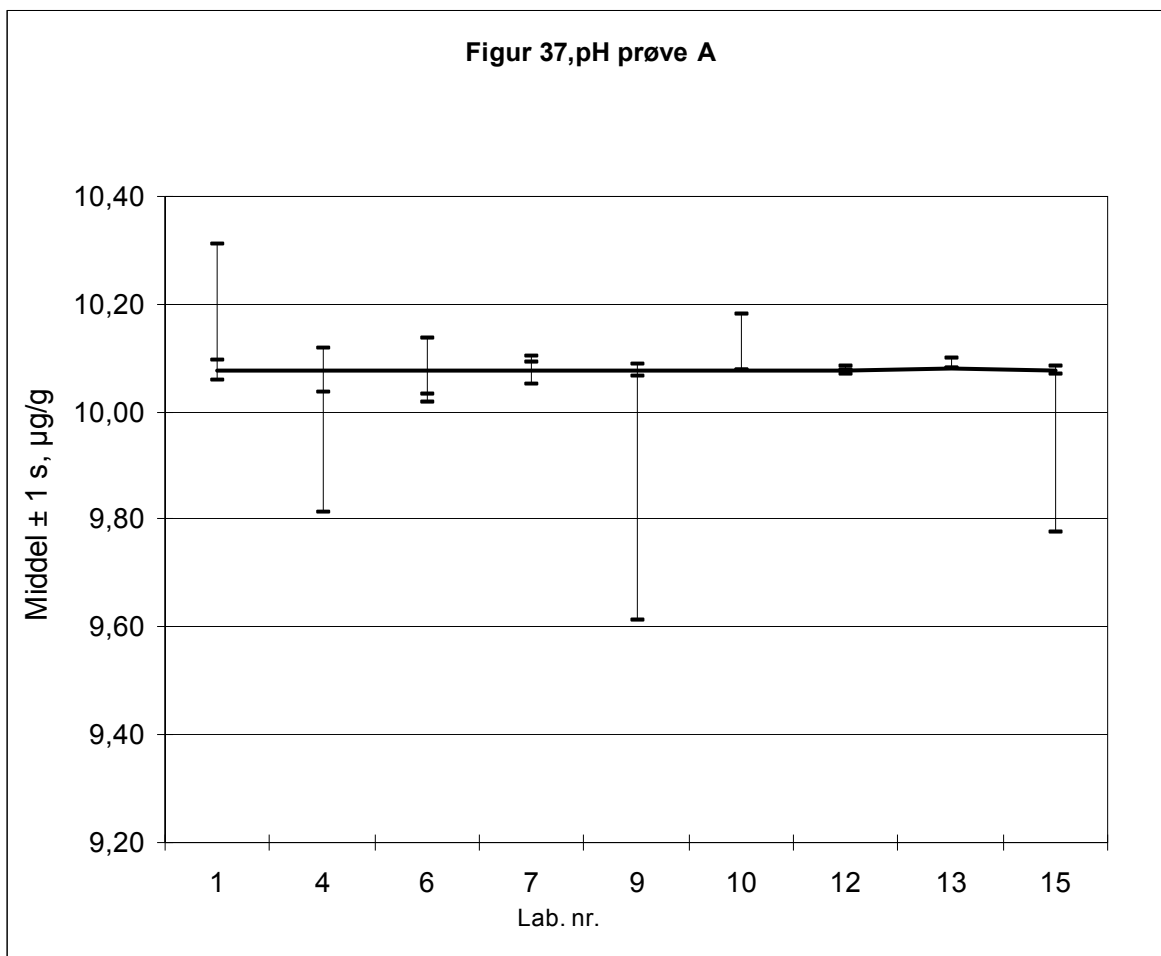


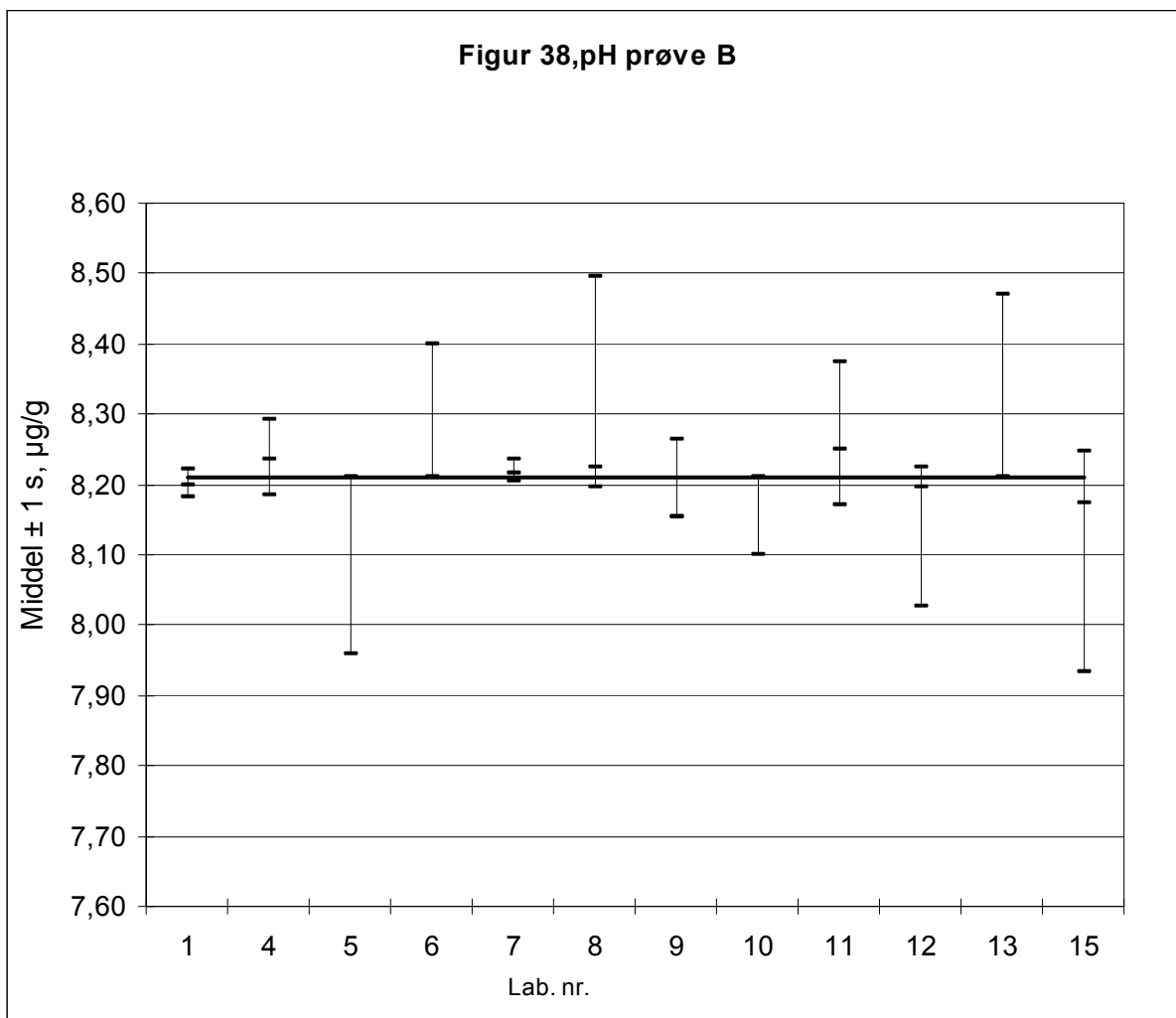












3.16 Totalt organisk karbon

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 21. Det er kun rapportert resultater fra tre laboratorier for hver av de to prøvene. Dette er vist i figur 31 og 32, evalueringen blir ikke så god da det er få resultater. Laboratoriene bestemte karboninnholdet ved høytemperatur forbrenning.

3.17 Totalt tørrstoffinnhold

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 22, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 33 og 34. Det ble mottatt resultater for totalt tørrstoffinnhold fra alle 18 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 $\pm 20\%$. Forskjellen mellom laboratoriene er gjennomgående innenfor $\pm 2\%$ for begge prøvene. Med akseptansegrenser på $\pm 20\%$ er alle resultatene akseptable for prøve A og B.

3.18 Glødetap

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 23, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 35 og 36. 11 laboratorier rapporterte resultater for glødetapet i prøvene A og B. Med akseptansegrenser på $\pm 20\%$ er alle resultatene akseptable for både prøve A og B.

3.19 pH i vannuttrekk

Laboratoriens enkeltresultater er gjengitt i Tabell 24, mens de enkelte laboratoriers middelveier er framstilt grafisk i figur 37 og 38. Henholdsvis 8 og 11 laboratorier rapporterte pH for et vannuttrekk av slamprøve A og B. De fleste har angitt at de rystet ut 5 gram slam i vann til 50 ml, eller tilsvarende mengdeforhold. Noen få har benyttet et annet forhold, et laboratorium rystet ut 2,5 g i 100 ml vann. Ulikheter i forbehandlingen kan være årsaken til noe varierende resultater. Alle de rapporterte resultater lå innenfor sann verdi $\pm 0,25$ pH-enheter, noe som er relativt bra. Ved beregning av Z-score for pH er det benyttet en akseptansegrense på 0,25 enheter, som tilsvarer $Z=2$.

3.20 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. I alt fire og seks laboratorier har sendt inn resultater for denne variabelen. Det er få resultater og disse er veldig avvikende. Vanskelig å si noe ut fra disse verdiene. Lite trolig at denne parameteren blir med i neste runde. Har ikke tatt med noen av resultatene i denne rapporten.

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 prøvningsssammenligningen har vi valgt å bruke generelle krav til den totale feil som ofte anvendes internasjonalt: $\pm 20\%$ 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 totalopplutning med flussyre, eller opplutning med kongeavn som også gir noe høyere resultater for enkelte metaller sett i forhold til opplutning med 7 mol/l salpetersyre. Det er ingen signifikant forskjell mellom resultatene der opplutningen er foretatt med mikrobølgeovn i forhold til opplutning 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 55 - 58), og Z-verdier mindre eller lik 2 bedømmes som akseptable. En Z-verdi lik 2 tilsvarer en feil på $\pm 20\%$ (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. 6) hadde denne gangen benyttet EDXRF ved bestemmelse av metallene og det ser ut til at denne metoden jevnt over fungerer meget tilfredsstillende for de fleste metaller, men ga systematisk altfor høye resultater for kalium, og metoden var ikke tilstrekkelig følsom til bestemmelse av kvikksølv, kadmium og nikkel. 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

Forts. side 59

Tabell 2. Evaluering av laboratorienes resultater ved analyse av slamprøvene. Oversikt over laboratorienes Z-faktor, beregnet i forhold til medianverdien. % akseptable (% ok) er beregnet i forhold til antall resultater for hver variabel.

< angir at resultatet var rapportert som mindre enn deteksjonsgrensen, og u angir at resultatet var utelatt ved de statistiske beregningene på grunn av for stort avvik i forhold til sann verdi.

Kvikksølv, µg/g			Kadmium, µg/g			Bly, µg/g			Krom, µg/g			Tabell 10. Kopper, µg/g		
Lab. nr.	Z, A	Z, B	Lab. nr.	Z, A	Z, B	Lab. nr.	Z, A	Z, B	Lab. nr.	Z, A	Z, B	Lab. nr.	Z, A	Z, B
1	-0,1	-0,6	1	1,0	-0,9	1	-0,4	-0,1	1	-0,7	0,0	1	0,5	0,5
3	-1,4	0,9	2	1,9	-0,2	2	0,4	-0,5	2	-0,3	0,5	2	0,0	-0,1
4	-1,0	-1,1	3	u	u	3	-0,9	0,4	3	-0,3	0,5	3	-0,1	1,0
5	-2,1	0,3	4	-0,5	-2,2	4	0,8	-0,5	4	0,0	1,9	4	0,6	0,8
6	<	<	5	-1,8	-3,2	5	-3,5	-1,1	5	-1,5	-0,2	5	-1,2	-0,3
8	2,6	0,3	6	<	<	6	1,8	-4,1	6	1,5	<	6	0,6	-0,5
9	-6,6	-5,4	7	0,6	-1,2	7	-3,0	-2,7	7	0,3	1,5	7	-1,4	-2,0
10	0,6	-0,5	8	1,5	-0,5	8	2,1	2,2	8	3,5	2,3	8	1,9	1,7
11	0,6	-0,8	9	-1,0	-2,6	9	0,9	1,0	9	-0,5	-1,0	9	-0,3	-0,3
13	-1,0	1,0	10	-0,6	-2,2	10	-0,9	3,1	10	-1,0	-1,2	10	0,3	0,0
15	0,9	0,4	11	0,0	-1,8	11	1,8	1,5	11	0,0	-0,5	11	0,0	0,0
16	0,1	0,1	13	1,7	-0,4	13	-1,2	-0,9	13	0,1	0,0	13	1,5	0,9
18	0,2	-0,1	16	-1,5	-3,0	16	-1,4	0,1	15	-2,3	-3,1	15	0,6	-0,4
			18	-0,5	-2,2	18	0,4	0,1	16	u	u	16	-1,3	-0,6
									18	0,2	2,6	18	-0,1	0,0

NIVA 6210-2011

Nikkel, µg/g			. Sink, µg/g			Kalsium, %			Magnesium, µg/g			Aluminium, µg/g		
Lab. nr.	Z, A	Z, B	Lab. nr.	Z, A	Z, B	Lab. nr.	Z, A	Z, B	Lab. nr.	Z, A	Z, B	Lab. nr.	Z, A	Z, B
1	0,5	0,7	1	-0,2	-0,2	1	0,0	0,0	1	-0,2	-0,2	1	-0,5	0,0
2	2,3	3,5	2	0,8	0,4	2	0,0	0,3	2	1,0	1,0	2	0,6	0,2
4	0,0	-0,7	3	0,4	0,7	3	0,1	0,0	3	1,1	1,8	3	1,1	1,8
5	-2,6	-1,3	4	-0,6	-1,0	4	-0,8	-1,3	4	-0,3	-1,8	5	-0,8	-0,4
6	u	u	5	-0,4	0,0	5	-0,7	0,1	5	-0,4	0,4	6	1,3	0,1
7	7,2	0,3	6	0,5	0,0	6	0,3	0,1	6	0,6	0,2	8	1,5	1,1
8	2,1	2,6	7	-1,7	-2,1	7	-2,1	-1,3	8	2,4	1,9	9	-0,3	0,0
9	0,0	0,1	8	2,2	1,9	8	0,1	0,1	10	0,3	0,2	10	-0,9	-1,3
10	-0,6	-1,0	9	0,9	0,7	10	0,1	0,6	11	-0,3	-0,9	11	0,4	10,9
11	0,1	0,5	10	1,4	0,6	11	u	u	13	0,2	-0,4	13	0,0	-0,5
13	-0,5	0,0	11	1,1	0,4	13	-0,4	-0,8	15	-0,5	-0,8	15	-1,0	-1,8
15	0,5	-0,3	13	-0,2	-0,5	15	-0,8	-1,1	18	-0,2	-0,2	18	0,0	-0,2
16	-0,9	-1,4	15	0,0	-1,0	18	0,2	0,1						
18	-1,8	-2,0	16	-1,9	-1,2									
			18	-0,2	0,1									

Jern, µg/g			Mangan, µg/g			Kalium, %			Totalfosfor, %			Nitrogen, %		
Lab. nr.	Z, A	Z, B	Lab. nr.	Z, A	Z, B	Lab. nr.	Z, A	Z, B	Lab. nr.	Z, A	Z, B	Lab. nr.	Z, A	Z, B
1	-0,1	0,7	1	0,0	-0,1	1	0,6	0,1	1	-0,2	-0,1	1	0,5	0,3
2	0,0	-0,7	2	0,0	0,1	2	1,4	1,4	2	-0,2	-0,3	4	0,0	0,1
3	0,7	0,3	3	2,0	1,0	3	5,1	6,8	3	0,4	0,0	6	u	u
5	-0,3	0,5	5	-2,1	-1,5	4	-0,2	-1,0	4	-0,5	-0,8	10	0,8	0,2
6	1,5	0,3	6	2,6	1,5	5	0,0	-1,3	5	-0,5	0,0	11	0,0	-0,3
8	1,2	-0,1	8	2,3	1,5	6	5,1	5,6	6	-0,5	0,0	12	0,0	0,0
9	-1,0	-0,8	9	-0,5	-0,4	7	-2,6	-2,4	7	0,2	-0,5	13	-0,9	-1,4
10	0,8	1,0	10	0,3	0,2	8	2,7	1,5	8	0,8	1,0	17	0,1	0,3
11	-0,7	-0,4	11	-0,5	-1,4	10	0,1	-0,2	9	0,5	0,8	18	-0,7	-2,1
13	0,0	-0,6	13	0,0	-0,4	11	-0,5	-0,2	10	0,6	1,0			
15	-0,5	-0,8	15	-0,4	-0,9	13	-0,1	0,3	11	0,6	1,3			
18	0,5	0,1	18	0,2	0,1	15	-0,3	-1,0	12	0,8	1,0			
						18	-0,3	0,0	13	-0,3	-0,5			
									18	-0,8	-0,8			

Totalt tørrstoff, %			Glødetap, %			pH		
Lab. nr.	Z, A	Z, B	Lab. nr.	Z, A	Z, B	Lab. nr.	Z, A	Z, B
1	-0,1	-0,1	1	0,4	0,2	1	0,1	0,0
2	-0,2	-0,1	4	0,0	0,0	4	0,0	0,0
3	0,2	0,2	5	0,0	-0,1	5	-2,0	-0,1
4	0,0	-0,2	7	-0,1	0,1	6	0,0	0,1
5	0,1	0,0	10	0,0	0,0	7	0,0	0,0
6	-0,1	-0,1	11	-0,1	-0,1	8	-2,0	0,1
7	0,0	0,2	12	0,0	-0,1	9	-0,1	0,0
8	0,0	-0,1	13	-0,4	-0,1	10	0,0	0,0
9	0,1	0,1	15	0,2	0,0	11	-2,0	0,0
10	-0,1	0,3	16	0,1	0,1	12	0,0	0,0
11	-0,2	0,0	17	0,0	-0,1	15	-0,1	-0,1
12	-0,1	0,0	18	-0,4	-0,1			
13	0,6	0,0						
14	-0,1	-0,1						
15	0,1	0,3						
16	0,1	0,4						
17	0,0	0,2						
18	-0,2	0,0						

følsom metode til selve sluttbestemmelsen. Ved kontrollanalyse av kommunalt avløpsslam burde ikke dette representere noe stort problem. For de fleste laboratorier vil kontroll av kontaminering og korreksjon for mulige interferenser være det vesentligste for kvaliteten av analyseresultatene.

For bestemmelse av kvikksølv var kalddamp atomabsorpsjon praktisk talt enerådende teknikk. For de øvrige metallene benyttet opp til 10 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 laboratorier anvendte atomabsorpsjon i flamme, selv om grafittovn ble brukt ved seks laboratorier til bestemmelse av kadmium, og i noen tilfeller også ved bestemmelse av bly, nikkel og krom.

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 åtte av laboratoriene har mer enn 80 % akseptable middelverdier blant sine innsendte analyseresultater for *tungmetallene*, og tre av disse hadde akseptable resultater for alle sine innsendte verdier, noe som er meget bra! 5 laboratorier har mellom 60 og 80 % akseptable resultater, mens 2 laboratorier har bare 43 % akseptable resultater av de innsendte resultater. Tre laboratorier rapporterte ikke resultater for metallene.

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 så lave konsentrasjoner som det ofte er av disse metallene i norsk kommunalt avløpsslam, med høy grad av nøyaktighet.

I Tabell 4 er det gitt en oversikt over myndighetenes krav til tillatte maksimalkonsentrasjoner av de enkelte tungmetaller, slik de er gitt i Forskrift av 2003 (1). Ytterligere utdyping av hvilke krav som gjelder finnes i samme forskrift. Til sammenligning er de konsentrasjoner som ble bestemt i de to slamprøvene (medianverdien av laboratorienes resultater) også gjengitt. Alle resultatene for det avvannede slammet og det komposterte slammet ligger under myndighetenes maksimumsverdier.

Tabell 3. Vurdering av de enkelte laboratoriers resultater for tungmetallene ved slamslp nr. 14, 2011. Dette gjelder de metallene det er stilt krav til: Hg, Cd, Pb, Cr, Cu, Ni og Zn. 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 .

Lab.nr.	Antall innsendte resultater	Antall akseptable resultater	% akseptable av innsendte resultater	% akseptable av antall mulige
1	14	14	100	100
2	12	10	83	71
3	12	10	83	71
4	14	13	93	93
5	14	10	71	71
6	14	6	43	43
7	12	8	67	57
8	14	6	43	43
9	14	11	79	79
10	14	12	86	86
11	14	14	100	100
12				
13	14	14	100	100
14				
15	10	8	80	57
16	14	11	79	79
17				
18	14	12	86	86
Middel	13	11	80	76

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 benytter en mer følsom analysemetode enn det som 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.

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 denne prøvingsammenligningen er også gjengitt.

Metall	Tillatt maksimalinnhold		Medianverdier	
	Jordbruks-areal	Grøntareal	Prøve A	Prøve B
Hg	3	5	0,53	0,71
Cd	2	5	0,59	0,74
Pb	80	200	14,7	18,8
Cr	100	150	12,5	20,1
Cu	650	1000	208	275
Ni	50	80	10,5	16,8
Zn	800	1500	296	467

5. Henvisninger

1. Forskrift om gjødselvarer mv. av organisk opphav. Fastsatt 2003-07-04 med endringer 2006-07-04.
2. Norsk Standard NS 9421. Krav til prøvetaking og analyse av slam. 1. utgave, mars 1998.
3. ISO 13528 (2005). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.

TILLEGG

Tillegg 1 Alfabetisk oversikt over deltakerne

Tillegg 2 Analyseresultatene fra de enkelte deltakerne

TILLEGG 1. Alfabetisk oversikt over deltakerne**Påmeldte laboratorier til sammenlignende laboratorieprøving for slam-slp 14.**

Eurofins Norsk Miljøanalyse	1506 MOSS
Intertek West-Lab AS	4098 TANANGER
Kystlab AS, Avd. Molde	6422 MOLDE
LabNett Skien	3702 SKIEN
Molab AS	8607 MO I RANA
Nedre Romerike Vannverk IKS	2011 STRØMMEN
NIVA	0349 OSLO
NOAH AS	3081 HOLMESTRAND
Norges Geologiske Undersøkelse	7491 TRONDHEIM
Oslo kommune	0861 OSLO
PFI AS	7491 TRONDHEIM
Prebio AS, avd. Namdal	7809 NAMSOS
Renor AS Brevik	3991 BREVIK
Trondheim kommune	7047 TRONDHEIM
Vannlaboratoriet AS	4626 KRISTIANSAND
VEAS	3470 SLEMMESTAD
Vestfoldlab AS	3170 SEM
ØMM-Lab AS	1715 YVEN

TILLEGG 2. Analyseresultatene (tørrvekt) fra de enkelte deltakere.

Resultater i parentes er utelatt ved de endelige statistiske beregninger.

Tabell 5. Kvikksølv, µg/g											
		A					B				
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik	
1	0,532	0,510	0,538	0,527	0,015	0,706	0,630	0,671	0,669	0,038	
3	0,450	0,470	0,450	0,457	0,012	0,930	0,600	0,800	0,777	0,166	
4	0,450	0,620	0,370	0,480	0,128	0,650	0,660	0,590	0,633	0,038	
5	0,418	0,417	0,435	0,423	0,010	0,871	0,651	0,664	0,729	0,123	
6	(<6)	(<6)	(<6)			(<6)	(<6)	(<6)			
8	0,814	0,613	0,595	0,674	0,122	0,661	0,726	0,800	0,729	0,070	
9	0,130	0,230	0,180	0,180	0,050	0,340	0,270	0,380	0,330	0,056	
10	0,530	0,610	0,560	0,567	0,040	0,690	0,710	0,630	0,677	0,042	
11	0,483	0,556	0,665	0,568	0,092	0,631	0,649	0,680	0,653	0,025	
13	0,480			0,480		0,780			0,780		
15	0,559	0,602	0,583	0,581	0,022	0,746	0,686	0,793	0,742	0,054	
16		0,490	0,590	0,540	0,071	0,650	0,780		0,715	0,092	
18	0,565	0,543	0,518	0,542	0,024	0,745	0,695	0,676	0,705	0,036	
Medianverdi				0,533	0,040				0,710	0,054	
Middelverdi				0,502	0,053				0,678	0,067	
Standardavvik				0,121					0,119		
Antall				12	10				12	11	

Tabell 6. Kadmium, µg/g											
		A					B				
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik	
1	0,657	0,696	0,659	0,671	0,022	0,872	0,870	0,911	0,884	0,0231	
2	0,670	0,740	0,760	0,723	0,047	0,880	0,960	0,930	0,923	0,0404	
3	(1,080)	(1,220)	(1,690)	(1,330)	0,320	(4,050)	(4,410)	4,280		0,1823	
4	0,620	0,530	0,580	0,577	0,045	0,730	0,730	0,700	0,720	0,0173	
5	0,480	0,523	0,498	0,500	0,022	0,714	0,707	0,686	0,702	0,0146	
6	(<7)	(<7)	(<7)			(<7)	(<7)	(<7)			
7	0,695	0,605	0,640	0,647	0,045	0,731	0,761	0,728	0,740	0,0182	
8	0,685	0,714	0,699	0,699	0,015	0,874	0,900	0,847	0,874	0,0265	
9	0,649	0,635	0,350	0,545	0,169	0,876	0,655	0,587	0,706	0,1511	
10	0,540	0,650	0,530	0,573	0,067	0,750	0,710	0,730	0,730	0,0200	
11	0,614	0,622	0,589	0,608	0,017	0,750	0,705	0,727	0,727	0,0225	
13	0,710			0,710		0,840			0,840		
16	0,470	0,560		0,515	0,064	0,730	0,720		0,725	0,0071	
18	0,579	0,571	0,590	0,580	0,010	0,746	0,727	0,744	0,739	0,0104	
Medianverdi				0,608	0,045				0,739	0,021	
Middelverdi				0,668	0,070				0,776	0,044	
Standardavvik				0,212					0,966		
Antall				12	12				12	12	

Tabell 7. Bly, µg/g										
	A					B				
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	13,58	14,87	14,15	14,2	0,6	18,26	18,34	19,40	18,7	0,6
2	15,20	15,80	14,80	15,3	0,5	17,60	18,80	17,20	17,9	0,8
3	12,28	11,46	16,58	13,4	2,8	19,45	18,76	20,49	19,6	0,9
4	16,40	15,90	15,40	15,9	0,5	17,50	17,70	18,40	17,9	0,5
5	9,147	9,616	9,749	9,5	0,3	17,58	15,71	16,63	16,6	0,9
6	19	17	16	17,3	1,5	11	11	11	11,0	0,0
7	11,59	10,19	9,23	10,3	1,2	14,10	13,70	13,60	13,8	0,3
8	16,28	19,46	17,88	17,9	1,6	22,64	24,03	21,93	22,9	1,1
9	15,7	15,0	17,4	16,0	1,2	21,8	20,5	19,6	20,6	1,1
10	13,55	12,05	14,74	13,4	1,3	24,64	23,81	25,33	24,6	0,8
11	17,68	16,60	17,91	17,4	0,7	22,21	21,19	21,66	21,7	0,5
13	13,00			13,0		17,00			17,0	
16		11,93	13,35	12,6	1,0	19,23	18,89		19,1	0,2
18	14,7	16,2	14,8	15,2	0,8	18,4	19,6	18,7	18,9	0,6
Medianverdi				14,7	1,0				18,8	0,6
Middelverdi				14,4	1,1				18,6	0,6
Standardavvik				2,5					3,5	
Antall				14	13				14	13

Tabell 8. Krom, µg/g										
		A				B				
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	10,97 0	11,85 0	11,80	11,54	0,49	19,98	19,99	20,44	20,14	0,26
2	12,00 0	12,30 0	12,10	12,13	0,15	21,10	21,30	21,20	21,20	0,10
3	10,85 0	9,210	16,17	12,08	3,64	21,54	21,54	20,49	21,19	0,61
4	12,60 0	12,40 0	12,40	12,47	0,12	24,10	23,90	24,00	24,00	0,10
5	10,34	11,09	10,50	10,64	0,39	20,14	19,22	19,56	19,64	0,47
6	12	19	12	14,33	4,04	11,00	<10	<10	(11,00)	
7	12,49 0	12,59 0	13,27	12,78	0,42	23,00	23,28	23,28	23,19	0,16
8	17,02 0	16,75 0	16,62	16,80	0,20	23,58	26,18	24,73	24,83	1,30
9	12,10	10,90	12,60	11,87	0,87	17,50	19,10	17,70	18,10	0,87
10	11,38	11,09	11,19	11,22	0,15	17,62	17,60	17,98	17,73	0,21
11	12,49 0	12,57 0	12,45	12,50	0,06	18,02	16,75	22,90	19,22	3,25
13	12,60 0			12,60		20,10			20,10	
15	9,780	9,680	9,470	9,64	0,16	14,00	14,00	13,80	13,93	0,12
16		23,69 0	29,52	(26,61)	4,12		41,15	51,82	(46,49)	7,54
18	12,0	12,8	13,2	12,67	0,61	24,8	25,8	25,7	25,43	0,55
Medianverdi				12,47	0,41				20,14	0,47
Middelverdi				13,33	1,10				21,75	1,20
Standardavvik				4,16	1,61				7,86	
Antall				14	14				15	13

Tabell 9. Kopper, µg/g										
	A					B				
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	218,0	216,4	219,4	217,9	1,5	285,8	283,9	293,8	287,8	5,3
2	210,0	207,0	206,0	207,7	2,1	266,0	275,0	276,0	272,3	5,5
3	201,0	207,0	211,0	206,3	5,0	295,0	309,0	306,0	303,3	7,4
4	227,0	225,0	212,0	221,3	8,1	300,0	301,0	288,0	296,3	7,2
5	176,9	179,6	191,9	182,8	8,0	271,9	259,4	264,2	265,2	6,3
6	221,0	219,0	221,0	220,3	1,2	259,0	252,0	269,0	260,0	8,5
7	182,0	178,0	174,0	178,0	4,0	219,0	221,0	220,0	220,0	1,0
8	243,6	253,8	242,4	246,6	6,3	309,7	327,3	323,3	320,1	9,2
9	207,0	202,0	196,0	201,7	5,5	270,0	267,0	264,0	267,0	3,0
10	218,0	214,0	213,0	215,0	2,6	272,0	283,0	273,0	276,0	6,1
11	212,8	200,6	210,4	207,9	6,5	270,5	279,7	273,8	274,7	4,7
13	239,0			239,0		299,0			299,0	
15	223,0	217,0	223,0	221,0	3,5	266,0	265,0	264,0	265,0	1,0
16		170,5	191,2	180,9	14,6	256,4	260,2		258,3	2,7
18	206	206	205	205,7	0,6	279	275	270	274,7	4,5
Medianverdi				207,9	4,5				274,7	5,4
Middelverdi				210,1	5,0				276,0	5,2
Standardavvik				19,5					23,6	
Antall				15	14				15	14

Tabell 10. Nikkel, µg/g										
		A					B			
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	10,91	10,64	11,52	11,02	0,45	17,45	17,47	19,02	17,98	0,90
2	13,10	12,70	13,10	12,97	0,23	21,40	22,90	23,90	22,73	1,26
4	10,80	10,20	10,50	10,50	0,30	15,80	15,50	15,40	15,57	0,21
5	7,67	7,82	7,85	7,78	0,10	15,58	14,05	14,16	14,60	0,85
6	(<33)	(<33)	(<33)			(<33)	(<33)	(<33)		
7	18,78	17,69	17,70	18,06	0,63	17,20	17,41	17,21	17,27	0,12
8	12,53	13,39	12,28	12,73	0,58	20,29	21,64	21,37	21,10	0,71
9	10,10	10,00	11,40	10,50	0,78	17,00	16,90	16,80	16,90	0,10
10	10,00	9,53	10,04	9,86	0,28	14,74	14,74	15,69	15,06	0,55
11	9,77	9,47	12,42	10,55	1,62	16,46	19,89	16,81	17,72	1,89
13	10,00			10,00		16,80			16,80	
15	11,20	11,00	11,00	11,07	0,12	16,20	16,30	16,40	16,30	0,10
16		8,99	10,07	9,53	0,76	14,66	14,16		14,41	0,35
18	8,43	8,72	8,71	8,62	0,16	13,8	13,7	12,7	13,40	0,61
Medianverdi				10,50	0,38				16,80	0,58
Middelverdi				11,01	0,50				16,91	0,64
Standardavvik				2,55					2,63	0,54
Antall				13	12				13	12

Tabell 11. Sink, µg/g										
		A					B			
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	294,3	288,1	286,9	289,8	4,0	455,6	458,9	461,7	458,7	3,1
2	323,0	318,0	318,0	319,7	2,9	483,0	481,0	488,0	484,0	3,6
3	305,0	299,0	325,0	309,7	13,6	493,0	507,0	504,0	501,3	7,4
4	287,0	282,0	266,0	278,3	11,0	428,0	421,0	409,0	419,3	9,6
5	279,4	289,2	280,9	283,2	5,3	480,0	459,0	462,9	467,3	11,2
6	320,0	312,0	304,0	312,0	8,0	462,0	446,0	488,0	465,3	21,2
7	255,7	241,7	241,9	246,4	8,0	373,0	366,2	369,2	369,5	3,4
8	355,4	376,4	354,6	362,1	12,4	525,4	600,8	543,7	556,6	39,3
9	328,0	319,0	325,0	324,0	4,6	497,0	499,0	504,0	500,0	3,6
10	351,0	321,0	340,0	337,3	15,2	484,0	494,0	507,0	495,0	11,5
11	318,1	334,5	336,8	329,8	10,2	481,2	501,9	478,2	487,1	12,9
13	290,0			290,0		444,0			444,0	
15	298,0	297,0	294,0	296,3	2,1	418,0	421,0	419,0	419,3	1,5
16	212,9	265,3		239,1	37,1	397,4	427,8		412,6	21,5
18	289	288	292	289,7	2,1	470	476	465	470,3	5,5
Medianverdi				296,3	8,0				467,3	8,5
Middelverdi				300,5	9,7				463,4	11,1
Standardavvik				32,7					45,7	
Antall				15	14				15	14

Tabell 12. Kalsium, %										
		A					B			
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	18,15	17,96	17,84	17,983	0,156	2,505	2,507	2,624	2,55	0,07
2	18,13	17,81	17,97	17,970	0,160	2,610	2,600	2,640	2,62	0,02
3	18,02	18,16	18,30	18,160	0,140	2,430	2,600	2,600	2,54	0,10
4	17,10	16,80	15,90	16,600	0,624	2,310	2,120	2,190	2,21	0,10
5	16,63	16,82	16,71	16,720	0,095	2,671	2,509	2,521	2,57	0,09
6	18,45	18,59	18,22	18,420	0,187	2,541	2,497	2,668	2,57	0,09
7	14,49	13,70	14,36	14,183	0,424	2,210	2,200	2,200	2,20	0,01
8	18,18	18,69	17,54	18,137	0,576	2,480	2,660	2,590	2,58	0,09
10	18,25	17,82	18,24	18,103	0,245	2,740	2,650	2,690	2,69	0,05
11	9,76	10,00	10,99	(10,249)	0,651	1,525	1,796	1,692	(1,67)	0,14
13	17,30			17,300		2,340			2,34	
15	16,70	16,50	16,50	16,567	0,115	2,260	2,290	2,270	2,27	0,02
18	18,3	18,1	18,5	18,300	0,200	2,54	2,60	2,57	2,57	0,03
Medianverdi				17,970	0,193				2,545	0,078
Middelverdi				16,822	0,298				2,413	0,065
Standardavvik				2,293					0,284	
Antall				13	12				13	12

Tabell 13. Magnesium, mg/g										
		A				B				
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	3,966	3,964	3,983	3,97	0,01	3,317	3,255	3,437	3,34	0,09
2	4,530	4,490	4,460	4,49	0,04	3,700	3,760	3,740	3,73	0,03
3	4,44	4,40	4,67	4,50	0,15	3,820	4,100	4,120	4,01	0,17
4	4,04	3,95	3,81	3,93	0,12	2,880	2,740	2,720	2,78	0,09
5	3,859	3,969	3,862	3,90	0,06	3,654	3,459	3,475	3,53	0,11
6	4,47	4,32	4,20	4,33	0,14	3,580	3,230	3,590	3,47	0,21
8	5,05	5,16	4,96	5,06	0,10	3,901	4,118	4,067	4,03	0,11
10	4,26	4,13	4,19	4,19	0,07	3,330	3,540	3,460	3,44	0,11
11	4,06	3,90	3,84	3,93	0,11	2,951	3,137	3,209	3,10	0,13
13	4,15			4,15		3,240			3,24	
15	3,91	3,88	3,84	3,88	0,04	3,110	3,140	3,100	3,12	0,02
18	3,95	3,99	4,04	3,99	0,05	3,29	3,29	3,36	3,31	0,04
Medianverdi				4,07	0,07				3,39	0,11
Middelverdi				4,19	0,08				3,43	0,10
Standardavvik				0,35					0,38	
Antall				12	11				12	11

Tabell 14. Aluminium, mg/g										
	A					B				
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	24,44	24,01	23,76	24,07	0,34	20,86	20,86	20,79	20,84	0,04
2	26,90	26,30	26,80	26,67	0,32	21,40	21,30	21,40	21,37	0,06
3	27,98	27,61	28,55	28,047	0,474	24,13	25,21	24,49	24,610	0,550
5	23,08	23,26	22,94	23,09	0,16	20,74	19,54	19,71	20,00	0,65
6	29,09	28,51	28,02	28,54	0,54	21,18	20,13	21,72	21,01	0,81
8	28,65	29,97	28,16	28,93	0,94	22,64	23,78	23,18	23,20	0,57
9	25,15	23,99	24,61	24,58	0,58	21,46	20,86	20,59	20,97	0,45
10	22,77	22,90	22,81	22,83	0,07	17,86	18,63	18,04	18,18	0,40
11	25,03	25,88	27,53	26,15	1,27	42,80	46,68	41,85	43,78	2,56
13	25,30			25,30		19,90			19,90	
15	23,10	22,80	22,50	22,80	0,30	17,10	17,00	17,20	17,10	0,10
18	25,1	25,1	25,2	25,13	0,06	20,4	20,4	20,6	20,47	0,12
Medianverdi				25,22	0,34				20,90	0,45
Middelverdi				25,51	0,46				22,62	0,57
Standardavvik				2,19					6,95	
Antall				12	11				12	11

Tabell 15.										
Jern, %										
	A					B				
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	1,997	1,964	1,967	1,98	0,02	9,849	10,090	10,460	10,13	0,31
2	2,010	2,010	1,990	2,00	0,01	8,780	8,820	8,900	8,83	0,06
3	2,170	2,130	2,090	2,13	0,04	9,200	9,980	10,030	9,74	0,47
5	1,935	1,963	1,909	1,94	0,03	10,290	9,792	9,711	9,93	0,31
6	2,284	2,312	2,280	2,29	0,02	9,617	9,556	10,270	9,81	0,40
8	2,220	2,330	2,180	2,24	0,08	9,040	9,720	9,410	9,39	0,34
9	1,870	1,740	1,770	1,79	0,07	8,790	8,880	8,470	8,71	0,22
10	2,220	2,110	2,150	2,16	0,06	10,440	10,210	10,700	10,45	0,25
11	1,854	1,852	1,849	1,85	0,00	8,436	9,343	9,595	9,12	0,61
13	1,990			1,99		8,940			8,94	
15	1,920	1,900	1,880	1,90	0,02	8,750	8,810	8,650	8,74	0,08
18	2,11	2,10	2,10	2,10	0,01	9,44	9,63	9,67	9,58	0,12
Medianverdi				2,00	0,02				9,49	0,31
Middelverdi				2,03	0,03				9,45	0,29
Standardavvik				0,16					0,58	
Antall				12	11				12	11

Tabell 16. Mangan, mg/g										
		A				B				
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	0,131	0,130	0,130	0,130	0,001	0,174	0,172	0,182	0,176	0,005
2	0,131	0,131	0,129	0,130	0,001	0,179	0,181	0,181	0,180	0,001
3	0,150	0,150	0,170	0,157	0,012	0,190	0,200	0,200	0,197	0,006
5	0,102	0,104	0,101	0,102	0,002	0,154	0,148	0,150	0,151	0,003
6	0,160	0,173	0,161	0,165	0,007	0,207	0,198	0,211	0,205	0,007
8	0,161	0,163	0,155	0,160	0,004	0,196	0,216	0,202	0,205	0,010
9	0,130	0,120	0,122	0,124	0,005	0,173	0,174	0,167	0,171	0,004
10	0,137	0,131	0,135	0,134	0,003	0,177	0,181	0,186	0,181	0,005
11	0,123	0,124	0,124	0,124	0,001	0,154	0,152	0,154	0,153	0,001
13	0,13			0,130		0,17			0,171	
15	0,126	0,125	0,123	0,125	0,002	0,161	0,162	0,161	0,161	0,001
18	0,133	0,132	0,134	0,133	0,001	0,179	0,180	0,182	0,180	0,002
Medianverdi				0,130	0,002				0,178	0,004
Middelverdi				0,134	0,003				0,178	0,004
Standardavvik				0,018					0,018	0,003
Antall				12	11				12	11

Tabell 17. Kalium, %										
	A				B					
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	0,210	0,205	0,207	0,207	0,003	0,187	0,186	0,197	0,190	0,006
2	0,226	0,223	0,224	0,224	0,002	0,216	0,215	0,215	0,215	0,001
3	0,280	0,280	0,330	0,297	0,029	0,320	0,320	0,310	0,317	0,006
4	0,192	0,190	0,194	0,192	0,002	0,176	0,161	0,176	0,171	0,009
5	0,199	0,197	0,193	0,196	0,003	0,183	0,152	0,159	0,165	0,016
6	0,303	0,294	0,292	0,296	0,006	0,292	0,282	0,307	0,294	0,013
7	0,147	0,142	0,148	0,146	0,003	0,144	0,143	0,142	0,143	0,001
10	0,201	0,195	0,196	0,197	0,003	0,183	0,187	0,188	0,186	0,003
11	0,184	0,186	0,189	0,186	0,002	0,180	0,191	0,183	0,185	0,005
13	0,195			0,195		0,194			0,194	
15	0,194	0,189	0,186	0,190	0,004	0,172	0,170	0,169	0,170	0,002
18	0,194	0,187	0,190	0,190	0,004	0,189	0,187	0,191	0,189	0,002
Medianverdi				0,196	0,003				0,188	0,005
Middelverdi				0,210	0,005				0,202	0,006
Standardavvik				0,044					0,052	
Antall				12	11				12	11

Tabell 18.										
Totalfosfor, %										
		A					B			
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	2,016	1,999	2,021	2,012	0,012	3,287	3,287	3,365	3,313	0,045
2	2,03	2,00	1,97	2,000	0,030	3,21	3,20	3,27	3,227	0,038
3	2,10	2,10	2,19	2,130	0,052	3,17	3,40	3,42	3,330	0,139
4	1,94	1,94	1,96	1,947	0,012	3,10	3,08	3,00	3,060	0,053
5	1,927	1,961	1,920	1,936	0,022	3,464	3,261	3,307	3,344	0,106
6	2,107	2,096	2,050	1,936	0,022	3,199	3,057	3,276	3,344	0,106
7	2,160	2,045	2,204	2,084	0,030	3,549	3,475	3,392	3,177	0,111
8	2,18	2,21	2,25	2,214	0,037	3,50	3,76	3,70	3,656	0,135
9	2,16	2,13	2,18	2,157	0,025	3,58	3,63	3,62	3,610	0,026
10	2,19	2,13	2,21	2,177	0,042	3,58	3,75	3,72	3,683	0,091
11	2,167	2,171	2,196	2,178	0,016	3,696	3,773	3,811	3,760	0,059
12	2,265	2,257	2,125	2,216	0,079	4,018	3,379	3,566	3,654	0,329
13	1,99			1,990		3,16			3,160	
18	1,89	1,90	1,88	1,890	0,010	3,06	3,04	3,17	3,090	0,070
Medianverdi				2,048	0,025				3,337	0,091
Middelverdi				2,062	0,031				3,386	0,101
Standardavvik				0,116					0,240	
Antall				14	13				14	13

Tabell 19. Nitrogen, %										
		A					B			
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	2,290	2,310	2,340	2,313	0,025	3,990	3,910	3,870	3,923	0,061
4	2,180	2,190	2,230	2,200	0,026	3,730	3,880	3,970	3,860	0,121
6	1,17	1,27	1,26	(1,233)	0,055	1,28	1,25	1,27	(1,267)	0,015
10	2,389	2,376	2,359	2,375	0,015	3,893	3,849	3,911	3,884	0,032
11	2,246	2,175	2,182	2,201	0,039	3,732	3,714	3,693	3,713	0,020
12	2,250	2,190	2,180	2,207	0,038	3,840	3,780	3,810	3,810	0,030
13	2,000			2,000		3,280			3,280	
17	2,180	2,170	2,310	2,220	0,078	4,060	3,910	3,850	3,940	0,108
18	2,053	2,079	2,033	2,055	0,023	2,994	3,031	3,051	3,025	0,029
Medianverdi				2,201	0,032				3,810	0,032
Middelverdi				2,089	0,037				3,411	0,055
Standardavvik				0,341					0,865	
Antall				9	8				9	8

Tabell 20. Totalt organisk karbon, %										
		A					B			
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
2	16,00	15,40	15,50	15,63	0,32	24,00	23,90	24,00	23,97	0,06
6	11,31	11,64	11,95	11,63	0,32	8,87	8,45	8,15	8,49	0,36
13	18,8			18,80		29,3			29,30	
Medianverdi				15,63	0,32				23,97	0,21
Middelverdi				15,4	0,3				20,6	0,2
Standardavvik				3,6					10,8	
Antall				3	2				3	2

Tabell 21.										
Totalt tørrstoff, %										
	A					B				
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	47,78	47,52	47,29	47,53	0,25	27,95	27,75	27,84	27,85	0,10
2	47,10	47,80	46,60	47,17	0,60	27,90	27,80	27,80	27,83	0,06
3	49,17	48,78	48,64	48,86	0,27	28,47	28,78	29,11	28,79	0,32
4	48,8	47,3	47,9	48,00	0,75	27,9	27,7	27,6	27,73	0,15
5	49	48,2	48,6	48,60	0,40	28	28,3	28	28,10	0,17
6	47	47	49	47,67	1,15	28	28	28	28,00	0,00
7	48,85	47,47	47,78	48,03	0,72	28,85	28,86	28,99	28,90	0,08
8	48,40	47,30	48,00	47,90	0,56	27,80	28,1	28,10	27,95	0,21
9	48,29	48,22	48,65	48,39	0,23	28,51	28,4	28,62	28,51	0,11
10	48,40	46,97	47,10	47,49	0,791	28,87	29,10	29,04	29,00	0,12
11	47,23	47,41	46,71	47,12	0,36	28,46	28,35	28,27	28,36	0,10
12	47,54	47,60	47,27	47,47	0,18	28,17	28,17	28,12	28,15	0,03
13	51,0			51,00		28,3			28,30	
14	47,92	47,24	47,13	47,43	0,43	27,95	28,03	28,27	28,08	0,17
15	48,38	48,12	48,38	48,29	0,15	29,19	28,94	29,04	29,06	0,13
16		49		48,60		29			29,40	
17	47,30	49,60	47,40	48,10	1,30	28,80	28,80	28,40	28,67	0,23
18	47,5	46,6	46,9	47,00	0,46	28,2	28,2	28,1	28,17	0,06
Medianverdi				47,95	0,43				28,23	0,11
Middelverdi				48,04	0,46				28,38	0,12
Standardavvik				0,92	0,43				0,49	0,11
Antall				18	15				18	16

Tabell 22. Glødetap, %										
		A					B			
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std. avvik
1	39,22	40,52	39,50	39,75	0,68	59,32	59,80	59,25	59,46	0,30
4	38,50	38,30	38,30	38,37	0,12	58,30	58,30	58,30	58,30	0,00
5	38,00	38,70	38,10	38,27	0,38	58,00	57,80	57,70	57,83	0,15
7	38,84	38,09	37,51	38,15	0,67	58,75	58,60	58,63	58,66	0,08
10	38,23	38,06	38,41	38,23	0,18	58,54	58,12	58,23	58,30	0,22
11	37,97	38,59	37,92	38,16	0,37	57,97	57,95	57,88	57,93	0,05
12	38,47	38,59	38,34	38,47	0,13	57,68	57,75	57,86	57,76	0,09
13	36,90			36,90		57,60			57,60	
15	39,44	38,94	39,23	39,20	0,25	58,47	58,59	58,41	58,49	0,09
16			38,60	38,60		58,70			58,70	
17	38,60	38,40	38,30	38,43	0,15	57,60	57,80	57,70	57,70	0,10
18	37,0	37,0	37,0	37,00	0,00	57,6	57,7	57,7	57,67	0,06
Medianverdi				38,37	0,25				58,30	0,09
Middelverdi				38,42	0,29				58,25	0,11
Standardavvik				0,68					0,55	
Antall				11	10				11	10

Tabell 23. pH										
		A					B			
Lab. nr.	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik	Res. 1	Res. 2	Res. 3	Middel	Std.avvik
1	10,29	10,32	10,32	10,31	0,02	8,17	8,19	8,19	8,18	0,01
4	9,78	9,80	9,86	9,81	0,04	8,32	8,29	8,27	8,29	0,03
5						7,96	7,96	7,96	7,96	0,00
6	10,1	10,0	10,0	10,03	0,06	8,4	8,4	8,4	8,40	0,00
7	10,06	10,10	10,11	10,09	0,03	8,24	8,23	8,24	8,24	0,01
8						8,48	8,51	8,50	8,50	0,02
9	9,60	9,62	9,62	9,61	0,01	8,10	8,15	8,21	8,15	0,06
10	10,18	10,18	10,18	10,18	0,00	8,10	8,10	8,10	8,10	0,00
11						8,33	8,38	8,41	8,37	0,04
12	10,08	10,08	10,07	10,08	0,01	8,04	8,01	8,03	8,03	0,02
15	9,77	9,78	9,78	9,78	0,01	7,95	7,96	7,89	7,93	0,04
Medianverdi				10,06	0,01				8,18	0,02
Middelverdi				9,99	0,02				8,20	0,02
Standardavvik				0,23					0,18	
Antall				8	8				11	11

NIVA: Norges ledende kompetansesenter på vannmiljø

NIVA gir offentlig vannforvaltning, næringsliv og allmennheten grunnlag for god vannforvaltning gjennom oppdragsbasert forsknings-, utrednings- og utviklingsarbeid. NIVA kjennetegnes ved stor faglig bredde og godt kontaktnett til fagmiljøer i inn- og utland. Faglig tyngde, tverrfaglig arbeidsform og en helhetlig tilnæringsmåte er vårt grunnlag for å være en god rådgiver for forvaltning og samfunnsliv.



Norsk institutt for vannforskning

Gaustadalléen 21 • 0349 Oslo
Telefon: 02348 • Faks: 22 18 52 00
www.niva.no • post@niva.no