

Studier av prøvetakingsmetodikk og analyser ved miljøkarakterisering av forurensede masser.

Trude Walleraunet

Master i realfag

Innlevert: februar 2015

Hovedveileder: Øyvind Mikkelsen, IKJ

Medveileder: Silje Marie Skogvold, Multiconsult

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
Institutt for kjemi

Trude Walleraunet

Studier av prøvetakingsmetodikk og analyser ved miljøkarakterisering av forurensede masser

Masteroppgave i analytisk miljøkjemi

Trondheim, februar 2015

Veiledere:

Øyvind Mikkelsen

Silje Marie Skogvold

Norges Tekniske og Naturvitenskapelige Universitet

Institutt for kjemi

Sammendrag

I samarbeid med Multiconsult AS ble det foretatt en metodisk prøvetaking på en eiendom for å studere ulike prøvetakingsmetodikker. Det ble gravd 4 prøvesjakter med gravemaskin, ned til 1,5-2,5 m dybde. Fra hver sjakt ble det tatt ut fire ulike prøveserier. Dette var en prøve for hvert masselag, en prøve for hver halvmetre, en prøve for hver meter og en prøve for hele sjaktens profil. I tillegg ble det også tatt ut duplikatprøver i fra sjakt 1 og 2.

Prøvene ble tørket og homogenisert på laboratoriet. Alle prøvene ble dekomponert med 9 mL 50 % v/v salpetersyre i UltraClave. For 2 av prøvene ble det dekomponert 10 paralleller med tre ulike syreoppslutningsteknikker i UltraClave. Dette var 9 mL 50% v/v salpetersyre, 3 mL 50 % v/v HNO₃ og 1 mL (1,1 g) konsentrert flussyre, og 5 mL konsentrert HNO₃ og 0,5 mL H₂O₂. Glødetapet til samtlige prøver ble også bestemt. Prøvene ble analysert for innhold av arsen, kadmium, krom, kobber, kvikksølv, nikkel, bly og sink ved hjelp av HR-ICP-MS.

Det ble observert en relativt stor spredning i datasettene for parallellene. Det gjennomsnittlige standardavviket lå på 18-30 % for de tre ulike dekomponeringsteknikkene. Det ble observert at høy spredning kombinert med høye konsentrasjoner, kunne gi utslag på i form av hvilken tilstandsklasse prøven ble satt i. Det ble også observert at duplikater som avviker fra 1:1 forholdet ofte stammer fra prøver som dekker flere masselag i jordprofilen.

De tre ulike dekomponeringsteknikkene ble sammenlignet ved uparet t-test. Datasettene i denne oppgaven var ikke overbevisende nok til å kunne påvise noen tydelige signifikante forskjeller mellom metodene. Men det frarådes å benytte flussyredekomponering, da dette kan gi feil inntrykk av områdets forurensningsgrad.

Under sammenligningen av de fire prøveseriene ble det observert en fortykning av forurensningen når man gikk fra et lag til et mektigere lag. Men det ble også observert at renere masser ble forurenset av sterkt forurensete masser når man gikk fra et lag til et mektigere lag. Det anbefales å ikke bruke vertikale blandprøver, det vil si jordprøver som går over flere sjakt. Prøvetaking ser ut til å være godt egnet for kartlegging av forurenset grunn.

For deponering av avfall vil prøveserier som går over store dybder, for eksempel profil og metersprøver, medføre at større mengder masser må fjernes ved en eventuell opprydding. Ved lagdelt prøvetaking kan man se om forurensningen ligger isolert i ett eller flere lag og dermed

gjøre en kvalifisert vurdering på hvor mye masse som må fjernes. Økonomisk sett er dette mer gunstig for tiltakshaver, da man slipper fjerning av unødvendig mye masser.

Summary

In co-operation with Multiconsult AS a methodical examination was made on a land property to study different methods of taking earth samples. Four test shafts were dug out by means of an excavator, to the depth of 1,5-2,5 m. From each shaft four different series of samples were taken. There was one sample for each mass layer, one sample every halfmeter, one sample every meter and one sample for the profile of the whole shaft. In addition duplicat samples were taken from shaft 1 and 2.

The samples were dried and homogenized in the laboratory. Every sample was digested with 9 mL 50 % v/v nitric acid in UltraClave. For 2 of the samples 10 parallels with three different acid digestion methods were digested in UltraClave. This was 9 mL 50% v/v HNO₃, 3 mL 50 % v/v HNO₃ and 1 mL (1,1 g) concentrated HF, and 5 mL concentrated HNO₃ and 0,5 mL H₂O₂. The loss of ignition to every sample was also measured. The samples were analysed for contents of arsen, kadmium, krom, cobber, mercury, nickel, lead and zinc by means of HR-ICP-MS.

A relatively great dispersion was observed in the sets of data for the parallels. The average standard deviation was from 18-30 % for the three different decomposing techniques. It was observed that a high dispersion combined with high concentrations might be reflected in which "tilstandsklasse" it was put in. It was also observed that duplicats that deviate from 1:1 relationship often come from samples that covers several layers in the earth profile.

The three different digestion techniques were compared by t-test. The datasets were not convincing enough to prove any significant difference between the methods. It is not recommended to use hydrofluoric acid digestion, because this might give a wrong impression of the grade of pollution in the area.

When comparing the four series of samples, it was observed a dilution of the pollution when moving from one small layer to a large layer. But it was also observed that cleaner masses were polluted by strongly polluted masses when moving from one layer to another. It is not recommended to use vertical mixed samples. Sampling form different layers in the earth profile seems to be a well suited method for polluted areas.

For depositing of waste, series of samples stretching over great depths, may lead to the fact that great masses must be removed when clearing up. By using layer samples one can see if the pollution is isolated in one or several layers and by that make a qualified estimation of

how much of the masses that has to be removed. Economically this is better for the enterpriser because he is let off to remove unnecessary quantities of masses.

Forord

Først vil jeg takke Silje Marie Skogvold og Multiconsult AS for at jeg fikk mulighet til å skrive denne oppgaven og for god veiledning! Så vil jeg også rette en takk til Øyvind Mikkelsen for god hjelp og veiledning! Og sist men ikke minst må jeg takke Kenneth Røstad og Inger Merete Walleraunet for god hjelp og støtte under den siste innspurten. Uten dere hadde jeg ikke klart det!

Innhold

Sammendrag.....	i
Summary	iii
Forord	v
1 Introduksjon	1
2 Teori	3
2.1 Forurensning.....	3
2.2 Jord	3
2.2.1 Generelt om jord.....	3
2.2.2 Jordarter.....	4
2.2.3 Dannelse av jordsmonn	4
2.2.4 Jordprofil	5
2.2.5 Uorganisk materiale i jord.....	5
2.2.6 Organisk materiale i jord.....	5
2.2.7 Miljøgifter i jord.....	6
2.3 Metaller.....	9
2.3.1 Generelt om metaller i jord	9
2.3.2 Metaller og toksisitet.....	10
2.3.3 Kilder til metaller i jord.....	12
2.3.4 Arsen, As	13
2.3.5 Kadmium, Cd	14
2.3.6 Krom, Cr.....	14
2.3.7 Kobber, Cu	15
2.3.8 Kvikksølv, Hg	15
2.3.9 Nikkel, Ni.....	16
2.3.10 Bly, Pb.....	16
2.3.11 Sink, Zn	17

2.4	Tilstandsklasser for forurenset grunn	19
2.5	Metoder og instrumenter for prøvepreparering og analyser	23
2.5.1	Prøvetaking.....	23
2.5.2	Tørking	23
2.5.3	Homogenisering med Retsch kuttemølle SM 100.....	24
2.5.4	Syreopplutninger.....	24
2.5.5	UltraClave	24
2.5.6	ICP-MS.....	25
2.5.7	Tørrstoff og glødetap.....	27
2.6	Statistikk	29
2.6.1	Standardavvik.....	29
2.6.2	T-test.....	29
3	Lokalitet	31
3.1	Områdebeskrivelse	31
3.2	Historikk	31
3.3	Tidligere undersøkelser	31
4	Eksperimentelt.....	33
4.1	Feltarbeid.....	33
4.1.1	Prøvetaking.....	33
4.1.2	Prøvepunkt 1	35
4.1.3	Prøvepunkt 2	40
4.1.4	Prøvepunkt 3	44
4.1.5	Prøvepunkt 4	48
4.2	Prøvepreparering	51
4.2.1	Tørking og homogenisering	51
4.2.2	Bestemmelse av tørrstoff og glødetap	51
4.2.3	Dekoponering med 50 % v/v salpetersyre i UltraClave.....	53

4.2.4	Dekomponering med salpetersyre og flussyre i UltraClave.....	55
4.2.5	Dekoponering med konsentrert salpetersyre og hydrogenperoksid.	55
4.2.6	Analyse på ICP-MS.....	56
5	Kvalitetssikring og feilkilder.....	57
5.1	Prøvetaking.....	57
5.2	Preparering av prøver	58
5.3	Analyse på ICP-MS	59
6	Resultater og diskusjon	61
6.1	Flere uttak av samme prøve.....	62
6.1.1	Dekomponering med standard metode.....	63
6.1.2	Dekomponering med flussyre	65
6.1.3	Dekomponering med modifisert ALS-metode.....	67
6.1.4	Spredning i datasettene for parallelle uttak fra samme prøve	68
6.1.5	Høy spredning i datasettene til kvikksølv	71
6.2	Valg av oppslutningmetode	73
6.2.1	Standardmetode vs. HF	73
6.2.2	HF vs. modifisert ALS metode	76
6.2.3	Standard metode vs modifisert ALS metode.....	80
6.2.4	Konsekvenser ved et reelt prosjekt.....	81
6.3	Duplikater av halvmetersprøvene	83
6.4	Tilstandsklasser for de fire prøveseriene	91
6.4.1	Sjakt 1.....	91
6.4.2	Sjakt 2.....	92
6.4.3	Sjakt 3.....	93
6.4.4	Sjakt 4.....	94
6.4.5	Generelle trender i de fire prøveseriene og konsekvenser i et reelt prosjekt.	95
6.5	Glødetap.....	99

7	Konklusjon	105
8	Videre arbeid	107
9	Litteratur	109
	Vedlegg A: Instrumenter, kjemikalier og utstyr benyttet ved feltarbeid og laboratoriearbeid. ...	
	Vedlegg B: Ultraclave rapport for dekomponering med HNO ₃ og HF.....	
	Vedlegg C: UltraClave rapport for modifisert ALS metode	
	Vedlegg D: Analyseresultater	
	Vedlegg E: Deteksjonsgrenser for ICP-MS analysene	
	Vedlegg F: QQ-plott.....	
	Vedlegg G: Grubbs t-test for outliere.....	
	Vedlegg H: Sammendrag t-test dekomponeringsteknikker	
	Vedlegg I: Risikoanalyse	

Figurer

Figur 2.3.1: En typisk dose-responskurve for essensielle grunnstoffer.	11
Figur 2.3.2: En typisk dose-responskurve for ikke-essensielle grunnstoffer.	12
Figur 3.3.1: Resultater fra tidligere grunnundersøkelser av området.....	32
Figur 4.1.1: Kart over lokaliteten, hvor de fire prøvesjaktene er tegnet inn.	34
Figur 4.1.2: Sjakt 1	35
Figur 4.1.3: Et blikk ned i sjakt 1.....	36
Figur 4.1.4: Massene som ble gravd opp inneholdt en del skrapmetall og gamle bildekk.	37
Figur 4.1.5: Blikk ned i sjakt 1, sett fra en annen vinkel..	39
Figur 4.1.6: Sjakt 2.....	40
Figur 4.1.7: Et blikk ned i sjakt 2.....	41
Figur 4.1.8: Oppgravde masser fra sjakt 2..	42
Figur 4.1.9: Oversiktsbilde fra sjakt 3.....	44
Figur 4.1.10: Oppgravde masser fra sjakt 3..	46
Figur 4.1.11: Oppgravde masser fra sjakt 3.	46
Figur 4.1.12: Blikk ned i sjakt 3.....	47
Figur 4.1.13: Oversiktsbilde over sjakt 4.	48
Figur 4.1.14: Blikk ned i sjakt 4.....	49
Figur 4.2.1: Prøve nr. 3, 15, 16, 24 og 39 ferdig tørket, homogenisert.....	51
Figur 4.2.2: Fem digler med prøve som står til gløding ved 550 °C.....	52
Figur 4.2.3: Overføring av prøve fra cc-cups til teflonrør..	53
Figur 4.2.4: Karusell med 40 prøver ferdig dekomponert i UltraClave.....	53
Figur 4.2.5: Prøvene ble fortynnet med MQ-vann til 108 mL i en fortynningsflaske..	54
Figur 4.2.6: En raket med nummererte PP-rør (til venstre) og PFA-rør (til høyre)..	54
Figur 6.2.1: Prøve 15 dekomponert med modifisert ALS metode	78
Figur 6.2.2: Prøve 15 dekomponert med standard metode	78
Figur 6.3.1: Korrelasjonen til arsen i 7 duplikatprøver tatt ut fra sjakt 1 og 2.....	84
Figur 6.3.2: Korrelasjonen til kadmium i 7 duplikatprøver tatt ut fra sjakt 1 og 2..	85
Figur 6.3.3: Korrelasjonen til krom i 7 duplikatprøver tatt ut fra sjakt 1 og 2.....	85
Figur 6.3.4: Korrelasjonen til kobber i 7 duplikatprøver tatt ut fra sjakt 1 og 2..	86
Figur 6.3.5: Korrelasjonen til kvikksølv i 7 duplikatprøver tatt ut fra sjakt 1 og 2.	87
Figur 6.3.6: Korrelasjonen til nikkel i 7 duplikatprøver tatt ut fra sjakt 1 og 2.	87
Figur 6.3.7: Korrelasjonen til bly i 7 duplikatprøver tatt ut fra sjakt 1 og 2..	88

Figur 6.3.8: Korrelasjonen til sink i 7 duplikatprøver tatt ut fra sjakt 1 og 2.....	89
--	----

Tabeller

Tabell 2.2.1: Oversikt over viktige kilder til organiske og uorganiske miljøgifter i jord.....	8
Tabell 2.3.1: Ulike faktorer og deres effekter på metallers løselighet i jord.....	10
Tabell 2.4.1: Beskrivelse av tilstandsklassene..	19
Tabell 2.4.2: Tilstandsklasser for relevante grunnstoff.....	20
Tabell 2.4.3: Sammenheng mellom tilstandsklasser og arealbruk..	22
Tabell 4.1.1: Oversikt over hvilke prøver som ble tatt ut av sjakt 1	38
Tabell 4.1.2: Oversikt over hvilke prøver som ble tatt ut av sjakt 2	43
Tabell 4.1.3: Oversikt over hvilke prøver som ble tatt ut av sjakt 3	45
Tabell 4.1.4: Oversikt over hvilke prøver som ble tatt ut av sjakt 4	50
Tabell 6.1.1: Minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for aktuelle grunnstoff i prøve 3 dekomponert med standard metode.....	63
Tabell 6.1.2: Minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for aktuelle grunnstoff i prøve 15 dekomponert med standard metode.....	64
Tabell 6.1.3: Minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for aktuelle grunnstoff i prøve 3 dekomponert med flussyre..	65
Tabell 6.1.4: Minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for aktuelle grunnstoff i prøve 15 dekomponert med flussyre..	66
Tabell 6.1.5: Minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for aktuelle grunnstoff i prøve 3 dekomponert med modifisert ALS metode..	67
Tabell 6.1.6: Minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for aktuelle grunnstoff i prøve 15 dekomponert med modifisert ALS metode. .	67
Tabell 6.1.7: En illustrasjon av effekten av høyt standardavvik for lave og høye konsentrasjoner.....	68
Tabell 6.1.8: En presentasjon av minimum og maksimumskonsentrasjoner i prøve 3 og 15 dekomponert med tre ulike metoder.....	69
Tabell 6.1.9: Gjennomsnittsverdier for kvikksølv i prøve 3 og 15 dekomponert med tre ulike metoder.....	72
Tabell 6.2.1: Sammenligning av gjennomsnitt for dekomponering med standard metode og flussyre ved t-test..	73

Tabell 6.2.2: En sammenligning av gjennomsnittsverdier for prøve 3 og 15 dekomponert med standard metode og flussyre.....	75
Tabell 6.2.3: Sammenligning av gjennomsnitt for dekomponering med flussyre og modifisert ALS-metode ved t-test..	76
Tabell 6.2.4: En sammenligning av dekomponering med modifisert ALS-metode og flussyre med hensyn på tilstandsklasser.	79
Tabell 6.2.5: Sammenligning av gjennomsnitt for dekomponering med standard metode og modifisert ALS-metode ved t-test.....	80
Tabell 6.2.6: En sammenligning av dekomponering med modifisert ALS-metode og standard metode med hensyn på tilstandsklasser.....	81
Tabell 6.3.1: Konsentrasjoner og tilhørende tilstandsklasser for duplikatprøver fra sjakt 1 og 2.....	83
Tabell 6.4.1: Konsentrasjoner og tilhørende tilstandsklasser for As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb og Zn i prøver fra de fire prøveseriene i sjakt 1.	91
Tabell 6.4.2: Konsentrasjoner og tilhørende tilstandsklasser for As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb og Zn i prøver fra de fire prøveseriene i sjakt 2.	92
Tabell 6.4.3: Konsentrasjoner og tilhørende tilstandsklasser for As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb og Zn i prøver fra de fire prøveseriene i sjakt 3.	93
Tabell 6.4.4: Konsentrasjoner og tilhørende tilstandsklasser for As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb og Zn i prøver fra de fire prøveseriene i sjakt 4.	94
Tabell 6.5.1: Tørrstoff, glødetap og massebeskrivelser for de fire prøveseriene tatt ut fra sjakt 1.....	99
Tabell 6.5.2: Tørrstoff, glødetap og massebeskrivelser for de fire prøveseriene tatt ut fra sjakt 2.....	100
Tabell 6.5.3: Tørrstoff, glødetap og massebeskrivelser for de fire prøveseriene tatt ut fra sjakt 3.....	101
Tabell 6.5.4: Tørrstoff, glødetap og massebeskrivelser for de fire prøveseriene tatt ut fra sjakt 4.....	102

1 Introduksjon

Håndtering av forurensede masser i forbindelse med terrenginngrep reguleres av forurensningsforskriftens kapittel 2, ”Opprydding i forurenset grunn ved bygge- og gravearbeider”(Forurensningsforskriften, 2004). Da all håndtering av forurensede masser har et potensial for økt mobilisering og spredning av forurensning, må tiltakshaver vurdere om det er forurenset grunn i området hvor terrenginngrepet er planlagt.

Miljødirektoratet har i veilederen ”Helsebaserte tilstandsklasser for forurenset grunn” (TA-2553/2009) definert tilstandsklasser for miljøgifter i jord, som et hjelpemiddel for å kartlegge forurensningsgraden på et område. Tilstandsklassene gir et uttrykk for miljøtilstanden ved å dele konsentrasjoner av miljøgifter inn i ulike klasser. Disse klassene blir brukt til å sette grenser for hvilke nivå som aksepteres av miljøgifter i jord ved ulik arealbruk. Tilstandsklassene er bygget på en risikovurdering av helse, og gjenspeiler kun virkningen på mennesker.

Veilederen gir også retningslinjer for prøvetaking i forbindelse med orienterende undersøkelser på områder. Retningslinjene gitt i veilederen omfatter overflateprøver, ned til 1 m dyp, og det er ikke gitt retningslinjer for prøver i dypereliggende lag. I dypereliggende lag er det opp til forurensningsmyndighetens skjønn å avgjøre hva som er tilstrekkelig antall prøver. I praksis betyr dette at det ofte er opp til miljøgeologisk rådgiver i et prosjekt å vurdere antall prøver i dypereliggende lag, og så argumentere for hvorfor dette er fornuftig.

Det er i dag svært ulik praksis knyttet til prøvetaking i en hovedundersøkelse, som omfatter både toppmasser og dypereliggende lag. Ulike fremgangsmåter kan være prøvetaking hver meter, prøvetaking av ulike masselag (mektigheten på lagene bestemmer da dybden), én blandprøve i hele massedybden, samt blandprøver fra flere prøvepunkter (sjakter). Ulik fremgangsmåte kan føre til ulike resultater, som igjen har konsekvenser for massehåndtering i et prosjekt og dermed også kan ha store økonomiske konsekvenser.

I samarbeid med Multiconsult AS vil det i denne oppgaven bli foretatt en metodisk prøvetaking på en eiendom for å belyse overstående problemstilling. Prøvene vil tas ved sjaktgraving med gravemaskin. Hvor hver sjakt vil bli prøvetatt på 4 ulike måter; prøvetaking av masselag, prøvetaking av hver meter, prøvetaking av hver halvmetre og en blandprøve fra hele sjaktens profil. Resultatene i fra de ulike fremgangsmåtene vil bli vurdert mot hverandre i lys av Miljødirektoratets tilstandsklasser.

I to av sjaktene vil det også bli tatt duplikater for en av prøveseriene. Disse skal benyttes til å se på usikkerheten knyttet til selve prøvetakingen. Duplikatene vil også kunne gi en indikasjon på hvor homogene massene er og hvor jevnt fordelt forurensningen i massene er.

Da ulike laboratorier benytter ulike dekomponeringsteknikker i opparbeidingen av prøvene, er det også ønskelig å se på ulike dekomponeringsteknikker. To prøver vil bli dekomponert med 3 ulike syreopplutninger. Disse teknikkene vil bli vurdert opp mot hverandre, for å se om det er noen signifikante forskjeller mellom dem og om valget av opplutningsmetode har noen betydning med hensyn på Miljødirektoratets tilstandsklasser for forurenset grunn.

Glødetap angir andelen organisk materiale i en prøve, og er en viktig faktor knyttet til levering av forurenset masse til godkjente deponier. Til slutt i denne oppgaven vil det bli gjort en vurdering av glødetap opp mot observerte massetyper. Det vil også bli gjort en vurdering på om glødetapet avhenger av prøvetakingsmetodikken.

2 Teori

2.1 Forurensning

Store norske leksikon (2014) definerer forurensning på følgende måte: *«ulempe eller skade forårsaket av menneskelig aktivitet – på helse eller trivsel for mennesker, dyr og planter eller på dødt materiale – ved spredning av stoffer til luft, vann eller jord.»* I denne definisjonen inngår ikke bare søppel og kjemikalier, men også plagsom støy og rystelser, samt enkelte former for spredning av energi ved nedfall som gir radioaktiv stråling. Spredning av stoffer forårsaket av naturen selv, som for eksempel et vulkanutbrudd, regnes ikke som forurensning (Store norske leksikon, 2014).

En noe smalere definisjon på forurensning er et stoff som er tilstede i konsentrasjoner høyere enn de naturlige konsentrasjonene på grunn av menneskelig aktivitet og som har en skadelig effekt på miljøet eller noe av betydning for miljøet (Manahan, 2010). Dermed er kunnskaper om naturforholdene en forutsetning for å kunne vurdere graden av forurensning i et område. Dette er et faktum som ofte blir oversett i forurensningsdebatten. Rundt omkring på jorden finnes det områder med markant høyere innhold av kjemiske elementer enn det som er gjennomsnittet i jordskorpen, uten at dette skyldes menneskelig aktivitet (Ottesen et al., 2000). For eksempel består berggrunnen i Trondheim hovedsakelig av grønnstein, slik at den naturlige bakgrunns konsentrasjonen av nikkel og krom er relativt høy (Ottesen et al., 2008). Plante- og dyreliv er tilpasset den naturlige fordelingen av kjemiske forbindelser i berggrunnen. Men menneskelig aktivitet som medfører forurensning kan endre fordelingen av grunnstoffene i grunnen og dermed forskyve balansen mellom dem. En måte å vurdere om dataene fra et gitt område skyldes naturforhold eller forurensning er å sammenligne med geokjemiske atlas for området. Eller man kan sammenligne prøver fra toppjorden, med prøver fra dypere lag som antas å representere naturlig grunn (Ottesen et al., 2000).

2.2 Jord

2.2.1 Generelt om jord

Jord kan defineres som *«jordskorpens løsmasser over berggrunnen»* (Christensen & Bratberg, 2012), og er en fellesbetegnelse for naturlige løsmasser i jordskorpa. Disse løsmassene er et produkt av fysisk og kjemisk forvitring av mineraler og bergarter, samt biologisk virksomhet (Manahan, 2010). Massene utgjør en heterogen blanding av organisk og uorganisk materiale, og har jordluft, jordvann og organismer (bakterier, sopp og dyr) i porene mellom de faste

partiklene (Christensen & Bratberg, 2012; Manahan, 2010). Jorden er et dynamisk system som vil gjennomgå gradvise forandringer som respons på miljømessige endringer i klima, vegetasjon og endringer i forhold til menneskers og dyrs bruk av jorden (Lutgens & Tarbuck, 2006).

2.2.2 Jordarter

En jordart er en type jord med en bestemt mekanisk eller kjemisk sammensetning, eller geologisk opprinnelse (Christensen & Bratberg, 2012). Mineraljord er jordarter dannet ved forvitring av berggrunnen (Store norske leksikon, 2012). Eksempler på mineralske jordarter er grusjord og sandjord. Disse jordartene klassifiseres etter den kornstørrelsesfraksjonen som dominerer (Christensen & Bratberg, 2012). Grusjord består hovedsakelig av grus, med en kornstørrelse på 2-60 mm (Christensen & Bratberg, 2012; Store norske leksikon, 2009a). Mens sandjord inneholder over 85 % sand, bergartsfragmenter med en kornstørrelse på 0,06 - 2,0 mm (Christensen & Bratberg, 2012; Spjeldnæs, 2009). Bergartsfragmenter med en finere kornstørrelse enn 0,06 mm betegnes silt og leire (Christensen & Bratberg, 2012). Som regel øker næringsinnholdet og evnen til å holde på næringsstoffer og vann med minkende kornstørrelse (Christensen, 2009). Sedimentær sand og grus er utvasket og næringsfattig (Christensen & Bratberg, 2012).

Det vanligste mineralet i nesten alle typer sand er kvarts. Kvarts er et hardt mineral som består av silisiumdioksid (SiO_2) og som har et relativt lavt innhold av sporelementer assosiert med det (Alloway, 2013). Kvarts er motstandsdyktig mot forvitring, påvirkes svakt av baser og kan løses opp ved hjelp av flussyre (HF) (Raade, 2012).

2.2.3 Dannelse av jordsmonn

Jordsmonnet er den delen av løsmassene som ligger øverst og som påvirkes av klima, planter, dyr og mikrobielle omsetninger (Store norske leksikon, 2009c). Utviklingen av jordsmonnet er en prosess som tar lang tid og som påvirkes av opphavsmateriale, tid, klima, biota og topografi. Opphavsmaterialet påvirker den kjemiske sammensetningen og forvittringsraten. Dersom forvitringen har pågått i relativt kort tid, vil jorden være karakterisert av opphavsmaterialet. Variasjoner i temperatur og nedbør bestemmer om det er kjemisk eller fysisk forvitring som dominerer (Lutgens & Tarbuck, 2006). Nedbør vil også bidra til utvasking av næringsstoffer fra jorden. Regnvann trenger gjennom jorden og vasker med seg løste og kolloidale partikler til dypereliggende lag hvor de avsettes (Manahan, 2010). Videre vil klimaet være med på å bestemme hvilke planter og dyr som lever i området. Det er

hovedsakelig plantene, men også dyrene, som bidrar til det organiske materialet i jorden. Meitemarker og andre nedbrytere blander det organiske og uorganiske materialet sammen. Topografien påvirker graden av erosjon og jordens vanninnhold (Lutgens & Tarbuck, 2006).

2.2.4 Jordprofil

Da prosessene som utvikler jordsmonnet virker ovenfra og ned, vil jorden få en variasjon i farge, sammensetning og struktur nedover i dybden. Denne variasjonen gir ulike lag/sjikt som benyttes til å klassifisere jorden (Christensen & Bratberg, 2012). Et loddrettsnitt gjennom jordsmonnet kalles en jordprofil (Lutgens & Tarbuck, 2006; Store norske leksikon, 2009b). Toppsjiktet (de øverste 20 cm) består hovedsakelig av organisk materiale, mens dypereliggende lag hovedsakelig består av mineraler (Lutgens & Tarbuck, 2006). En velutviklet jordprofil tyder på at forholdene har vært relativt stabile over en lengre tidsperiode (Lutgens & Tarbuck, 2006).

2.2.5 Uorganisk materiale i jord

Uorganisk materiale i jorden stammer fra forvitring av mineraler og berggrunn. Uorganiske jordpartikler kan danne kolloider, som igjen fungerer som et reservoar for vann og næringsstoffer. Disse kolloidene kan også absorbere toksiske substanser i jorden, og dermed beskytte plantene fra farlige substanser. Eksempler på vanlige mineraler i jorden er kvarts (SiO_2), ortoklas (KAlSi_3O_8), magnetitt (Fe_3O_4), kalsium- og magnesium- karbonater, og manganoksider (Manahan, 2010).

Utfelling av hydratiserte oksider av jern og mangan fjerner effektivt mange spormetaller fra jordvæsken gjennom medfelling. Dette gjelder blant annet krom, arsen, nikkell, bly og kadmium (Manahan, 2010).

2.2.6 Organisk materiale i jord

Humus, en fellesbetegnelse på dødt organisk materiale i ulike stadier av nedbrytningsprosessen, utgjør hoveddelen av det organiske materialet i jorden. Humus brytes sakte ned og hastigheten for nedbrytningen er avhengig av temperatur og tilgang på oksygen. Jo kaldere klima, jo saktere går nedbrytningen, og jo større tendens har det organiske materialet til å akkumulere i jord. Humus er store makromolekyler med stor grad av aromatisk karakter og med en rekke funksjonelle grupper som karboksyl, hydroksyl og karbonyl. Humus er naturens viktigste kompleksligand og kan deles inn i fulvosyrer, humussyrer og humin etter løselighet i sterk syre og base (Manahan, 2010). Humus fungerer som næringskilde for planter, og øker jordens evne til å holde på vann (Lutgens & Tarbuck, 2006; Manahan, 2010).

Humus binder metaller sterkt, spesielt tunge kationer med stor ladning. Andre klasser av organiske forbindelser i jord er fett, polysakkarider, nukleotider og organiske svovel- og fosforforbindelser (Manahan, 2010).

Organisk materiale i jorden kan bidra til å øke forvittringsprosessen ved at chelaterende organiske syrer, som for eksempel sitronsyre, reagerer med silikaminerale og frigjør metallioner bundet til mineralet (Manahan, 2010).

Andelen organisk materiale varierer fra jordart til jordart. Torv kan inneholde så mye som 95 % organisk materiale, mens andre jordarter kan ha så lite som 1 % organisk materiale (Alloway, 2013; Manahan, 2010). Det organiske materialet holder godt på vann, og er derfor viktig for plantelivet (Lutgens & Tarbuck, 2006). Det organiske materialet fungerer også som næringskilde for ulike mikroorganismer (Manahan, 2010).

Totalt organisk karbon (TOC) kan bestemmes ved analyse på TOC instrumenter. I korte trekk behandles prøven med syre for å fjerne uorganisk karbon, før instrumentet forbrenner det organiske karbonet til CO₂ som detekteres ved IR spektroskopi (Schumacher, 2002; Statens forurensningstilsyn, 2008). Glødetap kan også benyttes til å bestemme mengden organisk materiale i en prøve, da det først og fremst er det organiske materialet som forsvinner under gløding (Christensen, 2009; Standard Norge, 2012b). Men glødetapet er kun et estimat da også kjemisk bundet vann kan frigjøres under gløding, metaller i elementær tilstand eller lav oksidasjonstilstand kan oksideres og elementært karbon i prøven vil også kunne bidra til verdien (Standard Norge, 2012b). Organisk materiale i jord er viktig å bestemme med hensyn på deponering av forurensede masser. Siden 2009 har det vært forbudt i Norge å deponere biologisk nedbrytbart avfall, da dekomponering av nedbrytbart avfall medfører betydelig utslipp av klimagasser og miljøskadelig sigevann. Forurenset jord er unntatt forbudet i avfallsforskriften og skal deponeres. Men.....(Statens forurensningstilsyn, 2008)

2.2.7 Miljøgifter i jord

Gjennom århundre har grunnen blitt behandlet som et uendelig stort sluk for avfall. Avfall har blant annet blitt dumpet i gater, elver, sjøer og skog. Forurenset jord i hager, parker, barnehager, skoleområde og andre friluftsområder som mennesker til daglig oppholder seg på, kan utgjøre en trussel for menneskers helse. Gjennom lek og langvarig opphold på slike forurensede lokaliteter eksponeres mennesker gjennom hudkontakt, inntak av jord og grønnsaker dyrket i forurenset jord, samt innånding av forurensede jordpartikler eller jordgasser (Ottesen & Langedal, 2006).

Barn er spesielt utsatt da de er i utvikling og i mer direkte kontakt med jorden gjennom lek. NGUs studier av sammenhengen mellom forurenset grunn og human helse, har vist at i den vestlige verden er det moderat forurenset jord på lekeplasser til barn som utgjør den største helsefaren. Manglende kontroll på forsvarlig deponering av forurensete masser har ført til at disse har blitt brukt blant annet til å lage kunstige fjell i barnehager (Ottesen & Langedal, 2006).

Jorden fungerer som et reservoar for miljøgifter. Spredning av miljøgifter kan skje naturlig ved hjelp av vind, flom og erosjon (Alloway, 2013). Men den viktigste mekanismen for spredning er ukontrollerte masseforflytninger av forurensete masser med lastebil (Ottesen & Langedal, 2006). Tabell 2.2.1 viser en oversikt over de viktigste kildene for både uorganiske og organiske miljøgifter i jord.

Tabell 2.2.1: Oversikt over viktige kilder til organiske og uorganiske miljøgifter i jord. Basert på Alloway (2013), Ottesen og Langedal (2001), Ottesen og Langedal (2006) og Ottesen et al. (2007).

Forurensning	Kilder
Tungmetaller og metalloider: (Eks. As, Cr, Cd, Cu, Pb, Ni, Zn, Hg)	Atmosfærisk langtransport Avfall, kloakk og gjødsel Trafikk Industri Gruvedrift Avfallsforbrenningsanlegg, krematorier Ufullstendig forbrenning (eks. bybrann) Kull- og vedfyring Geologi Vulkanutbrudd Maling Avrenning fra metallflater, korrosjon Pesticider CCA impregnert trevirke Gjenbruk av forurensete masser
Organiske miljøgifter: (Eks. PCB, PAH, benzo(a)pyren, dioxiner)	Ufullstendig forbrenning (eks. bybrann) Avfallsforbrenningsanlegg, krematorier Industri Kreosotimpregnert trevirke Murpuss, fugemasser, vinduslim, maling Transformatorer og kondensatorer. Oljelekkasjer Pesticider

2.3 Metaller

I denne oppgaven studeres metallene kadmium, krom, kopper, kvikksølv, nikkel, sink og bly, samt halvmetallet arsen. Videre i denne oppgaven vil ordet metaller bli benyttet som en fellesbetegnelse for disse grunnstoffene.

2.3.1 Generelt om metaller i jord

All jord inneholder, i større eller mindre grad, alle metallene og metalloidene i det periodiske system. De forekommer naturlig i miljøet, men konsentrasjonene av de ulike metallene kan variere stort, og noen kan ligge under deteksjonsgrensen for analysemetoden som benyttes. Når menneskelig aktivitet bidrar til spredning av metaller til områder hvor de normalt ikke hører hjemme i store konsentrasjoner, anser man metallene for å være forurensning (Walker et al., 2006).

Grovt sett kan man dele konsentrasjonen av de ulike metallene i jorden i to; biotilgjengelig konsentrasjon og total konsentrasjon. Den totale konsentrasjonen er en sum av alle de spesiene et metall foreligger som i jorden, fra frie ioner til komplekser, oksider, karbonater, ioner adsorbent på overflaten til sekundære mineraler og ioner bundet i krystallstrukturen til primære og sekundære mineraler. Totalkonsentrasjon kan man finne ved å dekomponere jordprøven med hjelp av flussyre. Den biotilgjengelige konsentrasjonen er den fraksjonen av den totale konsentrasjonen som er tilgjengelig for planter. Dette er løste ioner, lettløste komplekser og labile former av metallet. Pseudototale opplutningsmetoder gir et godt estimat på den biotilgjengelige fraksjonen, da de frigir de aller fleste metallene i jorden, med unntak av metaller bundet i silikamineraler (Alloway, 2013). Eksempler på pseudototale opplutningsmetoder er gitt i avsnitt 2.5.4.

Gjennom ulike kjemiske prosesser, som oksidasjon, reduksjon, adsorpsjon og desorpsjon, kan metallene omdannes til enten mer eller mindre biotilgjengelige former (NOU 2010:9, 2010; Walker et al., 2006). Adsorpsjon og utfelling av fast stoff er prosesser som medfører immobilisering av metaller. Den adsorberende evnen til jorden er viktig med hensyn på biotilgjengeligheten av metallene, mens nedbrytning av organisk materiale, endring i pH og endring av jordvæskens redokspotensiale er faktorer som kan øke metallenes mobilitet og biotilgjengelighet (McLean & Bledsoe, 1996). Oppløste eller svakt adsorberte metaller er lett tilgjengelig for opptak i planter, mens metaller som er krystallinsk bundet i mineraler ikke er tilgjengelig (Alloway, 2013). Tabell 2.3.1 viser noen ulike faktorer og deres effekter på metallers løselighet og tilgjengelighet i jord.

Tabell 2.3.1: Ulike faktorer og deres effekter på metallers løselighet i jord. Basert på opplysninger i Alloway (2013).

Faktor	Effekt
pH	Lav pH fremmer løseligheten og mobiliteten til kationene og gjør dem dermed mer tilgjengelige.
Redoksforhold	Reduserende forhold kan øke løseligheten til metaller. Under sterkt reduserende forhold kan metallsulfider felles ut.
Kalsiumkarbonat	Øker pH og gjør metaller mindre tilgjengelige da løseligheten reduseres. Humus binder mange metaller. Ved kalking bindes metallene sterkere og løseligheten reduseres.
Kompleksdannere	Uorganiske ligander kan øke løseligheten av metaller, og gjøre dem mer tilgjengelige.

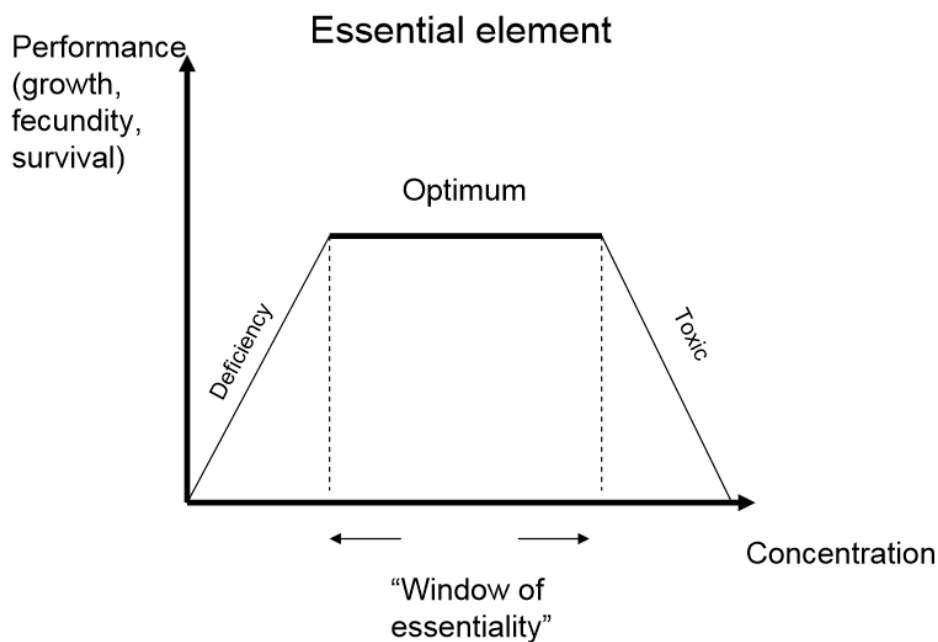
2.3.2 Metaller og toksisitet

Grovt sett kan man dele grunnstoffene inn i essensielle og ikke-essensielle grunnstoffer. De essensielle grunnstoffene er nødvendige for at organismer skal kunne vokse og reproducere normalt. De ikke-essensielle grunnstoffene har ingen kjent biologisk funksjon og er giftige over en gitt terskelverdi.

Essensielle grunnstoffer kan deles inn i makro- og mikronæringsstoffer. Makronæringsstoffer er grunnstoffer som mennesker, dyr og planter trenger i relativt store konsentrasjoner, slik som kalium, kalsium, natrium og magnesium (Manahan, 2010; Walker et al., 2006). Mikronæringsstoffer er grunnstoffer mennesker, planter og dyr trenger i små mengder for å kunne vokse og reproducere som normalt. Det er entydig bevist at metallene krom, kobber, jern, mangan, molybden, vanadium og sink er essensielle for mennesker og/eller dyr, og konsentrasjonen av disse i maten er kritisk (Alloway, 2013; Walker et al., 2006).

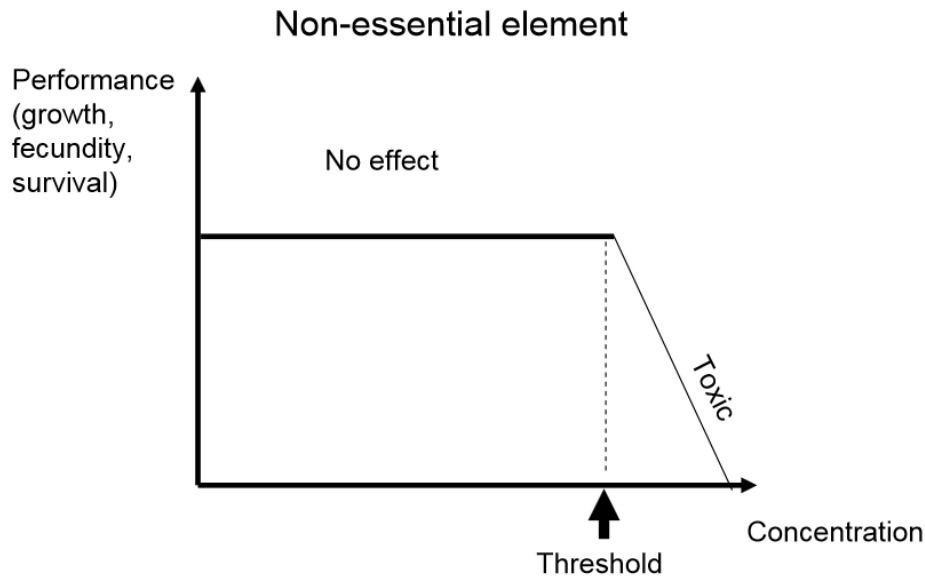
De essensielle grunnstoffene har hvert sitt konsentrasjonsområde som er optimalt for at planter, dyr og mennesker skal kunne leve og reproducere som normalt. Dette kalles ofte

«window of essentiality», hvor størrelsen på vinduet er avhengig av både grunnstoffet og organismen. Beveger man seg utenfor dette vinduet kan det føre til reduksjon i vekst, fysiologisk stress, diverse sykdommer og i verste fall død. Underskudd på essensielle grunnstoffene kan medføre mangelsykdommer, mens overskudd kan gi en toksisk effekt. (Alloway, 2013; Walker et al., 2006). Figur 2.3.1 viser en typisk dose-responskurve for essensielle grunnstoffer. Når konsentrasjonen av det aktuelle grunnstoffet blir enten for lavt eller for høyt, så synker organismens evne til å overleve og reprodusere. Hverken overskudd eller underskudd av de essensielle grunnstoffene er bra.



Figur 2.3.1: En typisk dose-responskurve for essensielle grunnstoffer. Essensialitetsvinduet viser hvilke konsentrasjoner av det aktuelle grunnstoffet som er optimalt med hensyn på organismens helse. Utenfor dette vinduet vil både underskudd og overskudd av det aktuelle elementet medføre nedsatt helsetilstand. Figuren er hentet fra Walker et al. (2006).

De ikke-essensielle grunnstoffene har som nevnt ingen kjent biologisk funksjon og er giftige over en gitt terskelverdi. I tillegg kan disse grunnstoffene føre til underskudd av essensielle grunnstoffer ved at de utkonkurrerer disse ved de aktive setene i viktige biologiske molekyler. Eksempler på ikke-essensielle metaller er bly, kadmium og kvikksølv (Walker et al., 2006). Figur 2.3.2 viser en typisk dose-responskurve for ikke-essensielle grunnstoffer. Over en gitt terskelverdi er elementet giftig for organismen. Terskelverdien er avhengig av organismen og elementet.



Figur 2.3.2: En typisk dose-responskurve for ikke-essensielle grunnstoffer. Over en gitt terskelverdi er elementet giftig og påvirker organismens helse negativt. Hentet fra Walker et al. (2006).

2.3.3 Kilder til metaller i jord

Metaller i jord kommer fra både naturlige og antropogene kilder. Den viktigste naturlige kilden er opphavsmaterialet. Gjennom forvitring av berggrunnen og mineraler frigis metaller til jorden i løselig form, og noen av disse reagerer og danner nye sekundære mineraler. Metallårer i berggrunnen er kilder til uregelmessige høye konsentrasjoner av metaller i jorden når berggrunnen gjennomgår naturlig forvitring (Alloway, 2013).

Det finnes mange antropogene kilder til metaller i jord. Fra punktkilder som industri, smelteverk og gruver, til diffuse kilder som veitrafikk, branner og vedfyring. Maling, kloakk og annet avfall fra husholdning, industri og byggeplasser, aske, gjødsel og kjemikalier brukt i landbruket er flere antropogene kilder (Alloway, 2013; Ottesen et al., 2007). Metaller og andre miljøgifter kan også lekke ut av bygninger og materialer, hvor et eksempel er CCA impregnert trevirke (Ottesen & Langedal, 2006). Tungmetaller i jord fra antropogene kilder har en tendens til å være mer mobile, og dermed mer biotilgjengelige, enn tungmetaller fra naturlige kilder. Det er anslått at antropogene utslipp til atmosfæren for mange tungmetaller, er en til tre ganger større enn de naturlige fluksene (Wuana & Okieimen, 2011).

Vann og vind bidrar til å spre metallene ut over større områder. Atmosfærisk langtransport kan bidra til at forurensningen fraktes flere tusen kilometer bort fra utgangskilden. Her kan de avsettes gjennom tørr eller våtavsetning. På grunn av dette er metallkonsentrasjonen høyest i

de øverste jordlagene (Alloway, 2013). I forbindelse med nedbør og snøsmelting vil vann kunne infiltrere grunnen og vaske ut forurensningen. Forurensningen vil i første omgang forflyttes vertikalt ned til grunnvannsnivå, før det transporteres videre med grunnvannet (Manahan, 2010).

Nedenfor presenteres As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb og Zn med hensyn på helseeffekt, bruksområder og kilder.

2.3.4 Arsen, As

Arsen er et metalloid som finnes naturlig i oksidasjonstilstandene +V, +III, 0 og -III. I aerob mineraljord foreligger arsen primært bundet til jern(oksy)hydroksider. Ved anaerobe forhold kan jernsulfider felles ut. Arsen foreligger også bundet til primære mineraler (forvittringsprodukter av berggrunnen) og adsorbent på mineraloverflater (Alloway, 2013). Mange arsenforbindelser har sterk affinitet til jord, og vil derfor kun transporteres korte strekninger med vann (Wuana & Okieimen, 2011). I svært små konsentrasjoner er arsen essensielt for dyr og gunstig for planter (Alloway, 2013). Arsenforbindelser kan likevel være svært giftige, selv i små konsentrasjoner. De uorganiske arsenforbindelsene er mer giftige enn de organiske forbindelsene (Miljødirektoratet, 2014a).

I høye doser er arsen akutt giftig og kan medføre død. Inhalasjon eller oralt inntak av store mengder arsen over lang tid kan fremkalle henholdsvis lungekreft og hudkreft. Hornhuddannelse på hender og føtter har blitt observert hos mennesker som har vært eksponert for arsen over lang tid. Mennesker eksponeres først og fremst for arsen gjennom mat og drikk, da spesielt sjømat. Barn kan også eksponeres via oralt inntak av forurenset jord (Ottesen et al., 2007). Flere steder i verden finnes det naturlig mye arsen i berggrunnen. Ved tilgang på oksygen vil berggrunnen kunne forvitte og arsen kan bli frigitt til grunnvannet. Det mest kjente eksemplet på dette er fra Vest Bengal og Bangladesh hvor mange hundre tusen mennesker lider av sykdommer på grunn av høyt innhold av arsen i grunnvannet (Bølviken, 2004).

Arsen kan man finne i blant annet messing, kretskort, LED-lys, PVC-produkter, bilbatteri, vindusglass og krystallglass (Miljødirektoratet, u.d-a). Arsen i jord kan komme fra forvitring av berggrunnen, pesticider, mineralgjødsel og ulike industriprosesser som gruvedrift, smelteverk og kullfyring (Alloway, 2013). Den største kilden til arsen i norsk jord er utvasking av arsensalter fra CCA-impregnert trevirke (Ottesen et al., 2007). Miljødirektoratet (2014a) har anslått at rundt 70 % av arsenforurensningen i 2010 stammet fra CCA-impregnert

materiale. I 2002 ble det forbudt å bruke arsen og krom i nytt trykkimpregnert trevirke i Norge, med unntak av trevirke benyttet til næringsvirksomhet (Forskrift om forbud mot CCA-impregnering, 2001). Store ressurser har også blitt brukt på å rydde opp i og fjerne CCA-impregnert trevirke i norske barnehager (Ottesen et al., 2008).

2.3.5 Kadmium, Cd

Kadmium er et sjeldent metall som man ofte finne i naturen sammen med sink (Wibetoe, u.d). I jord foreligger kadmium som det toverdige kationet Cd^{2+} (Alloway, 2013). Kadmium har ingen kjente, essensielle egenskaper og bioakkumulerer i mennesket, det vil si at det hoper seg opp på grunn av manglende evne til å skille ut stoffet. Kadmium kan skade nyrene og gi beinskjørhet ved at det utkonkurrerer kalsium fra skjelettet. (Ottesen et al., 2007). Den mest kjente forgiftningssituasjonen er fra Jintsu River Valley i Japan hvor store deler av befolkningen fikk skader i beinstrukturen. Sykdommen ble kalt Itai Itai (au-au) og kom av høyt inntak av ris som hadde blitt vannet med kadmiumholdig avrenningsvann fra en sinkgruve i nærheten (Wuana & Okieimen, 2011). Kadmium er klassifisert som meget giftig ved innånding og er kreftfremkallende (Miljødirektoratet, 2014c). Det er akutt og kronisk giftig for mennesker og dyr, og giftigheten skyldes i stor grad den kjemiske likheten med sink, som er et essensielt grunnstoff (Wibetoe, u.d).

Kadmium har blant annet blitt brukt til overflatebehandling av metall, i NiCd-batterier, som stabilisator i PVC og som fargepigment i glass (Miljødirektoratet, u.d-c; Ottesen et al., 2007; Wuana & Okieimen, 2011). Kadmium i jord kommer fra ulik industriell virksomhet som metall- og gruveindustri, forbrenningsanlegg, mineralgjødsel, vedfyring og veitrafikk (Ottesen et al., 2007). Hovedårsaken til at kadmium har blitt et miljøproblem er den store sinkproduksjonen på verdensbasis og forbrenning av fossilt brennstoff (Wibetoe, u.d).

2.3.6 Krom, Cr

Krom forekommer i naturen på to hovedformer; Cr(III) og Cr(VI). Hvor Cr(III) er essensielt for mennesker og Cr(VI) skader arvestoffet og virker kreftfremkallende ved inhalasjon. I jord er det Cr(III) som dominerer da Cr(VI) lett lar seg redusere til Cr(III) av organiske stoffer. Først ved meget sterk forurensning vil Cr(VI) kunne foreligge i konsentrasjoner som er av betydning. Cr(VI) dannes hovedsakelig i industrielle prosesser og et høyt innhold av sink og krom i jorden kan være en indikasjon på at Cr(VI) er tilstede i prøven. (Ottesen et al., 2007).

Krom finner man i CCA-impregnert trevirke og ull. Det har blitt benyttet som pigment i maling og glass, og til å hindre rusting av metaller (Miljødirektoratet, u.d-d). Hovedkilden til

naturlig innhold av krom i jord er forvitring av berggrunnen, hvor mesteparten foreligger som Cr(III) adsorbent på jordkolloider (Alloway, 2013). Viktige antropogene kilder er utslipp fra industri og metallurgi (Alexander, 2006).

I denne oppgaven har kun totalinnholdet av krom blitt bestemt, og ikke de ulike spesieringene.

2.3.7 Kobber, Cu

Kobber er et essensielt metall for planter, dyr og mennesker. Kobber i jord utgjør ingen stor forgiftningsfare for mennesker da mesteparten av kobberet foreligger på en stabil form som utgjør liten risiko for miljøet (Wuana & Okieimen, 2011). Kobberet opptrer hovedsakelig som Cu^{2+} og har sterk affinitet til organisk materiale (Alloway, 2013). I ren form er kobber lite giftig, men langvarig og høy eksponering kan gi anemi, skader på lever, hjerne og nervesystem. For høyt inntak av kobber kan gi akutt giftighet med irritasjon av mage- og tarmslimhinne. For lavere organismer (alger, sopp og bakterier) og for noen vannlevende organismer er kobber giftig selv i små mengder (Kofstad et al., 2012).

Kobber benyttes i ledninger, transformatorer, radiatorer, kokekar, takbekledning, vannrør, beslag, statuer, ammunisjon, bremseklosser og impregnering (Kofstad et al., 2012; NOU 2010:9, 2010). For sistnevnte er CCA- impregnering den mest kjente. Men kobber benyttes også til impregnering av oppdrettsnøter. Utslipp til vann og luft fra industri og utlekking fra nedlagte gruver er en stor kilde til forurensing i naturen. I 2009 bidro Løkken gruver i Meldal, Sør-Trøndelag, til et utslipp på 19 tonn kobber (NOU 2010:9, 2010).

2.3.8 Kvikksølv, Hg

Kvikksølv er det eneste metallet som er flytende ved romtemperatur. I jord opptrer kvikksølv som ulike former av Hg(II), og er generelt sterkt bundet til organisk materiale og sulfider (Alloway, 2013). Kvikksølv er en av de farligste miljøgiftene som finnes, og de organiske forbindelsene er spesielt giftige. Kvikksølv kan gi kronisk forgiftning, selv i små konsentrasjoner. Det har blitt rapportert om nyreskader, skader på sentralnervesystemet, fosterskader og høyt antall barn med lærevansker blant inuittene på Grønland på grunn av høy eksponering for kvikksølv. Kvikksølv bioakkumulerer i fisk og pattedyr, da spesielt i nyrene og det biomagnifiserer oppover i næringskjeden (Miljødirektoratet, 2014d).

Kvikksølv har tidligere blitt brukt i termometre, barometre, blodtrykksmålinger og i tannfyllinger (amalgam). Kvikksølv benyttes enda i sparepærer, lysstoffrør og innenfor

naturvitenskapelig forskning (Miljødirektoratet, u.d-e). Innenfor analysemetoden voltammetri benyttes ofte dryppende kvikksølvdråper som arbeidselektroder, og gjerne en mettet kalomelelektrode som referanselektrode (Skoog et al., 2004).

Mesteparten av kvikksølvforurensingen i Norge skyldes langtransportert forurensning fra andre deler av verden. En naturlig kilde til kvikksølv er vulkanutbrudd eller utgassing (Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning, 2014). Blant de antropogene kildene er olje- og gassindustrien og metallurgisk industri viktige bidragsytere (Miljødirektoratet, 2014d). I Trondheim var det gamle sykehusforbrenningsanlegget en stor kilde til kvikksølvforurensning. Det har også blitt funnet forhøyede nivåer av kvikksølv i området rundt krematoriene og de store hovedveiene i og utenfor byen (Ottesen & Langedal, 2001).

2.3.9 Nikkel, Ni

Nikkel er et essensielt metall for mange planter og dyr. Hvorvidt det er essensielt for mennesker er enda omdiskutert. Høye doser av nikkel har en godt dokumentert toksisk og kreftfremkallende effekt (Alloway, 2013). Det er klassifisert som kreftfremkallende ved inhalasjon, men ikke gjennom oralt inntak (Ottesen et al., 2007). For høyt opptak av nikkel i kroppen kan føre til luftveisplager, fødselsdefekter, allergiske reaksjoner og hjerteproblemer (Tilset, u.d). Nikkel er ikke kjent for å akkumulere i kroppen, og dermed heller ikke biomagnifisere oppover i næringskjeden.

Det finnes naturlig mye nikkel i berggrunnen. Metallet brukes svært mye i ulike legeringer, blant annet i rustfritt stål, mynter og smykker. Metallet benyttes også i NiCd-batterier, magneter og som grønt fargepigment i glass. Nikkel er en utmerket katalysator for mange reaksjoner, slik at det benyttes mye innenfor industri og forskning. For eksempel benyttes nikkel som katalysator under fettherdingsprosessen (Alloway, 2013; Tilset, u.d).

De største kildene til nikkelforurensning er forbrenning av fossilt brennstoff, utslipp fra avfallsforbrenningsanlegg, nikkelfremstilling og galvanisering. Mesteparten av nikkelet som frigis til atmosfæren vil adsorbere på jordpartikler og bli immobilisert i jorden. Men i sur jord øker mobiliteten til nikkel, og det kan dermed lekke ned til grunnvannet (Wuana & Okieimen, 2011).

2.3.10 Bly, Pb

Bly er et giftig metall, som selv i små konsentrasjoner har vist seg å ha en skadelig effekt på human helse. Bly påvirker utviklingen av sentralnervesystemet hos barn, og kan redusere

utviklingen av kognitive funksjoner. Fostre er spesielt utsatt (Ottesen et al., 2007). Forskning har vist at det er en signifikant negativ relasjon mellom blynivået i blod og barns IQ og konsentrasjonsevne i den sterkt blyforurensede byen Lavrion i Hellas (Maravelias et al., 1989). Mielke og medarbeiderne har også påvist at det er en sammenheng mellom bly i jord og bly i blod (Mielke, 1999; Mielke et al., 2005). Verdens helseorganisasjon (WHO) har, med hensyn på helseeffekter hos barn, satt terskeldosen for bly i blod på 10 µg/dl. Men Mielke et al. (2007) har påvist helseeffekter helt ned i 2 µg/dl. Bly lagres i beinvev og tenner, og dersom blykonsentrasjonen i blodet går ned, kan bly frigjøres fra beinvev til blodet (Ottesen et al., 2007). Bly akkumulerer i fisk og pattedyr (NOU 2010:9, 2010).

I jord er bly relativt immobil og foreligger spesielt sterkt bundet til humus i jordarter med mye organisk materiale. I mineraljord foreligger bly sterkt bundet til jernoksider (Alloway, 2013).

Bly har blitt benyttet i vannrør, keramikk, krystallglass, kabler, batteri, akkumulatorer, fiskeredskaper, bensin, ammunisjon og som fargepigment i maling (Miljødirektoratet, u.d-b; NOU 2010:9, 2010). Det er i dag forbudt å benytte bly i bensin, elektroniske produkter, smykker og leker (Miljødirektoratet, u.d-b). I 2005 ble det innført et totalforbud mot blyhagl, men i februar 2015 ble dette forbudet opphevet for jakt utenfor våtmarker og skytebaner (Bergestuen, 2015).

Utslippene av bly til miljøet har blitt kraftig redusert etter at blyholdig bensin ble utfaset i 1980- årene. I 2010 var den største kilden til bly i miljøet blyholdig ammunisjon. Andre store kilder til bly i miljøet er blåsesand, metallindustri, avfallsforbrenningsanlegg, husmaling og dekkslitasje (Miljødirektoratet, 2014b; NOU 2010:9, 2010). Det har blitt anslått at 80 tonn bly tilføres Norge hvert år via atmosfærisk langtransport (NOU 2010:9, 2010).

2.3.11 Sink, Zn

Sink er et essensielt metall som har en svært viktig biologisk rolle. For eksempel er sink viktig i prosessen hvor CO₂ i blodet bringes til lungene hvor det frigis. Per dags dato kjenner man ikke til noen kronisk sykdom som skyldes høy sinkkonsentrasjon, men akutt sinkforgiftning kan forekomme. Mangel på sink er en større bekymring, da det kan føre til benproblem, manglende sårheling, ufruktbarhet og svekket immunforsvar (Mostad, u.d).

Sink benyttes i legeringer (eks. messing), batteri, gummidekk, kosmetikk og i en rekke medikamenter, som for eksempel lanolin, sinksalve og midler mot fotsopp. Sink benyttes også som korrosjonsbeskyttelse og som fargepigment i maling (Mostad, u.d).

Når sink tilføres jorden vil det hurtig adsorberes på den faste fasen. Deretter starter en aldriingsprosess som langsomt fikserer sinken, slik at den ikke lengre er biotilgjengelig. Denne fikseringen øker med økt pH (Alloway, 2013).

Viktige kilder til utslipp av sink er utslipp fra sinkgruver og smelteverk, utlekking fra galvaniserte strukturer og forbrukerprodukter, dekkslitasje, forbrenning av kull og fossilt brennstoff, kloakk og atmosfærisk langtransport. Naturlige prosesser som vulkanutbrudd, forvitring og skogbranner er også viktige bidragsytere til den totale sinkkonsentrasjonen i jorden (Alloway, 2013).

Av de metallene som studeres i denne oppgaven er sink det minst giftige. Det er likevel viktig å følge med på sinkkonsentrasjonen i miljøet da sink benyttes i store mengder i mange produkter og kan for noen akvatiske organismer være svært giftig (henvist til i Vestbøstad (2014)).

2.4 Tilstandsklasser for forurenset grunn

Statens forurensningstilsyn, nå miljødirektoratet, har utarbeidet tilstandsklasser for forurenset grunn. Tilstandsklassene bygger på en risikovurdering av helse, og gjenspeiler derfor virkningen jordas innhold av miljøgifter har på mennesket. Tilstandsklassene setter grenser for hvilke nivåer av miljøgifter i jord som kan aksepteres ved ulike arealbruk. Jo mer ømfintlig arealbruk, jo mindre konsentrasjoner av miljøgifter kan aksepteres (Hansen & Danielsberg, 2009).

Tilstandsklassene deles inn i klasse 1 til 5, hvor klasse 1 representerer masser som ikke utgjør noen form for risiko for helse eller miljø. Den øvre grensen til klasse 1 styres av normverdien til den aktuelle forbindelsen. Normverdien knyttes til den risikoen stoffet utgjør for helse og miljø, uavhengig av arealbruk. Konsentrasjoner under normverdien utgjør ingen risiko, mens konsentrasjoner over normverdien kan utgjøre en risiko for helse og miljø. Den øvre grensen til klasse 5 styres av grensen for farlig avfall. Mens grenseverdiene for klasse 2-4 bygger på en vurdering av helserisiko ved opphold på området, og er dermed en funksjon av arealbruk (Hansen & Danielsberg, 2009). Tabell 2.4.1 viser en beskrivelse av de ulike tilstandsklassene og hva den øvre grensen styres av.

Tabell 2.4.1: Beskrivelse av tilstandsklassene. Tabellen er hentet fra Hansen og Danielsberg (2009).

Tilstandsklasse	1	2	3	4	5
Beskrivelse av tilstand	Meget god	God	Moderat	Dårlig	Svært dårlig
Øvre grense styres av	Normverdi	Helsebaserte akseptkriterier	Helsebaserte akseptkriterier	Helsebaserte akseptkriterier	Nivå som anses å være farlig avfall

Helserisikoen et kjemisk stoff eller en forbindelse har, er avhengig av eksponeringsgraden og stoffets evne til å utløse helseskade. Eksponeringen varierer med arealbruken på området, da ulike arealbruk innebærer ulike oppholdstid på, og bruk av, eiendommen. Aktuelle eksponeringsveier for kjemiske stoffer i jord er inhalasjon av støv og gass, hudkontakt, oralt inntak av jord og indirekte inntak via drikkevann, fisk fra forurenset vann og grønnsaker

dyrket i forurenset jord (Hansen & Danielsberg, 2009). I stoffets evne til å utløse helseskade inngår også bindingsform og biotilgjengelighet. Et metall kan foreligge i store konsentrasjoner i en prøve, uten at det nødvendigvis representerer en toksisk fare (Alloway, 2013).

Miljødirektoratets tilstandsklasser omfatter en rekke uorganiske og organiske forbindelser. Tabell 2.4.2 viser tilstandsklassene for As, Pb, Cd, Cu, Zn, Cr og Ni. I Trondheim aksepteres et høyere innhold av krom og nikkel i ren jord enn Miljødirektoratets normverdier. Grenseverdiene for klasse 1 for krom og nikkel i Trondheim representerer naturlig bakgrunnsnivå (Miljøenheten Trondheim kommune, 2014).

Tabell 2.4.2: Tilstandsklasser for relevante grunnstoff. Konsentrasjonene er angitt i mg/kg TS. Tabellen er hentet fra Hansen og Danielsberg (2009).

Tilstandsklasse/ stoff	1 Meget god	2 God	3 Moderat	4 Dårlig	5 Svært dårlig
Arsen	< 8	8-20	20-50	50-600	600-1000
Bly	< 60	60-100	100-300	300-700	700-2500
Kadmium	< 1,5	1,5-10	10-15	15-30	30-1000
Kobber	< 100	100-200	200-1000	1000-8500	8500-25000
Sink	< 200	200-500	500-1000	1000-5000	5000-25000
Krom (III)	< 50*	50-200	200-500	500-2800	2800-25000
Krom (VI)	< 2	2-5	5-20	20-80	80-1000
Nikkel	< 60**	60-135	135-200	200-1200	1200-2500

* I Trondheim: Cr (totalt) 100 mg/kg

** I Trondheim: 75 mg/kg

Ofte ser man at forurenset jord inneholder flere ulike miljøgifter. Selv om konsentrasjonen til de ulike enkeltforbindelsene ligger under nivået for farlig avfall, hender det at kombinasjonen av de ulike miljøgiftene gjør at forurensningsnivået i grunnen likevel må anses som farlig avfall. Dette kommer av forbindelsenes additive effekt (Hansen & Danielsberg, 2009).

Tilstandsklassene er et hjelpemiddel i arbeidet med å kartlegge forurensningsgraden for et område, og de gjør det mulig å kunne sammenligne flere områder etter de samme kriteriene. I tillegg til å kartlegge grunnen, må også risiko for spredning til nærliggende resipienter vurderes for å få et fullstendig bilde av forurensningsrisikoen. Ved høy grad av forurensning (klasse 4 og 5), regnes spredningsrisikoen for å være høy. Da må det utføres en

risikovurdering med hensyn på spredning for å vurdere om denne er akseptabel (Hansen & Danielsberg, 2009).

Behovet for, og graden av, opprydning er avhengig av den planlagte arealbruken til lokaliteten. For mer følsom arealbruk, som for eksempel skole og boliger, aksepteres mindre forurensing enn for industriområder. Som hovedregel skal ikke masser klassifisert som farlig avfall ligge igjen i grunnen etter graving og/eller opprydding, men deponeres på godkjent mottak for farlig avfall. Et unntak er dersom det er økonomisk eller teknisk umulig å fjerne massene. Det kan være når massene ligger på så stort dyp at det er stor risiko forbundet med å grave opp massene. Tabell 2.4.3 viser sammenhengen mellom tilstandsklassene og planlagt arealbruk for ulike dyp. Tilstandsklassene dekker ikke krav til matjord, skog, friluftsområder, fritidsbebyggelse og verneområder (Hansen & Danielsberg, 2009).

Tabell 2.4.3: Sammenheng mellom tilstandsklasser og arealbruk. Basert på Hansen og Danielsberg (2009).

Planlagt arealbruk	Tilstandsklasse i toppjord (< 1m)	Tilstandsklasse i dypereliggende jord (> 1m)
Boligområde, barnehage, skoler, lekeplasser, park, idrettsanlegg (ikke skytebane, motorsportanlegg og skiløypetrase)	Tilstandsklasse 2 eller lavere	Tilstandsklasse 3 eller lavere.
Sentrumsområder, kjøpesenter, kontorer og forretninger	Tilstandsklasse 3 eller lavere	Tilstandsklasse 3 eller lavere. Tilstandsklasse 4 kan aksepteres med risikovurdering*. Tilstandsklasse 5 kan aksepteres med risikovurdering**.
Industri og trafikkareal	Tilstandsklasse 3 eller lavere. Tilstandsklasse 4 kan aksepteres med risikovurdering*.	Tilstandsklasse 3 eller lavere. Tilstandsklasse 4 kan aksepteres med risikovurdering*. Tilstandsklasse 5 kan aksepteres med risikovurdering**.

* kan aksepteres dersom risikovurdering med hensyn på spredning kan dokumentere at risikoen er akseptabel.

** kan aksepteres dersom risikovurdering med hensyn på helse og spredning kan dokumentere at risikoen er akseptabel.

2.5 Metoder og instrumenter for prøvepreparering og analyser

I dette avsnittet beskrives anbefalinger gitt av Miljødirektoratet og kjente internasjonale standarder med hensyn på prøvetaking av jordprøver fra forurenset grunn, metoder for opparbeiding og analyse av jordprøver.

2.5.1 Prøvetaking

Tilstandsklassene for et område bestemmes ved å analysere jordprøver. Som regel er forurensningen ujevnt fordelt, slik at målet med en grunnundersøkelse blir å kartlegge hvilke tilstandsklasser som er tilstede på lokaliteten. Miljødirektoratet har satt et minimumskrav til antall prøver som er nødvendig for å avdekke mest mulig av forurensningen i det øverste jordlaget (< 1 m). De har fokusert på den øverste meteren i jordlaget, da dette er en sone for dyrking, graving og utskifting av masser. Dermed er det også dette jordlaget som har mest å si i forhold til eksponering av mennesket. Antallet prøver avhenger av størrelsen til området som skal kartlegges, planlagt arealbruk og om det foreligger mistanke om at grunnen er forurenset eller ikke. Kravet er høyere for følsom arealbruk og ved mistanke om forurensning (Hansen & Danielsberg, 2009).

Prøvetakingen skal foregå ved enkeltprøvetaking og prøvene skal være representative for lokaliteten (Hansen & Danielsberg, 2009). Blandprøver er en kombinasjon av to eller flere delprøver, som enten har blitt kombinert ute i felt eller på laboratoriet (Standard Norge, 2006). Blandprøver kan benyttes dersom man har mistanke om at lokaliteten er lite forurenset og at forurensningen er jevnt fordelt. Blandprøver er ikke egnet til å avgrense forurensning, da de har en tendens til å skjule høye konsentrasjoner ved fortykning, og bør derfor ikke benyttes på lokaliteter med punktkilder (Hansen & Danielsberg, 2009; Ottesen et al., 2008). Ved punktkilder med kjent lokalisering, bør de fleste prøvepunktene konsentreres rundt kilden (Hansen & Danielsberg, 2009).

Standarden NS-ISO 10381-5, kap.7.4 og 7.5, forteller hvordan prøvetakingen bør foregå. Ideelt sett bør det tas prøver fra de jordlagene som er forventet å være forurenset. Prøvene bør hentes fra et avgrenset dybdesjikt som helst er begrenset til et masselag. Og prøvetakingen bør foregå slik at ethvert lag av spesiell interesse er representert (Standard Norge, 2006).

2.5.2 Tørking

ISO 11464 beskriver ulike måter å opparbeide prøvene på. For at prøven skal kunne homogeniseres i apparat, jf neste avsnitt, må prøvene tørkes først (Retsch, u.d). Tørking kan

skje ved 3 ulike måter; lufttørking ved romtemperatur, tørking i tørkeskap ved temperatur < 40 °C eller frysetørking (International Organization for Standardization, 2006).

2.5.3 Homogenisering med Retsch kuttemølle SM 100

Kuttemøllen SM 100 knuser, sikter og homogeniserer prøvematerialet ved hjelp av kutte- og skjæreeffekter. Prøvematerialet mates inn i kuttemøllen via trakten i toppen. Videre føres materialet inn i malerommet hvor rotoren fordeler materialet mellom knivene og kuttelistene. Når prøvematerialet oppnår en finhet som er mindre enn åpningen i bunnsikten, overføres materialet til oppsamlingsbeholderen i bunnen. Kuttemøllen kommer med flere ulike bunnsikter, som gjør at man enkelt kan velge hvilken sluttfinhet man ønsker på prøvematerialet (0,25-20 mm). Kuttemøllen egner seg godt til knusing/maling av bløte, middels harde, elastiske og fibrøse materialer (Retsch, u.d).

2.5.4 Syreoppslutninger

Da ICP-MS instrumentet som benyttes i denne oppgaven ikke har laser, må jordprøvene dekomponeres før analyseringen kan finne sted. Som nevnt i avsnitt 2.3.1, regnes dekomponering med flussyre som en total metode, da flussyre løser opp silikater, slik som kvarts. Dermed vill den totale metallkonsentrasjonen i prøven bli frigitt og kan så bestemmes ved analyse på for eksempel ICP-MS.

Det finnes mange ulike pseudototale syreoppslutninger. Felles for disse er at de ikke løser primære silikater. Men metaller assosiert med de fleste andre komponentene som finnes i jord vil bli frigitt og kan så bestemmes ved analyse på for eksempel ICP-MS. Eksempler på pseudototale oppslutningsmetoder som benyttes ved ulike laboratorier er konsentrert salpetersyre, kongevann ($3\text{HCl} + \text{HNO}_3$) og konsentrert salpetersyre med hydrogenperoksid (Alloway, 2013; Jensen, 2014; Nowicka, 2014; Telstad, 2014)

2.5.5 UltraClave

I denne oppgaven ble det benyttet UltraClave til dekomponering av jordprøvene. UltraClave-instrumentet benytter høyt trykk kombinert med mikrobølgeoppvarming for å fremskynde dekomponeringen av jordprøvene. Det lukkede systemet og høye trykket gjør at man kan varme opp prøvene til 250 °C. Metoden er rask og effektiv, og regnes som godt egnet til oppslutning av prøver til sporelementanalyse. En fordel med metoden er at prøvene som skal dekomponeres ikke trenger å ha samme matriks (Milestone, 2008). En annen fordel med metoden er at den foregår i et lukket system, slik at flyktig komponenter bevares i prøven (Mathur et al., 2005; Milestone, 2008).

Prøver som skal dekomponeres veies inn i teflonrør, ønsket syre tilsettes og rørene plasseres i en karusell. Karusellen plasseres så inn i reaksjonskammeret til UltraClaven. Når programmet starter forsegles kammeret og en inert gass setter kammeret under trykk. Mikrobølger benyttes til å varme opp prøven etter et forhåndsdefinert temperaturprogram. Når programmet er ferdig, senkes trykket og prøvene avkjøles før de kan tas ut av instrumentet (Milestone, 2008).

2.5.6 ICP-MS

ICP-MS, induktivt koblet plasma masse spektrometer, er en sekvensiell analysemetode som benyttes til elementbestemmelse og sporanalyse. Omtrent 75 grunnstoffer og 300 isotoper kan bestemmes, i tillegg til isotopforholdet. Deteksjonsgrensen er avhengig av grunnstoff og prøvetype, og varierer fra ppb-nivå til ppq-nivå (Skoog et al., 2004). På grunn av den lave deteksjonsgrensen og analyseteknikkens effektivitet er ICP-MS mye brukt til analyse av jordprøver (Alloway, 2013; PerkinElmer Inc, 2004).

Prøvene introduseres i plasmaet som en aerosol, enten ved at en laser konverterer fast stoff til en aerosol eller at væske føres inn via en spraydannerenhet. Plasmaet er høytemperert (6000-8000 °C) og atomiserer og ioniserer prøven. Ionene som dannes er typisk positivt ladet, slik at elementer som danner negative ioner (Cl, I, F) er normalt vanskelig å bestemme. Ionene føres videre inn i massespektrometret hvor de separeres etter masse-ladningsforholdet. I HR-ICP-MS benyttes et høyt oppløselig massespektrometer som reduserer interferenser som skyldes masseoverlapp. Dette skjer ved å bruke både en magnetisk og en elektrisk sektor til å separere og fokusere ionene. Ionene fokuseres deretter inn mot en detektor som overfører antall ioner som treffer detektoren til et elektrisk målbart signal (PerkinElmer Inc, 2004). Jo lavere oppløsning som benyttes, jo høyere sensitivitet og lavere deteksjonsgrenser har metoden. For enkle prøvematrikser benyttes derfor ofte lav oppløsning. For mer komplekse matrikser må man derimot bruke høy oppløsning for å unngå overlappende topper i spektret, selv om dette går på bekostning av sensitiviteten. I denne oppgaven benyttes et HR-ICP-MS instrument med tre faste oppløsninger; 300, 4000 og 10 000 (Thermo Electron Corporation, 2004).

Ved å koble ICP-MS til en væskekromatograf (HPLC-ICP-MS) kan man få informasjon om metallenes spesiering, som er viktig om man ønsker å se på toksisiteten og reaktiviteten til metallene i prøven (Wibetoe, 2009).

Mulig feilkilder for ICP-MS kan deles opp i tre kategorier: spektroskopiske interferenser, matriks interferenser og daglig drift. Spektroskopiske interferenser skjer når for eksempel

argon i plasmaet danner oksidforbindelser med sammen masse- ladningsforhold som analyttonet. Ved å benytte et høyttopløselig massespektrometer kan mange av disse interferensene elimineres. Matrikseffekter blir synlige ved konsentrasjoner større enn 500-1000 µg/mL. Disse effektene påvirker analyttsignalet. Ved å fortynne prøven, endre introduksjonsmetode eller separere spesiene i prøven, kan disse effektene minimaliseres (Cheatham et al., 1993; Skoog et al., 2004). Driftavvik kommer når instrumentresponsen endres over en tid og instrumentet blir ustabil. Ved å vedlikeholde og kalibrere instrumentet ofte minimaliseres disse feilkildene (Cheatham et al., 1993).

Det er mange fordeler ved ICP-MS som gjør at denne analysemetoden er godt egnet til sporanalyser og elementbestemmelse. For det første kan metoden håndtere både enkle og komplekse matrikser med minimalt med matrikseffekter, fordi matrikseffekter knyttet til prøven forsvinner når prøven atomiseres og ioniseres. Da massespektrometret skiller ionene etter masse-ladningsforholdet, muliggjøre dette for isotopbestemmelse. Selv om det er en sekvensiell metode, så skjer deteksjonen så hurtig slik at den kan oppfattes som en simultandeteksjon. Den største fordelen med analyseteknikken er at den er nesten fri for interferenser og har lav deteksjonsgrense (PerkinElmer Inc, 2004).

En alternativ metode for å bestemme konsentrasjonen av metallene i prøven er flamme atomabsorpsjons spektroskopi (flamme-AAS). Flamme-AAS er en spesifikk og følsom analyseteknikk som er basert på at grunnstoffer i atomær tilstand absorberer elektromagnetisk stråling (Skoog et al., 2004). Prøven føres inn i en flamme hvor den atomiseres. Deretter beståles prøven med elektromagnetisk stråling som er karakteristisk for det metallet som det skal analyseres på (Skoog et al., 2004). Det er også utviklet en egen metode for analyse av kvikksølv på AAS. Fordel med denne analyseteknikken er at den rimelig, rask og enkel å gjennomføre. Men metoden er tidkrevende dersom man skal analysere på mange metaller, da man kun kan analysere på ett metall om gangen. I tillegg er deteksjonsgrensene høyere for flamme AAS enn for ICP-MS (Mester, 2006).

En annen metode som også kan benyttes til å bestemme metaller i jordprøver er røntgen fluorescens (XRF) (Hlavay et al., 2004). Det er en ikke- destruktiv metode som går ut på å bestråle prøven med røntgenstråler og måle strålingen som sendes ut når eksiterte elektroner faller tilbake til grunntilstand (Alloway, 2013). Ved hjelp av en bærbar laser kan man gjennomføre en hurtig screening av metallkonsentrasjonene i overflatejord for en lokalitet (Hlavay et al., 2004). Screeningen kan deretter benyttes til å velge ut prøver som skal

analyseres på laboratoriet med mer følsomme teknikker, da deteksjonsgrensen for bærbare XRF apparater er relativt høye (Alloway, 2013). Med en spade graver man bort gress og annet dekke som ligger over toppjorden og presser jorden sammen. Målinger utføres ved å holde apparatet mot jorden. Dataene lagres direkte på apparatet og kan lastes ned på en PC i etterkant (Carr et al., 2008).

2.5.7 Tørrstoff og glødetap

Tørrstofffraksjonen er den delen av prøven som er igjen etter tørking til konstant vekt ved 105 °C. En måte å finne tørrstofffraksjonen på er å veie inn en del av prøven i en smeltedigel, for så å tørke den i tørkeskap natten over. En tørketid på 16 timer er tilstrekkelig for jordprøver. Ved å veie digelen før og etter tørking kan man finne tørrstoff fraksjonen i prosent ut fra

$$\text{likning } TS_{\%} = \frac{m_3 - m_1}{m_2} \cdot 100\%$$

2.1 (Standard Norge, 2012a).

$$TS_{\%} = \frac{m_3 - m_1}{m_2} \cdot 100\% \quad (2.1)$$

Hvor m_1 er massen til digelen gitt i gram, m_2 er massen til innveid jordprøven før tørking gitt i gram og m_3 er massen til digelen med den tørkede prøven gitt i gram.

Etter å ha tørket prøven som beskrevet ovenfor, kan man finne glødetapet. Glødetapet bestemmes ved å gløde prøven 550 °C, til konstant vekt. Differansen mellom prøvens masse før og etter gløding brukes til å kalkulere glødetapet, se likning 2.2. (Standard Norge, 2012b).

$$\text{Glødetap}(\%) = \frac{m_3 - m_4}{m_3 - m_1} \cdot 100\% \quad (2.2)$$

Hvor m_1 er massen til digelen gitt i gram, m_3 er massen til digelen med den tørkede prøven gitt i gram og m_4 er massen til digelen med den glødete prøven, gitt i gram.

2.6 Statistikk

I dette avsnittet presenteres standardavvik og t-test. Standardavvik er en mye brukt metode for å studere spredningen i et datasett. Mens t-tester kan benyttes til å detektere outliers og undersøke om det er en signifikant forskjell mellom to normalfordelte datasett.

2.6.1 Standardavvik

Standardavvik er et mål for spredningen i datasettet. Det sier noe om hvor langt de enkelte verdiene i gjennomsnitt ligger fra gjennomsnittsverdien til datasettet. Med andre ord gir det oss muligheten til å se hva som ligger bak gjennomsnittsverdien, da et gjennomsnittstall kan skjule store variasjoner i dataene. Et lavt standardavvik viser at det er liten spredning i datasettet (Adams & Essex, 2010).

Standardavviket er kvadratroten av variansen til datasettet, og for et utvalg beregnes standardavviket som vist i likning 2.3 (Skoog et al., 2004):

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (2.3)$$

Hvor x_i er prøve nr. i , \bar{x} er gjennomsnittet og n er antall prøver i utvalget.

Det relative standardavviket (RSD) gir ofte et bedre bilde på datakvaliteten enn det absolutte standardavviket. RSD oppgis gjerne i prosent, for utregning se likning 2.4 (Skoog et al., 2004).

$$RSD_{\%} = \frac{S_x}{\bar{x}} \times 100\% \quad (2.4)$$

2.6.2 T-test

For å bestemme om forskjellen i gjennomsnittet til to datasett er reelle eller skyldes tilfeldige feil, eller om to analytiske metoder gir de samme verdiene, kan man utføre en t-test på datasettene. For å illustrere kan datasett 1 ha N_1 replikater med gjennomsnitt \bar{x}_1 og datasett 2 har N_2 replikater med gjennomsnitt \bar{x}_2 . Nullhypotesen settes til å være at gjennomsnittet til de to datasettene er like ($H_0: \mu_1 = \mu_2$). Den alternative hypotesen settes til å være $H_a: \mu_1 \neq \mu_2$. Om dataene har blitt samlet inn på samme måte, prøvenes komposisjon er den samme, prøvene har blitt analysert på den samme måten og har de samme kildene til tilfeldige feil, kan man anta at standardavviket til begge datasettene er likt. T- verdien beregnes ut fra likning 2.5 (Skoog et al., 2004).

$$t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{s_{pooled} \sqrt{\frac{N_1 + N_2}{N_1 N_2}}} \quad (2.5)$$

Hvor s_{pooled} er vektet gjennomsnitt av de individuelle estimatene, gitt ved likning 2.6 (Skoog et al., 2004).

$$s_{pooled} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{N_1} (x_i - \bar{x}_1)^2 + \sum_{j=1}^{N_2} (x_j - \bar{x}_2)^2}{N_1 + N_2 - 2}} \quad (2.6)$$

Hvor $N_1 + N_2 - 2$ er antall frihetsgrader.

T-verdien sammenlignes så med den kritiske verdien for t for det ønskede konfidensnivået. Dersom $|t| < t_{kritisk}$ aksepteres nullhypotesen og det er ingen signifikant forskjell mellom gjennomsnittsverdiene. Dersom $|t| > t_{kritisk}$ ansees nullhypotesen for å være tvilsom og forskjellen er signifikant. T- testen gir også en p-verdi. Denne forteller noe om sannsynligheten for at forskjellen mellom de to datasettene skyldes tilfeldigheter dersom nullhypotesen er sann. Jo mindre p-verdi, jo sikrer kan man være på at forskjellen ikke skyldes tilfeldigheter. Paret t-test benyttes når de to datasettene kommer fra det samme utvalget. Når datasettene kommer fra forskjellige utvalg, må man benytte en uparet t-test (Skoog et al., 2004).

Et konfidensintervall er et intervall rundt \bar{x} som med stor sannsynlighet inneholder den sanne verdien μ (populasjonens gjennomsnitt). Konfidensnivåene representerer sannsynligheten i prosent for at man skal finne den sanne verdien innenfor et gitt intervall. Dersom man velger å bruke 95 % konfidens (eller 5 % signifikans) og $|t| > t_{kritisk}$ for det valgte konfidensnivået, betyr det at det er 95 % sjanse for at datasettene er forskjellige. Man sier da at det er en signifikant forskjell og nullhypotesen forkastes (Skoog et al., 2004).

Grubbs t-test for outliers kan benyttes til å sjekke om et normalfordelt datasett har outliers. I en ensidig t-test tester man enten datasettets minimumsverdi eller maksimumsverdi, se likning 2.7, for så å sammenligne t-verdien med t-kritisk. Dersom $|t| < t_{kritisk}$ regnes verdien som en outlier (Grubbs, 1969).

$$t = \frac{|x_i - \bar{x}|}{s} \quad (2.7)$$

Hvor x_i er verdien som skal testes, \bar{x} er gjennomsnittet av datasettet og S er standardavviket.

3 Lokalitet

Bakgrunnen for at den aktuelle lokaliteten ble valgt er at det tidligere har blitt utført to miljøtekniske undersøkelser av Multiconsult AS på området. Undersøkelsene har vist at tomten er sterkt forurenset og at det er behov for opprydning. Dette gjør at tomten er spesielt godt egnet til å gjennomføre en studie av ulike prøvetakingsmetodikker, da man med stor sannsynlighet vil finne ulike tilstandsklasser på området. Det vil ikke bli utført noen sammenligning av resultater fra de tidligere undersøkelsene med resultater funnet i denne oppgaven, da denne oppgaven ikke er en kartleggingsoppgave men en studie av prøvetakingsmetodikk.

Informasjon om lokaliteten og tidligere undersøkelser har blitt gjort tilgjengelig av Multiconsult AS

3.1 Områdebeskrivelse

Området er regulert til næringsvirksomhet og fremstår i dag som et verksted med to bygg og med lagring av diverse kjøretøy, gamle bilvrak, containere, tanker og annet avfall. Tomten er relativt flat og på deler av den er det støpt en betongplate. I dag er det mest aktivitet i området på og rundt denne betongplaten. Arealer som ikke er aktivt benyttet er bevokst med løvskog.

3.2 Historikk

På tomten har det tidligere blitt drevet med sagbruk-, skraphandler- og bilopphuggervirksomhet. Biler og olje har blitt brent og hvitevarer har blitt presset på området. Vest for betongplaten har det blitt gravd ned en del jernskrap for oppfylling av tomten. Og på slutten av 70-tallet ble store deler av tomten begravd i sand og grus da deler av grustaket oppstrøms for tomten raste ut.

3.3 Tidligere undersøkelser

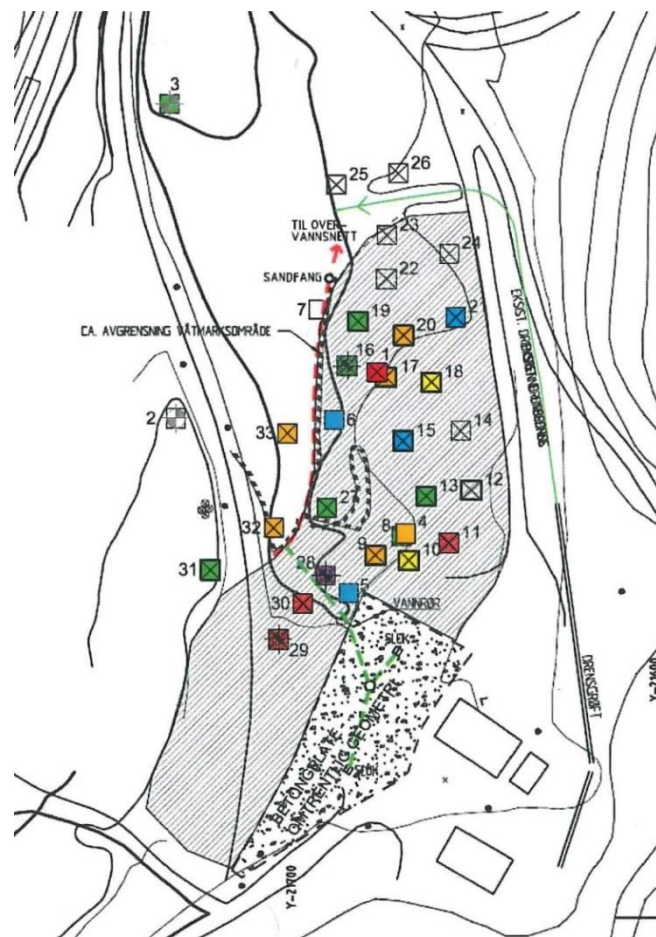
Som nevnt tidligere har tomten blitt kartlagt to ganger av Multiconsult AS. I den første undersøkelsen ble det gravd 7 prøvegroper, konsentrert i området hvor hvitevarer ble lagret og presset, samt der hvor brenning av biler foregikk. I tre av prøvegroperne ble det også satt ned grunnvannsbrønner.

I den andre undersøkelsen ble det gravd 23 nye prøvegroper. Prøvegropene ble gravd med gravemaskin, ned til naturlig grunn, omtrent 1-2,5 m under terrengnivå. I tillegg ble det også tatt prøver fra våtmarksområdet ved hjelp av håndgraving (øvre 10 cm) og det ble satt ned

grunnvannsbrønner i 3 av prøvepunktene. Totalt 20 jordprøver ble analysert for tungmetaller (As, Pb, Cd, Cu, Cr, Hg, Ni, Zn), olje, PAH og PCB. Prøver fra sjakter som inneholdt lite metallskrap ble ikke analysert.

De tidligere miljøtekniske undersøkelsene av området har vist at naturlig grunn på området er torv/myr med underliggende sand/grus. Men at området har blitt fylt opp med sagmugg, grus, sand, skrapmetall og annet skrot, hvor oppfyllingshøyden var på 0,5-2,5 m,

Undersøkelsene påviste jordforurensning i tilstandsklasse 1-5, samt farlig avfall. Hovedforurensningene på området er tungmetaller, PCB og oljeforbindelser. Figur 3.3.1 viser et kart over området med prøvegroper fra tidligere undersøkelser tegnet inn. Prøvegropene er fargelagt i henhold til Miljødirektoratets tilstandsklasser for forurenset grunn. Fargen på kartet gjenspeiler den høyeste påviste tilstandsklassen for hver sjakt, og da inngår også oljeforbindelser og PCB.



Figur 3.3.1: Resultater fra tidligere grunnundersøkelser av området. Figur: Multiconsult AS.

4 Eksperimentelt

Første del av kapitlet tar for seg feltarbeidet. Det vil gi gitt en beskrivelse av hvordan selve prøvetakingen ble gjennomført. Og de fire prøvesjaktene vil bli beskrevet ved hjelp av bilder og massebeskrivelser. Deretter beskrives prøveprepareringen, syreopplutningen og analysen av prøvene.

Prøvene ble samlet inn 16.oktober 2014. De ble oppbevart i plastposer på laboratoriet frem til de ble tørket og homogenisert i november. Dekomponering i ultraclave ble utført i månedsskiftet november/desember. I desember 2014 ble tørrstoff og glødetap bestemt. Til slutt ble prøvene analysert på ICP-MS i månedsskiftet desember/januar. For en fullstendig utstyrliste, se Vedlegg A: Instrumenter, kjemikalier og utstyr benyttet ved feltarbeid og laboratoriearbeid.

4.1 Feltarbeid

Dette avsnittet beskriver prøvetakingen, hvilke prøver som ble tatt og hvordan. Videre vil også de 4 prøvepunktene bli presentert, med beskrivelse og observasjoner.

4.1.1 Prøvetaking

Av hensyn til egen sikkerhet ble det benyttet vernesko, arbeidstøy, hjelm og hansker under selve prøvetakingen.

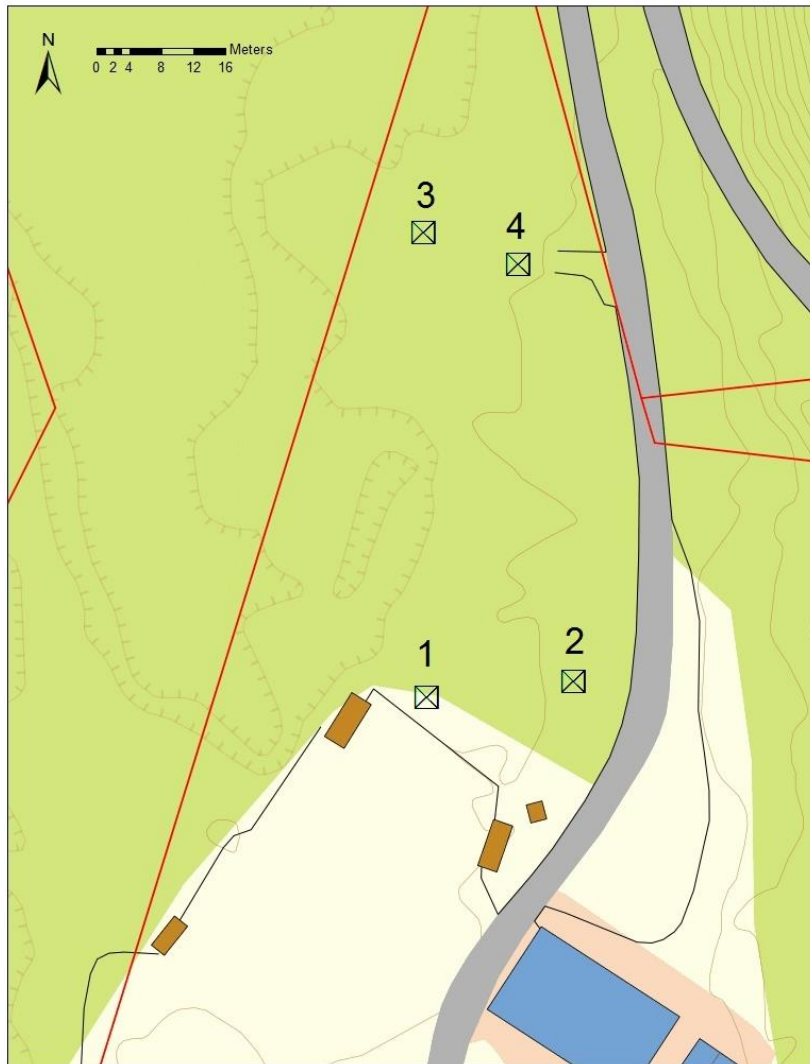
En gravemaskin ble brukt til å grave 4 sjakter med en omtrentlig størrelse på 1x1,5 m. Planlagt dybde for sjaktene var 3 m, da det tidligere har blitt påvist naturlige masser omtrent 2,5 meter under terreng, men på grunn av ulike fysiske hindringer, varierte dybden på sjaktene fra 1,5-2,5m. For videre utdypning, se avsnitt 0- 0.

I hver sjakt ble følgende prøveserier tatt ut:

1. En prøve fra hvert masselag.
2. En prøve for hver halvmeter.
3. En prøve for hver meter.
4. Hel profil

Prøvene ble tatt ved å ta uttak fra sjaktens vegger. For hver prøve ble det foretatt 6-8 spadestikk, hvor spadestikkene ble jevnt fordelt utover hele det aktuelle laget for å få en så representativ prøve som mulig. Før hver prøvetaking, ble spaden stukket et par ganger i jorden i det aktuelle laget. Dette for å fjerne eventuell jord fra tidligere prøver. Prøvene ble

samlet i hver sin markerte plastpose og lukket med knyting. For sjakt 1 og 2 ble det også tatt duplikater for prøveserie 2. For hver sjakt ble det gjort observasjoner med hensyn på lagenes tykkelse, hvilke masser som var til stede og om massene hadde karakteristisk farge eller lukt. Figur 4.1.1 viser et kart over lokaliteten, hvor de fire prøvesjaktene er tegnet inn.



Figur 4.1.1: Kart over lokaliteten, hvor de fire prøvesjaktene er tegnet inn. Kartet er laget i ArcMap.

4.1.2 Prøvepunkt 1

Den første sjakten ble gravd like i skogkanten nord for betongplaten. Figur 4.1.2 viser området rundt sjakt 1. Da bildet ble tatt hadde gravemaskinen akkurat startet arbeidet med å grave sjakten. Toppdekket bestod hovedsakelig av gress, strå og grus.



Figur 4.1.2: Sjakt 1 ble gravd i skogkanten, nord for betongplaten. Foto: privat.

Massene i sjakten bestod hovedsakelig av sand, grus og skrot. Under gravingen ble det avdekket store mengder med skrapmetall og bildekk, se Figur 4.1.3. Alt skrotet i sjakten gjorde at det var vanskelig å få gravd en god sjakt med fine vegger.



Figur 4.1.3: Et blikk ned i sjakt 1. Massene i sjakten besto hovedsakelig av sand, grus og skrot. Foto: privat.

Figur 4.1.4 viser noe av massene som ble gravd opp av sjakten. Her ser man en del skrapmetall og bildekk.



Figur 4.1.4: Massene som ble gravd opp innehold en del skrapmetall og gamle bildekk. Foto: privat.

Det var vanskelig å skille mellom de ulike masselagene i sjakten da det stort sett var grus, sand og skrot. Inndelingen i lag ble gjort etter massetype og farge på massene. I sjakt 1 ble det observert 4 ulike masselag. Det øverste laget (0-0,2 m) besto av organisk materiale i ulike former (gress, planter, røtter og nedbrutt materiale), sand og grus. Lag nr. 2 (0,2-0,3m) var brunfarget og besto av nedbrutt organisk materiale, grus og sand. I dette laget ble det også observert tykke, svartfargede striper i massene. Lag nr.3 (0,3-1,0 m) besto av brun sand, grus, bildekk og skrapmetall. I dette laget ble det observert større områder hvor massene var farget oransje. Det siste laget (1,0-1,5m) besto av mørkebrun sand og grus med en svak lukt av olje.

Tabell 4.1.1 viser hvilke prøveserier som ble hentet ut fra sjakt 1. Som tidligere nevnt, ble det tatt ut duplikater for halvmetersprøvene.

Tabell 4.1.1: Oversikt over hvilke prøver som ble tatt ut av sjakt 1 og deres massebeskrivelse

Prøveserie	Dybde (m)	Prøve Nr.	Kommentar	Massebeskrivelse fra felt
Lag	0-0,2	1		Jord, grus, organisk materiale
	0,2-0,3	2		Jord, grus, brun sand, svarte striper, org. materiale
	0,3-1,0	3		Brun sand, grus, rust, bildekk, metallskrot
	1,0-1,5	4		Mørkebrun sand/grus, svak oljelukt, metallplate
Profil	0-1,5	5		Sand, grus, jord, rust
Meter	0-1	6		Brun sand, grus, noe rust, svarte striper.
Halvmeter	0-0,5	7	Duplikat 1	Sand, jord, grus, sorte striper
	0-0,5	8	Duplikat 2	
	0,5-1	9	Duplikat 1	Sand, grus, rustlag
	0,5-1	10	Duplikat 2	
	1-1,5	11	Duplikat 1	Mørkebrun sand/grus, svak oljelukt, metallplate
	1-1,5	12	Duplikat 2	

Sjakt 1 ble bare 1,5 m dyp da det i bunnen av sjakten lå en stor metallplate som hindret videre graving. Figur 4.1.5 viser et bilde av sjakten sett fra en annen vinkel. Nederst i bildet ser man deler av toppdekket, som besto av gress og grus. I sjaktens bakvegg kan man se relativt store områder med oransje farge på massene.



Figur 4.1.5: Blikk ned i sjakt 1, sett fra en annen vinkel. I Sjakten bakvegg kan man se større områder med oransjefargede masser. Foto: privat.

4.1.3 Prøvepunkt 2

Sjakt 2 ble gravd i skogkanten like ved veien og biloppstillingsplassen nord for betongplaten. Også her besto toppdekket av en blanding av gress og grus, se Figur 4.1.6. Før gravingen ble det observert oljesøl på bakken.



Figur 4.1.6: Sjakt 2 ble gravd i skogkanten like ved veien og biloppstillingsplassen. Foto: privat.

Sjakten hadde 5 ulike masselag, hvor inndelingen var mye tydeligere enn ved sjakt 1, se Figur 4.1.7. Det første laget (0-0,1m) besto av nedbrutt organisk materiale, sand og grus. Lag nr. 2 (0,1-0,4m) besto hovedsakelig av grå sand og grus, og inneholdt en del skrapmetall. I lag 3 var sanden mørke grå og hard. Her ble det funnet en del skrapmetall og glasskår. Massene hadde også en karakteristisk lukt av olje. Lag nr. 4 (1,3-1,4m) besto av svartfarget sagflis med en kraftig oljelukt. Også det siste laget (1,4-2,0) besto av sagflis med sterk lukt av olje. Da sjakten først ble gravd hadde sagflisa i det nederste laget en lys brun farge, men med en gang den kom i kontakt med luften begynte den å endre farge til mørkebrun. Det luktet sterkt av olje i fra sjakten.



Figur 4.1.7: Et blikk ned i sjakt 2. De ulike masselagene har en tydelig inndeling. Foto: privat.

Figur 4.1.8 viser massene som ble gravd opp fra sjakten. På bildet kommer det frem at det er stor variasjon i fargene på massene, fra brun til grå og svart. Man ser også at det har blitt gravd frem noe skrapmetall. Gravemaskinen fikk ikke til å grave dypere enn omtrent 2 meter med skopa den benyttet.



Figur 4.1.8: Oppgravde masser fra sjakt 2. Foto: privat.

Tabell 4.1.2 viser hvilke prøver som ble hentet ut fra sjakten og deres massebeskrivelse. For halvmetersprøvene ble det tatt ut duplikatprøver.

Tabell 4.1.2: Oversikt over hvilke prøver som ble tatt ut av sjakt 2 og deres massebeskrivelse

Serie	Dybde (m)	Prøve nr.	Kommentar	Massebeskrivelse fra felt
Lag	0-0,1	13		Sandig jord, grus, røtter.
	0,1-0,4	14		Grå sand, grus, skrapmetall
	0,4-1,3	15		M.grå, sand/grus, glasskår, oljelukt, skrapmetall
	1,3-1,4	16		Svart sagflis, kraftig oljelukt
	1,4-2	17		Sagflis: fargeendring l.brun-> m.brun, oljelukt
Profil	0-2,0	18		Jord, sand, sagflis, glass, olje.
Meter	0-1	19		Grå sand, m.grå/sort sand, sagflis, oljelukt, glass.
	1- 2	20		Sagflis, oljelukt.
Halvmeter	0-0,5	21	Duplikat 1	Sand, grus
	0-0,5	22	Duplikat 2	
	0,5-1	23	Duplikat 1	Grå og m.grå sand, oljelukt, glass.
	0,5-1	24	Duplikat 2	
	1-1,5	25	Duplikat 1	seig/klumpete jord og sagflis, oljelukt.
	1-1,5	26	Duplikat 2	
	1,5-2	27	Duplikat 1	brun/svart sagflis med kraftig oljelukt.
	1,5-2	28	Duplikat 2	

4.1.4 Prøvepunkt 3

Omtrent midt på veien som førte inn til betongplata var det en lysning i skogkanten. Denne åpningen var akkurat stor nok til at gravemaskinen kunne kjøre inn i skogen. Sjakt 3 ble gravd så langt inn i skogen som gravemaskinen kom til. Figur 4.1.9 viser et oversiktsbilde over området hvor sjakt 3 ble gravd, etter at sjakten var ferdig gravd. Det var dårlig med plass til å legge i fra seg massene, slik at når graveren hadde nådd 2 meter, hadde han ikke mer plass å legge i fra seg massene på. I tillegg var det vanskelig å komme dypere med skopa, så gravingen ble avsluttet ved en dybde på 2 m.



Figur 4.1.9: Oversiktsbilde fra sjakt 3. Foto: privat.

Sjakt 3 besto av 3 masselag. Det første laget (0-0,2 m) besto av lysebrun sand, grus og organisk materiale. Det ble også observert en del søppel og glass i dette laget. Det midterste laget (0,2-1,4 m) besto av gråbrun sand og nedbrutt organisk materiale. I dette laget ble det observert områder med oransjefargede masser og litt skrot, men ikke på langt nær like mye som i sjakt 1. Det nederste masselaget besto av brunsvart, klebelig sand. Tabell 4.1.3 viser hvilke prøver som ble tatt ut av sjakten og deres massebeskrivelse.

Tabell 4.1.3: Oversikt over hvilke prøver som ble tatt ut av sjakt 3 og deres massebeskrivelse.

Serie	Dybde (m)	Prøve nr.	Massebeskrivelse fra felt
Lag	0-0,2	29	Lysbrun sand, jord, grus, noe søppel, glass
	0,2-1,4	30	Grå/brun sand, jord, noe rust, skrot.
	1,4-2	31	Brunsvart, klebig sand, vanninnsig med olje, rust
Profil	0-2	32	Sandig jord, grus, rust, svak oljelukt
Meter	0-1	33	Sandig jord, grus
	1-2	34	jord, sand, grus, oljelukt
Halvmeter	0-0,5	35	Sand
	0,5-1	36	Sandig jord
	1-1,5	37	Sand
	1,5-2	38	Svart sandig jord, rust, vått i bunn, oljelukt.

Figur 4.1.10 og Figur 4.1.11 viser de oppgravde massene fra sjakten. På bildene kommer massenes variasjon i farger tydelig frem. En ser også noe av skrotet som ble gravd frem.



Figur 4.1.10: Oppgravde masser fra sjakt 3. Foto: privat.



Figur 4.1.11: Oppgravde masser fra sjakt 3. Foto: privat.

I bunnen av sjakten ble det observert vanninnsig og på vannoverflaten ble det observert en oljefilm. Det kom en svak duft av olje fra sjakten, men lukten var ikke like karakteristisk som fra sjakt 2. Figur 4.1.12 viser sjaktens profil med vanninnsig i bunnen. På bildet ser man en del metallskrap som stikker ut fra sjaktens vegger i de øverste lagene. Og i bunnen av sjakten ser man de svartfargede massene.



Figur 4.1.12: Blikk ned i sjakt 3. På bunnen av sjakten sivet det inn vann med olje. Foto: privat.

4.1.5 Prøvepunkt 4

Sjakt 4 ble plassert i den samme åpningen i skogen som sjakt 3, men omtrent midt mellom sjakt 3 og veien. Sjaktens profil var inndelt i 4 masselag, hvorav det øverste laget (0-0,3m) inneholdt sand og organisk materiale. I lag nummer 2 (0,3-1,1m) bestod massene hovedsakelig av sand, men inneholdt også noe organisk materiale og grus. Sanden opplevdes som noe klebelig. Det tredje laget (1,1-2,1 m) besto hovedsakelig av sand. Også i dette laget opplevdes sanden som å være noe klebelig. Det nederste laget besto av hard, fuktig og svart sand, med sterk lukt av olje. I bunnen av sjakten ble det også her observert vanninnslag. Figur 4.1.13 viser et oversiktsbilde over sjakten og de oppgravde massene. Til venstre i bildet, like ved gravemaskinen, ser man de svarte massene som ble gravd opp.



Figur 4.1.13: Oversiktsbilde over sjakt 4. Foto: privat.

Figur 4.1.14 viser sjaktens profil. Øverst i bildet ser man de svarte massene som ble gravd opp, og i bunnen ser man vanninnsiget. Det er lite skrot og søppel å se i sjaktens vegger.



Figur 4.1.14: Blikk ned i sjakt 4. Foto: privat.

Sjakt 4 skilte seg ut fra de andre sjaktene da det ble observert svært lite skrapmetall og annen skrot i sjakten, og fordi massene som ble gravd ut i all hovedsak besto av sand. Til å begynne med ble også denne sjakten gravd kun 2 meter dyp, da gravemaskinen ikke fikk til å grave dypere. Men da det ble observert svartfargede masser i bunn, byttet gravemaskinføreren ut skopa, og fikk dermed til å grave en halv meter til. Tabell 4.1.4 viser hvilke prøver som ble tatt ut av sjakt 4 og deres massebeskrivelse.

Tabell 4.1.4: Oversikt over hvilke prøver som ble tatt ut av sjakt 4 og deres massebeskrivelse.

Serie	Dybde (m)	Prøve nr.	Massebeskrivelse fra felt
Lag	0-0,3	39	jord, sand, organisk materiale, grus
	0,3-1,1	40	Litt klebelig sand, grus, noe jord
	1,1-2,1	41	Klebelig sand
	2,1-2,5	42	Hard, fuktig, svart sand, sterk oljelukt, vanninnsig
Profil	0-2,5	43	Sand, grus, svak oljelukt
Meter	0-1	44	Sand, grus, litt jord
	1-2	45	Klebelig sand, svak oljelukt
Halvmeter	0-0,5	46	Sand, jord, litt organisk materiale
	0,5-1	47	Sand, grus
	1-1,5	48	Sand, grus, litt klebelig
	1,5-2	49	Sand, grus, klebelig
	2-2,5	50	Våt, svart sand. Spesiell lukt.

4.2 Prøvepreparering

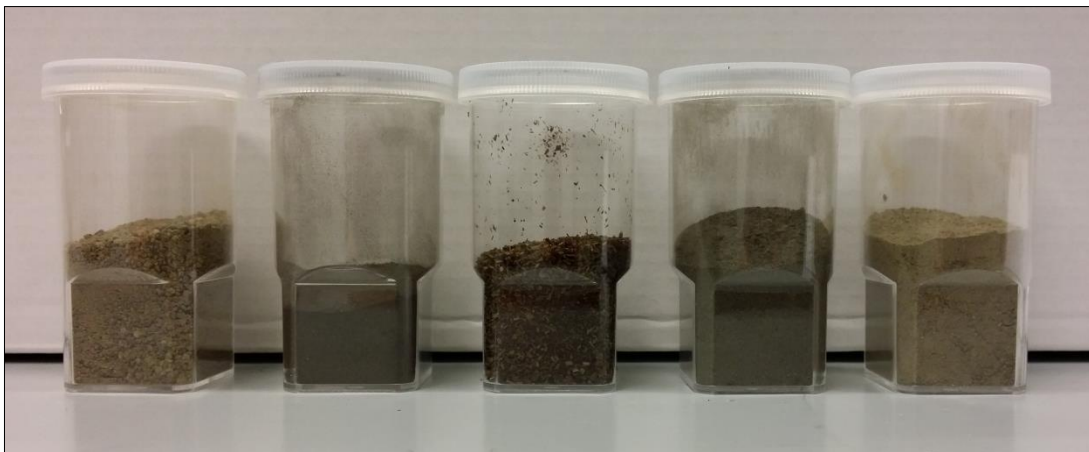
I dette avsnittet beskrives prøveprepareringen; tørking, homogenisering og syreoppslutning. Kapitlet beskriver også hvordan glødetapet ble bestemt.

4.2.1 Tørking og homogenisering

I tiden mellom prøvetakingen og opparbeidingen ble prøvene oppbevart i lukkede plastposer på laboratoriet. Prosedyren som står beskrevet nedenfor ble utført på alle prøver. Noen prøver var svært store, da det hadde blitt tatt ut for mye masse. For disse prøvene ble det gjort et representativt utvalg ved å ta 8-10 små spadestikk jevnt fordelt i hele posen.

Prøvene ble overført til merkede begerglass og satt til tørking i tørkeskap ved $38\pm 5^{\circ}\text{C}$ over natten. Det ble passet på at laget med prøve ikke oversteg 5 cm i hvert begerglass.

Etter tørking ble prøvene homogenisert ved hjelp av kuttemøllen sm100. Det ble benyttet bunnsikt med maskevidde på 2 mm. Et uttak av den homogeniserte prøven ble overført til 25 mL CC-cups for oppbevaring frem til dekomponering og analyse, mens resten ble overført til merkede plastposer for videre oppbevaring. Figur 4.2.1 viser fem av prøvene ferdig tørket og homogenisert. Bildet viser hvor stor variasjon det var i prøvene, fra lys brun sand/grus (nr. 1 og 5 fra venstre), til svart finsand (nr 2 og 4 fra venstre) og mørkebrun sagflis (i midten).



Figur 4.2.1: Prøve nr. 3, 15, 16, 24 og 39 ferdig tørket, homogenisert og overført til cc-cups. Foto: privat.

4.2.2 Bestemmelse av tørrstoff og glødetap

Retningslinjene i NS-EN 15934:2012 «Slam, behandlet organisk avfall, jord og avfall. Beregning av tørrstoff ved bestemmelse av tørket rest eller vanninnhold» (Standard Norge, 2012a) ble benyttet ved bestemmelse av tørrstoff. For bestemmelse av glødetap ble NS-EN

15935:2012 «Slam, behandlet organisk avfall, jord og avfall. Bestemmelse av glødetap» (Standard Norge, 2012b) benyttet. Følgende prosedyre ble utført for alle prøver.

Porselensdigler ble glødet ved 550 °C i 30 minutter i en glødeovn. Etter gløding ble diglene overført til et varmebestandig underlag, hvor de sto noen minutter til avkjøling. Mens diglene enda var varme, ble de overført til en eksikator med tørkestoff for videre nedkjøling. Når diglene hadde nådd romtemperatur, ble de veid på analysevekt. Diglene ble glødet på nytt i 10 minutter, avkjølt og veid. Dette ble gjentatt inntil konstant vekt var oppnådd.

Det ble veid inn 0,5-5g prøve i de glødede diglene. Digler med prøve ble så satt til tørking i tørkeskap ved 105±5 °C i omtrent 22 timer. Etter tørking ble prøvene overført til eksikatorer for nedkjøling. Ved romtemperatur ble diglene med prøve veid og tørrstoff ble beregnet ut fra formel 2.2 (jf. kap.2.7).

De tørkede prøvene ble deretter glødet ved 550±25 °C i 3 timer. Diglene ble først overført til et varmebestandig underlag og deretter til en eksikator for videre nedkjøling. Når diglene hadde nådd romtemperatur, ble de veid på analysevekt. Digler med prøve ble glødet på nytt i 15 minutter, avkjølt og veid for å sjekke om konstant vekt var nådd. Dersom vekten ikke var konstant, ble det siste trinnet gjentatt inntil konstant vekt var oppnådd. Glødetapet ble bestemt ut fra formel 2.1, jf. Avsnitt 2.5.7 Figur 4.2.2 viser fem digler med prøve som står til gløding i glødeovnen.



Figur 4.2.2: Fem digler med prøve som står til gløding ved 550 °C. Foto: privat.

4.2.3 Dekomponering med 50 % v/v salpetersyre i UltraClave

Denne dekomponeringen er valgt som standard metode for denne oppgaven, og vil bli omtalt som dette videre i teksten. Følgende prosedyre ble utført for alle prøver. I tillegg ble den utført på 10 paralleller av prøve 15 og prøve 3. Disse to prøvene ble valgt da det var mistanke om sterk forurensning i disse to prøvene.

Til dekomponering i UltraClave benyttes teflonrør. Når disse ikke er i bruk står de oppbevart med fortynnet salpetersyre. Dette ble tømt ut, rørene ble skylt to ganger med MQ-vann og ristet godt, slik at minst mulig vann var igjen i røret. Røret ble plassert på en analysevekt og vekta ble tarert. 200-300 mg tørket og homogenisert prøve ble overført fra cc-cups til teflonrøret, se Figur 4.2.3, og vekten ble notert. Det ble tilsatt 9 mL 50 % v/v HNO₃, lokket ble satt på og røret ble plassert i en karusell. Når alle prøvene var veid inn og tilsatt salpetersyre, ble karusellen plassert inn i UltraClave maskinen. Prøvene ble dekomponert etter temperaturprogrammet gitt i Vedlegg B: Ultraclave rapport for dekomponering med HNO₃ og HF, hvor temperaturen i løpet av 68 minutter gradvis økte til 245 °C, og holdt seg der i 10 minutter. Ultraclaven avsluttet så programmet og begynte å avkjøle prøvene. Den totale oppholdstiden i maskinen var på omtrent 2 timer og 40 minutter. Figur 4.2.4 viser en karusell med 40 prøver etter dekomponering i UltraClave.



Figur 4.2.3: Overføring av prøve fra cc-cups til teflonrør. Foto: privat.



Figur 4.2.4: Karusell med 40 prøver ferdig dekomponert i UltraClave. Foto: privat.

Etter dekomponering ble prøvene fortynnet etter følgende prosedyre: en fortynningsflaske ble vasket to ganger med MQ-vann og veid. De dekomponerte prøvene ble overført til fortynningsflasken. Teflonrøret ble vasket to ganger med MQ-vann og skyllevannet ble overført til fortynningsflasken. Prøven ble fortynnet med MQ-vann til 108 mL ($109,8 \pm 0,5$ g), se Figur 4.2.5. Et 15mL PP-rør ble vasket igjennom med prøve før den ble fylt opp med prøve. Matrix til ferdig fortynnet prøve var 0,6 M HNO_3 . Figur 4.2.6 viser en raket med nummererte PP-rør og PFA-rør som prøvene ble overført til. PFA-rør ble benyttet til prøver dekomponert ved hjelp av flussyre, se avsnitt 0.



Figur 4.2.5: Prøvene ble fortynnet med MQ-vann til 108 mL i en fortynningsflaske. Foto: privat.



Figur 4.2.6: En raket med nummererte PP-rør (til venstre) og PFA-rør (til høyre). Foto: privat.

4.2.4 Dekomponering med salpetersyre og flussyre i UltraClave

Det ble benyttet nesten samme prosedyre som i avsnitt 4.2.3, men med endringer i volum prøve, samt volum og type syre benyttet. Denne prosedyren blir omtalt som flussyredekomponering i resten av denne oppgaven.

Følgende prosedyre ble utført for 10 paralleller av henholdsvis prøve 3 og 15: 70-100 mg tørket og homogenisert prøve ble overført fra cc-cups til et veid teflonrør, og vekten ble notert. Det ble tilsatt 3 mL 50 % v/v HNO₃ og 1 mL (1,1 g) konsentrert HF. Lokket ble satt på og røret ble plassert i en karusell. Når alle prøvene var veid inn og tilsatt salpetersyre og flussyre, ble karusellen plassert inn i UltraClave maskinen. Prøvene ble dekomponert etter temperaturprogram gitt i Vedlegg B: Ultraclave rapport for dekomponering med HNO₃ og HF, hvor temperaturen i løpet av 68 minutter gradvis økte til 245 °C, og holdt seg der i 10 minutter. Ultraclaven avsluttet så programmet og begynte å avkjøle prøvene. Den totale oppholdstiden i maskinen var på omtrent 2 timer og 40 minutter.

Etter dekomponering ble prøvene fortynnet med MQ-vann, i en fortynningsflaske, til 216 mL (216,6±0,5 g) og overført til et 12 mL PFA-rør. Matrix til ferdig fortynnet prøve var 0,1 M HNO₃ og 46 % HF v/v.

4.2.5 Dekomponering med konsentrert salpetersyre og hydrogenperoksid.

Det ble benyttet nesten samme prosedyre som i avsnitt 4.2.3, men med endringer i volum prøve, samt volum og type syre benyttet. Metoden er basert på modifisert EPA metode 200.8 som blant annet benyttes av det kommersielle laboratoriet ALS Laboratory Group Norway AS (Telstad, 2014). Den eneste endringen som har blitt gjort i metoden i forbindelse med oppgaven er at det ble benyttet UltraClave i stedet for mikrobølgeovn til dekomponeringen. I resten av oppgaven blir denne metoden omtalt som modifisert ALS- metode.

Følgende prosedyre ble utført på 10 paralleller av henholdsvis prøve 3 og prøve 15: 200-300 mg tørket og homogenisert prøve ble overført fra cc-cups til et veid teflonrør, og vekten ble notert. Det ble tilsatt 5 mL konsentrert HNO₃ og 0,5 mL H₂O₂. Lokket ble satt på og røret ble plassert i en karusell. Når alle prøvene var veid inn og tilsatt salpetersyre og hydrogenperoksid, ble karusellen plassert inn i UltraClave maskinen. Prøvene ble dekomponert etter temperaturprogrammet gitt i vedlegg C, hvor temperaturen i løpet av 15 minutter gradvis økte til 110 °C. Deretter ble temperaturen holdt stabil i 25 minutter før prøvene ble avkjølt. Prøvene hadde en total oppholdstid i UltraClaven på omtrent 66 minutter.

Etter dekomponering ble prøvene fortynnet med MQ-vann, i en fortynningsflaske, til 120 mL ($122,0 \pm 0,5$ g) og overført til et 15 mL PP-rør. Matrix til ferdig fortynnet prøve var 0,6 M HNO_3 .

4.2.6 Analyse på ICP-MS

Metallinnholdet i alle prøvene ble analysert ved hjelp av ICP-MS. Analysen ble utført av Syverin Lierhagen ved NTNU, Trondheim, i desember 2014 og januar 2015.

Instrumentet som ble benyttet var HR-ICP-MS, ELEMENT 2, fra Thermo Electronic.

For å kvalitetssikre arbeidet ble det samtidig med prøvene kjørt analyse av blankprøver og referansematerialet GBW 07408 SOIL og Tobacco PVT6. Blankprøvene og referanseprøvene er opparbeidet på samme måte som prøvene, og det ble til sammen kjørt 6 blanker og 12 referanseprøver. Resultatene er korrigert for blankprøvene.

5 Kvalitetssikring og feilkilder

I dette kapitlet presenteres mulige feilkilder og tiltak gjort for å hindre feilkilder under prøvetaking, prøveopparbeidelse og analyse.

Se Vedlegg I: Risikoanalyse, for risikoanalyse av arbeidet som har blitt utført i oppgaven.

5.1 Prøvetaking

Under prøvetakingen ble det etterstrebet å ta så representative prøve som mulig ut fra de ulike lagene. Dette ble gjort ved å hente ut prøver direkte i fra sjaktens vegger. Før hver nye prøve ble spaden stukket noen ganger i jorden i laget som skulle prøvetas. Dette ble gjort for å vaske av jord fra tidligere prøver for å minimalisere eventuelle kontamineringer fra disse. Spaden ble ikke helt ren for hver gang, slik at det er mulig at prøvene kan ha blitt kontaminert av tidligere prøver.

I ISO 10381-1 er det listet opp en rekke krav til prøvebeholdere som benyttes til jordprøvetaking. Dette er at prøvebeholderen skal være rene og ikke reagere med prøven. De skal tåle både høye og lave temperaturer, være lett tilgjengelig og ta liten plass. De skal være motstandsdyktige mot å revne, og være vann- og gasstett. De bør også være mulig å rengjøre, slik at de kan benyttes på nytt, og de bør være lette å åpne (International Organization for Standardization, 2002a). I denne oppgaven ble det benyttet rilsanposer som dekker alle disse kravene, med unntak av de to siste punktene. Rilsanposene er engangsposer, som normalt lukkes ved hjelp av strips. Dette gjør at de blir tette, men det blir også vanskeligere å åpne posene uten å ødelegge de. Det er viktig at prøver som skal analyseres på flyktige, organiske materialer oppbevares i lufttette beholdere for å hindre tap av prøve. I denne oppgaven ble det kun analysert på metaller, slik at posene ble kun lukket ved hjelp av knytning. En ulempe med rilsanposer som ikke er lukket med strips er at rilsanposene lett kan lekke og kontaminere andre prøver (ALS Global, u.d).

Det er anbefalt at jordprøver oppbevares kaldt (under 5 °C) etter prøvetakingen og under transport til laboratoriet for å hindre at prøvene forringes (International Organization for Standardization, 2002b). Prøvene som ble samlet inn i denne oppgaven ble oppbevart ved romtemperatur i tiden mellom prøvetaking og prøveopparbeiding. Da prøvene kun skulle analyseres på totalinnholdet av metaller, og ikke på metallspesiering eller flyktige, organiske forbindelser, så ble det vurdert at det ikke var nødvendig å oppbevare prøvene ved en lavere temperatur. Kvikksølv er flyktig ved romtemperatur og har et damptrykk på 0,002 mbar ved 20 °C. Det tilsvarer omtrent 15mg/m³ i et lukket rom (Norsk olje og gass, 2012). På grunn av

dette kan kvikksølv ha dampet av under lagringen av prøvene, spesielt da prøvebeholderne ikke var lukket med strips, slik at de ikke var lufttette. En lavere lagringstemperatur kunne ha vært gunstig for analysen av kvikksølv.

5.2 Preparering av prøver

Under opparbeidelsen av prøvene er det flere mulige feilkilder. Da prøvene skulle homogeniseres viste det seg at de var for fuktige, slik at de måtte tørkes over natten i tørkeskap. Tørkeskap ble valgt fremfor lufttørring på grunn av stramt tidsskjema og booking av UltraClave. Prøvene ble overført til begerglass og satt til tørking. Begerglassene som ble benyttet ble grundig vasket på forhånd, for å unngå eventuell kontaminering fra urene glass. Da noen av prøvene var ganske store, ble det tatt et representativt uttak av posene for disse prøvene ved å ta 8-10 små spadestikk jevnt fordelt i hele posen. Dette kan ha ført til en mindre representativ prøve og at eventuelle forurensninger ikke ble oppdaget.

I begynnelsen av tørkingen var temperaturen i tørkeskapet noe ustabil, slik at den i korte perioder var på 40-45 °C. Dette kan ha medført tap av kvikksølv i prøvene. Videre kan viften i tørkeskapet ha bidratt til at finstøv fra prøvene har blitt virvlet opp. Dette ville ha ført til et massetap i den aktuelle prøven og kontaminering og en positiv massefeil i andre prøver hvor materialet eventuelt ble avsatt. Det ble ikke observert noe finstoff i tørkeskapet, slik at denne feilkilden ansees for å være neglisjerbar.

Homogenisatoren ble rengjort etter beste evne mellom hver prøve. Men under homogeniseringen ble det dannet mye finstøv som var vanskelig å få fjernet. Dette er en mulig kilde til kontaminering av prøvene. Homogenisatoren burde ha blitt vasket igjennom med en liten del av prøven før hver homogenisering. Men da dette ble avglemt for de første prøvene, ble det valgt å ikke gjøre det for resten også, slik at prøveoppbeidelsen var lik for alle prøvene. Til overføring av prøve fra en beholder til en annen, ble det benyttet rene hansker for hver prøve, dette for å forhindre kontaminering fra skitne hansker.

Under glødingen ble diglene håndtert med tang, dette for å forhindre at fett og smuss fra hendene skulle overføres til diglene og gi en positiv feil på vekta. En mulig feilkilde er opptak av luftfuktighet mens prøvene stod til avkjøling etter gløding. Ved å bruke eksikator og redusere oppholdstiden de glødende diglene var utenfor eksikatoren, ble mengden luftfuktighet tatt opp av prøven minimalisert.

Det er flere faktorer knyttet til syreopplutningene som kan bidra til systematiske og tilfeldige feil i resultatene. Teflonrørene og fortynningsflasken som ble benyttet kan ha vært for dårlig rengjort, slik at prøvene ble kontaminert av tidligere prøver, enten ved dette eller et tidligere forsøk. Dette ville ha gitt en positiv feil. Tuppen på syredispenseren og «vannpistolen» som ble benyttet kan ha kommet i kontakt med et prøverør, enten ved dette eller et tidligere forsøk, og på den måten blitt forurenset. Forurensningene kan så ha blitt overført til prøverørene og bidratt til en positiv feil. Ved å utilsiktet føre hender over åpne prøverør og prøveglass kan prøvene kontamineres og man får også her en positiv feil. Eventuelle forurensninger i syre eller vann som ble benyttet i dekomponeringen og fortynningen har det blitt korrigert for ved hjelp av blankprøver.

Ved overføring fra teflonrørene til fortynningsflasken kan det ha blitt igjen prøve i teflonrørene, slik at hele den innveide prøvemengden ikke ble overført, noe som gir en negativ feil. Dette var generelt ikke noe problem, med unntak av prøve 15 dekomponert med modifisert ALS metode. Her var det svært vanskelig å få overført all prøven i fra teflonrøret og til fortynningsflasken. Etter å ha skylt røret 5-6 ganger, var det enda en del prøvemateriale igjen i røret.

5.3 Analyse på ICP-MS

Feilkilder knyttet til analyse på ICP-MS er presentert i avsnitt 2.5.6. Driftsavvik kan forekomme, men dette minimaliseres ved gjentatt kalibrering. Analyse av sertifisert materiale gjør det mulig å utelukke andre feilkilder i analysen.

Sertifisert materiale benyttet til å kvalitetssikre analyseresultatene i denne oppgaven er GBW 07408 SOIL og PVTL 6 Tobacco. Det ble også analysert blanker og resultatene er korrigert for disse.

Prøvene ble analysert i to batcher. I følge Ottesen (2013) bør prøvene analyseres i en batch for å unngå feil knyttet til innstilling av instrumentet, endret analyseteknikk og ulike personer som utfører analysen. Nå ble analysen utført av samme person begge gangene, og tidsrommet mellom analysebatchene var relativt kort, slik at ingen endring i analyseteknikk har funnet sted i mellomrommet. Derimot kan drift i systemet og ulik innstilling i instrumentet være en aktuell feilkilde.

6 Resultater og diskusjon

I dette avsnittet vil resultatene bli presentert og diskutert. For å få en oversiktlig oppgave har jeg valgt å presentere resultater og diskusjon fortløpende da man i utgangspunktet kan dele oppgaven opp i 4 separate deler.

I avsnitt 6.1 presenteres og kommenteres relevant statistikk knyttet til de 10 parallellene av prøve 3 og 15 dekomponert ved de tre ulike metodene. Deretter diskuteres den observerte spredningen i datasettene i lys av tilstandsklasser.

I avsnitt 6.2 presenteres og diskuteres resultatene av t-testen som sammenligner gjennomsnittet for hvert element i de tre oppslutningsmetodene. Valget av oppslutningsmetode diskuteres så i lys av tilstandsklasser.

I avsnitt 6.3 presenteres resultater og korrelasjonsanalyser for duplikater av halvmetersprøvene fra sjakt 1 og 2. Disse diskuteres så i lys av tilstandsklassene.

I avsnitt 0 presenteres resultatene av hovedundersøkelsen. Og det kommenteres på spesielle observasjoner gjort for de ulike prøveseriene i hver sjakt. Deretter diskuteres resultatene i lys av tilstandsklasser og hvilke konsekvenser dette vil ha for et reelt prosjekt.

I avsnitt 0 presenteres bestemmelsen av glødetap i prøvene. Det vil bli gjort en vurdering av glødetap opp mot observerte massetyper og det vil også bli gjort en vurdering på om glødetapet avhenger av prøvetakingsmetodikken.

En fullstendig oversikt over alle resultatene i fra ICP-MS analysen er gitt i vedlegg D.

6.1 Flere uttak av samme prøve

Det ble analysert 10 paralleller av henholdsvis prøve 3 og 15 dekomponert med 3 ulike metoder: standard metode, flussyredekomponering og modifisert ALS- metode. Først i dette avsnittet presenteres og kommenteres relevant statistikk for parallellene. Deretter diskuteres spredningen i datasettene i lys av tilstandsklassene.

Den klassiske statistikken som benyttes i denne oppgaven antar at data er normalfordelt. Datasettene for paralleller av prøve 3 og 15, dekomponert med tre ulike metoder, har blitt sjekket for normalfordeling ved hjelp av qq-plott, se Vedlegg F: QQ-plott. Antallet prøver i datasettet ($n=10$) er for lite til å kunne få et godt normalfordelt datasett. Så selv om normalfordelingen for en del av datasettene er svært dårlige, så vil de bli behandlet i denne oppgaven som om de var normalfordelte.

For enkelthetens skyld er ikke standardavviket for ICP-MS analysen regnet inn i datasettenes standardavvik, men denne ligger i snitt på 5 %. Når analyseresultatene er rapportert til under deteksjonsgrensen gitt i Vedlegg E: Deteksjonsgrenser for ICP-MS analysene, er halve DG-verdien benyttet i de statistiske beregningene (Gochfeld et al., 2005).

Eventuelle outliers i datasettene ble identifisert ved hjelp av ensidig Grubbs t-test, med 5 % signifikans, se vedlegg G. Kritiske t-verdier er hentet fra Grubbs (1969). Testen ble utført på minimumsverdiene og maksimumsverdiene for hvert element, hver for seg. Der det ble funnet aktuelle outliers, ble disse fjernet fra datasettet for det enkelte elementet og testen ble utført på nytt, for å sjekke om det var flere aktuelle outliers. Siden antallet prøver i datasettet ($n=10$) er lite og de fleste potensielle outliers har t-verdi i samme størrelsesorden som t-kritisk, så skal man vise forsiktighet ved fjerning av outliers. Av den grunn så presenteres resultater både med og uten aktuelle outliers, men diskusjonen vil ha fokus på datasett uten outliers. Det ble ikke gjort en vurdering på hver og en av outliersne om de skulle bli beholdt i datasettet eller ikke. Dette fordi at fokuset først og fremst var å se på det store bildet; er det stor spredning innad i en prøve som har blitt homogenisert?

6.1.1 Dekomponering med standard metode

For prøve 3 ble det med 5 % signifikans påvist aktuelle outliere for 5 av elementene. Dette gjelder verdiene 0,947 mg/kg for kadmium, 133 mg/kg og 45,3 mg/kg for krom, 0,104 mg/kg for kvikksølv, 70,2 for nikkel og 504 mg/kg og 392 mg/kg for sink. Tabell 6.1.1 viser minimum, maksimum, gjennomsnitt, median og standardavvik for prøve 3. Data med outliere er gitt i parentes.

Tabell 6.1.1: Minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for aktuelle grunnstoff i prøve 3 dekomponert med standard metode. Data med outliere er gitt i parentes.

Grunnstoff	Min	Maks	Median	Gjennomsnitt	Standardavvik	RSD (%)
As	3,36	6,03	4,86	4,98	0,897	18
Cd	0,222 (0,222)	0,585 (0,947)	0,298 (0,317)	0,356 (0,415)	0,126 (0,221)	35 (53)
Cr	57,3 (45,3)	65,0 (133)	60,5 (60,5)	61,3 (66,8)	2,79 (23,9)	4,6 (36)
Cu	30,3	82,8	58,0	54,9	19,6	36
Hg	0,024 (0,024)	0,061 (0,104)	0,047 (0,047)	0,045 (0,051)	0,010 (0,021)	23 (41)
Ni	24,6 (24,6)	36,3 (70,2)	33,0 (33,1)	31,4 (35,3)	4,04 (12,8)	13 (36)
Pb	15,3	40,2	26,1	26,5	8,50	32
Zn	116 (116)	255 (504)	186 (207)	194 (245)	45,5 (117)	23 (48)

For prøve 15 ble det med 5 % signifikans påvist aktuelle outliere for 3 av elementene. Dette gjelder verdiene 2570 mg/kg og 2290 mg/kg for kobber, 1,38 mg/kg for kvikksølv og 798 mg/kg for nikkel. outliere er gitt i parentes.

Tabell 6.1.2 viser minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for prøven. Data med outliere er gitt i parentes.

Tabell 6.1.2: Minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for aktuelle grunnstoff i prøve 15 dekomponert med standard metode. Data med outliere er gitt i parentes.

Element	Min	Maks	Median	Gjennomsnitt	Standardavvik	RSD (%)
As	10,7	14,1	13,3	12,9	1,10	8,6
Cd	20,5	26,4	23,6	23,4	1,96	8,4
Cr	162	234	194	198	23,8	12
Cu	1570 (1570)	1830 (2570)	1620 (1660)	1650 (1800)	92,2 (346)	5,6 (19)
Hg	0,183 (0,183)	0,729 (1,38)	0,451 (0,459)	0,447 (0,540)	0,150 (0,327)	34 (61)
Ni	332 (332)	511 (798)	454 (474)	444 (479)	66,7 (128)	15 (27)
Pb	2210	3320	2400	2620	416	16
Zn	30200	33700	32700	32200	1370	4,3

Fra Tabell 6.1.1 og Tabell 6.1.2 observeres det at aktuelle outliere i stor grad bidrar til spredning i datasettene. Når outlierne fjernes fra datasettene synker det relative standardavviket med 12-31 prosentpoeng. Med andre ord så reduseres spredningen i datasettet.

For datasettene uten outliere har prøve 3 en spredning i datasettet på 4,6 % (Cr) til 36 % (Cu). For prøve 15 ligger spredningen i datasettet på 4,3 % (Zn) til 34 % (Hg).

6.1.2 Dekomponering med flussyre

For prøve 3 ble det med 5 % signifikans påvist aktuelle outliere for 3 av elementene. Dette gjelder verdiene 16,8 mg/kg for arsen, 41,0 mg/kg for bly og 303 mg/kg for sink. Tabell 6.1.3 viser minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for prøven. Data med outliere er gitt i parentes. Det er stor usikkerhet knyttet til standardavviket for arsen og kadmium i prøven, da henholdsvis 6 og 10 paralleller har RSD>10 % i fra ICP-MS analysen, jf. Vedlegg E, og denne usikkerheten er som nevnt ikke inkludert i beregningene. For kadmium ligger også to av parallellene under deteksjonsgrensen for metoden. For kvikksølv ligger alle parallellene under deteksjonsgrensen for metoden.

Tabell 6.1.3: Minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for aktuelle grunnstoff i prøve 3 dekomponert med flussyre. Data med outliere er gitt i parentes.

Element	Min	Maks	Median	Gjennomsnitt	Standardavvik	RSD (%)
As	3,48 (3,48)	6,08 (16,8)	4,69 (4,70)	4,75 (5,96)	0,994 (3,92)	21 (66)
Cd	<0,162	0,643	0,297	0,302	0,160	53
Cr	39,9	80,8	58,9	61,0	13,7	23
Cu	17,0	82,7	46,8	50,8	23,0	45
Hg	<0,016	<0,016	<0,016	<0,016	-	-
Ni	25,0	53,5	39,9	40,8	8,40	21
Pb	10,8 (10,8)	25,4 (41,0)	18,2 (18,2)	17,2 (19,6)	4,48 (8,63)	26 (44)
Zn	108 (108)	232 (303)	141 (147)	155 (170)	38,5 (59,2)	25 (35)

For prøve 15 ble det med 5 % signifikans påvist aktuelle outliere for 3 av elementene. Dette gjelder verdiene 831 mg/kg for nikkel, 4540 mg/kg for bly og 43 600 mg/kg for sink. Tabell 6.1.4 viser minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for prøven. Data med outliere er gitt i parentes.

Tabell 6.1.4: Minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for aktuelle grunnstoff i prøve 15 dekomponert med flussyre. Data med outliere er gitt i parentes.

Element	Min	Maks	Median	Gjennomsnitt	Standardavvik	RSD (%)
As	27,3	77,8	49,0	51,2	17,5	34
Cd	19,7	34,8	22,8	25,2	5,61	22
Cr	141	279	215	212	35,1	17
Cu	1040	2150	1630	1 670	366	22
Hg	<0,016	0,334	0,077	0,14	0,14	95
Ni	358 (358)	638 (831)	460 (486)	469 (505)	86,4 (140)	18 (28)
Pb	2010 (2010)	3330 (4540)	2300 (2410)	2520 (2 720)	535 (815)	21 (30)
Zn	32400 (32400)	38700 (43600)	35200 (35700)	35300 (36 200)	2050 (3250)	5,8 (9,0)

Fra Tabell 6.1.3 og Tabell 6.1.4 observeres det at aktuelle outliere til en viss grad er med på å bidra til spredning i datasettene. Når disse fjernes fra datasettene synker det relative standardavviket med 3-18 prosentpoeng.

For datasettene uten outliere har prøve 3 en spredning i datasettet på 21 % (Ni) til 45 % (Cu). For prøve 15 ligger spredningen i datasettet på 5,8 % (Zn) til 95 % (Hg). Den høye spredningen observert i datasettet til kvikksølv, blir diskutert i avsnitt 6.1.5.

6.1.3 Dekomponering med modifisert ALS-metode

For prøve 3 ble det med 5 % signifikans påvist aktuelle outliere for 3 av elementene. Dette gjelder verdiene 1500 mg/kg for kobber, 47,9 mg/kg for nikkel og 393mg/kg for bly. Tabell 6.1.5 viser minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for prøven. Data med outliere er gitt i parentes. Det er stor usikkerhet knyttet til standardavviket for kadmium da åtte paralleller har RSD>10 % i fra ICP-MS analysen, jf. Vedlegg E.

Tabell 6.1.5: Minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for aktuelle grunnstoff i prøve 3 dekomponert med modifisert ALS metode. Data med outliere er gitt i parentes.

Element	Min	Maks	Median	Gjennomsnitt	Standardavvik	RSD (%)
As	4,80	10,4	7,49	7,43	1,86	25
Cd	0,179	0,547	0,362	0,375	0,120	32
Cr	22,6	36,9	30,4	30,0	5,19	17
Cu	30,0 (30,0)	121 (1 500)	59,1 (61,6)	68,0 (211)	30,0 (454)	44 (215)
Hg	0,013	0,059	0,041	0,037	0,018	49
Ni	23,3 (23,3)	35,8 (47,9)	29,8 (30,9)	29,3 (31,2)	4,42 (7,20)	15 (23)
Pb	16,0 (16,0)	60,6 (393)	25,8 (31,8)	34,5 (70,3)	16,6 (114)	48 (163)
Zn	126	332	234	232	68,9	30

For prøve 15 ble det med 5 % signifikans påvist aktuelle outliere for 1 av elementene. Dette gjelder verdien 4760 mg/kg for bly. Tabell 6.1.6 viser minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for prøven. Data med outliere er gitt i parentes.

Tabell 6.1.6: Minimum, maksimum, median, gjennomsnitt og standardavvik for aktuelle grunnstoff i prøve 15 dekomponert med modifisert ALS metode. Data med outliere er gitt i parentes.

Element	Min	Maks	Median	Gjennomsnitt	Standardavvik	RSD (%)
As	10,0	12,8	11,0	11,3	0,951	8,4
Cd	20,5	28,8	25,4	25,2	2,66	11
Cr	62,5	93,9	76,5	77,8	8,45	11
Cu	1470	2380	1830	1840	267	15
Hg	0,086	0,522	0,20	0,26	0,16	63
Ni	350	908	407	510	203	40
Pb	2090 (2090)	3210 (4760)	2450 (2470)	2520 (2740)	350 (783)	14 (29)
Zn	30 800	42 500	35450	36 500	3800	10

Prøve 3 har to klare outliers i datasettet, en for bly og en for kobber, jf. Vedlegg G. Disse bidrar sterkt til spredningen i datasettet og er med på å gi et kunstig høyt standardavvik. Disse to verdiene er klare outliers og burde ha blitt fjernet fra datasettet.

For datasettene uten outliers har prøve 3 en spredning i datasettet på 15 % (Ni) til 48 % (Pb). For prøve 15 ligger spredningen i datasettet på 8,4 % (As) til 63 % (Hg). Den høye spredningen observert i datasettet til kvikksølv, blir diskutert i avsnitt 6.1.5.

6.1.4 Spredning i datasettene for parallelle uttak fra samme prøve

For alle tre metodene ble det observert en relativt stor spredning i datasettene. For prøver dekomponert med standard metode er den høyeste observerte spredningen på 36 %. Den gjennomsnittlige spredningen ligger på 18 %. For dekomponering med flussyre er den største observerte spredningen på 95 %. Men den gjennomsnittlige spredningen ligger på 30 %. Og for modifisert ALS metode er den høyeste observerte spredningen på 63 %, mens gjennomsnittet ligger på 27 %. Tabell 6.1.7 viser hvilken effekt et høyt relativt standardavvik har på lave og høye tall.

Tabell 6.1.7: En illustrasjon av effekten av høyt standardavvik for lave og høye konsentrasjoner.

Prøve Nr.	Metode	Metall	RSD (%)	Gjennomsnitt±std.avvik	Intervall
3	ALS	Hg	49	0,037±0,018	[0,019 , 0,055]
3	HNO3	Cd	35	0,356±0,126	[0,230 , 0,482]
3	HF	Cd	53	0,302±0,160	[0,142 , 0,462]
3	HNO3	Cu	36	54,9±19,6	[35,3 , 74,5]
3	ALS	Pb	48	34,5±16,6	[17,9 , 51,1]
15	HF	Pb	21	2520±535	[1985 , 3055]

Fra tabellen ser man at et høyt standardavvik for lave konsentrasjoner gir et smalt intervall på tallinjen, mens et høyt standardavvik for høye konsentrasjoner får et mye bredere intervall. I praksis så vil derfor ikke en stor spredning i et datasett med lave konsentrasjoner nødvendigvis ha mye å si med hensyn på tilstandsklasser, med mindre konsentrasjonene ligger nært en grense mellom to tilstandsklasser. Ligger konsentrasjonene nært en grense mellom to klasser, kan man få et observere et skift i fra en tilstandsklasse til en annen når man

sammenligner to paralleller eller duplikater. For høye konsentrasjoner derimot, kan et høyt standardavvik gi utslag i form av skifte av tilstandsklasse.

Et annet mål på spredningen i et datasett er variasjonsbredden, som er avstanden mellom laveste og høyeste observerte verdi i datasettet (matematikk.org, 2013). Tabell 6.1.8 er en sammenstilling av minimum- og maksimumskonsentrasjoner for prøve 3 og 15 dekomponert ved tre ulike metoder. Tabellen er fargelagt i henhold til Miljødirektoratets tilstandsklasser for forurenset grunn.

Tabell 6.1.8: En presentasjon av minimum og maksimumskonsentrasjoner i prøve 3 og 15 dekomponert med tre ulike metoder. Tabellen er fargelagt i henhold til Miljødirektoratets tilstandsklasser for forurenset grunn. Datasett uten outliere er benyttet og alle konsentrasjoner er i mg/kg.

Metode	Prøve	Maks/min	As	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Zn
HNO3	3	min	3,36	0,222	57,3	30,3	0,024	24,6	15,3	116
HNO3	3	maks	6,03	0,585	65,0	82,8	0,061	36,3	40,2	255
HNO3	15	min	10,7	20,5	162	1 570	0,183	332	2 210	30 200
HNO3	15	maks	14,1	26,4	234	1 830	0,729	511	3 320	33 700
HF	3	min	3,48	<0,162	39,9	17,0	<0,016	25,0	10,8	108
HF	3	maks	6,08	0,643	80,8	82,7	<0,016	53,5	25,4	232
HF	15	min	27,3	19,7	141	1 040	<0,016	358	2 010	32 400
HF	15	maks	77,8	34,8	279	2 150	0,334	638	3 330	38 700
ALS	3	min	4,80	0,179	22,6	30,0	0,013	23,3	16,0	126
ALS	3	maks	10,4	0,547	36,9	121	0,059	35,8	60,6	332
ALS	15	min	10,0	20,5	62,5	1 470	0,086	350	2 090	30 800
ALS	15	maks	12,8	28,8	93,9	2 380	0,522	908	3 210	42 500

Tabellen viser 13 tilfeller hvor tilstandsklassen endres når man går fra minimumsverdien i datasettet til maksimumsverdien. For Zn i prøve 3 (alle tre metodene), As, Cd og Cr i prøve 15 (HF dekomponering) og As, Cu og Pb i prøve 3 (ALS dekomponering) er spredningen i datasettene relativt høyt (17-44 %) og konsentrasjonene er hverken spesielt høye eller lave. Men spredningen er stor nok til at man får et skifte i tilstandsklasse når man går fra den laveste verdien i datasettet til den høyeste verdien. For bly i prøve 3, dekomponert med modifisert ALS metode, ligger maksverdien like over den øvre grensen for tilstandsklasse 1.

Bly i prøve 15 får et skift i tilstandsklasse for alle tre metodene. Den relative spredningen i datasettet er ikke nødvendigvis så stor (14-21 %), men konsentrasjonen for bly er høy. Slik at intervallet rundt gjennomsnittsverdien er stor. Spredningen er stor nok til at man får et skifte i tilstandsklasse når man går fra den laveste verdien i datasettet til den høyeste verdien.

For elementer som ikke skifter tilstandsklasse, observeres det at mange har høy relativ spredning i datasettet, men konsentrasjonene er lave. Slik at intervallet om gjennomsnittsverdien ikke blir så stor. Dette gjør at avstanden mellom de største og de minste verdiene i datasettet ikke blir så stor, sammenlignet med større konsentrasjoner.

Selv om prøvene har blitt homogenisert, observeres det en relativt stor spredning i datasettene. Spredningen varierer mye fra element til element og fra prøve til prøve. Men i snitt så ligger spredningen på 20-30 %. Det observeres ingen tydelig trend på at noen metaller har størst spredning i den ene eller den andre metoden. Men ved flere tilfeller observeres det en svært høy spredning i datasettene for kvikksølv. Dette er diskutert i avsnitt 6.1.5.

Spredningen i datasettene kan skyldes at prøvene ikke har vært homogene nok, at et metallkorn har kommet med i noen prøver eller at prøvene har blitt kontaminert under opparbeiding. Men spredningen kan også i stor grad skyldes tilfeldigheter. Outliere bidrar i stor grad til spredningen i datasettet. Outliere kan komme av kontaminering under prøvetaking og dekomponering. Men kan også skyldes større metallbiter som har blitt med i prøven, noe som ikke er usannsynlig da det lå begravd store mengder med metallskrot på lokaliteten.

For lave konsentrasjoner utgjør ikke en stor spredning i datasettet spesielt mye med hensyn på tilstandsklasser, da avstanden mellom maksimums- og minimumsverdien utgjør kun små intervaller på tallinjen. For at man med stor sannsynlighet skal kunne observere et skift i tilstandsklasse må derfor konsentrasjonene ligge nær en grense mellom to tilstandsklasser. Større konsentrasjoner får større intervaller, og sannsynligheten for å få et skift i tilstandsklasser øker dermed med økende konsentrasjon og spredning.

6.1.5 Høy spredning i datasettene til kvikksølv

Det er observert høy spredning for datasettene til kvikksølv i alle tre metodene, spesielt høy spredning (95 %) har kvikksølv i prøve 15, dekomponert med flussyre. To av parallellene ligger under deteksjonsgrensen og 4 paralleller ligger i nærheten av deteksjonsgrensen. Det er ikke uvanlig at spredningen i datasettet øker når man nærmer seg deteksjonsgrensen, men for prøve 15 ser det ut til at man har to grupper i datasettet, en rundt deteksjonsgrensen og en rundt 0,3 ppm.

Tap av kvikksølv under opparbeidingen av prøven er ikke uvanlig. Horvat et al. (1991), Welz og Melcher (1985) og Mathur et al. (2005) har alle rapportert om tap av kvikksølv under dekomponering av prøve. UltraCLAVE benytter et lukket system, og i følge Mathur et al. (2005) bidrar et lukket system til at minimalt av de flyktige komponentene går tapt. De rapporterte om at dekomponering i lukket system, gjorde at de fikk detektert mer enn 90 % av kvikksølvet i prøvene.

Da kvikksølv er flyktig (Alloway, 2013), kan noe av kvikksølvet ha fordampet under fortynningsprosessen. De første parallellene var enda varme da de ble overført til fortynningsflasken, så man kan ikke utelukke at noe kan ha fordampet i fortynningsprosessen. Dette kan forklare noe av spredningen i datasettet, da det er først og fremst de første parallellene som har lave verdier av kvikksølv.

Etter dekomponeringen ble prøvene stående i omtrent 1,5 måned før de ble analysert på ICP-MS. Krivan og Haas (1988) rapporterte om tap av kvikksølv i løsninger oppbevart i beholdere av polypropylen og polyetylen over lengre tid. Mathur et al. (2005) rapporterte også om tap av kvikksølv for løsninger som har blitt oppbevart i mer enn 5-6 dager. Oppbevaringen i beholderne kan ha ført til tap av kvikksølv i prøvene, men det forklarer ikke den store spredningen, da alle parallellene ble oppbevart like lenge og i samme type beholdere. Det er ikke observert noe stort tap av kvikksølv i fra referanseprøvene, slik at tap under oppbevaring ansees som relativt lav.

Mathur et al. (2005) peker også på at den høye ioniseringsenergien til kvikksølv kan føre til unøyaktige og ikke-reproduserbare resultater ved analyse på ICP-MS, på grunn av dårlig ioniseringseffektivitet og minneeffekter. Tabell 6.1.1 - Tabell 6.1.6 viser at spredningen for kvikksølv, ved alle tre dekomponeringsteknikkene er høy. Ioniseringsenergien til kvikksølv kan forklare noe av den store spredningen i datasettene. Noe kvikksølv kan også ha gått tapt under oppbevaring før opparbeidingen og under tørking av jordprøvene.

Tabell 6.1.9 viser gjennomsnittsverdiene for kvikksølv i prøve 3 og 15, dekomponert med standard metode, flussyre og modifisert ALS metode.

Tabell 6.1.9: Gjennomsnittsverdier for kvikksølv i prøve 3 og 15 dekomponert med tre ulike metoder.

	HNO₃ [mg/kg]	HF [mg/kg]	ALS [mg/kg]
Prøve 3	0,045	<0,016	0,037
Prøve 15	0,45	0,14	0,26

Tabellen viser at det ble detektert mest kvikksølv i prøver dekomponert med standard metode og minst i prøver dekomponert med flussyre. Resultatene kan gi en indikasjon på at dekomponering med flussyre ikke er en egnet metode å bruke ved analyse på kvikksølv. Men det går utenfor denne oppgavens rammer. Dekomponering med flussyre er ikke nødvendig ved analyse på kvikksølv da kvikksølv ikke danner naturlige silikaminerale på grunn av stor ioneradius. Kvikksølv foreligger heller naturlig som elementært kvikksølv eller sulfider i jord, som lett lar seg løse ut med salpetersyre (Mathur et al., 2005). En godt egnet og hyppig brukt metode, for direkte analyse av totalt kvikksølvinnhold i prøver, er kalddamp atomabsorpsjon spektroskopi (CVAAS), (Mathur et al., 2005; Morita et al., 1998).

Det er generelt observert høy spredning for kvikksølv i alle seks datasettene for parallellene. Spredningen kan skyldes lave konsentrasjoner av kvikksølv i prøven, men det kan også skyldes metoden benyttet til opparbeiding og analyse. Men da konsentrasjonen av kvikksølv i prøvene er så lav, så gir ikke den store spredningen noe utslag i forhold til klassifisering av prøvene i tilstandsklasser.

6.2 Valg av oppslutningmetode

De 3 dekomponeringsteknikkene ble sammenlignet ved hjelp av t-test. I testen ble gjennomsnittet for prøve 15 og prøve 3 for hvert av de aktuelle grunnstoffene sammenlignet for to og to teknikker om gangen. Testene ble utført i excel ved hjelp av de innebygde dataanalyseringsverktøyene for t-test. I dette avsnittet presenteres og diskuteres resultatene fra disse testene. Først presenteres og diskuteres sammenligningen mellom standardmetoden og flussyredekomponeringen. Deretter presenteres og diskuteres sammenligningen av flussyre dekomponeringen og modifisert ALS metode. Og til slutt presenteres og diskuteres sammenligningen av standardmetoden og modifisert ALS metode. Helt til slutt blir valget av oppslutningsmetode diskutert i lys av konsekvenser for et reelt kartleggingsprosjekt. Sammendrag av testene er gitt i Vedlegg H: Sammendrag t-test dekomponeringsteknikker.

6.2.1 Standardmetode vs. HF

Tabell 6.2.1 viser resultatene i fra t-testene som sammenligner gjennomsnittsverdien for hvert element dekomponert med standard metode og flussyre dekomponering. Resultater i parentes svarer til datasett med outliere.

Tabell 6.2.1: Sammenligning av gjennomsnitt for dekomponering med standard metode og flussyre ved t-test. Parentes svarer til datasett med outliere.

HNO₃ vs HF	As	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Zn
Prøve 15	S.F	I.P	I.P	I.P (I.P)	S.F (S.F)	I.P (I.P)	I.P (I.P)	S.F (S.F)
Prøve 3	I.P (I.P)	I.P (I.P)	I.P (I.P)	I.P	S.F (S.F)	S.F (I.P)	S.F (I.P)	I.P (I.P)

S.F: påvist signifikant forskjell

I.P: ikke påvist signifikant forskjell. Datasettet gir ikke grunnlag til å si at det er en signifikant forskjell.

Den generelle trenden i resultatene er at datasettene ikke er overbevisende nok til å kunne påvise noen signifikante forskjeller mellom dekomponering med salpetersyre og flussyre for disse to prøvene. Og tilstedeværelsen av outliere i datasettet gir i de fleste tilfeller ikke utslag på resultatet.

For prøve 15 ble det påvist en signifikant forskjell mellom gjennomsnittet av arsen i prøver dekomponert med de to ulike metodene. Hvor konsentrasjonen av arsen i prøver dekomponert med flussyre er signifikant høyere enn konsentrasjonen av arsen i prøver dekomponert med standard metode. Da prøven besto av store mengder sand, og kvarts er hovedbestanddelen i de

aller fleste typer sand, jf. avsnitt 2.2.2, er en mulig forklaring at mye av arsenet i prøven forekom bundet i krystallstrukturen til kvarts. Flussyre dekomponering regnes som en total metode, da den også dekomponerer kvarts, slik at metaller som foreligger sterkt bundet til kvarts vil bli løst ut ved flussyredekomponering. Dekomponering med salpetersyre derimot klarer ikke å dekomponeres kvarts, og dermed heller ikke løse ut metaller som foreligger bundet i krystallstrukturen.

For prøve 15 ble det også påvist en signifikant forskjell mellom gjennomsnittet av kvikksølv i prøver dekomponert med de to ulike metodene. Hvor konsentrasjonen av kvikksølv i prøver dekomponert med standard metode er signifikant høyere enn konsentrasjonen av kvikksølv i prøver dekomponert med flussyre. Selv om noen av datasettene brukt i denne sammenligningen har dårlig normalfordeling, er det lite trolig at statistikken har feilet, da det er en tydelig forskjell mellom $[\overline{Hg}]_{HNO_3} = 0,54$ mg/kg og $[\overline{Hg}]_{HF} = 0,14$ mg/kg. Siden flussyre er en mer aggressiv metode, ble det forventet at dekomponering med HF skulle gi høyere konsentrasjoner av kvikksølv enn standard metoden. Men resultatene viser det motsatte. Resultatet er det motsatte av hva som var forventet. Det kan se ut til at flussyredekomponeringen har et stort tap av kvikksølv. Mulige kilder til tap av kvikksølv i prøvene dekomponert med flussyre, har blitt diskutert i avsnitt 6.1.5.

For prøve 15 ble det også påvist en signifikant forskjell mellom gjennomsnittet av sink i prøver dekomponert med de to ulike metodene. Hvor konsentrasjonen av sink i prøver dekomponert med flussyre er signifikant høyere enn konsentrasjonen av sink i prøver dekomponert med standard metode. Datasettet for standard metode har en svært dårlig normalfordeling, slik at den klassiske statistikken kan ha feilet. Men dette er lite trolig da det er en klar forskjell mellom $[\overline{Zn}]_{HNO_3} = 32200$ mg/kg og $[\overline{Zn}]_{HF} = 35300$ mg/kg. Da flussyredekomponeringen får ut mer sink enn standard metoden, kan det tyde på at noe sink foreligger stekt bundet i mineraler. Et geokjemiske kart over syreløselig del og totalinnhold av sink i flomsedimenter i Norge viser at sink i syreløselig form er noe mindre enn totalinnholdet (Ottesen et al., 2000). Slik at dette er en sannsynlig forklaring på den observerte forskjellen.

Det gjennomsnittlige relative standardavviket for analyseresultatene for kadmium i prøve 3 dekomponert med flussyre er på omtrent 70 %. Denne svært høye usikkerheten knyttet til analyseresultatene gjør at man ikke kan bruke de til å trekke noen klare slutninger, men statistikken viser den samme trenden som datasettet generelt; at det ikke er noen signifikant forskjell mellom prøver dekomponert med de to ulike metodene.

Kvikksølv i prøve 3, dekomponert med flussyre har alle verdier under deteksjonsgrensen for analysemetoden. I t-testen er derfor 1/2 DG-verdi benyttet og det antas at datasettet er normalfordelt. Resultatet viser at standard metode får ut signifikant mer kvikksølv enn flussyredekomponeringen. Dette er det samme som ble observert for prøve 15.

Nikkel og bly i prøve 3 får et skift fra signifikant påvist forskjell til ikke påvist forskjell når outlierne inkluderes i datasettene. Majoriteten av qq-plottene for nikkel og bly (både med og uten outlier) har en dårlig normalfordeling, som gjør at den klassiske statistikken kan feile. Datasettene uten outlier har den beste normalfordelingen, og det er derfor grunn til å tro at det mest riktige resultatet er at det er en signifikant forskjell mellom metodene. For bly er det signifikant mer bly i prøver dekomponert med standard metode. En mulig forklaring er at det kan ha blitt dannet tungtløselige utfellinger av bly(II)fluorid ($K_{SP} = 3,3 \times 10^{-8}$) under dekomponeringen med flussyre (Utdanningsdirektoratet, 2009). For nikkel er det påvist signifikant mer nikkel i prøver dekomponert med flussyre. Det er grunn til å tro at en del nikkel ligger bundet i krystallstrukturen til ulike mineraler da det naturlig finnes mye nikkel i berggrunnen i området (Ottesen et al., 2000).

Tabell 6.2.2 viser en sammenligning av gjennomsnittsverdier for prøve 3 og 15 dekomponert med standard metode og flussyre. I tabellen er det benyttet datasett uten outlier. Tabellen er fargelagt i henhold til Miljødirektoratets tilstandsklasser for forurenset grunn.

Tabell 6.2.2: En sammenligning av gjennomsnittsverdier for prøve 3 og 15 dekomponert med standard metode og flussyre. Tabellen er fargelagt i henhold til Miljødirektoratets tilstandsklasser for forurenset grunn.

	As	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Zn
Prøve 15 HNO3	12,9	23,4	198	1650	0,447	454	2620	32200
Prøve 15 HF	51,2	25,2	212	1670	0,14	469	2520	35300
Prøve 3 HNO3	4,98	0,356	61,3	54,9	0,051	31,4	26,5	194
Prøve 3 HF	4,75	0,302	61	50,8	<0,0162	40,8	17,2	155

De eneste metallene som får et skift i tilstandsklasse er arsen og krom. Arsen fikk påvist en signifikant forskjell ved hjelp av t-test og dette er diskutert ovenfor. For krom får man et skift selv om det ikke er påvist en signifikant forskjell mellom datasettene. Det kommer av at gjennomsnittet for det ene datasettet ligger like under den øvre grensen for klasse 2 som er på 200 mg/kg. Mens det andre datasettet ligger like over denne grensen, og havner derfor i klasse 3.

Hg, Ni og Pb i prøve 3, samt Hg og Zn i prøve 15 fikk alle påvist en signifikant forskjell mellom datasettene for de ulike dekomponeringsmetodene. Men denne forskjellen kommer ikke til uttrykk om man ser på tilstandsklassene. Dette kommer av at selv om det er en signifikant forskjell mellom gjennomsnittet for disse prøvene, så er avstanden mellom gjennomsnittsverdiene relativt små. Slik at konsentrasjonene må ligge i nærheten av en grense mellom to tilstandsklasser for at man med stor sannsynlighet skal få et skift i tilstandsklasse.

6.2.2 HF vs. modifisert ALS metode

Tabell 6.2.3 viser resultatene i fra t-testene som sammenligner gjennomsnittsverdien for hvert element dekomponert med modifisert ALS- metode og flussyredekomponering. Resultater i parentes svarer til datasett med outliere.

Tabell 6.2.3: Sammenligning av gjennomsnitt for dekomponering med flussyre og modifisert ALS-metode ved t-test. Parentes svarer til datasett med outliere.

ALS vs HF	As	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Zn
Prøve 15	S.F	I.P	S.F	I.P	I.P	I.P (I.P)	I.P (I.P)	I.P (I.P)
Prøve 3	S.F (I.P)	I.P	S.F	I.P (-)	S.F	S.F (S.F)	S.F (-)	S.F (S.F)

S.F: påvist signifikant forskjell

I.P: ikke påvist signifikant forskjell. Datasettet gir ikke grunnlag til å si at det er en signifikant forskjell.

(-): den klassiske statistikken feiler.

Tabellen viser ingen tydelig, generell trend i resultatene, da det er omtrent like mange påviste signifikante forskjeller som ikke påviste. Og tilstedeværelsen av outliere i datasettet gir i de fleste tilfeller ikke utslag på resultatet.

For prøve 15 er det kun arsen og krom som får påvist noen signifikant forskjell i datasettene for de to metodene. Og i begge tilfellene er gjennomsnittskonsentrasjonen for prøver dekomponert med flussyre større enn gjennomsnittskonsentrasjonen i prøver dekomponert med modifisert ALS metode, $\bar{C}_{HF} > \bar{C}_{ALS}$. Som tidligere nevnt er flussyre en totalmetode, slik at forskjellen i konsentrasjon kan komme av det forekommer mye arsen og krom naturlig i berggrunnen i området til lokaliteten. Slik at noe av metallene foreligger bundet i krystallstrukturen til primære og sekundære mineraler, jf. avsnitt 2.3.4 og 2.3.6. ALS-metoden er ingen totalmetode, og klarer for eksempel ikke å bryte ned kvarts, slik at metaller bundet i kvarts vil ikke kunne bli løst ut av ALS dekomponeringen.

For prøve 3 derimot har det blitt påvist en signifikant forskjell mellom datasettene for samtlige metaller, bortsett fra kadmium og kobber. Som nevnt tidligere er det høy usikkerhet knyttet til analyseresultatene for kadmium i prøve 3 dekomponert med flussyre. Den gjennomsnittlige RSD-verdien er estimert til å være 70 %. Denne svært høye usikkerheten knyttet til analyseresultatene gjør at man ikke kan bruke de til å trekke noen klare slutninger.

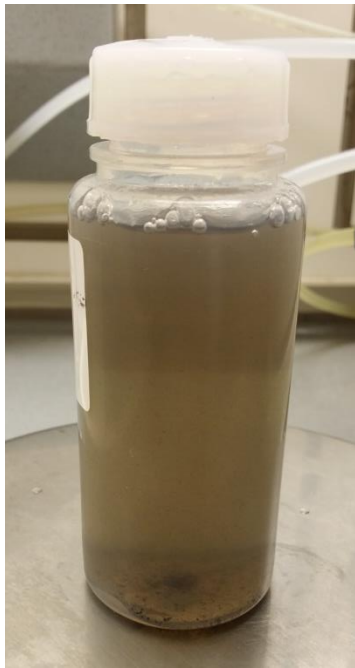
For krom og nikkel er det en signifikant forskjell i datasettene, hvor $\bar{C}_{HF} > \bar{C}_{ALS}$. Dette stemmer overens med at det er naturlig mye krom og nikkel i berggrunnen i området (Ottesen et al., 2000). Og da lokaliteten i stor grad har blitt fylt igjen med sand i fra nærliggende områder, så er det ikke umulig at forskjellen skyldes at krom og nikkel ligger bundet i krystallstrukturen til primære og sekundære mineraler.

Som tidligere nevnt gir ikke tilstedeværelsen av outliere i datasettet utslag på resultatet, med unntak for arsen, kobber og bly i prøve 3. I utgangspunktet er det ikke stor forskjell mellom gjennomsnittsverdiene i de to datasettene for arsen. Men outlieren drar på gjennomsnittet slik at gjennomsnittet for de to metodene kommer nærmere hverandre. Verdiene kommer så nærme at det ikke lengre er grunnlag til å si at det er en signifikant forskjell mellom datasettene. Det er noe usikkerhet knyttet til sammenligningen av metodene for arsen i prøve 3 da det gjennomsnittlige relative standardavviket fra analysen ligger på omtrent 10 %.

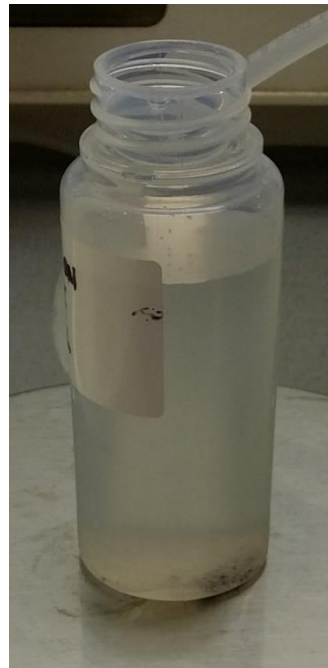
For kobber og bly er avstanden mellom medianen og gjennomsnittet så stor, jf. Tabell 6.1.5, at det i prinsippet ikke er noen normalfordeling, og den klassiske statistikken svikter. Avstanden skyldes i stor grad outlierne som trekker sterkt på gjennomsnittet og forskyver statistikken. Disse outlierne er klare outliere som burde ha blitt fjernet fra datasettet. Dette ble ikke gjort i denne oppgaven, da det sees både på statistikk med og uten outliere. Når disse fjernes fra datasettet øker graden av normalfordeling i datasettet.

En annen mulig forklaring på at datasettene ikke er tilnærmet normalfordelte er at prøven ikke er homogen nok. Men da burde også tilsvarende avvik bli observert for den samme prøven dekomponert ved de andre metodene. Man kan se noe av de samme trendene på qq-plottet for kobber dekomponert med standard metode og HF. For bly ser det ut som datasettet er tilnærmet normalfordelt, men om man studerer plottet nøye kan man skimte en svak trend. Men denne trenden kan også skyldes tilfeldigheter da datasettet er for lite til å kunne gi noen god normalfordeling. Alt i alt så kan dette være en indikasjon på at prøven muligens ikke var helt homogen.

En tredje forklaring er at metoden ikke er god nok til å bryte ned materiale. Dekomponeringen foregår under relativt milde betingelser (110 °C) og etter dekomponeringen ble det observert mye uløst materiale i prøven. Figur 6.2.1 viser prøve 15 etter dekomponering med modifisert ALS metode og fortynnet med MQ-vann. På figuren kommer det klart frem at det er mye uløst materiale i prøven i forhold til Figur 6.2.2 som viser den samme prøven dekomponert med standard metode og fortynnet med MQ-vann.



Figur 6.2.1: Prøve 15 dekomponert med modifisert ALS metode og fortynnet med MQ-vann. Foto: privat.



Figur 6.2.2: Prøve 15 dekomponert med standard metode og fortynnet med MQ-vann. Foto: privat.

Mengden uløst materiale i prøven etter dekomponering med modifisert ALS metode kan indikerer at metoden ikke er god nok til å bryte ned materialet. Et raskt overblikk gjort på referanseprøvene for de utvalgte metallene viser at det generelt har blitt detektert noe lavere konsentrasjoner av metaller i standardprøvene dekomponert ved modifisert ALS- metoden enn den sertifiserte verdien. Standarder dekomponert med modifisert ALS metode har også det største avviket fra de sertifiserte verdiene, se vedlegg. Dette indikerer også at den modifiserte ALS-metoden ikke er god nok til å dekomponere materiale.

Kvikksølv i prøve 3, dekomponert med flussyre har alle verdier under deteksjonsgrensen for analysemetoden. I t-testen er derfor 1/2 DG-verdi benyttet og det antas at datasettet er normalfordelt. Resultatet viser at det er en signifikant forskjell mellom metodene. Modifisert

ALS metode får ut mer kvikksølv enn flussyredekomponeringen. Dette er det motsatte av hva som var forventet, da den modifiserte ALS metoden er en relativt mild metode i forhold til flussyredekomponeringen. Disse observasjonene, sammen med tidligere observasjoner i avsnitt 6.1.5 er med på å underbygge indikasjonen om at kvikksølv går tapt under flussyredekomponeringen.

Tabell 6.2.4 viser en sammenligning av gjennomsnittsverdier for dekomponering av prøve 3 og 15 med modifisert ALS-metode og flussyre. Tabellen er fargelagt i henhold til Miljødirektoratets tilstandsklasser for forurenset grunn. I figuren er datasett uten outliere benyttet.

Tabell 6.2.4: En sammenligning av dekomponering med modifisert ALS-metode og flussyre med hensyn på tilstandsklasser.

	As	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Zn
Prøve 15 ALS	11,3	25,2	77,8	1840	0,26	510	2520	36500
Prøve 15 HF	51,2	25,2	212	1670	0,14	469	2520	35300
Prøve 3 ALS	7,43	0,375	30,0	68,0	0,037	29,3	34,5	232
Prøve 3 HF	4,75	0,302	61,0	50,8	<0,0162	40,8	17,2	155

De eneste metallene som får et skift i tilstandsklasse er arsen og krom i prøve 15 og sink i prøve 3. Alle tre fikk påvist en signifikant forskjell mellom datasettene. Arsen går fra tilstandsklasse 2 til 4 og krom fra klasse 1 til 3, mens sink går fra klasse 2 til 1 når går fra ALS metoden til HF dekomponering. As, Cr, Hg, Ni og Pb i prøve 3 fikk også påvist en signifikant forskjell mellom datasettene. Men denne forskjellen vises ikke når konsentrasjonene uttrykkes ved hjelp av tilstandsklassene, da avstanden er relativt liten. Dette er den samme trenden som ble observert i Tabell 6.2.2.

6.2.3 Standard metode vs modifisert ALS metode

En sammenstilling av resultatene for t-testene mellom standard metode og modifisert ALS metode er gitt i rer til datasett med outliere.

Tabell 6.2.5. Resultater i parentes svarer til datasett med outliere.

Tabell 6.2.5: Sammenligning av gjennomsnitt for dekomponering med standard metode og modifisert ALS-metode ved t-test. Parentes svarer til datasett med outliere.

HNO ₃ vs ALS	As	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Zn
Prøve 15	S.F	I.P	S.F	I.P (I.P)	S.F (S.F)	I.P (I.P)	I.P (I.P)	S.F
Prøve 3	S.F	I.P (I.P)	S.F (S.F)	I.P (-)	I.P (I.P)	I.P (I.P)	I.P (-)	I.P (I.P)

S.F: påvist signifikant forskjell

I.P: ikke påvist signifikant forskjell. Datasettet gir ikke grunnlag til å si at det er en signifikant forskjell.

(-): den klassiske statistikken feiler.

Den generelle trenden i resultatene er at datasettene ikke er overbevisende nok til å kunne påvise noen signifikante forskjeller mellom dekomponering med standard metode og modifisert ALS metode for disse to prøvene. Og tilstedeværelsen av outliere i datasettet gir ikke noe utslag på resultatet, med unntak for kobber og bly i prøve 3. For kobber og bly dekomponert med ALS metoden er ikke datasettene normalfordelte, slik at den klassiske statistikken feiler, jf. avsnitt 6.2.2. For kadmium i prøve 3 er det knyttet noe usikkerhet statistikken da analyseresultatene har et gjennomsnittlig relativt standardavvik på 12 %.

For både prøve 15 og prøve 3 er det påvist en signifikant forskjell mellom datasettene for arsen og krom. Også kvikksølv og sink i prøve 15 fikk påvist en signifikant forskjell i de to datasettene. Den generelle trenden for elementer som fikk påvist en signifikant forskjell er at $\overline{C_{HNO_3}} > \overline{C_{ALS}}$. Dette stemmer overens med teori om at høyere trykk og temperatur gjør at mer av prøven dekomponeres, jf. avsnitt 2.5.4.

Tabell 6.2.6 viser en sammenligning av gjennomsnittsverdier for dekomponering av prøve 3 og 15 med modifisert ALS-metode og standard metode. Tabellen er fargelagt i henhold til Miljødirektoratets tilstandsklasser for forurenset grunn. I tabellen er datasett uten outliere benyttet.

Tabell 6.2.6: En sammenligning av dekomponering med modifisert ALS-metode og standard metode med hensyn på tilstandsklasser.

	As	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Zn
Prøve 15 ALS	11,3	25,2	77,8	1840	0,26	510	2520	36500
Prøve 15 HNO3	12,9	23,4	198	1650	0,447	444	2620	32200
Prøve 3 ALS	7,43	0,375	30,0	68,0	0,037	29,3	34,5	232
Prøve 3 HNO3	4,98	0,356	61,3	54,9	0,045	31,4	26,5	194

De eneste metallene som får et skift i tilstandsklasser er krom i prøve 15 og sink i prøve 3. Krom i prøve 15 fikk påvist en signifikant forskjell i datasettene, men det gjorde ikke sink. For sink ligger gjennomsnittet for det ene datasettet like under den øvre grensen for klasse 1, som er på 200 mg/kg, mens det andre datasettet ligger litt over denne grensen. As, Hg og Zn i prøve 15, samt As og Cr i prøve 3 fikk påvist en signifikant forskjell mellom datasettene. Men denne forskjellen vises ikke når konsentrasjonene uttrykkes ved hjelp av tilstandsklassene. Dette kommer av at selv om det er en signifikant forskjell mellom gjennomsnittsverdiene, så er avstanden mellom dem liten.

6.2.4 Konsekvenser ved et reelt prosjekt

Avsnitt 6.2.1 - 0 viser at datasettene ikke er overbevisende nok til å kunne påvise noen tydelige signifikante forskjeller mellom de tre dekomponeringsteknikkene. Spesielt gjelder dette når resultatene uttrykkes ved tilstandsklassene for forurenset grunn.

Firmaer som driver kartlegging av forurenset grunn, sender ofte inn prøvene til analyse på eksterne laboratorier. Hvilken syreopplutningsmetode som benyttes varierer fra laboratorium til laboratorium (Jensen, 2014; Nowicka, 2014; Telstad, 2014). Ut fra observasjoner gjort i denne oppgaven ser det ut til at det har liten betydning for konklusjonen hvilken syreopplutning som benyttes da det i de fleste tilfellene ikke ble observert noen forskjell på metodene med hensyn på tilstandsklassene. Men for noen metaller ble det observert en høyere tilstandsklasse for prøver dekomponert med HF i forhold til de to andre metodene. Dette antas å skyldes metaller som foreligger sterkt bundet i mineraler. I et kartleggingsprosjekt er man i all hovedsak interessert i å kartlegge forurensningsgraden ved å se på den biotilgjengelige fraksjonen, da det er denne mennesker i all hovedsak eksponeres for. Metaller som foreligger bundet til mineraler regnes per definisjon ikke som forurensning, jf. avsnitt 2.1, og som regel vil de ikke bli biotilgjengelige ved naturlige prosesser (Alloway, 2013).

Da det er den biotilgjengelige fraksjonen som er interessant med hensyn på eksponering av miljøgifter, så er det ikke nødvendig å benytte flussyredekomponering da denne kan gi feil inntrykk av forurensningsnivået på området. Bruk av flussyre kan føre til at noen områder blir feilaktig klassifisert som svakt til moderat forurenset, når noe av grunnen til de høye konsentrasjonene skyldes naturlig høyt bakgrunnsnivå. Dette kan gi store økonomiske konsekvenser for tiltakshaver, da de kan bli pålagt å fjerne større masser enn hva som er nødvendig.

På grunn av dette og det faktum at flussyre er en skummel syre og jobbe med, bør flussyredekomponering kun benyttes dersom det er nødvendig å finne det totale innholdet i en prøve. Pseudototale dekomponeringer gir et mer riktig bilde av forurensningsgraden, og de ligger tettere opp mot den biotilgjengelige fraksjonen av metaller i grunnen (Ottesen et al., 2000).

I de fleste tilfeller er man interessert i den syreløselige delen og da ser det ut til at det har lite å si hvilken pseudototal metode som benyttes. Sammenligningen gjort på den modifiserte ALS metoden og standard metoden viste at det generelt ikke er stor forskjell mellom metodene, spesielt ikke når resultatene uttrykkes ved hjelp av tilstandsklasser, da disse er nokså brede for en del av metallene. For noen metaller ble det observert et skift i tilstandsklasse under sammenligningen, uten at det var påvist noen signifikant forskjell. Men dette skiftet kom av at gjennomsnittskonsentrasjonene tilfeldigvis lå like i nærheten av en grense mellom to tilstandsklasser. Når et område kartlegges og prøvene sendes inn til et eksternt laboratorium har det liten betydning å si hvilken pseudototalopplutningsmetode laboratoriet bruker, så lenge laboratoriet benytter en metode hvor referanseprøvene korrelerer godt med de sertifiserte verdiene.

6.3 Duplikater av halvmetersprøvene

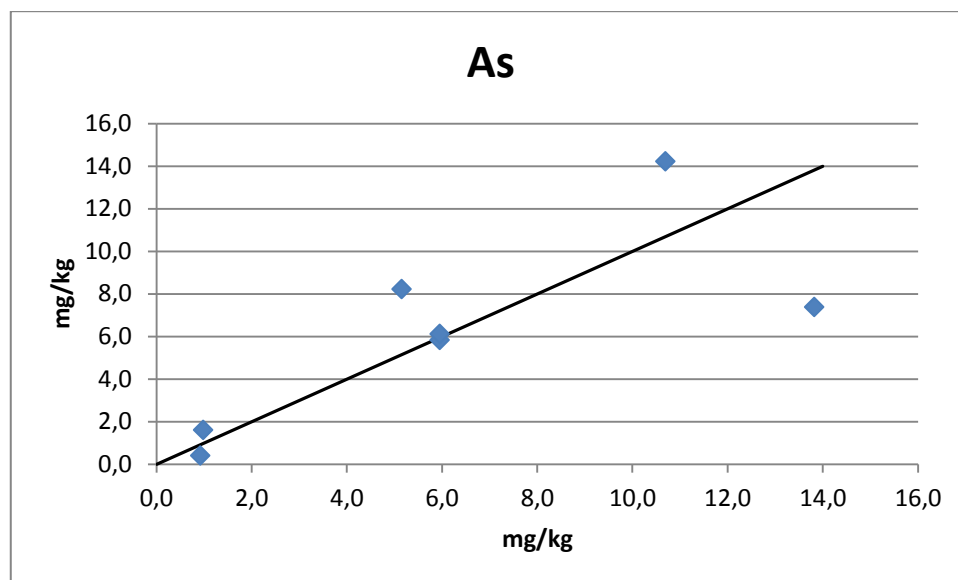
Det ble tatt duplikater av alle 7 halvmetersprøvene i sjakt 1 og 2. Tabell 6.3.1 viser konsentrasjonene og de tilhørende tilstandsklassene for duplikatprøvene. Under prøvetakingen av de 4 ulike prøveseriene ble det i noen tilfeller tatt duplikater da prøveseriene overlappet hverandre. For eksempel dekker både prøve 4 (lagdeling) og prøve 11 (halvmeter) 1-1,5 m i sjakt 1. Disse duplikatene er ikke tatt med i dette avsnittet.

Tabell 6.3.1: Konsentrasjoner og tilhørende tilstandsklasser for duplikatprøver fra sjakt 1 og 2.

Prøvepunkt	Dybde [m]	Duplikat	Prøve nr.	Verdier i mg/kg							
				Tungmetaller							
				As	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Zn
S1	0-0,5	1	7	5,95	0,442	56,2	28,8	0,018	30,0	89,3	178
	0-0,5	2	8	5,81	0,357	66,8	34,2	0,039	34,1	42,6	203
	0,5-1,0	1	9	5,95	0,574	56,5	48,2	0,034	32,8	81,2	272
	0,5-1,0	2	10	6,10	0,385	61,5	36,6	0,044	54,5	83,0	209
	1,0-1,5	1	11	13,8	1,32	73,3	144	0,053	49,7	909	719
	1,0-1,5	2	12	7,37	0,552	75,7	82,7	0,026	39,5	266	339
S2	0-0,5	1	21	5,15	0,303	64,1	20,7	0,009	28,2	20,5	105
	0-0,5	2	22	8,20	0,925	65,2	51,9	0,015	36,6	69,5	462
	0,5-1,0	1	23	10,7	10,1	141	1 460	0,034	123	1 080	10 400
	0,5-1,0	2	24	14,2	12,5	116	996	0,027	105	1 240	11 400
	1,0-1,5	1	25	0,981	1,67	4,8	17,2	0,011	7,57	43,7	1 410
	1,0-1,5	2	26	1,59	0,527	9,3	31,0	0,007	13,0	37,1	301
	1,5-2,0	1	27	0,92	0,119	3,2	6,6	0,012	3,86	7,83	164
	1,5-2,0	2	28	0,40	0,132	9,2	3,2	0,007	2,66	3,12	98,8

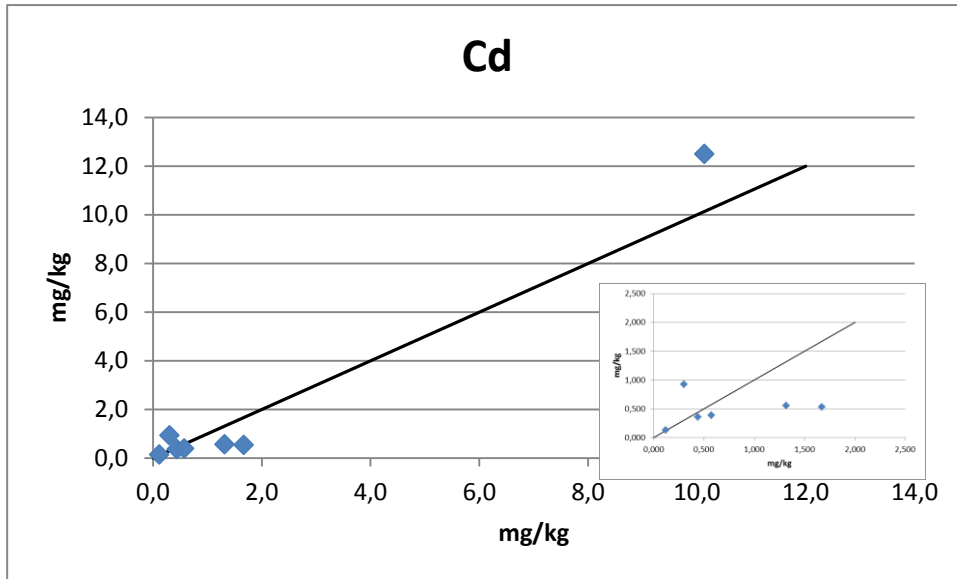
Figur 6.3.1-Figur 6.3.8 viser korrelasjonen for henholdsvis As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb og Zn i 7 duplikater tatt ut av sjakt 1 og 2. Ideelt sett skal to duplikater være like, det vil si at det er et 1:1 forhold mellom prøvene. Grafisk illustreres dette ved at konsentrasjonene til duplikatene plottes mot hverandre. Dersom prøvene legger seg langs en rett linje gjennom origo, med stigningstall 1, er forholdet 1:1. Noe spredning om denne linjen er vanlig. I figuren er det derfor tegnet inn en rett linje med stigningstall 1 i tillegg til punktene. Dette kan benyttes som en kvalitetskontroll. Dersom duplikatene i et prøvesett ikke har 1:1 forhold, må man gjøre en vurdering på om datasettet for det aktuelle metallet må forkastes (Ottesen, 2013). Dette blir ikke gjort i denne oppgaven, da datasettet er lite og duplikatene kun skal benyttes til å se på om det er noen observerte forskjeller for to prøver tatt i fra det samme laget med hensyn på tilstandsklasser.

Figur 6.3.1 viser korrelasjonen for arsen i duplikatene. 3 av punktene legger seg ikke langs den rette linjen, slik at forholdet mellom disse duplikatene er ikke 1:1. Dette gjelder prøvene 11/12 (koordinater: (13.8, 7.4)), 21/22 (koordinater: (5.2, 8.2)) og 23/24 (koordinater: (10.7, 14.2)). Fra Tabell 6.3.1 ser man at dette også medfører et skift i tilstandsklasse for 2 av prøvene (11/12 og 21/22). Skiftet i tilstandsklasse skyldes at prøve 11 ligger akkurat under den øvre grensen for tilstandsklasse 1, mens prøve 12 ligger godt innenfor tilstandsklasse 2. Prøve 21 derimot ligger godt innenfor tilstandsklasse 1, mens prøve 22 ligger akkurat over den øvre grensen til tilstandsklasse 1. Duplikatene 21/22 går over to sjikt i jordprofilen. Hadde disse duplikatene blitt benyttet som en kvalitetskontroll på dataene fra en grunnundersøkelse, har man måtte gjort en vurdering på om dataene for arsen må forkastes da forholdet mellom duplikatene ikke er tilnærmet 1:1.



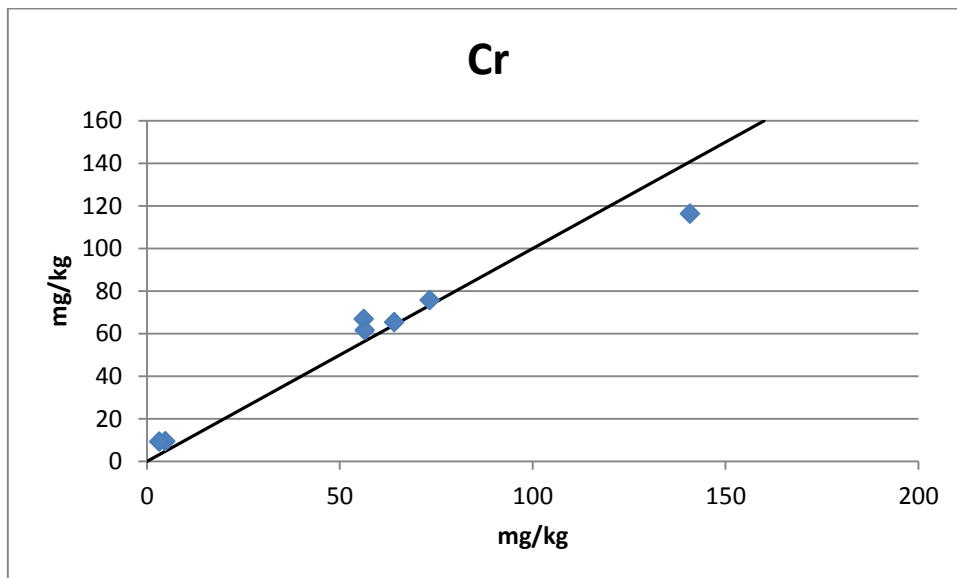
Figur 6.3.1: Korrelasjonen til arsen i 7 duplikatprøver tatt ut fra sjakt 1 og 2.

Figur 6.3.2 viser korrelasjonen for kadmium i duplikatene. I alt 4 av punktene legger seg ikke langs den rette linjen, slik at forholdet mellom disse duplikatene er ikke 1:1. Dette gjelder duplikatene 11/12 (koordinater: (1.3, 0.6)), 21/22 (koordinater: (0.3, 0.9)), 23/24 (koordinater: (10.1, 12.5)) og 25/26 (koordinater: (1.7, 0.5)). Fra Tabell 6.3.1 ser man at dette kun medfører et skift i tilstandsklasse for 1 prøve (25/26). Skiftet i tilstandsklasse skyldes at prøve 26 ligger godt innenfor tilstandsklasse 1, mens prøve 25 ligger akkurat over den øvre grensen for tilstandsklasse 1. Duplikatene 25/26 går over 3 sjikt i jordprofilen. I en kvalitetskontroll må man vurdere om datasettet for kadmium skal forkastes.



Figur 6.3.2: Korrelasjonen til kadmium i 7 duplikatprøver tatt ut fra sjakt 1 og 2. Innfelt er det zoomet inn på de lave verdiene i diagrammet (< 3mg/kg).

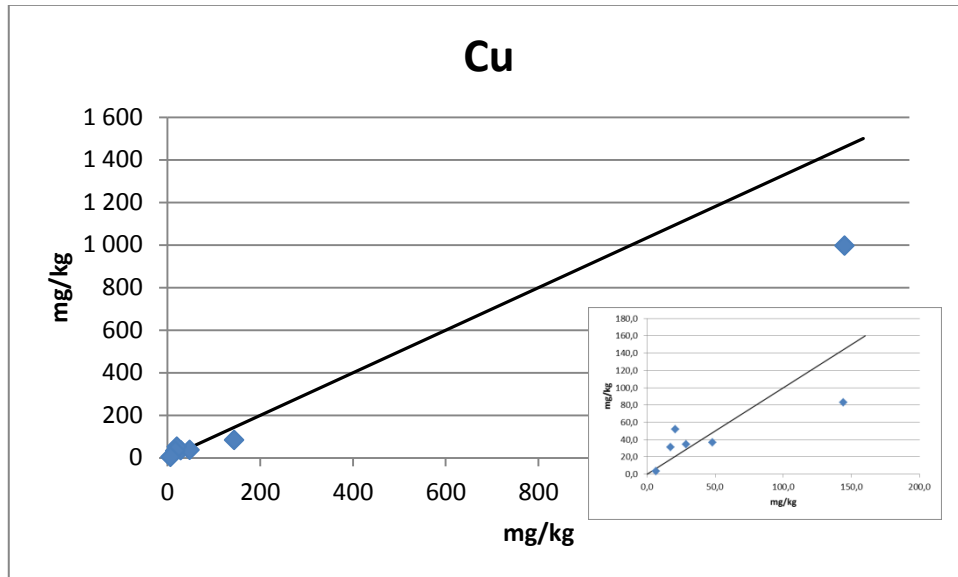
Figur 6.3.3 viser korrelasjonene for krom i duplikatene. Figuren viser at det er relativt god korrelasjon mellom duplikatene, hvor kun ett punkt tydelig avviker fra den rette linjen. Dette gjelder duplikatene 23/24 (koordinater: (141, 116)) Fra Tabell 6.3.1 ser man at det heller ikke forekommer noen skift i tilstandsklasse for krom.



Figur 6.3.3: Korrelasjonen til krom i 7 duplikatprøver tatt ut fra sjakt 1 og 2.

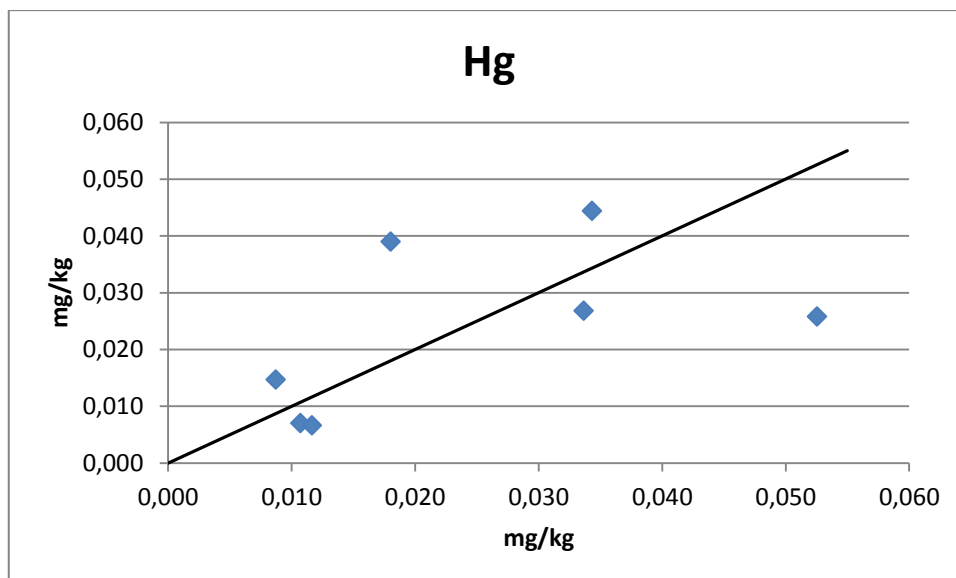
Figur 6.3.4 viser korrelasjonene for kobber i duplikatene. 3 av punktene avviker noe fra den rette linjen, slik at forholdet mellom disse duplikatene er ikke 1:1. Dette gjelder duplikatene

11/12 (koordinater: (144, 83)), 21/22 (koordinater: (21, 52)) og 23/24 (koordinater: (1460, 996)). Fra Tabell 6.3.1 ser man at dette medfører et skift i tilstandsklasse for 2 av prøvene (11/12 og 23/24). For duplikatene 23/24 skyldes skiftet at prøve 24 ligger akkurat under den øvre grensen for klasse 4. I en kvalitetskontroll må man vurdere om datasettet for kobber skal forkastes.



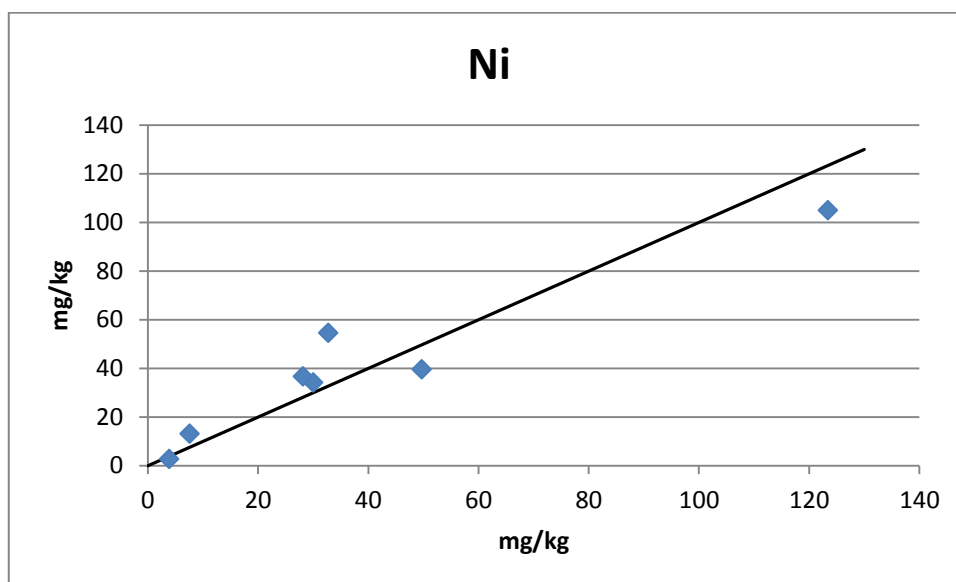
Figur 6.3.4: Korrelasjonen til kobber i 7 duplikatprøver tatt ut fra sjakt 1 og 2. Innfelt i figuren er det zoomet inn på de lave verdiene i diagrammet (<200 mg/kg).

Figur 6.3.5 viser korrelasjonene for kvikksølv i duplikatene. Figuren viser at korrelasjonen mellom duplikatene er dårlig da flere av prøvene tydelig avviker fra linjen. Men da det er snakk om såpass lave konsentrasjoner av kvikksølv, observeres det ikke noe skift i tilstandsklasser i Tabell 6.3.1. I en kvalitetskontroll må man vurdere om datasettet for kvikksølv skal forkastes.



Figur 6.3.5: Korrelasjonen til kvikksølv i 7 duplikatprøver tatt ut fra sjakt 1 og 2.

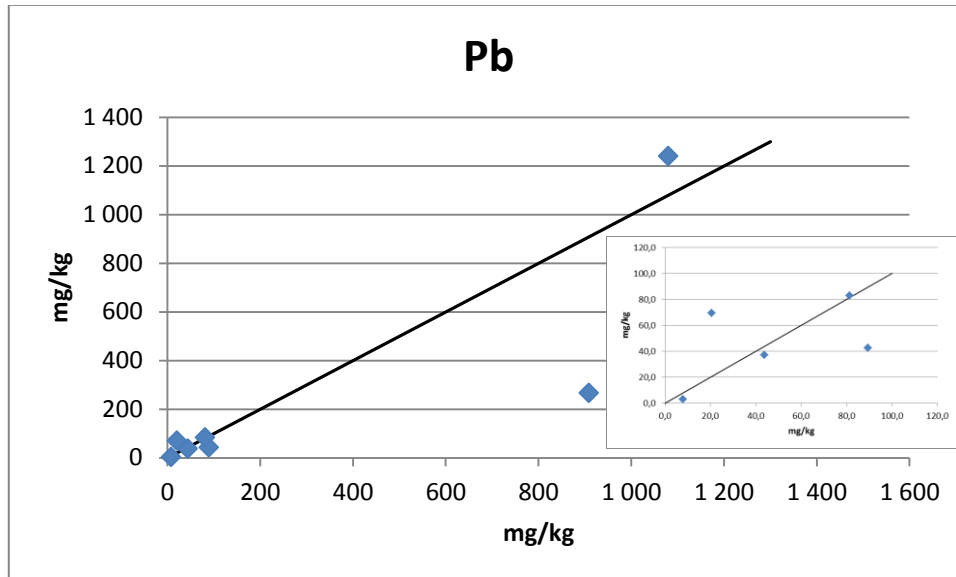
Figur 6.3.6 viser korrelasjonene for nikkel i duplikatene. Figuren viser at det er en relativt god korrelasjon mellom duplikatene, hvor kun to punkt avviker noe fra den rette linjen. Dette gjelder duplikatene 9/10 (koordinater: (33, 55)) og 23/24 (koordinater: (123, 105)). Fra Tabell 6.3.1 ser man at det heller ikke forekommer noen skift i tilstandsklasser for nikkel.



Figur 6.3.6: Korrelasjonen til nikkel i 7 duplikatprøver tatt ut fra sjakt 1 og 2.

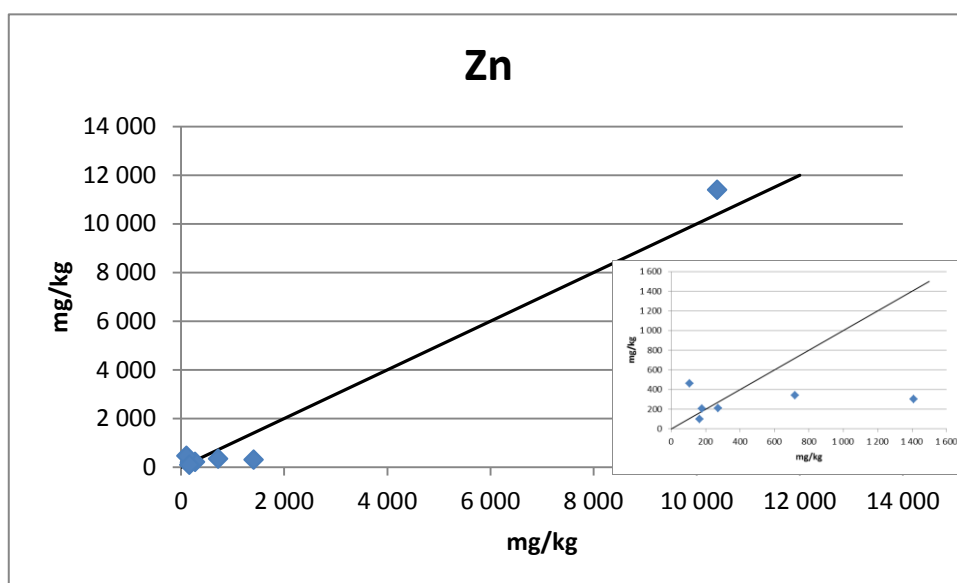
Figur 6.3.7 viser korrelasjonene av bly i duplikatene. Et punkt avviker noe, dette gjelder duplikatene 23/24 (koordinater: (1080, 1240)). Mens 3 punkter avviker tydelig i fra den rette

linjen. Dette gjelder duplikatene 7/8, (koordinater: (89, 43)), 11/12 (koordinater: (909, 266)) og 21/22 (koordinater: (21,70)). Fra Tabell 6.3.1 ser man at dette medfører et skift i tilstandsklasse for de 3 sistnevnte punktene. Duplikatene 7/8 og 21/22 dekker to sjikt i sjaktens profil. For 11/12 er forskjellen i konsentrasjoner så store at man kan anta at den skyldes en hotspot.



Figur 6.3.7: Korrelasjonen til bly i 7 duplikatprøver tatt ut fra sjakt 1 og 2. Innfelt i figuren er det zoomet inn på de lave verdiene i diagrammet (<200 mg/kg).

Figur 6.3.8 korrelasjonene av sink i duplikatene. Et punkt avviker noe, dette gjelder duplikatene 23/24 (koordinater: (10400, 11400)). Mens 3 punkter avviker tydelig i fra den rette linjen. Dette gjelder duplikatene 11/12, (koordinater: (719, 339)), 21/22 (koordinater: (105, 462)) og 25/26 (koordinater: (1410, 301)). Fra Tabell 6.3.1 ser man at dette medfører et skift i tilstandsklasse for de 3 sistnevnte punktene. For 11/12 og 25/26 er forskjellen i konsentrasjoner så store at man kan anta at de skyld hotspotforurensninger. Duplikatene 21/22 dekker to sjikt i sjaktens profil, mens 25/26 dekker tre sjikt.



Figur 6.3.8: Korrelasjonen til sink i 7 duplikatprøver tatt ut fra sjakt 1 og 2.

For samtlige metaller observeres det minst en prøve hvor duplikatene ikke har 1:1 forhold. Det er flere mulige forklaringer til at duplikater avviker fra dette forholdet. En ganske sannsynlig forklaring er at det foreligger hotspotforurensninger av metallene i grunnen. Under prøvetaking har det blitt med mer av hotspotforurensningen i den ene duplikaten enn i den andre. Andre mulige forklaringer er at prøvene ikke er homogene nok eller det kan skyldes tilfeldigheter. Den dårlige korrelasjonen av kvikksølv kan også skyldes tap av prøve under dekomponering, jf. avsnitt 0. Konsentrasjonen av kvikksølv i duplikatene er på 0,007-0,053 mg/kg, mens deteksjonsgrensen for metoden ligger på 0,003 mg/kg. Den dårlige korrelasjonen kan derfor også skyldes at konsentrasjonene er lave og nær deteksjonsgrensen. Det relative standardavviket fra ICP-MS analysen er i gjennomsnitt på 6,7 %, slik at det er noe usikkerhet knyttet til analyseresultatene. Spesielt høyt er RSD-verdien for de laveste konsentrasjonene, jf. Vedlegg D. Av de duplikatene som får et skift i tilstandsklasse, skjer dette ofte på grunn av at konsentrasjonene ligger like i nærheten av en klassegrense. I noen tilfeller er avviket mellom duplikatene så store, at det antas å skyldes hotspotforurensninger. Det observeres også at mange av duplikatene som avviker fra 1:1 forholdet kommer fra halvmetersprøver som dekker flere masselag i jordprofilen.

6.4 Tilstandsklasser for de fire prøveseriene

For hver av de fire sjaktene ble det tatt prøver i fire forskjellige serier, se avsnitt 4.1. I dette avsnittet presenteres og kommenteres analyseresultatene med hensyn på tilstandsklasser for en og en sjakt om gangen. I avsnitt 6.4.5 diskuteres de observerte trendene i datasettet og i avsnitt 0 diskuteres det observerte i lys av et reelt kartleggingsprosjekt av forurenset grunn.

For prøver det har blitt tatt duplikater og paralleller av, så er det den første parallellen/duplikaten som blir benyttet i disse resultatene. Dette for å simulere en reell prøvetaking hvor det ikke blir tatt feltduplikater og hvor det kun analyseres en parallell av hver prøve.

6.4.1 Sjakt 1

Tabell 6.4.1 viser konsentrasjoner og tilhørende tilstandsklasser for As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb og Zn for de fire prøveseriene i sjakt 1.

Tabell 6.4.1: Konsentrasjoner og tilhørende tilstandsklasser for As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb og Zn i prøver fra de fire prøveseriene i sjakt 1.

Sjakt 1, Prøveserie	Dybde [m]	Prøve nr.	Verdier i mg/kg							
			Tungmetaller							
			As	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Zn
Lag	0-0,2	1	17,6	1,27	89,4	117	0,151	60,6	178	400
	0,2-0,3	2	17,9	2,10	89,9	177	0,389	70,8	280	1 380
	0,3-1,0	3	3,36	0,259	45,3	30,3	0,104	24,6	15,3	244
	1,0-1,5	4	8,17	0,829	73,1	81,3	0,032	45,9	466	422
Profil	0-1,5	5	6,80	14,0	58,0	77,8	0,064	39,5	257	304
Meter	0-1	6	8,29	0,564	70,7	108	0,055	44,3	558	304
Halvmeter	0-0,5	7	5,95	0,442	56,2	28,8	0,018	30,0	89,3	178
	0,5-1	9	5,95	0,574	56,5	48,2	0,034	32,8	81,2	272
	1-1,5	11	13,8	1,32	73,3	144,0	0,053	49,7	909	719

Prøve 4 og prøve 11 er i realiteten to duplikater, da de er hentet ut i fra den samme dybden i sjakten. Fra tabellen ser man at nivået av metallene er generelt høyere i prøve 11 enn i prøve 4, spesielt gjelder dette Cu, Pb og Zn.

Prøve 6 dekker den samme dybden som halvmetersprøvene 7 og 9 til sammen. Fra tabellen ser man at nivået av metallene er generelt høyere i prøve 6 enn i de to halvmetersprøvene, spesielt gjelder dette Cu og Pb.

Prøve 6 dekker også samme dybde som lagprøvene 1, 2 og 3 til sammen. Konsentrasjonen av metaller i prøve 6 er generelt sett høyere enn for prøve 3, og lavere enn for prøve 1 og 2, med unntak for bly, hvor konsentrasjonen er mye høyere for prøve 6.

Prøve 2 (lagdeling) har høyere konsentrasjoner for samtlige metaller enn prøve 7 (halvmeter), som dekker en større dybde i sjakten. Den høye konsentrasjonen av sink i prøve 2 kommer ikke til syne i noen av de andre prøveseriene.

Prøve nr. 5 (profil) er den eneste prøven som har kadmium i tilstandsklasse >2.

6.4.2 Sjakt 2

Tabell 6.4.2 viser konsentrasjoner og tilhørende tilstandsklasser for As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb og Zn for de fire prøveseriene i sjakt 2.

Tabell 6.4.2: Konsentrasjoner og tilhørende tilstandsklasser for As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb og Zn i prøver fra de fire prøveseriene i sjakt 2.

Sjakt 2 Prøveserie	Dybde [m]	Prøve nr.	Verdier i mg/kg							
			Tungmetaller							
			As	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Zn
Lag	0-0,1	13	12,2	4,09	62,7	229	0,062	38,5	167	746
	0,1-0,4	14	5,27	0,183	52,4	13,9	0,008	23,3	18,1	54,1
	0,4-1,3	15	12,9	21,7	180	1 580	0,183	511	2 290	30 700
	1,3-1,4	16	3,93	7,72	23,1	45,4	0,025	26,2	494	2 350
	1,4-2	17	0,389	0,123	0,689	1,38	0,010	1,09	1,33	87,4
Profil	0-2	18	12,1	6,69	83,9	1 160	0,062	95,4	1 400	4 240
Meter	0-1	19	9,71	6,53	87,4	529	0,048	90,5	2 050	7 560
	1-2	20	2,07	0,788	10,2	215	0,021	9,41	64,1	14 900
Halvmeter	0-0,5	21	5,15	0,303	64,1	20,7	0,009	28,2	20,5	105
	0,5-1	23	10,7	10,1	141	1 460	0,034	123	1 080	10 400
	1-1,5	25	0,981	1,67	4,81	17,2	0,011	7,57	43,7	1 410
	1,5-2	27	0,923	0,119	3,17	6,57	0,012	3,86	7,83	164

Prøve 17 og 27 dekker omtrent den samme dybden og er praktisk talt duplikater. Det er ingen forskjell i tilstandsklasser mellom disse, men konsentrasjonen av metaller er generelt lavere i prøve 17 enn i prøve 27. Det samme gjelder prøve 14 og 21, hvor konsentrasjonene er generelt lavere i prøve 14 enn i prøve 21.

Fra tabellen ser man at konsentrasjonen i prøve 15 (lagdeling) er høyere for alle metallene enn i prøve 18 (profil). Konsentrasjonen av sink i prøve 15 er i farlig avfallsklassen. Ingen av de

andre prøveseriene fanger opp en så høy konsentrasjon av sink. Mens bly i tilstandsklasse 5 fanges opp av alle prøveseriene (prøve 15,18,19 og 23).

Prøve 13 har høye konsentrasjoner av Cu, Pb og Zn. Prøve 21 dekker et større område enn prøve 13, men fanger ikke opp disse konsentrasjonene. Generelt sett er det lavere konsentrasjoner i prøve 21 enn i prøve 13.

6.4.3 Sjakt 3

Tabell 6.4.3 viser konsentrasjoner og tilhørende tilstandsklasser for As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb og Zn for de fire prøveseriene i sjakt 3.

Tabell 6.4.3: Konsentrasjoner og tilhørende tilstandsklasser for As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb og Zn i prøver fra de fire prøveseriene i sjakt 3.

Sjakt 3 Prøveserie	Dybde [m]	Prøve nr.	Verdier i mg/kg							
			Tungmetaller							
			As	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Zn
Lag	0-0,2	29	5,99	1,58	59,2	303	0,064	31,5	31,3	382
	0,2-1,4	30	6,14	0,138	54,5	17,3	0,007	26,7	35,2	268
	1,4-2	31	7,93	0,358	150	30,5	0,014	108	43,0	143
Profil	0-2	32	9,14	2,72	98,2	520	0,021	68,6	430	1 640
Meter	0-1	33	10,3	0,743	96,6	50,3	0,021	51,1	68,7	329
	1-2	34	11,4	3,35	144	266	0,031	142	633	2 900
Halvmeter	0-0,5	35	4,66	0,358	52,7	18,0	0,011	28,1	24,9	129
	0,5-1	36	8,18	0,387	81,1	16,7	0,016	46,3	55,4	188
	1-1,5	37	19,4	0,801	112	80,5	0,022	87,0	211	304
	1,5-2	38	10,8	3,75	192	813	0,030	442	1 030	1 300

Prøve 31 og 38 er tilnærmet duplikater, da de dekker omtrent den samme dybden i sjakten. Generelt ser man at nivået av metaller er høyere i prøve 38 enn i prøve 31. Spesielt gjelder dette nikkel, bly og sink.

I prøve 38 (halvmeter) er det også generelt sett et høyere nivå av metallene enn det er i prøve 32 (profil), som dekker en større dybde.

Kobber i prøve 29 (lagdeling) har en mye høyere konsentrasjon enn i prøve 33 (meter) og 35 (halvmeter), hvor de to sistnevnte dekker en større dybde.

6.4.4 Sjakt 4

Tabell 6.4.4 viser konsentrasjoner og tilhørende tilstandsklasser for As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb og Zn for de fire prøveseriene i sjakt 4.

Tabell 6.4.4: Konsentrasjoner og tilhørende tilstandsklasser for As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb og Zn i prøver fra de fire prøveseriene i sjakt 4.

Sjakt 4 Prøveserie	Dybde [m]	Prøve nr.	Verdier i mg/kg							
			Tungmetaller							
			As	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Zn
Lag	0-0,3	39	5,35	0,609	62,4	28,0	0,013	31,3	77,3	436
	0,3-1,1	40	8,65	0,178	69,2	21,1	0,008	31,9	17,5	68,3
	1,1-2,1	41	5,19	0,087	50,2	13,1	0,005	24,6	6,62	37,9
	2,1-2,5	42	12,4	0,187	59,8	25,9	0,009	36,4	12,9	69,6
Profil	0-2,5	43	11,4	0,150	55,7	38,2	0,010	30,5	7,51	172
Meter	0-1	44	10,2	0,589	57,6	23,9	0,017	25,4	27,1	203
	1-2	45	6,46	0,109	61,3	17,8	0,007	28,8	11,4	58,1
Halvmeter	0-0,5	46	10,4	1,46	77,7	60,5	0,044	37,9	101	460
	0,5-1	47	5,30	3,64	50,3	16,8	0,004	25,3	13,9	57,4
	1-1,5	48	4,88	0,095	50,1	11,5	0,007	23,3	6,42	43,6
	1,5-2	49	7,08	0,146	56,7	20,4	0,006	29,4	86,3	61,1
	2-2,5	50	5,38	0,152	56,8	14,5	0,009	27,5	326	129

Tabellen viser at sjakt 4 er en relativt ren sjakt, hvor kun to prøver, nr 46 og 50, har fått påvist metallkonsentrasjoner i tilstandsklasse > 2.

Prøve 42 og 50 er tilnærmet duplikater, da de dekker så å si den samme dybden. Jevnt over er disse prøvene like i konsentrasjon, med unntak for bly. Det høye nivået av bly i prøve 50 kommer ikke til uttrykk hverken i prøve 42 (lagprøve) eller prøve 43 (profil).

Prøve 39 og 46 dekker også omtrent den samme dybden. Prøveresultatene viser jevnt over litt høyere konsentrasjon i prøve 46.

Metersprøven 44 og dekker den samme dybden i sjakten som de to halvmetersprøvene 46 og 47 gjør til sammen. Det er en generell trend på at prøve 46 har en høyere konsentrasjon enn prøve 44, mens prøve 47 har en lavere konsentrasjon. Det høye nivået av bly i prøve 46 kommer ikke til uttrykk i hverken prøve 44 (metersprøve) eller i prøve 43 (profil).

6.4.5 Generelle trender i de fire prøveseriene og konsekvenser i et reelt prosjekt.

Som nevnt i avsnitt 6.4.4 dekker prøve 44 (meter) den samme dybden i sjakt 4 som prøve 46 (halvmeter) og prøve 47 (halvmeter) gjør til sammen. For de fleste metallene gjelder følgende observasjon av konsentrasjoner: $C_{47} < C_{44} < C_{46}$. Det kan se ut til at prøve 44 er en blandprøve av prøve 46 og 47, og at man får en fortykning av de høye konsentrasjonene når størrelsen på prøvetakingslaget øker. Denne fortykningseffekten er også observert for flere prøveserier og er nevnt i avsnitt 6.4.1 - 6.4.4. Blant annet er det i sjakt 4 også observert høyere konsentrasjoner av nesten alle metaller i prøve 46 (halvmeter) enn i prøve 43 (profil). I sjakt 3 har prøve 38 (halvmeter) generelt sett høyere metallkonsentrasjoner enn prøve 32 (profil). I sjakt 2 har prøve 15 (lagdeling) en høyere konsentrasjon enn prøve 18 (profil) for samtlige metaller. Og i sjakt 1 har prøve 2 (lagdeling) fått påvist en høyere konsentrasjon av samtlige metaller enn prøve 7 (halvmeter) som dekker en større dybde i sjakten.

Også noen hotspotkonsentrasjoner ser ut til å forsvinne når prøvetakingslaget øker i mektighet. For eksempel ser det ut til at den høye konsentrasjonen til bly i prøve 11 (halvmeter) stammer fra en hotspot på litt over 1 meters dyp, da det er stor forskjell mellom prøve 11 og 4 (lagdeling) som i realiteten er duplikater. I prøve 11 ble det påvist 909 mg/kg bly i prøven, mens i prøve 5 (profil) ble det bare påvist 257 mg/kg bly. Det samme ser man også for sink i den samme prøven. I sjakt 2 ble det i prøve 15 (lagdeling) påvist 30700 mg/kg sink i prøven, mens prøve 18 (profil) viste kun 4240 mg/kg. I sjakt 3 er prøve 31 (lagdeling) og prøve 38 (halvmeter) tilnærmet duplikater, men 38 har en mye høyere konsentrasjon av bly i prøven. Dette kan indikere at bly foreligger som en hotspot. Mens det i prøve 38 er påvist 1030 mg/kg bly, er det i prøve 32 (profil) påvist kun 430 mg/kg. I sjakt 2 derimot fanger alle prøveseriene opp høye konsentrasjoner av bly. En mulig forklaring er at blyforurensningen i sjakt 2 dekker et relativt stort område og er rimelig homogen. Men det kan også skyldes at det ved en tilfeldighet ble tatt et spadestikk i fra den samme plassen for alle prøveseriene.

Fortynningseffekten observert ved økt mektighet på prøvetakingslaget, kan gjøre at forurensninger ikke blir oppdaget, og at grunnen blir klassifisert som renere enn den er. Økonomisk sett er dette positivt for tiltakshaver, da han slipper å bruke store ressurser på oppryddingstiltak. Men helsemessig og miljømessig sett er dette svært ugunstig, da grunnen kan utgjøre en større potensiell helserisiko enn først antatt, og man kan få spredning fra

områder man trodde var rene. Spesielt ugunstig er dette dersom området skal brukes til mer følsomt arealbruk, som bolig, skole og barnehage.

I Miljødirektoratets veileder «Helsebaserte tilstandsklasser for forurenset grunn» står det at «en økning i volum en delprøve er tatt i fra vil føre til en mindre representativ prøve». Og Ottesen et al. (2008) har rapportert om at blandprøver kan skjule høye konsentrasjoner på grunn av fortykning av forurensning. Dette underbygger observasjonen om en fortykningseffekt når størrelsen på prøvetakingslaget øker, for eksempel i fra halvmetersprøver til hel profil. En blandprøve bør ikke tas i fra forskjellige jordlag da dette vil i de fleste tilfeller medføre tap av informasjon, da jorden sjeldent er homogent i vertikal retning (Standard Norge, 2006). Ut fra dette ser det ut til at profilprøver fungerer dårlig til å kunne kartlegge forurenset grunn, spesielt dersom forurensningen foreligger i hotspots. Men som nevnt er det også observert en fortykningseffekt for metersprøver og halvmetersprøver, spesielt dersom prøvene går over flere sjikt. For da blir de i realiteten en blandprøve i vertikal retning, og tap av informasjon kan forekomme.

Men det er også observert en indikasjon på at en hotspot forurenser renere masser og gir prøven en høyere tilstandsklasse enn hva som faktisk er realiteten. I sjakt 1 viser prøve 7 (0-0,5 m) og prøve 9 (0,5-1,0 m) at den øverste meteren har bly i tilstandsklasse 2. Men prøve 6 (0-1 m) viser bly i tilstandsklasse 4. Det kan se ut til at det ved en tilfeldighet har blitt med deler av hotspotten som ligger på 1-1,5 m dyp i prøve 6. Og at dette har ført til forurensning av de rene massene og dermed en høyere tilstandsklasse for hele den øverste meteren!

I et reelt prosjekt ville man ved prøvetaking per halvmetre ha konkludert med at den øverste meteren er relativt ren, og videre utført en risikovurdering på om de forurensete massene på dypereliggende lag må fjernes eller ikke. Mens ved prøvetaking for hver meter hadde konklusjonen blitt at hele den øverste meteren er forurenset i tilstandsklasse 4, og må muligens fjernes, avhengig av planlagt arealbruk for tomten, jf. avsnitt 00. Dersom det blir besluttet at tilstandsklasse 4 må fjernes, medfører dette store økonomiske konsekvenser for tiltakshaver, da større mengder masser må fjernes fra tomten.

Prøve 5 er den eneste prøven i sjakt 1 som fanger opp kadmiumkonsentrasjoner i tilstandsklasse >2. Dette kan skyldes en hotspot som kun har blitt med i prøve 5, eller en forurensning av prøve 5 enten under prøvetaking eller opparbeiding. Men det kan også skyldes for dårlig spredte spadestikk under prøvetakingen. Da denne prøven skiller seg markant ut for kadmium, hadde det vært lurt å bedt laboratoriet om å kjøre en ny analyse på

kadmium i prøven. Dette vil medføre ekstra utgifter for tiltakshaver. For å unngå mange slike ekstraintgifter, bør man derfor prøve å sikre en så representativ prøve som mulig ved å ta flere små spadestikk, jevnt fordelt utover hele prøvetakingslaget. Da kan an være mer sikker på at eventuelle hotspots i laget oppdages, men også at eventuelle hotspots ikke dominerer prøven fordi man kun har tatt uttak i fra et konsentrert område i sjakten.

Basert på anbefalinger gitt i NS-ISO 10381-5 og Miljødirektoratets veileder «Helsebaserte tilstandsklasser for forurenset grunn», samt observasjoner gjort i denne oppgaven anbefales det å ikke bruke vertikale blandprøver. Med dette så menes profilprøver og prøver som går over flere sjikt i jordprofilen. Da jorden er mer homogen i horisontale sjikt (Standard Norge, 2006), er lagdelt prøvetaking en mer egnet prøvetakingsmetodikk for forurenset grunn.

Men for lagdelt prøvetaking skal man også ha i minne at jo mektigere laget er, jo mindre representativ blir prøven og man kan også her risikere å få både fortykning av forurensninger og forurensning av renere masser. Som igjen medfører både økonomiske og helsemessige konsekvenser, som diskutert ovenfor. Store sjikt bør derfor deles opp, men hva som regnes som for stort sjikt har ikke denne oppgaven grunnlag nok til å kunne si noe om.

6.5 Glødetap

I dette avsnittet presenteres glødetapene for en og en sjakt om gangen. Resultatene sammenlignes med massebeskrivelser gjort ute i felt.

Tabell 6.5.1 viser beregnet tørrstoff og glødetap, samt massebeskrivelse for prøver tatt ut av sjakt 1. Tabellen er fargelagt etter høyeste påviste tilstandsklasse for hver prøve.

Tabell 6.5.1: Tørrstoff, glødetap og massebeskrivelser for de fire prøveseriene tatt ut fra sjakt 1. Tabellen er fargelagt etter den høyeste påviste tilstandsklassen for hver prøve.

Serie	Dybde (m)	Prøve nr.	Tørrstoff (%)	Glødetap (%)	Massebeskrivelse fra felt
Lag	0-0,2	1	99,0	4,2	Jord, grus, organisk materiale
	0,2-0,3	2	96,3	6,2	Jord, grus, brun sand, svarte striper, org. materiale
	0,3-1,0	3	99,7	1,3	Brun sand, grus, rust, bildekk, metallskrot
	1,0-1,5	4	99,6	2,0	Mørkebrun sand/grus, svak oljelukt, metallplate
Profil	0-1,5	5	99,5	2,1	Sand, grus, jord, rust
Meter	0-1	6	99,7	1,6	Brun sand, grus, noe rust, svarte striper.
Halvmeter	0-0,5	7	99,6	2,0	Sand, jord, grus, sorte striper
	0,5-1	9	99,8	1,3	Sand, grus, rustlag
	1-1,5	11	99,6	2,2	Mørkebrun sand/grus, svak oljelukt, metallplate

Fra tabellen ser man at det høyeste glødetapet ligger på 6,2 %. De prøvene som har høyest glødetap, er også de prøvene som det ble registrert organisk materiale i og en svak oljelukt fra. Det relativt lave glødetapet indikerer at det er lite organisk materiale i jorden, som stemmer overens med massebeskrivelsene som ble gjort ute i felt.

Tabell 6.5.2 viser beregnet tørrstoff og glødetap, samt massebeskrivelse for prøver tatt ut av sjakt 2. Tabellen er fargelagt etter høyeste påviste tilstandsklasse for hver prøve.

Tabell 6.5.2: Tørrstoff, glødetap og massebeskrivelser for de fire prøveseriene tatt ut fra sjakt 2.

Serie	Dybde (m)	Prøve nr.	Tørrstoff (%)	Glødetap (%)	Massebeskrivelse fra felt
Lag	0-0,1	13	99,6	2,5	Sandig jord, grus, røtter.
	0,1-0,4	14	99,8	1,2	Grå sand, grus, skrapmetall
	0,4-1,3	15	94,4	14,7	M.grå, sand/grus, glasskår, oljelukt, skrapmetall
	1,3-1,4	16	50,1	64,8	Svart sagflis, kraftig oljelukt
	1,4-2	17	41,6	96,2	Sagflis: fargeendring l.brun-> m.brun, oljelukt
Profil	0-2,0	18	97,2	7,9	Jord, sand, sagflis, glass, olje.
Meter	0-1	19	99,3	5,6	Grå sand, m.grå/sort sand, sagflis, oljelukt, glass.
	1- 2	20	45,3	78,8	Sagflis, oljelukt.
Halvmeter	0-0,5	21	99,7	1,3	Sand, grus
	0,5-1	23	92,7	10,4	Grå og m.grå sand, oljelukt, glass.
	1-1,5	25	39,5	90,8	seig/klumpete jord og sagflis, oljelukt.
	1,5-2	27	42,7	93,7	brun/svart sagflis med kraftig oljelukt.

Fra tabellen ser man at det høyeste glødetapet ligger på 96,2 %. De prøvene som har høyest glødetap er også de som det ble observert mye sagflis i. Ute i felt ble det observert at sjakt 2 i all hovedsak bestod av sagflis, dette gjenspeiles i de høye verdiene for glødetap. Mineralske masser har lavt innhold av organisk karbon. Jordlige masser har noe høyere organisk karbon innhold enn mineralske masser. Men for å få et svært høyt glødetap må det være andre masser tilstede i prøven, slik som sagflis, bark, røtter og gress.

Tabell 6.5.3 viser beregnet tørrstoff og glødetap, samt massebeskrivelse for prøver tatt ut av sjakt 3. Tabellen er fargelagt etter høyeste påviste tilstandsklasse for hver prøve.

Tabell 6.5.3: Tørrstoff, glødetap og massebeskrivelser for de fire prøveseriene tatt ut fra sjakt 3.

Serie	Dybde (m)	Prøve nr.	Tørrstoff (%)	Glødetap (%)	Massebeskrivelse fra felt
Lag	0-0,2	29	99,7	1,2	Lysbrun sand, jord, grus, noe søppel, glass
	0,2-1,4	30	99,8	1,0	Grå/brun sand, jord, noe rust, skrot.
	1,4-2	31	99,5	1,5	Brunsvart, klebig sand, vanninnsig med olje, rust
Profil	0-2	32	99,1	2,5	Sandig jord, grus, rust, svak oljelukt
Meter	0-1	33	99,4	1,8	Sandig jord, grus
	1-2	34	99,1	2,6	jord, sand, grus, oljelukt
Halvmeter	0-0,5	35	99,8	1,0	Sand
	0,5-1	36	99,3	1,3	Sandig jord
	1-1,5	37	98,6	1,8	Sand
	1,5-2	38	99,3	2,6	Svart sandig jord, rust, vått i bunn, oljelukt.

Fra tabellen ser man at glødetapet er mindre enn 2,6 % for samtlige prøver. De prøvene som har høyest glødetap, er også de prøvene som det ble registrert en svak oljelukt fra. Det lave glødetap indikerer at det er lite organisk materiale i jorden, som stemmer overens med massebeskrivelsene som ble gjort ute i felt.

Tabell 6.5.4 viser beregnet tørrstoff og glødetap, samt massebeskrivelse for prøver tatt ut av sjakt 4. Tabellen er fargelagt etter høyeste påviste tilstandsklasse for hver prøve.

Tabell 6.5.4: Tørrstoff, glødetap og massebeskrivelser for de fire prøveseriene tatt ut fra sjakt 4.

Serie	Dybde (m)	Prøve nr.	Tørrstoff (%)	Glødetap (%)	Massebeskrivelse fra felt
Lag	0-0,3	39	99,7	1,4	jord, sand, organisk materiale, grus
	0,3-1,1	40	99,8	0,7	Litt klebelig sand, grus, noe jord
	1,1-2,1	41	99,7	0,7	Klebelig sand
	2,1-2,5	42	99,7	0,9	Hard, fuktig, svart sand, sterk oljelukt, vanninnsig
Profil	0-2,5	43	99,7	1,0	Sand, grus, svak oljelukt
Meter	0-1	44	99,7	1,0	Sand, grus, litt jord
	1-2	45	99,7	0,8	Klebelig sand, svak oljelukt
Halvmeter	0-0,5	46	99,8	1,0	Sand, jord, litt organisk materiale
	0,5-1	47	99,7	0,8	Sand, grus
	1-1,5	48	99,7	0,7	Sand, grus, litt klebelig
	1,5-2	49	99,8	0,8	Sand, grus, klebelig
	2-2,5	50	99,5	0,9	Våt, svart sand. Spesiell lukt.

Fra tabellen ser man at glødetapet er mindre enn 1,4 % for samtlige prøver. Det lave glødetap indikerer at det er lite organisk materiale i jorden, som stemmer overens med massebeskrivelsene som ble gjort ute i felt.

For deponering av avfall vil prøveserier som går over store dybder, for eksempel profil og metersprøver, kunne medføre at større mengder masser må fjernes ved en eventuell opprydding. Ved lagdelt prøvetaking kan man se om forurensningen ligger isolert i ett eller flere lag og dermed gjøre en kvalifisert vurdering på hvor mye masse som må fjernes. Økonomisk sett er dette mer gunstig for tiltakshaver, da man slipper fjerning av unødvendig mye masser.

Fra Tabell 6.5.2 observeres det at prøve 20 (1-2 m) har et glødetap på 78,8 %, mens prøve 25 (1-1,5 m) har 90,8 % og prøve 27 (1,5-2 m) har 93,7 %. Laget med størst mektighet har det laveste glødetapet, mens de mindre lagene har høyere glødetap. Det samme observeres for flere prøver i tabellen hvor det har blitt observert organiske masser i prøven. De lagene med høyest mektighet får en form for fortykning med mineralske jordarter. Dette kan indikere at i slike områder hvor det er en tydelig stor forskjell mellom massene kan det være fordelaktig å sortere massene ikke bare etter forurensningsnivå, men også etter organisk innhold. Dersom

man sorterer massene etter massetype, så kan man deponere mineralske jordarter for seg. Men dersom man ikke sorterer massene, så kan man ende opp med store mengder masser som er vanskelig å få deponert på grunn av høyt organisk innhold i prøven.

Metode for prøvetaking ute i felt og prøveuttak på laboratoriet kan ha stor innvirkning på resultatet, spesielt for større masselag, da det er viktig å få tatt ut en representativ mengde i fra de respektive lagene. Ved uttak av prøve vil det spesielt være viktig å få med litt av alle massetypene, noe som er vanskelig hvis man tar ut en liten prøvemengde direkte i fra prøveposen. I denne oppgaven ble prøvene homogenisert før bestemmelse av glødetapet. Dette er ikke nødvendigvis praksis ved alle laboratorier. Dersom man da tar et lite uttak fra en ikke-homogenisert bulkprøve som dekker mange ulike massetyper, er det ikke sikkert at resultatet er representativt for området. Dettet fordi at man kan få med mye grus og sand og dermed få et lavt glødetap, eller man kan få med bare sagflis, og få et ekstremt høyt glødetap.

7 Konklusjon

Parallele uttak fra samme prøve kan gi en relativt stor spredning i datasettene. Høy spredning i datasettet kombinert med høye konsentrasjoner, kan gi utslag på hvilken tilstandsklasse en prøve havner i. For lave konsentrasjoner i prøvene, må konsentrasjonene ligge tett opp mot en grense mellom to tilstandsklasser for at man skal kunne få en endring i tilstandsklasser.

Datasettene i denne oppgaven er ikke overbevisende nok til å kunne påvise noen tydelige signifikante forskjeller mellom de tre dekomponeringsteknikkene standard metode, flussyredekomponering og modifisert ALS metode. Det anbefales å ikke benytte flussyredekomponering til kartlegging av forurenset grunn, da dette er en totalmetode som kan gi feil inntrykk av forurensningsnivået på området og dermed medføre store økonomiske konsekvenser for tiltakshaver, som kan bli pålagt å fjerne større mengder masser enn hva som er nødvendig.

Sammenligningen av standard metode med modifisert ALS metode viste at det er liten forskjell mellom metodene, spesielt når resultatet uttrykkes ved tilstandsklasser. Slik at det er av liten betydning hvilken pseudototal oppslutningsmetode et laboratorium benytter, så lenge de har en god kvalitetssikring av dataene

Forskjell i tilstandsklasse for to duplikater kan skyldes hotspotforurensninger eller at konsentrasjonene ligger like i nærheten av en grense mellom to tilstandsklasser. Det observeres at mange av duplikatene som avviker fra 1:1 forholdet kommer fra prøver som dekker flere masselag i jordprofilen.

Ved kartlegging av forurenset grunn anbefales det å benytte lagdelt prøvetaking fremfor prøvetakingsmetoder som går over flere sjikt, som for eksempel profilprøver og metersprøver. For deponering av avfall vil prøveserier som går over store dybder, kunne medføre at større mengder masser må fjernes ved en eventuell opprydding. Som igjen kan gi store økonomiske konsekvenser for tiltakshaver. I områder men svært forskjellige massetyper kan det være fordelaktig å sortere massene ikke bare etter forurensningsnivå, men også etter organisk innhold .

8 Videre arbeid

I oppgaven ble det konkludert med at lagdelt prøvetaking egnet seg best av de studerte metodene til kartlegging av forurenset grunn. Men dataene gav ikke grunnlag til å si noe om mektigheten av laget. Hvor stor dybde kan et sjikt ha før representativiteten av prøven som tas ut av sjiktet går ned? Og hvor mange små stikk bør man minimum ta i fra hvert sjikt for at prøven skal være representativ?

Det er også ulik praksis knyttet til hvordan prøvene blir tatt ut fra en sjakt. Prøver kan tas ved å stikke direkte i sjaktveggene, ved å bruke gravemaskinskopa til å skrape ut en del av sjaktveggen og ta ut prøver direkte ut fra skopa eller ved å sortere massene i hauger når de blir gravd opp, for så å ta prøver direkte ut fra haugene. Det kunne derfor vært interessant å se på om de ulike metodene har noe å si for konklusjonen av en grunnundersøkelse. Dette er problemstillinger det kunne ha vært spennende å sett på som en forlengelse av denne oppgaven, og som et ledd i å utarbeide en anbefaling for hvordan selve uttaket av prøver bør skje. Ved å utarbeide en anbefaling for selve uttaket av prøvene, kan man få en felles praksis for dette og man slipper at resultatet er avhengig av hvilket firma som utførte grunnundersøkelsen.

I utgangspunktet var det også tenkt å se på uttak fra bulkprøve for å se om dette gav noen signifikante forskjeller. Har det noen effekt at prøven homogeniseres eller kan man ta ut prøve direkte i fra posen ved et stikk? Dette ble prioritert bort da oppgaven måtte begrenses noe. Men dette er fremdeles en svært interessant og aktuell problemstilling da det også her praktiseres ulikt i fra laboratorium til laboratorium.

9 Litteratur

- Adams, R. A. & Essex, C. (2010). *Calculus: a complete course*. 7. utg.: Pearson.
- Alexander, J. (2006). Anbefalte kvalitetskriterier for jord i barnehager, lekeplasser og skolegarder pa basert pa helsevurderinger. *Oslo: Nasjonalt folkehelseinstitutt*.
- Alloway, B. J. (2013). *Heavy Metals in Soils: Trace Metals and Metalloids in Soils and their Bioavailability*. 3. utg.: Springer.
- ALS Global. (u.d). *Kundeinstruks: forsegling av rilsanposer*. Tilgjengelig fra: www.alsglobal.no/website/var/assets/media-no/pdf/okk15-0.pdf (lest 16.02.2015).
- Bergestuen, B. I. (2015). *Gjeninnførerer blyhagl ved jakt*. Tilgjengelig fra: <http://www.frp.no/nor/Aktuelt/Gjeninnfoerer-blyhagl-ved-jakt> (lest 15.02.2015).
- Bølviken, B. (2004). Geokjemi og helse. *Norsk Epidemiologi*, 14 (2): 206-212.
- Carr, R., Zhang, C., Moles, N. & Harder, M. (2008). Identification and mapping of heavy metal pollution in soils of a sports ground in Galway City, Ireland, using a portable XRF analyser and GIS. *Environmental Geochemistry and Health*, 30 (1): 45-52.
- Cheatham, M. M., Sangrey, W. F. & White, W. M. (1993). Sources of error in external calibration ICP-MS analysis of geological samples and an improved non-linear drift correction procedure. . *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 48 (3): 487-506.
- Christensen, S. (2009). *Jordanalyse: Store norske leksikon*. Tilgjengelig fra: <https://snl.no/jordanalyse> (lest 14.12.2014).
- Christensen, S. & Bratberg, E. (2012). *Jord:geologi, jordbunnsføre*. Store norske leksikon. Tilgjengelig fra: https://snl.no/jord%2Fgeologi,_jordbunnsføre (lest 13.12.2014).
- Forskrift om forbud mot CCA-impregnering. (2001). *Forskrift om forbud mot bruk av CCA-impregnert trevirke*. Tilgjengelig fra: <https://lovdata.no/dokument/LTI/forskrift/2001-09-10-1102>.
- Forurensningsforskriften. (2004). *Forskrift om begrenning av forurensning*. Tilgjengelig fra: https://lovdata.no/dokument/SF/forskrift/2004-06-01-931/KAPITTEL_1#KAPITTEL_1.
- Gochfeld, M., Burger, J. & Vyas, V. (2005). Statistical analysis of data sets with values below detection limits. *Consortium for Risk Evaluation with Stakeholder Participation*, 3.

Grubbs, F. E. (1969). Procedures for detecting outlying observations in samples. *Technometrics*, 11 (1): 1-21.

Hansen, H. J. & Danielsberg, A. (2009). *Helsebaserte tilstandsklasser for forurenset grunn*. Statens forurensningstilsyn SFT.

Hlavay, J., Prohaska, T., Weisz, M., Wenzel, W. W. & Stingeder, G. J. (2004). Determination of trace elements bound to soil and sediment fractions (IUPAC Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*, 76 (2): 415-442.

Horvat, M., Lupšina, V. & Pihlar, B. (1991). Determination of total mercury in coal fly ash by gold amalgamation cold vapour atomic absorption spectrometry. *Analytica Chimica Acta*, 243: 71-79.

International Organization for Standardization. (2002a). *ISO 10381-1*. Soil quality sampling part 1: Guidance on the design of sampling programmes.

International Organization for Standardization. (2002b). *ISO 10381-2*. Soil quality sampling part 2: Guidance on sampling techniques.

International Organization for Standardization. (2006). *ISO 11464*. Soil quality: Pretreatment of samples for physicochemical analysis.

Jensen, A. (2014). *Oppslutningsmetoder for jordprøver*: Analysesentret, Trondheim (Personlig meddelelse 22.10.2014).

Kofstad, P. K., Pedersen, B. & Haraldsen, H. (2012). *Kobber*. Store norske leksikon. Tilgjengelig fra: <https://snl.no/kobber> (lest 14.02.2015).

Krivan, V. & Haas, H. F. (1988). Prevention of loss of mercury(II) during storage of dilute solutions in various containers. *Fresenius Zeitschrift für Analytische Chemie*, 332 (1): 1-6.

Lutgens, F. K. & Tarbuck, E. J. (2006). *Essentials of Geology*. 9. utg.: Pearson international edition.

Manahan, S. E. (2010). *Environmental Chemistry*. 9. utg.: CRC Press.

Maravelias, C., Hatzakis, A., Katsouyanni, K., Trichopoulos, D., Koutselinis, A., Ewers, U. & Brockhaus, A. (1989). Exposure to lead and cadmium of children living near a lead smelter at Lavrion, Greece. *Science of The Total Environment*, 84 (0): 61-70.

matematikk.org. (2013). *Variasjonsbredde*. Tilgjengelig fra: www.matematikk.org/trinn5-7/artikkel.html?tid=154322&within_tid=154228 (lest 22.02.2015).

Mathur, R., Balaram, V. & Babu, S. S. (2005). Determination of mercury in geological samples by cold vapour atomic absorption spectrometric technique. *Indian Journal of Chemistry section A*, 44 (8): 1619-1624.

McLean, J. E. & Bledsoe, B. E. (1996). Behavior of Metals in Soils¹. *EPA Environmental Assessment Sourcebook*: 19.

Mester, Z. (2006). *Sources of errors in trace element and speciation analysis*. TAQC-WFD, Budapest: National Reserach Council of Canada, Institute for National Measurement Standards.

Mielke, H. (1999). Lead in the Inner Cities Policies to reduce children's exposure to lead may be overlooking a major source of lead in the environment. *American scientist*, 87 (1): 62-73.

Mielke, H. W., Berry, K. J., Mielke, P. W., Powell, E. T. & Gonzales, C. R. (2005). Multiple metal accumulation as a factor in learning achievement within various New Orleans elementary school communities. *Environmental Research*, 97 (1): 67-75.

Mielke, H. W., Gonzales, C. R., Powell, E., Jartun, M. & Mielke, P. W. (2007). Nonlinear association between soil lead and blood lead of children in metropolitan New Orleans, Louisiana: 2000–2005. *Science of the Total Environment*, 388 (1): 43-53.

Milestone. (2008). *UltraCLAVE* [Produktbrosjyre]. Tilgjengelig fra: <http://www.milestonesci.com/files/UC-Brochure.pdf>.

Miljødirektoratet. (2014a). *Arsen*. Tilgjengelig fra: <http://www.miljostatus.no/Tema/Kjemikalier/Noen-farlige-kjemikalier/arsen/> (lest 13.02.2015).

Miljødirektoratet. (2014b). *Bly*. Tilgjengelig fra: <http://www.miljostatus.no/Tema/Kjemikalier/Noen-farlige-kjemikalier/bly/> (lest 15.02.2015).

Miljødirektoratet. (2014c). *Kadmium*. Tilgjengelig fra: <http://www.miljostatus.no/Tema/Kjemikalier/Noen-farlige-kjemikalier/kadmium/> (lest 13.02.2015).

- Miljødirektoratet. (2014d). *Kvikksølv*. Tilgjengelig fra: <http://www.miljostatus.no/Tema/Kjemikalier/Noen-farlige-kjemikalier/kvikksolv/> (lest 14.02.2015).
- Miljødirektoratet. (u.d-a). *Arsen*. Tilgjengelig fra: <http://www.erdetfarlig.no/farlige-stoffer/Arsen/> (lest 13.02.2015).
- Miljødirektoratet. (u.d-b). *Bly*. Tilgjengelig fra: <http://www.erdetfarlig.no/no/farlige-stoffer/?50&PageID=50> (lest 15.02.2015).
- Miljødirektoratet. (u.d-c). *Kadmium*. Tilgjengelig fra: <http://www.erdetfarlig.no/farlige-stoffer/Kadmium/> (lest 13.02.2015).
- Miljødirektoratet. (u.d-d). *Krom*. Tilgjengelig fra: <http://www.erdetfarlig.no/farlige-stoffer/krom/> (lest 14.02.2015).
- Miljødirektoratet. (u.d-e). *Lysstoffrør-sparepærer-lysarmaturer*. Tilgjengelig fra: <http://www.erdetfarlig.no/no/produkter/elektronikk/lysparer/> (lest 14.02.2015).
- Miljøenheten Trondheim kommune. (2014). *Hva er rene masser?* [Faktaark]. Tilgjengelig fra: <https://www.trondheim.kommune.no/content/1117716883/FAKTAARK:-Hva-er-rene-masser>.
- Morita, M., Yoshinaga, J. & Edmonds, J. S. (1998). The determination of mercury species in environmental and biological samples (technical report). *Pure and applied Chemistry*, 70 (8).
- Mostad, A. (u.d). *Sink*: Universitetet i Oslo, kjemisk institutt. Tilgjengelig fra: <http://www.mn.uio.no/kjemi/tjenester/kunnskap/periodesystemet/vis.php?e=Zn&vis=alt> (lest 15.02.2015).
- Nasjonalt institutt for ernærings- og sjømatforskning. (2014). *Kvikksølv (Hg)*. Tilgjengelig fra: <http://nifes.no/forskningstema/trygg-sjomat/uonsket-sjomat/kvikksolv-hg/> (lest 14.02.2015).
- Norsk olje og gass. (2012). *Anbefalte retningslinjer for håndtering av kvikksølv*.
- NOU 2010:9. (2010). *Et Norge uten miljøgifter: Hvordan utslipp av miljøgifter som utgjør en trussel mot helse og miljø kan stanses*. Oslo: Miljøverndepartementet. Tilgjengelig fra: <https://www.regjeringen.no/nb/dokumenter/nou-2010-9/id622877/>.

Nowicka, J. (2014). *Oppslutning av jordprøver*. Eurofins Environment Testing Norway AS (Personlig meddelelse 23.10.2014).

Ottesen, R. T., Bogen, J., Bølviken, B., Volden, T. & Haugland, T. (2000). *Geokjemisk atlas for Norge. Del 1: Kjemisk sammensetning av flomsedimenter*. Trondheim.

Ottesen, R. T. & Langedal, M. (2001). Urban geochemistry in Trondheim, Norway. *Norges geologiske undersøkelse Bulletin*, 438: 63-69.

Ottesen, R. T. & Langedal, M. (2006). *Byjord: en giftig historie*. S. 125-133 ill. s.

Ottesen, R. T., Alexander, j., Joranger, T., Rytter, E. & Andersson, M. (2007). Forslag til tilstandsklasser for jord, NGU rapport 2007.019.

Ottesen, R. T., Alexander, J., Langedal, M., Haugland, T. & Høygaard, E. (2008). Soil pollution in day-care centers and playgrounds in Norway: national action plan for mapping and remediation. *Environmental Geochemistry and Health*, 30 (6): 623-37.

Ottesen, R. T. (2013). *Kvalitetssikring av geokjemiske data*. NTNU, Trondheim (Forelesning i KJ3071 Anvendt geokjemi 12.11.2013).

PerkinElmer Inc. (2004). *The 30- Minute Guide to ICP-MS, Technical note*. Tilgjengelig fra: www.perkinelmer.com.

Raade, G. (2012). *Kvarts*: Store norske leksikon. Tilgjengelig fra: <https://snl.no/kvarts> (lest 14.12.2014).

Retsch. (u.d). *Kuttemølle SM 100*. Tilgjengelig fra: <http://www.retsch.no/no/produkter/knusing-og-nedmaling/kuttemoeller/sm-100/funksjon-og-egenskaper/> (lest 07.11.2014).

Schumacher, B. A. (2002). Methods for the determination of total organic carbon (TOC) in soils and sediments. *Ecological Risk Assessment Support Center*: 1-23.

Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J. & Crouch, S. R. (2004). *Fundamentals of Analytical Chemistry*. 8. utg.: Brooks/Cole, Cengage Learning.

Spjeldnæs, N. (2009). *Sand*. Store norske leksikon. Tilgjengelig fra: <https://snl.no/sand> (lest 12.12.2014).

Standard Norge. (2006). *NS-ISO 10381-5*. Jordkvalitet- prøvetaking-del 5: Veiledning for fremgangsmåte for undersøkelse av grunnforurensning på urbane og industrielle lokaliteter.

Standard Norge. (2012a). *NS-EN 15934*. Slam, behandlet organisk avfall, jord og avfall. Beregning av tørrstoff ved bestemmelse av tørket rest eller vanninnhold.

Standard Norge. (2012b). *NS-EN 15935*. Slam, behandlet organisk avfall, jord og avfall. Bestemmelse av glødetap.

Statens forurensningstilsyn. (2008). *Nedbrytbart avfall (TA-2436)* [Faktaark]. Tilgjengelig fra: <http://www.miljodirektoratet.no/old/klif/publikasjoner/2436/ta2436.pdf>.

Store norske leksikon. (2009a). *Grus*. Tilgjengelig fra: <https://snl.no/grus> (lest 14.12.2014).

Store norske leksikon. (2009b). *Jordprofil*. Tilgjengelig fra: <https://snl.no/jordprofil> (lest 14.12.2014).

Store norske leksikon. (2009c). *Jordsmonn*. Tilgjengelig fra: <https://snl.no/jordsmonn> (lest 17.12.2014).

Store norske leksikon. (2012). *Mineraljord*. Tilgjengelig fra: <https://snl.no/mineraljord> (lest 14.12.2014).

Store norske leksikon. (2014). *Forurensning*. Tilgjengelig fra: <https://snl.no/forurensning> (lest 15.11.2014).

Telstad, R. (2014). *Oppslutningsmetoder for jordprøver*. ALS Laboratory Group Norway AS (Personlig meddelelse 16.12.14).

Thermo Electron Corporation. (2004). *Thermo Scientific Element 2 & Element XR* [produktbrosjyre]. Tilgjengelig fra: <http://www.thermoscientific.com/content/dam/tfs/ATG/CMD/CMD%20Documents/BR-30027-Element-2-Element-XR.pdf>.

Tilset, M. (u.d). *Nikkel*: Universitetet i Oslo, kjemisk institutt. Tilgjengelig fra: <http://www.mn.uio.no/kjemi/tjenester/kunnskap/periodesystemet/vis.php?e=Ni&kat=1> (lest 15.02.2015).

Utdanningsdirektoratet. (2009). *Tabeller og formler i kjemi REA 3012 (versjon 160409)*. Tilgjengelig fra:

www3.lokus.no/file/ci/66087973/REA3012_Kjemi_2_Tabeller_og_formler_i_kjemi_2 (lest 22.02.2015).

Vestbøstad, M. T. (2014). *Undersøkelse av forurensning i jord i områder benyttet for brenning av sankthansbål*. Masteroppgave. Trondheim: NTNU, Institutt for kjemi.

Walker, C. H., Hopkin, S. P., Sibley, R. M. & Peakall, D. B. (2006). *Principles of Ecotoxicology*. 3. utg.: CRC Press.

Welz, B. & Melcher, M. (1985). Decomposition of marine biological tissues for determination of arsenic, selenium and mercury using hydride-generation and cold-vapor atomic absorption spectrometries. *Analytical chemistry*, 57 (2): 427-431.

Wibetoe, G. (2009). *ICP*. Store norske leksikon. Tilgjengelig fra: <https://snl.no/ICP> (lest 23.02.2015).

Wibetoe, G. (u.d). *Kadmium*. Universitetet i Oslo, kjemisk institutt. Tilgjengelig fra: <http://www.mn.uio.no/kjemi/tjenester/kunnskap/periodesystemet/vis.php?e=Cd&vis=alt> (lest 13.02.2015).

Wuana, R. A. & Okieimen, F. E. (2011). Heavy metals in contaminated soils: a review of sources, chemistry, risks and best available strategies for remediation. *ISRN Ecology*, 2011.

Vedlegg A: Instrumenter, kjemikalier og utstyr benyttet ved feltarbeid og laboratoriearbeid.

Tabell A.1: Instrumenter, utstyr og kjemikalier benyttet ved feltarbeid og laboratoriearbeid.

Bruksområde	Kjemikalier, utstyr og instrumenter	Spesifikasjon	Merke/leverandør
Feltarbeid	Måleband Plastposer Vannfast tussj Penn Spade Mobil med GPS Gravemaskin Notatblokk Kamera	3m	
Tørking	Tørkeskap Begerglass	500 mL	Termaks
Homogenisering	CC-cups Plastposer med zip-lock Pensel (rengjøring av SM100) Kuttemølle	25 mL SM 100, maskevidde bunnstikt: 2mm	VWR International AS Retsch
Bestemmelse av tørrstoff og glødetap	Tørkeskap Glødeovn Porselensdigler Eksikator med tørkestoff Analysevekt Digeltang Varmebestandige hansker Varmebestandig underlag	BL210S, nøyaktighet: 0,0001g	Termaks Carbolite Sartorius
Dekomponering i UltraClave med 50% v/v HNO ₃	Teflonrør Analysevekt Vekt til fortynning Fortynningsflaske UltraClave	18 mL BL210S, nøyaktighet: 0,0001g Pioneer, Nøyaktighet: 0,01g PFA, 125 mL og 250 mL	Milestone Sartorius Ohaus ESI Milestone

	PP-rør til ICP-MS PFA-rør til ICP-MS MQ-vann Salpetersyre, HNO ₃ Flussyre, HF Hydrogenperoksid, H ₂ O ₂ Standard Referansemateriale	15 mL 12 mL Ultrapure Ultrapure, konsentrert Suprapure, 40% GBW 07408 SOIL, Tobacco PVTL 6	VWR International AS ESI Fremstilt ved Institutt for kjemi, NTNU, ved hjelp av Purelab Option-Q Fremstilt ved Institutt for kjemi, NTNU, ved hjelp av Milestone SubPure Merck KGaA VWR International AS
Analyse på ICP-MS	HR-ICP-MS	ELEMENT 2	Thermo Electronic

Vedlegg B: Ultraclave rapport for dekomponering med HNO₃ og HF



MLS Microwave Report

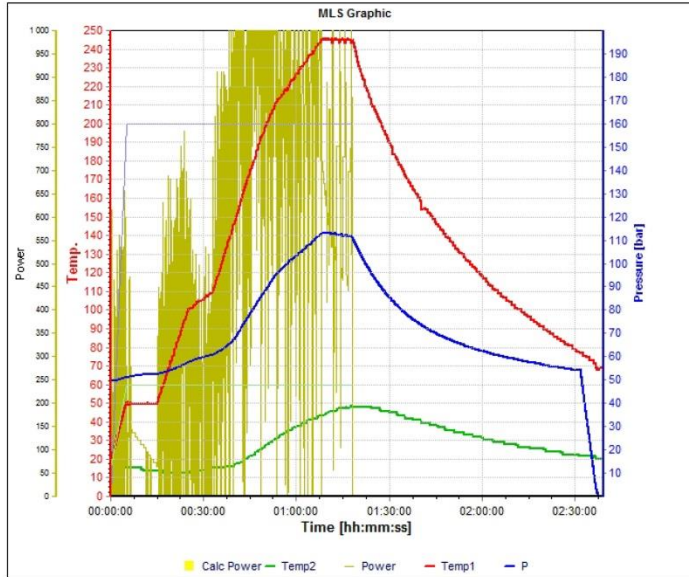
Application: ultraCLAVE

Report 03.12.2014 10:12:48

Operator: Administrator

Filename: M:\A\2014\PROJECTS NOT FINISHED\KJEM\MASTER\Trude Walleraunet\873-271114-121-160-Walleraunet-pnr-39-74.dpr

MLS Milestone
www.milestonesrl.com



Parameter

```

Model: ultraCLAVE
Model year: 2014
Load: 350 g
Release temp.: 178.0 °C
Release pressure: 10.0 bar/min
Cooling: ON
Auto open: OFF
Cooling on Temp.: 80.0 °C
Ground load: 300 30 2
Ventilation time: 01:21:18
    
```

Remark:

2 config racks/vessels 17/38, 40/18ml

MW Program

Step	Time [hh:mm:ss]	Temp 1 [°C]	Temp 2 [°C]	Press [bar]	Engery [Watt]
1	00:05:00	50	60	160	1 000
2	00:10:00	50	60	160	1 000
3	00:10:00	100	60	160	1 000
4	00:08:00	110	60	160	1 000
5	00:15:00	190	60	160	1 000
6	00:05:00	210	60	160	1 000
7	00:15:00	245	60	160	1 000
8	00:10:00	245	60	160	1 000

Figur B.1: UltraClaverapport for dekomponering av prøver gitt i avsnitt 4.2.3 og 4.2.4.

Vedlegg C: UltraClave rapport for modifisert ALS metode



MLS Microwave Report

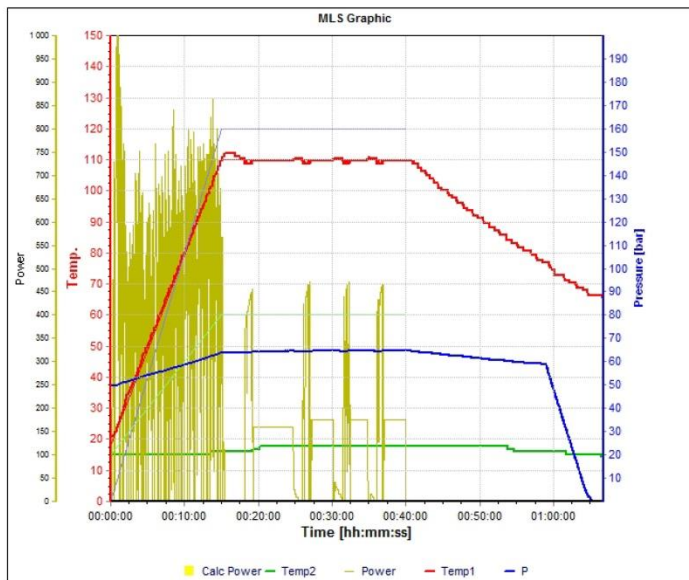
Application: ultraCLAVE

Report 09.01.2015 14:10:35

Operator: Administrator

Filename: M:\A\2015\PROJECT NOT FINISHED\KJEMIMASTER\Trude Walleraunet\880-181214-121-160-TrudeWalleraunet-sjekk-ALS-metode.dpr

MLS Milestone
www.milestonesrl.com



Parameter

Release pressure: 10.0 bar/min
 Cooling : ON
 Auto open : OFF
 Cooling on Temp.: 80.0 °C
 Ground load : 300 30 2
 Ventilation time: 00:26:49

Remark:

Snr 880 vials 121-160
 Prosedyre, 2-300 mg prove tilsettes 5 ml kons hno3 + 0.5 ml H2O2, dekomponeres, fortynnes sa til 120 ml som gir ca 0.6M HNO3.
 Prosjekt , Trude Walleraunet, master, sjekk av denne prosedyren (ALS sin prosedyre), mot var egen.
 2 stk prover 10 paralleller av hver.
 Oyvind metallbit (ekstraprove).

MW Program

Step	Time [hh:mm:ss]	Temp 1 [°C]	Temp 2 [°C]	Press [bar]	Engery [Watt]
1	00:15:00	110	60	160	1 000
2	00:25:00	110	60	160	1 000

Figur C.2: UltraClave rapport for modifisert ALS metode.

Vedlegg D: Analyseresultater

Tabell D.1: Konsentrasjon og RSD for As, Cd og Cr.

Prøve	Parallell/ duplikat	Metode	As75 (HR)		Cd111(MR)		Cr53(MR)	
			Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)
1		HNO ₃	17,62	7,4	1,269	8,2	89,4	1,5
2		HNO ₃	17,85	1,0	2,099	7,4	89,9	2,1
3	Parallell 1	HNO ₃	3,36	8,6	0,259	13,3	45,3	1,5
4		HNO ₃	8,17	4,4	0,829	10,8	73,1	2,9
5		HNO ₃	6,80	3,9	13,958	1,3	58,0	0,6
6		HNO ₃	8,29	0,8	0,564	7,8	70,7	1,7
7	Duplikat 1	HNO ₃	5,95	7,8	0,442	9,6	56,2	1,6
8	Duplikat 2	HNO ₃	5,81	6,6	0,357	4,6	66,8	3,0
9	Duplikat 1	HNO ₃	5,95	7,8	0,574	6,9	56,5	2,6
10	Duplikat 2	HNO ₃	6,10	8,0	0,385	13,1	61,5	1,2
11	Duplikat 1	HNO ₃	13,82	4,1	1,316	8,6	73,3	3,0
12	Duplikat 2	HNO ₃	7,37	2,3	0,552	13,7	75,7	4,0
13		HNO ₃	12,22	9,1	4,087	2,0	62,7	1,3
14		HNO ₃	5,27	6,3	0,183	10,2	52,4	1,5
15	Parallell 1	HNO ₃	12,85	0,7	21,654	1,5	179,9	1,5
16		HNO ₃	3,93	1,1	7,715	1,7	23,1	1,4
17		HNO ₃	0,39	8,1	0,123	15,2	0,7	7,5
18		HNO ₃	12,14	2,6	6,691	4,6	83,9	2,6
19		HNO ₃	9,71	1,6	6,532	3,1	87,4	1,2
20		HNO ₃	2,07	6,7	0,788	6,1	10,2	6,9
21	Duplikat 1	HNO ₃	5,15	6,5	0,303	11,7	64,1	0,5
22	Duplikat 2	HNO ₃	8,20	6,1	0,925	4,0	65,2	1,5
23	Duplikat 1	HNO ₃	10,69	2,4	10,140	5,7	140,8	2,3
24	Duplikat 2	HNO ₃	14,21	2,0	12,494	4,4	116,3	1,0
25	Duplikat 1	HNO ₃	0,98	8,9	1,672	2,9	4,8	2,4
26	Duplikat 2	HNO ₃	1,59	6,9	0,527	5,8	9,3	3,5
27	Duplikat 1	HNO ₃	0,92	5,0	0,119	16,4	3,2	3,9

Prøve	Parallell/ duplikat	Metode	As75 (HR)		Cd111(MR)		Cr53(MR)	
			Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)
28	Duplikat 2	HNO ₃	0,40	5,2	0,132	0,0	9,2	136,3
29		HNO ₃	5,99	5,2	1,582	6,7	59,2	2,0
30		HNO ₃	6,14	7,6	0,138	4,5	54,5	1,3
31		HNO ₃	7,93	8,1	0,358	5,1	149,6	3,2
32		HNO ₃	9,14	4,3	2,721	9,5	98,2	5,5
33		HNO ₃	10,25	7,2	0,743	1,6	96,6	2,2
34		HNO ₃	11,42	4,0	3,353	0,6	144,5	1,9
35		HNO ₃	4,66	11,9	0,358	4,7	52,7	2,9
36		HNO ₃	8,18	6,8	0,387	18,0	81,1	0,9
37		HNO ₃	19,40	1,6	0,801	6,6	112,0	0,4
38		HNO ₃	10,79	1,7	3,747	1,9	191,6	2,8
39		HNO ₃	5,35	6,5	0,609	10,5	62,4	2,1
40		HNO ₃	8,65	7,1	0,178	12,9	69,2	2,8
41		HNO ₃	5,19	8,0	0,087	12,1	50,2	1,8
42		HNO ₃	12,38	6,8	0,187	10,0	59,8	1,9
43		HNO ₃	11,38	7,9	0,150	40,3	55,7	2,3
44		HNO ₃	10,24	8,8	0,589	4,5	57,6	1,8
45		HNO ₃	6,46	6,2	0,109	17,6	61,3	1,9
46		HNO ₃	10,45	6,0	1,463	1,5	77,7	1,4
47		HNO ₃	5,30	6,9	3,637	3,6	50,3	1,3
48		HNO ₃	4,88	5,6	0,095	15,6	50,1	2,4
49		HNO ₃	7,08	8,8	0,146	12,7	56,7	1,8
50		HNO ₃	5,38	3,7	0,152	12,9	56,8	3,1
51		HNO ₃	11,94	6,6	0,980	8,2	63,8	2,6
52		HNO ₃	17,80	2,8	1,941	9,5	84,3	2,1
53		HNO ₃	7,23	6,8	0,579	12,6	53,4	2,7
54		HNO ₃	10,88	6,5	1,453	3,7	77,2	1,2
55		HNO ₃	7,71	6,6	0,140	16,4	56,1	3,2
56		HNO ₃	6,04	6,8	0,076	1,1	49,6	2,0
57	15, Parallell 2	HNO ₃	13,10	1,1	21,262	0,2	184,5	4,4

Prøve	Parallell/ duplikat	Metode	As75 (HR)		Cd111(MR)		Cr53(MR)	
			Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)
58	15, Parallell 3	HNO ₃	14,14	1,8	23,954	4,7	196,6	4,6
59	15, Parallell 4	HNO ₃	13,21	1,1	26,280	1,7	219,6	3,1
60	15, Parallell 5	HNO ₃	13,28	1,2	23,410	2,3	180,7	1,3
61	15, Parallell 6	HNO ₃	13,42	3,6	22,613	0,5	193,1	5,4
62	15, Parallell 7	HNO ₃	10,65	1,9	20,470	1,8	162,1	1,3
63	15, Parallell 8	HNO ₃	13,70	1,2	26,387	5,8	231,9	1,1
64	15, Parallell 9	HNO ₃	13,27	3,6	23,757	0,2	234,1	2,6
65	15,Parallell 10	HNO ₃	11,14	4,3	24,147	1,3	194,1	1,7
66	3, Parallell 2	HNO ₃	5,76	5,1	0,336	6,6	59,1	1,1
67	3, Parallell 3	HNO ₃	4,05	7,5	0,222	2,3	57,3	4,0
68	3, Parallell 4	HNO ₃	4,92	8,0	0,947	8,2	133,1	2,8
69	3, Parallell 5	HNO ₃	4,70	7,1	0,298	15,2	63,6	1,7
70	3, Parallell 6	HNO ₃	4,41	10,6	0,376	5,5	64,5	2,5
71	3, Parallell 7	HNO ₃	5,77	7,3	0,585	3,3	65,0	1,2
72	3, Parallell 8	HNO ₃	4,80	7,1	0,290	8,2	59,5	1,7
73	3, Parallell 9	HNO ₃	6,03	8,4	0,542	6,5	60,5	1,5
74	3, Parallell 10	HNO ₃	5,97	9,3	0,295	6,9	60,5	2,9
75	15, Parallell 1	HNO ₃ + HF	27,3	5,7	30,5	8,4	223,9	1,7
76	15, Parallell 2	HNO ₃ + HF	77,8	1,1	20,4	2,0	141,0	2,8
77	15, Parallell 3	HNO ₃ + HF	40,2	1,6	32,5	5,7	207,7	0,4
78	15, Parallell 4	HNO ₃ + HF	49,7	15,6	19,7	5,1	189,1	3,3
79	15, Parallell 5	HNO ₃ + HF	49,2	3,4	26,9	1,2	229,5	1,0
80	15, Parallell 6	HNO ₃ + HF	48,7	0,6	20,5	3,6	192,8	0,3
81	15, Parallell 7	HNO ₃ + HF	67,4	3,6	21,4	6,5	225,3	6,1
82	15, Parallell 8	HNO ₃ + HF	32,2	4,7	34,8	3,3	279,0	1,3
83	15, Parallell 9	HNO ₃ + HF	42,6	4,3	24,2	5,0	212,7	4,0
84	15,Parallell 10	HNO ₃ + HF	76,5	5,7	21,2	9,3	216,5	3,6
85	3, Parallell 1	HNO ₃ + HF	4,69	11,0	0,64	28,4	60,6	1,8
86	3, Parallell 2	HNO ₃ + HF	4,65	3,1	0,27	86,1	57,7	4,1
87	3, Parallell 3	HNO ₃ + HF	4,70	11,7	0,33	52,0	48,8	1,2

Prøve	Parallell/ duplikat	Metode	As75 (HR)		Cd111(MR)		Cr53(MR)	
			Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)
88	3, Parallell 4	HNO ₃ + HF	5,71	9,2	0,38	30,1	75,8	4,2
89	3, Parallell 5	HNO ₃ + HF	3,87	9,1	0,38	60,3	57,9	5,9
90	3, Parallell 6	HNO ₃ + HF	3,62	10,1	0,29	60,1	79,4	0,5
91	3, Parallell 7	HNO ₃ + HF	3,48	14,0	0,04	173,2	39,9	0,9
92	3, Parallell 8	HNO ₃ + HF	16,82	5,0	0,26	43,3	49,5	4,7
93	3, Parallell 9	HNO ₃ + HF	6,08	15,1	0,13	142,0	80,8	3,5
94	3, Parallell 10	HNO ₃ + HF	5,99	15,5	0,30	28,9	59,9	2,4
95	15, Parallell 1	ALS	10,02	0,7	20,542	4,6	62,5	0,5
96	15, Parallell 2	ALS	10,69	3,7	22,407	1,8	73,5	0,4
97	15, Parallell 3	ALS	10,81	1,4	24,356	4,7	78,3	1,3
98	15, Parallell 4	ALS	11,05	1,6	26,728	1,8	73,4	6,2
99	15, Parallell 5	ALS	10,62	4,9	22,808	3,5	81,6	2,4
100	15, Parallell 6	ALS	12,27	0,5	28,778	8,0	83,0	1,1
101	15, Parallell 7	ALS	12,47	1,4	27,215	4,4	93,9	1,1
102	15, Parallell 8	ALS	12,78	2,2	25,610	1,8	83,8	3,1
103	15, Parallell 9	ALS	10,47	3,1	25,216	2,3	72,9	1,3
104	15, Parallell 10	ALS	11,35	4,6	28,046	1,5	74,7	4,2
105	3, Parallell 1	ALS	7,74	9,4	0,344	6,2	22,6	1,3
106	3, Parallell 2	ALS	6,41	9,5	0,238	27,1	28,3	4,3
107	3, Parallell 3	ALS	5,23	3,9	0,179	12,6	28,8	3,3
108	3, Parallell 4	ALS	4,80	12,6	0,374	34,9	23,3	2,4
109	3, Parallell 5	ALS	8,10	4,9	0,422	25,1	33,7	3,0
110	3, Parallell 6	ALS	8,28	11,9	0,547	13,3	32,6	3,4
111	3, Parallell 7	ALS	10,44	5,3	0,296	15,9	36,9	1,0
112	3, Parallell 8	ALS	10,00	12,9	0,535	15,0	36,7	1,4
113	3, Parallell 9	ALS	6,14	9,1	0,349	14,4	25,3	3,1
114	3, Parallell 10	ALS	7,24	8,8	0,464	7,1	31,9	1,6

Tabell D.2: Konsentrasjon og RSD for Cu, Hg og Ni.

Prøve	Parallell/ duplikat	Metode	Cu65(MR)		Hg202(LR)		Ni62(MR)	
			Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)
1		HNO ₃	117,0	1,3	0,151	1,1	60,6	1,5
2		HNO ₃	177,0	0,9	0,389	2,0	70,8	1,2
3	Parallell 1	HNO ₃	30,3	2,0	0,104	3,7	24,6	3,2
4		HNO ₃	81,3	2,3	0,032	5,2	45,9	1,3
5		HNO ₃	77,8	0,6	0,064	4,7	39,5	2,0
6		HNO ₃	108,3	3,2	0,055	0,7	44,3	2,3
7	Duplikat 1	HNO ₃	28,8	1,2	0,018	10,4	30,0	3,0
8	Duplikat 2	HNO ₃	34,2	3,0	0,039	7,7	34,1	4,0
9	Duplikat 1	HNO ₃	48,2	0,9	0,034	4,2	32,8	3,9
10	Duplikat 2	HNO ₃	36,6	2,5	0,044	3,5	54,5	3,4
11	Duplikat 1	HNO ₃	144,0	1,3	0,053	4,5	49,7	2,6
12	Duplikat 2	HNO ₃	82,7	2,4	0,026	3,7	39,5	3,0
13		HNO ₃	229,5	1,7	0,062	5,5	38,5	3,5
14		HNO ₃	13,9	3,1	0,008	7,0	23,3	3,0
15	Parallell 1	HNO ₃	1 576,9	1,5	0,183	2,5	511,1	1,0
16		HNO ₃	45,4	1,7	0,025	9,6	26,2	4,1
17		HNO ₃	1,4	0,5	0,010	4,9	1,1	8,8
18		HNO ₃	1 155,8	2,2	0,062	4,6	95,4	1,3
19		HNO ₃	528,7	1,0	0,048	5,5	90,5	0,9
20		HNO ₃	214,7	2,2	0,021	2,2	9,4	6,1
21	Duplikat 1	HNO ₃	20,7	1,3	0,009	4,7	28,2	1,7
22	Duplikat 2	HNO ₃	51,9	0,7	0,015	8,2	36,6	1,3
23	Duplikat 1	HNO ₃	1 463,0	3,6	0,034	6,4	123,4	1,8
24	Duplikat 2	HNO ₃	996,4	1,8	0,027	8,1	104,9	1,5
25	Duplikat 1	HNO ₃	17,2	3,7	0,011	11,8	7,6	2,7
26	Duplikat 2	HNO ₃	31,0	2,9	0,007	10,3	13,0	6,5
27	Duplikat 1	HNO ₃	6,6	6,8	0,012	7,1	3,9	2,7
28	Duplikat 2	HNO ₃	3,2	3,8	0,007	3,8	2,7	4,4

Prøve	Parallell/ duplikat	Metode	Cu65(MR)		Hg202(LR)		Ni62(MR)	
			Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)
29		HNO ₃	303,5	1,6	0,064	4,8	31,5	0,4
30		HNO ₃	17,3	0,7	0,007	8,2	26,7	3,5
31		HNO ₃	30,5	1,5	0,014	9,8	108,1	3,4
32		HNO ₃	519,7	5,3	0,021	13,1	68,6	3,1
33		HNO ₃	50,3	1,5	0,021	1,2	51,1	3,7
34		HNO ₃	266,2	1,6	0,031	2,6	142,1	3,5
35		HNO ₃	18,0	1,3	0,011	2,1	28,1	1,2
36		HNO ₃	16,7	0,8	0,016	3,8	46,3	6,0
37		HNO ₃	80,5	1,6	0,022	3,4	87,0	1,3
38		HNO ₃	812,6	1,1	0,030	3,9	442,0	1,1
39		HNO ₃	28,0	2,7	0,013	10,1	31,3	0,5
40		HNO ₃	21,1	2,5	0,008	4,0	31,9	2,1
41		HNO ₃	13,1	2,3	0,005	6,0	24,6	5,3
42		HNO ₃	25,9	1,0	0,009	5,2	36,4	1,1
43		HNO ₃	38,2	2,2	0,010	5,3	30,5	3,1
44		HNO ₃	23,9	1,0	0,017	3,8	25,4	1,8
45		HNO ₃	17,8	1,6	0,007	9,8	28,8	3,8
46		HNO ₃	60,5	2,8	0,044	4,1	37,9	2,5
47		HNO ₃	16,8	1,9	0,004	13,3	25,3	2,7
48		HNO ₃	11,5	1,5	0,007	7,5	23,3	3,3
49		HNO ₃	20,4	2,7	0,006	8,6	29,4	3,1
50		HNO ₃	14,5	3,9	0,009	12,7	27,5	3,9
51		HNO ₃	65,2	1,8	0,115	2,3	35,4	2,7
52		HNO ₃	646,8	0,8	0,298	2,6	77,0	3,6
53		HNO ₃	70,7	1,0	0,092	2,5	63,7	3,4
54		HNO ₃	51,5	1,0	0,052	4,5	39,8	3,1
55		HNO ₃	18,3	0,0	0,011	19,1	27,4	3,2
56		HNO ₃	15,2	1,0	0,006	4,9	23,1	2,9
57	Parallell 2	HNO ₃	2 285,6	2,6	0,489	1,3	495,0	3,2
58	Parallell 3	HNO ₃	1 641,9	3,8	0,466	2,5	452,8	4,3

Prøve	Parallell/ duplikat	Metode	Cu65(MR)		Hg202(LR)		Ni62(MR)	
			Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)
59	Parallell 4	HNO ₃	1 831,3	0,9	0,451	1,8	502,9	0,3
60	Parallell 5	HNO ₃	2 572,5	2,0	0,525	0,8	331,6	3,3
61	Parallell 6	HNO ₃	1 718,9	3,0	1,378	1,1	398,5	1,2
62	Parallell 7	HNO ₃	1 589,3	1,8	0,448	2,9	354,7	3,4
63	Parallell 8	HNO ₃	1 683,2	2,3	0,432	1,8	492,6	2,8
64	Parallell 9	HNO ₃	1 565,6	1,9	0,297	0,7	453,7	2,2
65	Parallell 10	HNO ₃	1 570,3	3,0	0,729	2,6	798,2	3,3
66	Parallell 2	HNO ₃	42,0	2,1	0,052	2,7	35,7	1,0
67	Parallell 3	HNO ₃	33,2	11,2	0,024	11,8	26,7	6,6
68	Parallell 4	HNO ₃	82,8	3,2	0,047	3,3	70,2	1,9
69	Parallell 5	HNO ₃	50,5	3,4	0,042	4,0	33,0	3,5
70	Parallell 6	HNO ₃	32,2	1,4	0,043	3,0	29,2	5,9
71	Parallell 7	HNO ₃	75,1	4,0	0,061	2,0	36,3	1,7
72	Parallell 8	HNO ₃	66,3	2,1	0,047	4,0	29,9	1,4
73	Parallell 9	HNO ₃	71,2	0,3	0,037	5,3	34,0	2,6
74	Parallell 10	HNO ₃	65,5	2,3	0,051	6,9	33,2	3,8
75	15, Parallell 1	HNO ₃ + HF	1 468	1,2	0,009	12,3	405,98	4,2
76	15, Parallell 2	HNO ₃ + HF	2 091	1,2	0,040	4,0	637,57	4,3
77	15, Parallell 3	HNO ₃ + HF	1 992	2,1	0,060	3,1	516,41	2,4
78	15, Parallell 4	HNO ₃ + HF	1 043	5,4	0,016	16,9	402,39	6,2
79	15, Parallell 5	HNO ₃ + HF	2 151	0,9	0,059	9,3	830,90	3,1
80	15, Parallell 6	HNO ₃ + HF	1 631	2,8	0,329	5,7	521,16	1,3
81	15, Parallell 7	HNO ₃ + HF	1 394	5,7	0,334	3,1	410,45	9,5
82	15, Parallell 8	HNO ₃ + HF	1 946	4,5	0,324	6,2	511,61	4,5
83	15, Parallell 9	HNO ₃ + HF	1 629	0,9	0,185	3,9	358,21	2,1
84	15, Parallell 10	HNO ₃ + HF	1 351	2,4	0,095	4,9	460,10	2,1
85	3, Parallell 1	HNO ₃ + HF	51,5	0,8	0,010	12,7	39,96	4,2
86	3, Parallell 2	HNO ₃ + HF	35,4	2,2	0,009	16,4	36,56	5,9
87	3, Parallell 3	HNO ₃ + HF	42,1	4,7	0,001	16,1	34,91	6,4
88	3, Parallell 4	HNO ₃ + HF	82,7	3,1	0,000	8,5	51,93	6,4

Prøve	Parallell/ duplikat	Metode	Cu65(MR)		Hg202(LR)		Ni62(MR)	
			Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)
89	3, Parallell 5	HNO ₃ + HF	53,0	1,2	0,013	1,6	42,24	4,5
90	3, Parallell 6	HNO ₃ + HF	17,0	5,0	0,005	10,7	46,82	3,0
91	3, Parallell 7	HNO ₃ + HF	32,3	3,7	0,014	8,3	24,99	8,9
92	3, Parallell 8	HNO ₃ + HF	80,6	4,9	-0,005	7,3	53,50	5,2
93	3, Parallell 9	HNO ₃ + HF	34,1	3,3	0,005	3,5	37,72	2,6
94	3, Parallell 10	HNO ₃ + HF	78,8	2,3	0,003	17,3	39,77	4,3
95	15, Parallell 1	ALS	1 637,31	1,6	0,086	1,7	374,7	1,7
96	15, Parallell 2	ALS	1 706,67	0,6	0,237	2,8	408,8	1,7
97	15, Parallell 3	ALS	2 379,57	1,2	0,132	7,9	907,8	1,6
98	15, Parallell 4	ALS	2 151,01	3,7	0,426	7,7	349,5	3,7
99	15, Parallell 5	ALS	1 847,30	2,3	0,127	1,0	849,1	2,3
100	15, Parallell 6	ALS	1 805,67	0,5	0,491	2,1	563,3	1,4
101	15, Parallell 7	ALS	1 863,18	3,0	0,522	2,0	448,9	1,8
102	15, Parallell 8	ALS	1 465,53	1,8	0,172	16,3	383,5	1,5
103	15, Parallell 9	ALS	1 615,61	2,2	0,151	5,0	404,8	5,4
104	15, Parallell 10	ALS	1 946,89	2,7	0,221	6,2	404,0	3,1
105	3, Parallell 1	ALS	1 504,73	2,6	0,013	5,2	47,9	2,0
106	3, Parallell 2	ALS	49,65	2,1	0,047	1,8	29,8	4,0
107	3, Parallell 3	ALS	29,98	4,2	0,014	9,8	23,4	0,1
108	3, Parallell 4	ALS	47,96	2,5	0,034	4,4	23,3	2,5
109	3, Parallell 5	ALS	63,95	1,6	0,057	5,7	32,0	1,0
110	3, Parallell 6	ALS	75,11	0,2	0,054	5,7	32,1	2,9
111	3, Parallell 7	ALS	59,08	2,4	0,017	8,1	32,6	3,2
112	3, Parallell 8	ALS	120,77	0,7	0,059	9,7	35,8	2,1
113	3, Parallell 9	ALS	53,95	0,1	0,029	3,6	25,2	2,5
114	3, Parallell 10	ALS	111,22	0,9	0,048	7,2	29,8	2,8

Tabell D.3: Konsentrasjon og RSD for Pb og Zn.

Prøve	Parallell/duplikat	Dekomponering	Pb208(MR)		Zn67(MR)	
			Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)
1		HNO ₃	177,6	2,2	400,1	1,1
2		HNO ₃	279,6	1,4	1 382,8	1,4
3	Parallell 1	HNO ₃	15,3	1,7	244,3	1,9
4		HNO ₃	466,2	2,1	422,2	2,4
5		HNO ₃	257,0	2,9	304,1	0,2
6		HNO ₃	557,6	1,5	303,6	0,8
7	Duplikat 1	HNO ₃	89,3	1,9	178,2	3,5
8	Duplikat 2	HNO ₃	42,6	1,8	202,8	3,3
9	Duplikat 1	HNO ₃	81,2	3,9	272,5	0,6
10	Duplikat 2	HNO ₃	83,0	2,4	208,9	1,4
11	Duplikat 1	HNO ₃	908,8	2,3	719,3	1,4
12	Duplikat 2	HNO ₃	265,9	0,9	339,2	0,4
13		HNO ₃	166,9	0,6	746,0	1,8
14		HNO ₃	18,1	6,1	54,1	0,0
15	Parallell 1	HNO ₃	2 291,4	2,5	30 719,1	2,0
16		HNO ₃	494,2	1,1	2 350,6	1,8
17		HNO ₃	1,3	3,0	87,4	4,5
18		HNO ₃	1 397,2	2,7	4 242,0	3,6
19		HNO ₃	2 046,9	3,9	7 564,4	1,2
20		HNO ₃	64,1	1,7	14 916,9	0,9
21	Duplikat 1	HNO ₃	20,5	3,3	105,4	0,8
22	Duplikat 2	HNO ₃	69,5	4,1	461,7	1,5
23	Duplikat 1	HNO ₃	1 081,0	1,1	10 370,8	1,4
24	Duplikat 2	HNO ₃	1 240,0	1,7	11 390,9	2,6
25	Duplikat 1	HNO ₃	43,7	2,9	1 411,6	0,9
26	Duplikat 2	HNO ₃	37,1	2,9	300,9	4,3
27	Duplikat 1	HNO ₃	7,8	1,1	164,0	0,9
28	Duplikat 2	HNO ₃	3,1	4,9	98,8	0,9

Prøve	Parallell/duplikat	Dekomponering	Pb208(MR)		Zn67(MR)	
			Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)
29		HNO ₃	31,3	2,5	382,1	1,7
30		HNO ₃	35,2	0,9	268,0	1,0
31		HNO ₃	43,0	2,9	143,2	1,5
32		HNO ₃	430,4	1,5	1 638,2	2,2
33		HNO ₃	68,7	2,0	328,6	2,6
34		HNO ₃	633,0	0,2	2 903,5	0,5
35		HNO ₃	24,9	0,8	129,2	3,1
36		HNO ₃	55,4	1,4	188,2	2,0
37		HNO ₃	211,1	3,4	304,5	2,4
38		HNO ₃	1 034,4	2,3	1 297,6	2,5
39		HNO ₃	77,3	1,6	435,9	1,6
40		HNO ₃	17,5	0,3	68,3	1,6
41		HNO ₃	6,6	1,8	37,9	3,9
42		HNO ₃	12,9	2,5	69,6	3,8
43		HNO ₃	7,5	1,2	172,3	2,0
44		HNO ₃	27,1	3,5	203,5	0,7
45		HNO ₃	11,4	1,2	58,1	3,3
46		HNO ₃	100,7	3,4	460,2	3,2
47		HNO ₃	13,9	3,0	57,4	0,8
48		HNO ₃	6,4	2,9	43,6	3,6
49		HNO ₃	86,3	0,9	61,1	5,2
50		HNO ₃	325,9	0,2	128,8	3,0
51		HNO ₃	138,4	2,3	308,2	2,8
52		HNO ₃	247,6	1,4	1 238,3	0,4
53		HNO ₃	49,7	1,3	596,1	2,8
54		HNO ₃	62,7	1,5	544,5	0,8
55		HNO ₃	13,6	2,6	63,4	1,7
56		HNO ₃	6,0	1,0	33,9	1,8
57	Parallell 2	HNO ₃	2 212,9	0,9	32 954,2	0,6
58	Parallell 3	HNO ₃	2 292,9	1,4	31 687,4	3,2

Prøve	Parallell/duplikat	Dekomponering	Pb208(MR)		Zn67(MR)	
			Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)
59	Parallell 4	HNO ₃	2 466,2	1,6	32 431,1	0,9
60	Parallell 5	HNO ₃	2 311,4	1,3	33 340,8	1,4
61	Parallell 6	HNO ₃	2 328,0	1,6	33 582,3	3,9
62	Parallell 7	HNO ₃	3 322,5	4,0	30 292,2	0,4
63	Parallell 8	HNO ₃	2 833,2	1,1	33 023,9	1,6
64	Parallell 9	HNO ₃	3 142,4	1,3	30 184,2	1,7
65	Parallell 10	HNO ₃	3 029,8	1,6	33 684,6	0,3
66	Parallell 2	HNO ₃	28,7	4,7	170,7	3,0
67	Parallell 3	HNO ₃	15,3	1,5	116,0	1,7
68	Parallell 4	HNO ₃	31,3	2,9	188,9	3,2
69	Parallell 5	HNO ₃	36,6	0,9	182,1	1,6
70	Parallell 6	HNO ₃	20,6	5,4	503,7	1,2
71	Parallell 7	HNO ₃	40,2	0,7	254,7	2,0
72	Parallell 8	HNO ₃	23,4	1,4	169,8	1,1
73	Parallell 9	HNO ₃	30,9	2,5	224,2	1,9
74	Parallell 10	HNO ₃	22,2	3,4	392,0	1,8
75	15, Parallell 1	HNO ₃ + HF	2 052	0,9	43 550	2,5
76	15, Parallell 2	HNO ₃ + HF	2 130	1,3	35 163	0,6
77	15, Parallell 3	HNO ₃ + HF	2 301	1,5	37 049	0,4
78	15, Parallell 4	HNO ₃ + HF	2 011	0,8	36 070	3,8
79	15, Parallell 5	HNO ₃ + HF	3 328	1,3	38 679	0,9
80	15, Parallell 6	HNO ₃ + HF	2 518	0,2	32 382	0,4
81	15, Parallell 7	HNO ₃ + HF	4 540	3,8	36 420	6,3
82	15, Parallell 8	HNO ₃ + HF	3 134	3,7	35 095	2,1
83	15, Parallell 9	HNO ₃ + HF	3 132	1,1	34 633	1,5
84	15, Parallell 10	HNO ₃ + HF	2 056	4,7	32 374	1,7
85	3, Parallell 1	HNO ₃ + HF	40,96	3,6	231,9	8,5
86	3, Parallell 2	HNO ₃ + HF	21,14	0,2	140,4	5,1
87	3, Parallell 3	HNO ₃ + HF	19,00	1,6	152,7	5,8
88	3, Parallell 4	HNO ₃ + HF	25,39	1,4	193,6	4,5

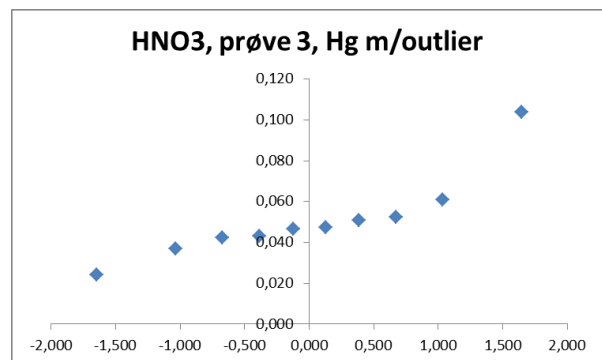
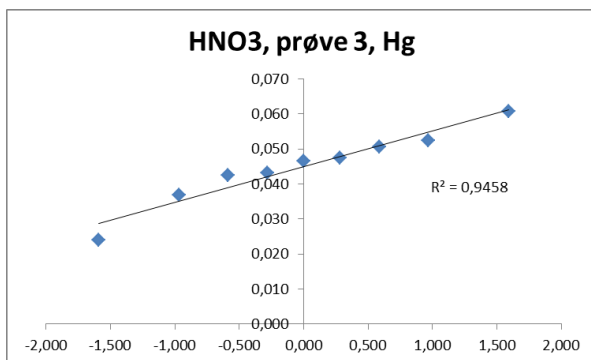
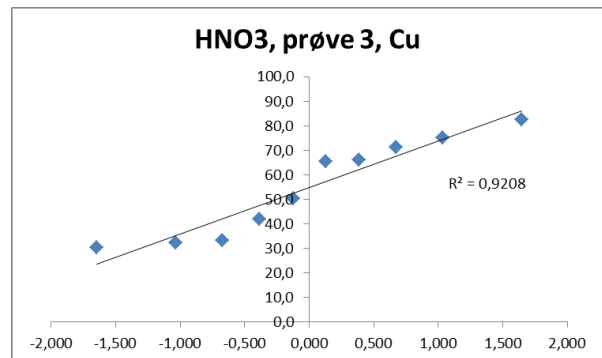
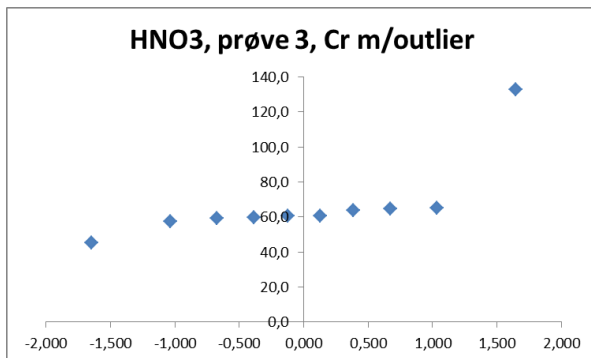
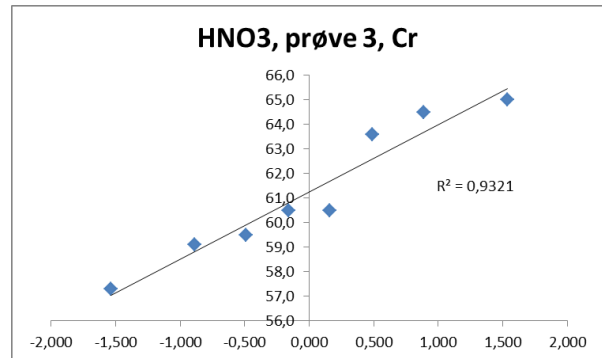
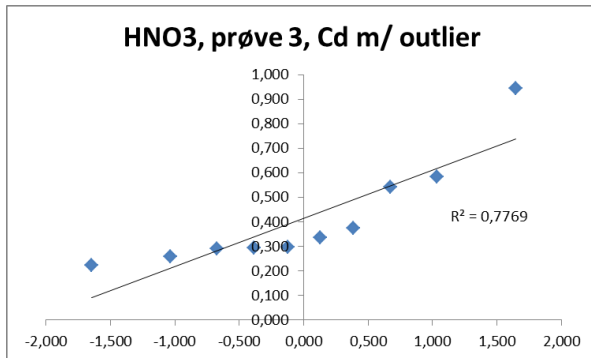
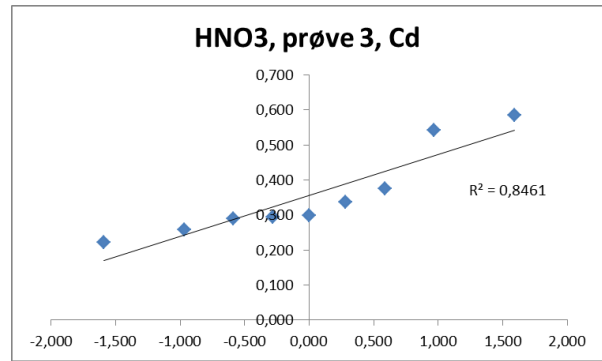
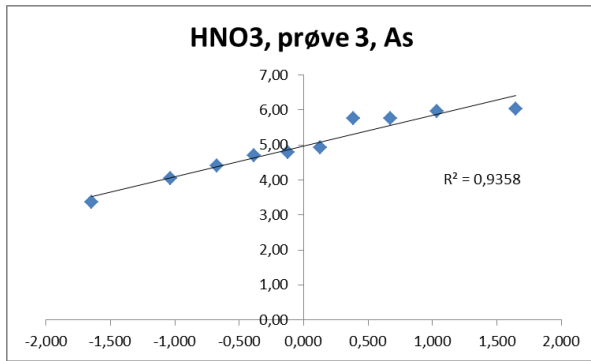
Prøve	Parallell/duplikat	Dekomponering	Pb208(MR)		Zn67(MR)	
			Kons. (mg/kg)	RSD (%)	Kons. (mg/kg)	RSD (%)
89	3, Parallell 5	HNO ₃ + HF	13,78	0,5	140,6	4,4
90	3, Parallell 6	HNO ₃ + HF	13,34	1,5	129,4	7,1
91	3, Parallell 7	HNO ₃ + HF	10,76	1,6	126,6	1,5
92	3, Parallell 8	HNO ₃ + HF	18,24	1,5	171,5	4,9
93	3, Parallell 9	HNO ₃ + HF	14,93	0,4	108,0	3,6
94	3, Parallell 10	HNO ₃ + HF	18,17	1,6	303,3	5,5
95	15, Parallell 1	ALS	2 266,3	1,7	35 007	0,7
96	15, Parallell 2	ALS	2 445,6	3,5	35 264	0,9
97	15, Parallell 3	ALS	3 211,2	1,7	35 593	1,5
98	15, Parallell 4	ALS	4 763,0	0,4	42 401	2,5
99	15, Parallell 5	ALS	2 870,3	1,3	34 351	1,6
100	15, Parallell 6	ALS	2 361,6	1,0	37 846	1,3
101	15, Parallell 7	ALS	2 684,1	2,8	38 431	2,3
102	15, Parallell 8	ALS	2 090,0	1,2	33 019	0,9
103	15, Parallell 9	ALS	2 479,4	2,9	42 454	1,7
104	15, Parallell 10	ALS	2 242,4	0,4	30 828	1,7
105	3, Parallell 1	ALS	20,6	3,2	306	0,9
106	3, Parallell 2	ALS	22,3	3,2	174	2,5
107	3, Parallell 3	ALS	16,0	3,0	126	7,0
108	3, Parallell 4	ALS	55,9	1,1	179	2,5
109	3, Parallell 5	ALS	393,2	3,8	264	1,6
110	3, Parallell 6	ALS	47,7	3,7	296	0,2
111	3, Parallell 7	ALS	23,6	0,8	178	2,8
112	3, Parallell 8	ALS	60,6	1,3	332	1,3
113	3, Parallell 9	ALS	25,8	0,3	203	1,6
114	3, Parallell 10	ALS	37,8	0,2	264	1,4

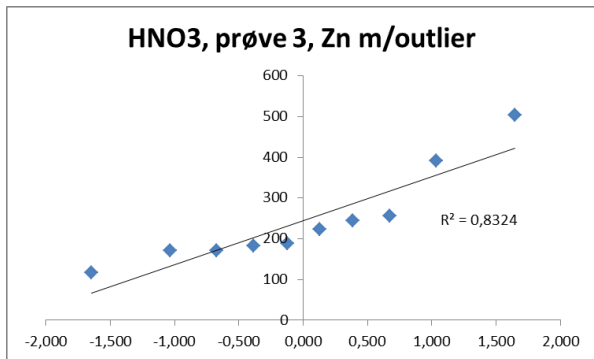
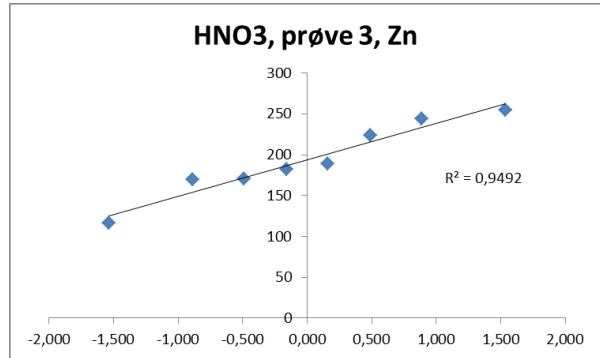
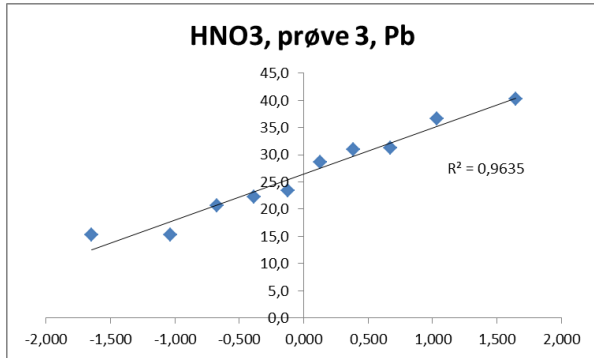
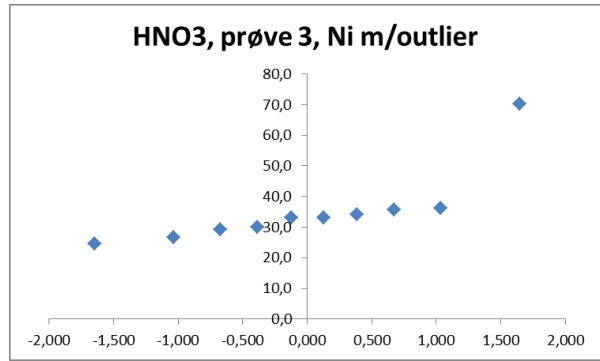
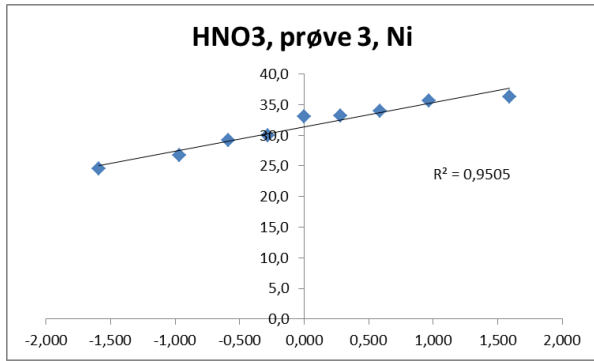
Vedlegg E: Deteksjonsgrenser for ICP-MS analysene

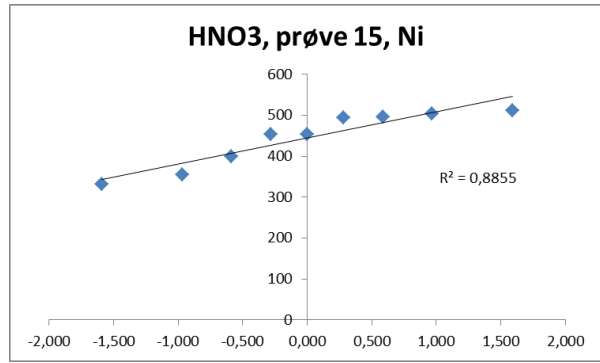
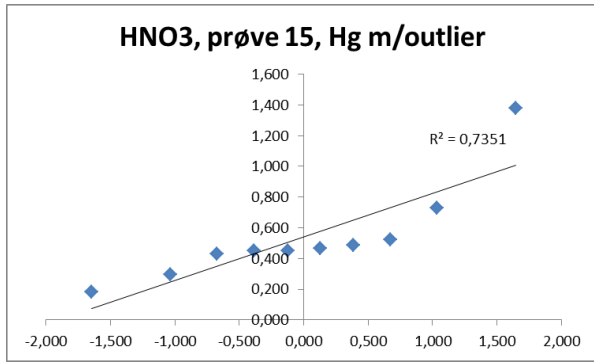
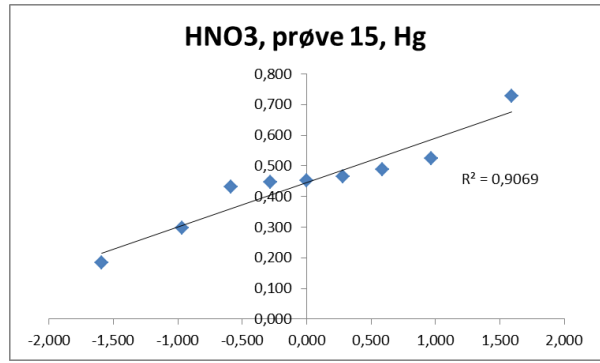
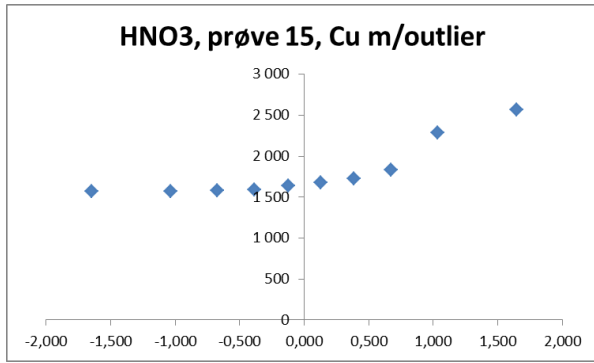
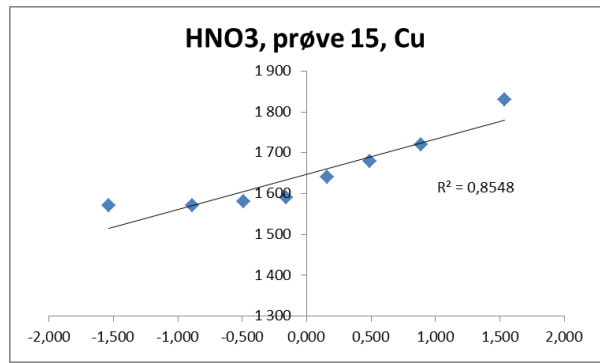
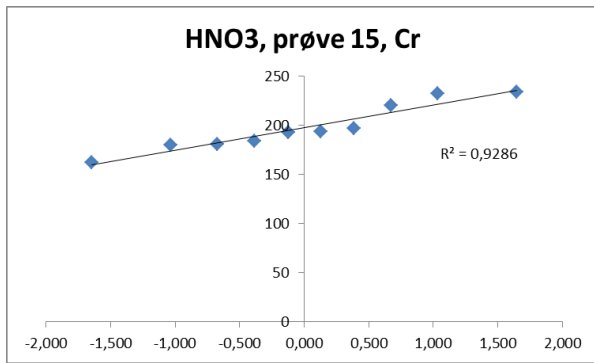
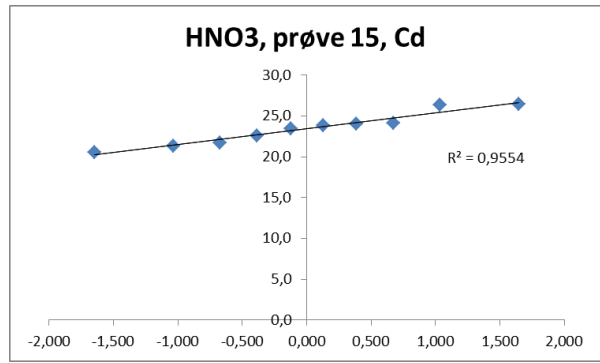
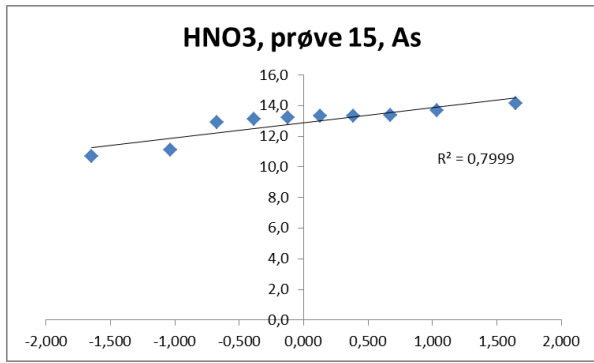
Tabell E.1: Deteksjonsgrense for aktuelle elementer.

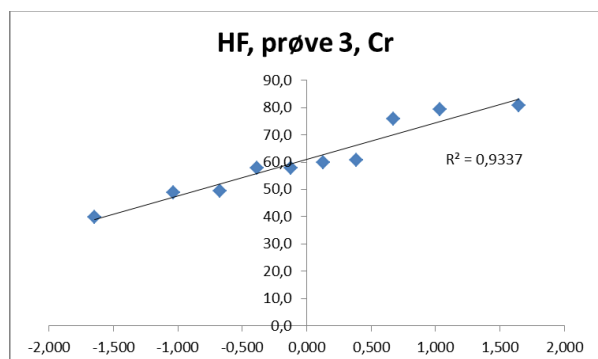
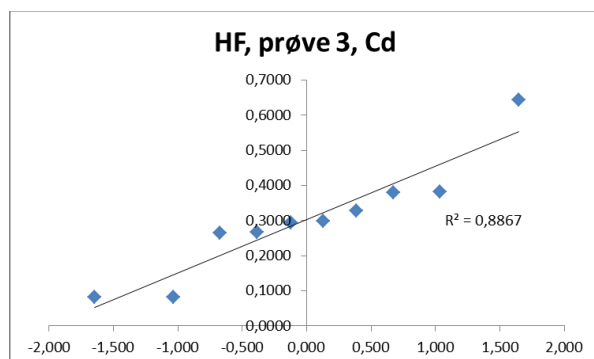
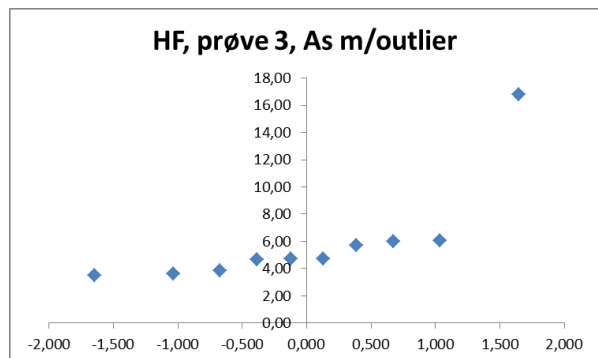
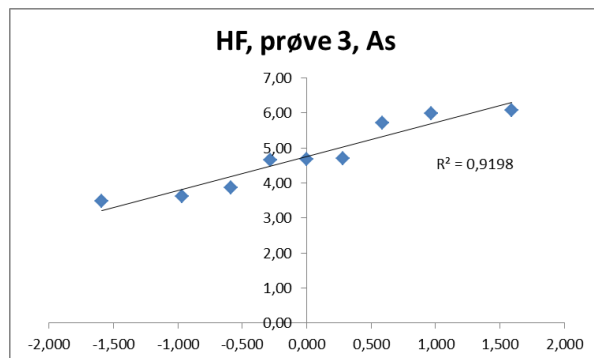
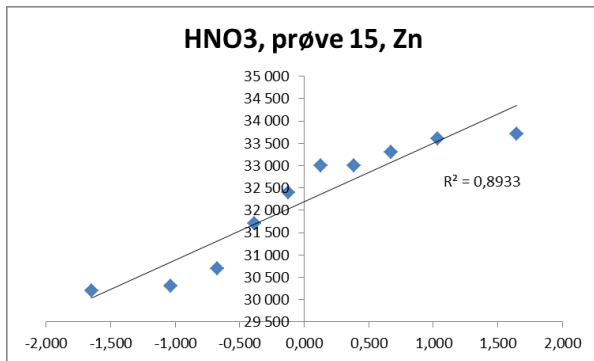
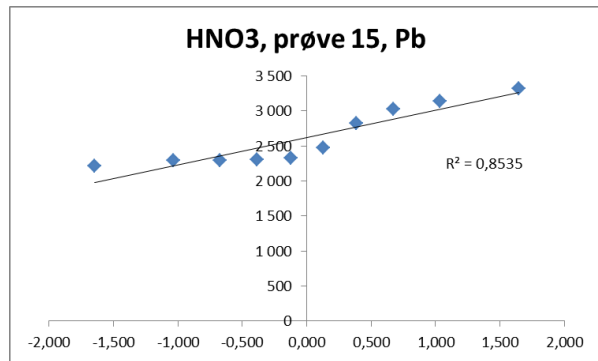
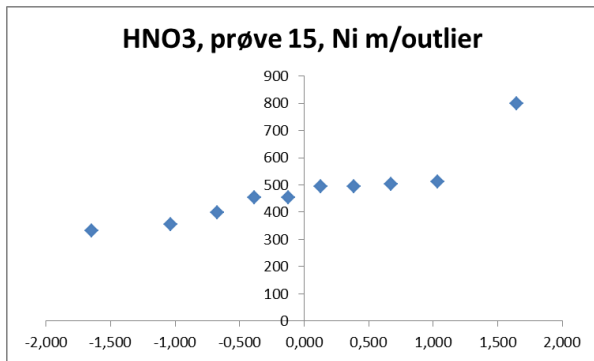
Isotope	Element	Resolution	Sediment ALS µg/g	Sediment HF µg/g	Sediment HNO3 µg/g
75	Arsen	Hr	0,072	0,405	0,065
111	Kadmium	Mr	0,0288	0,1620	0,0259
52	Krom	Mr	0,0144	0,0810	0,0130
65	Kobbe	Mr	0,058	0,324	0,052
208	Bly	Lr	0,0058	0,0324	0,0052
202	Kvikksølv	Lr	0,0029	0,0162	0,0026
60	Nikkel	Mr	0,043	0,243	0,039
67	Sink	Mr	0,115	0,648	0,104

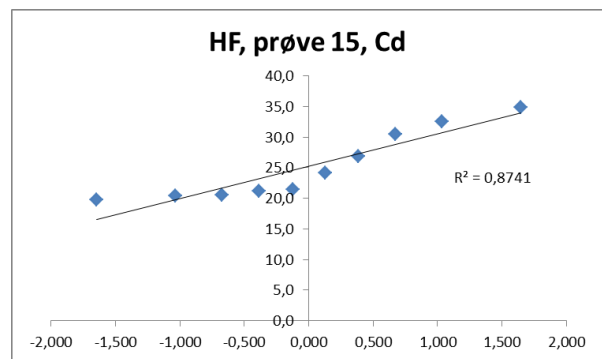
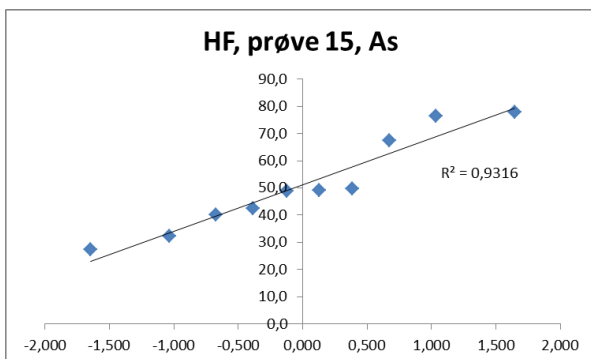
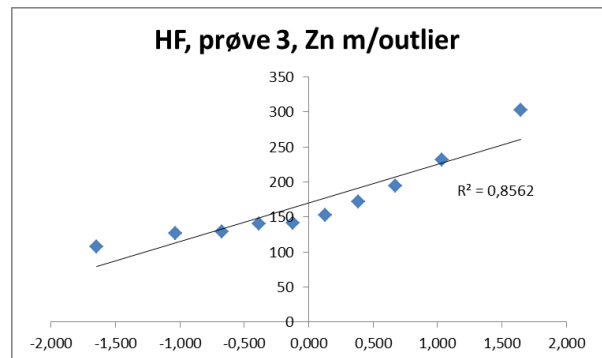
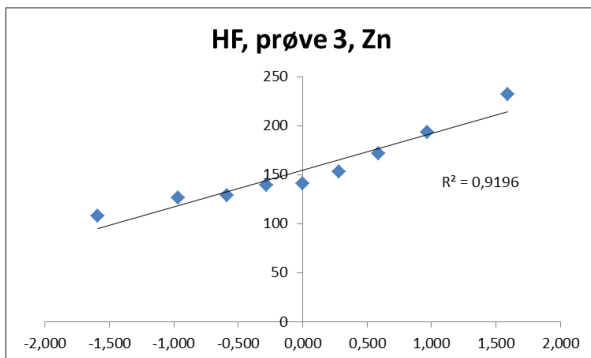
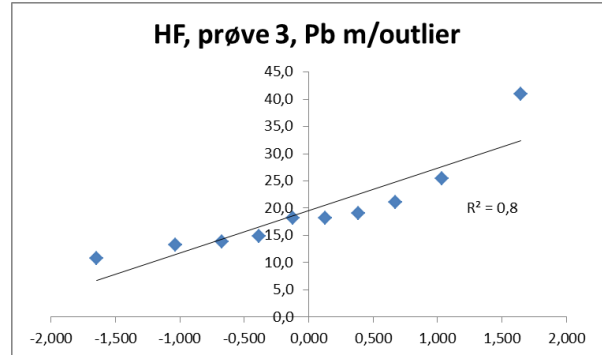
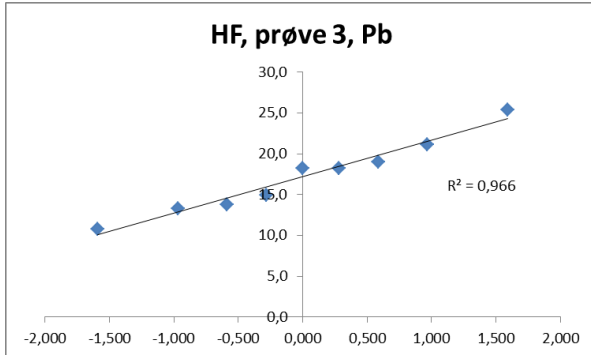
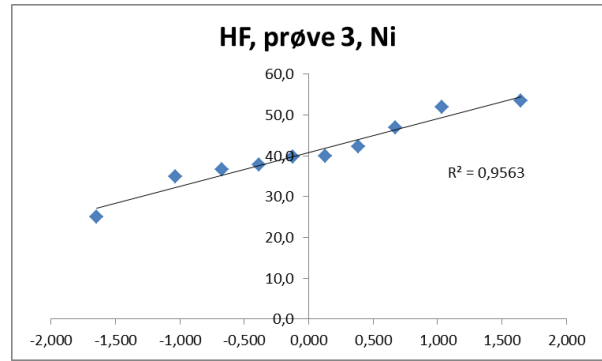
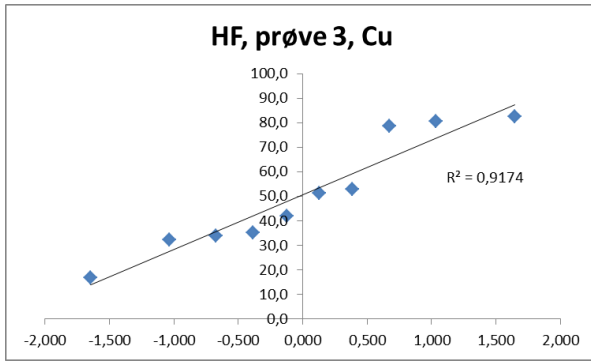
Vedlegg F: QQ-plott

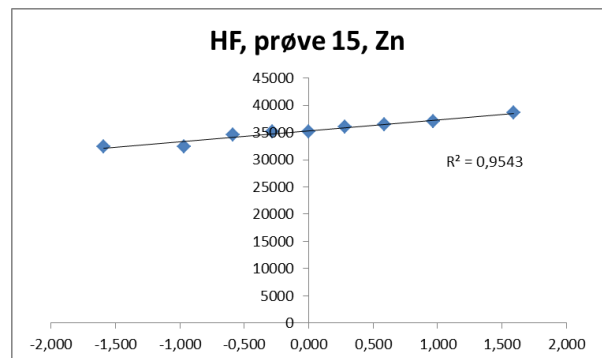
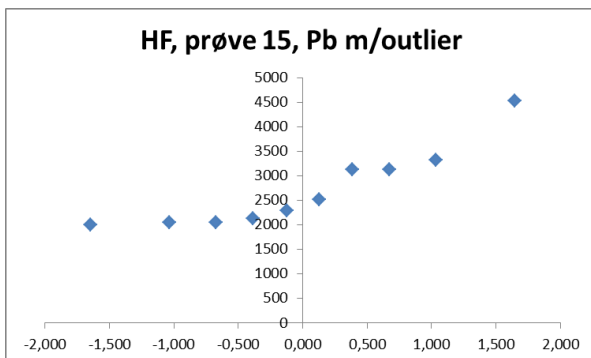
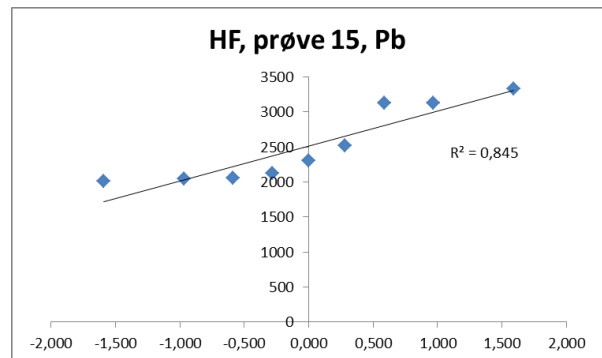
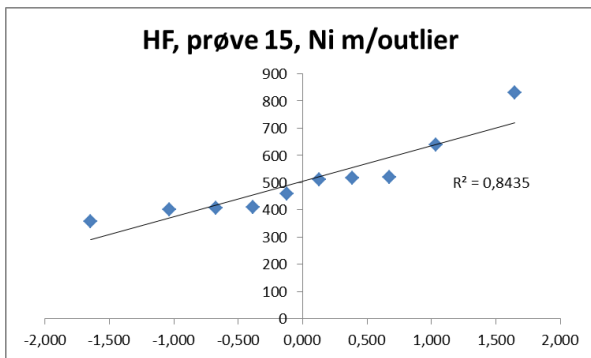
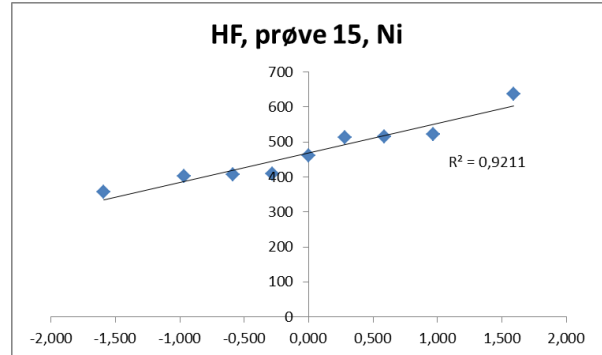
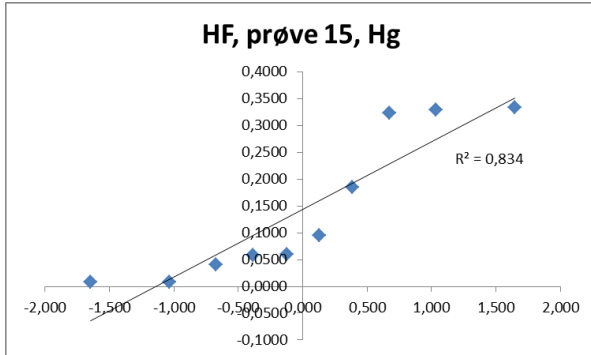
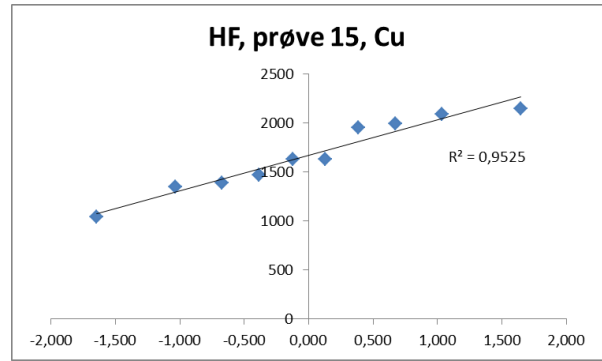
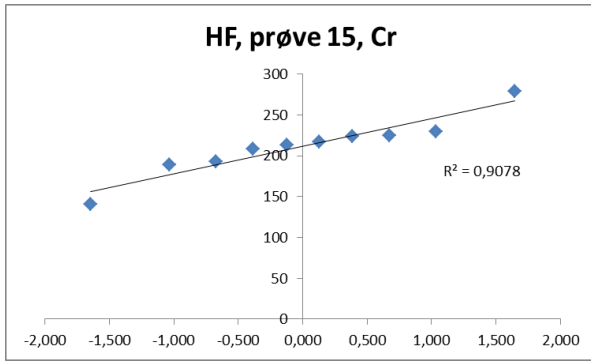


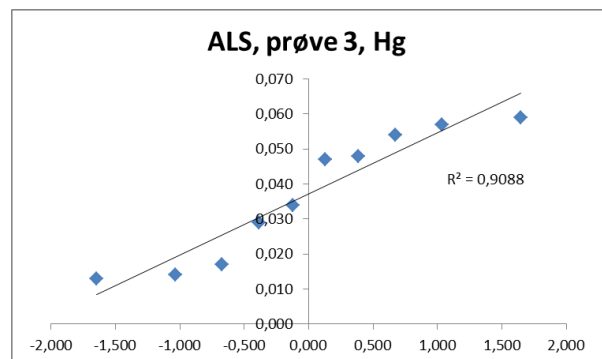
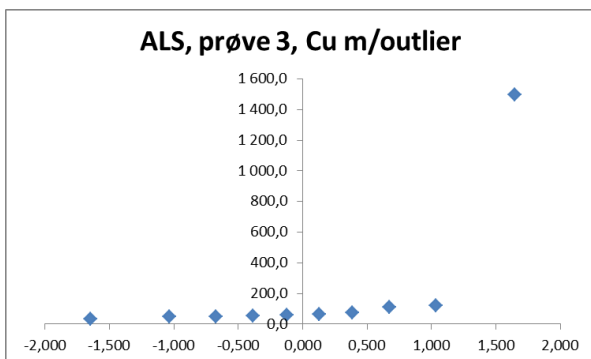
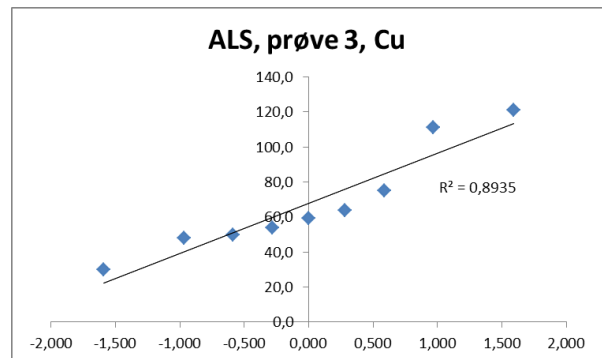
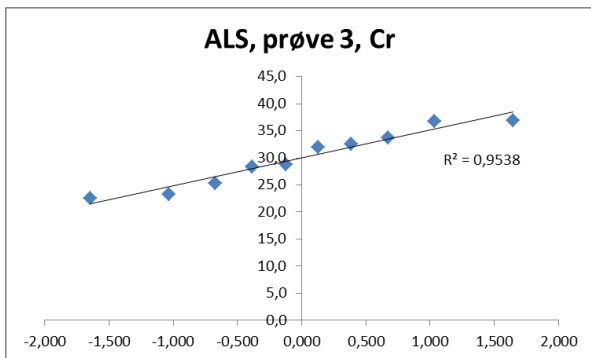
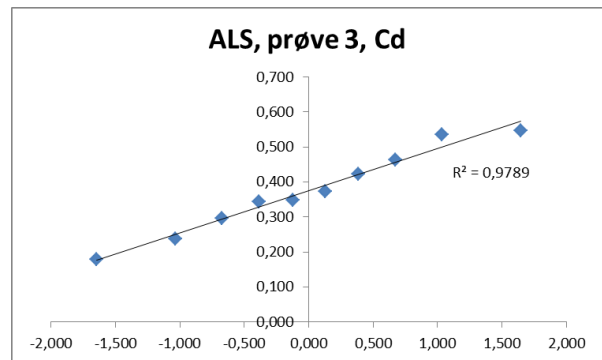
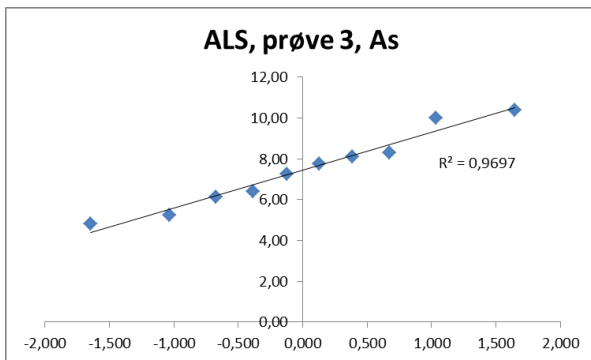
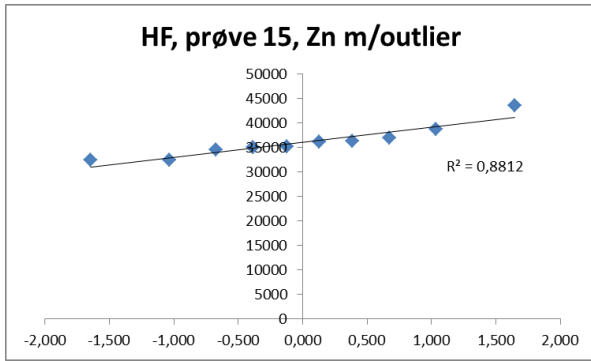


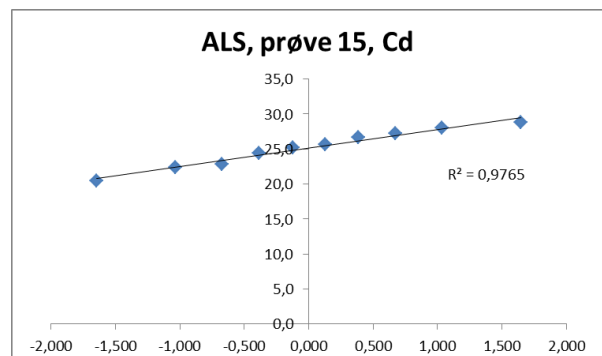
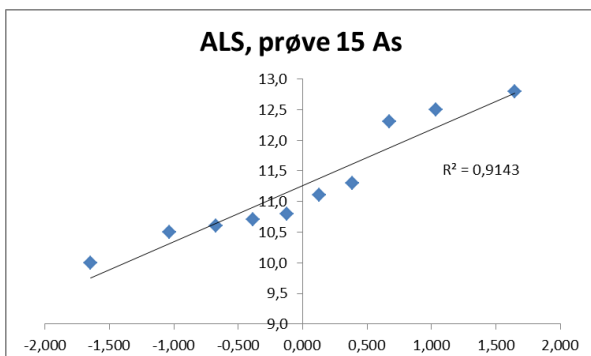
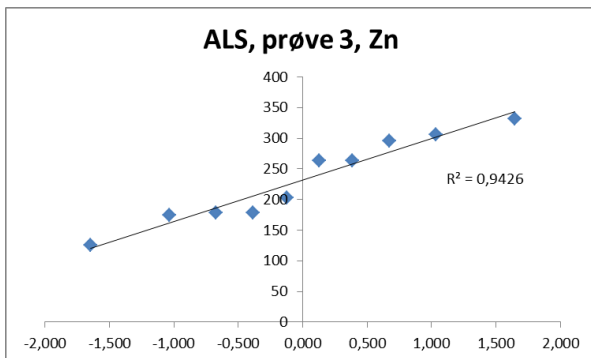
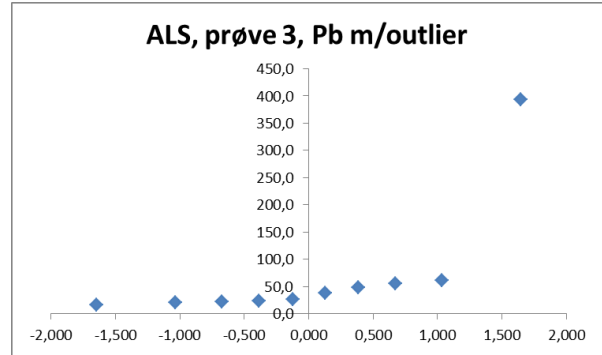
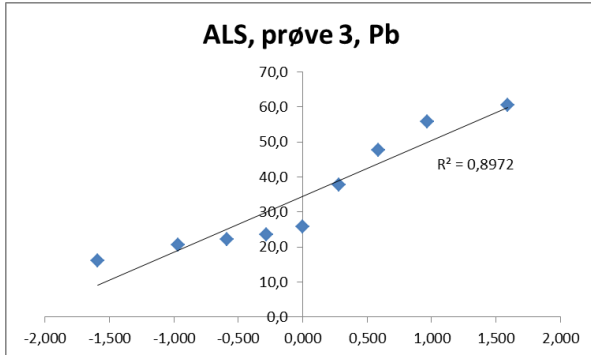
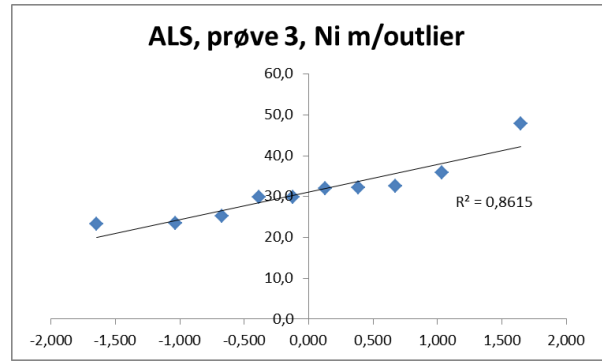
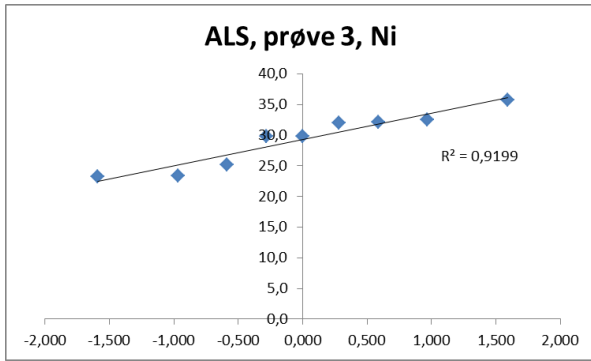


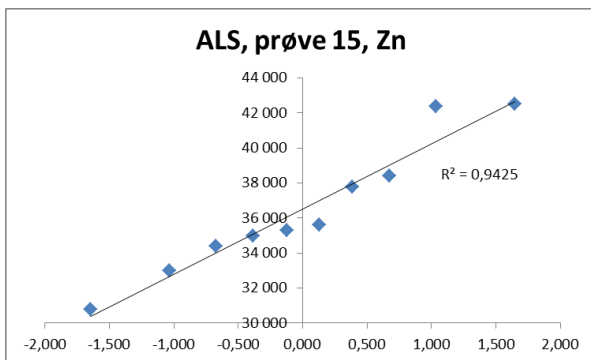
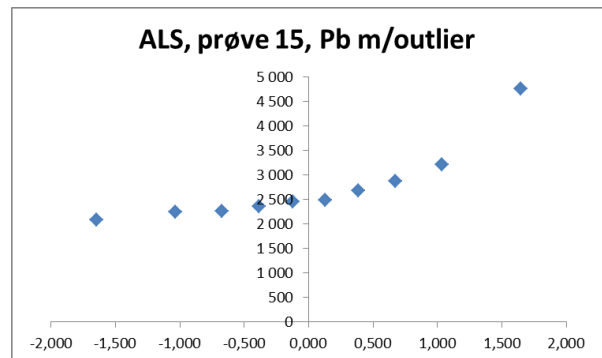
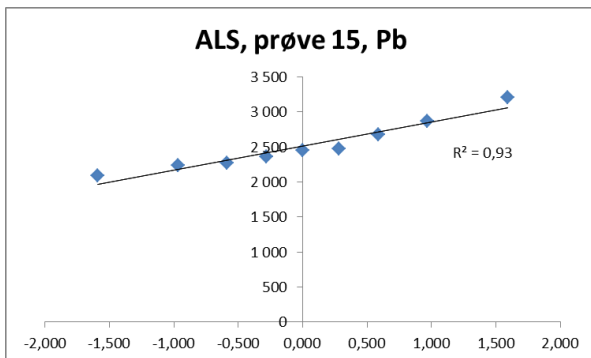
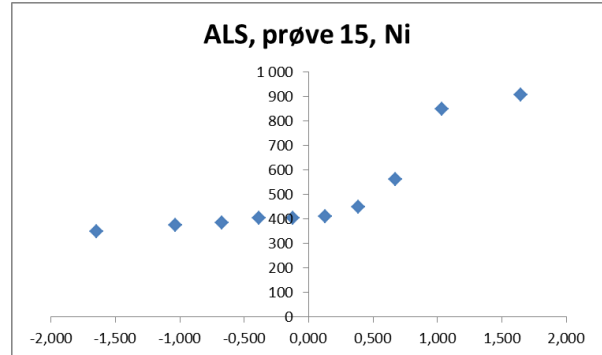
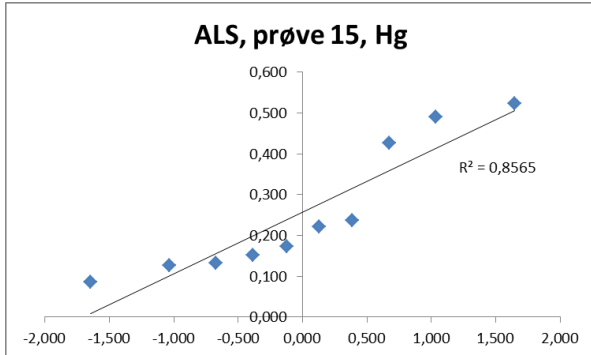
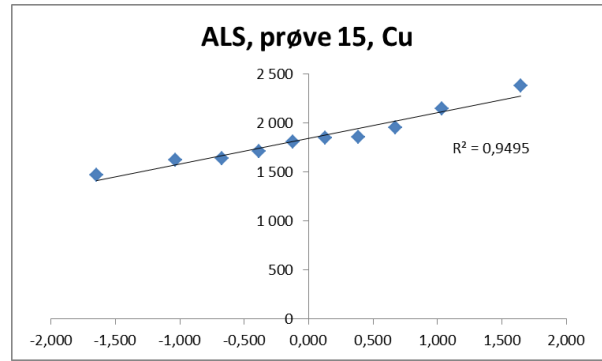
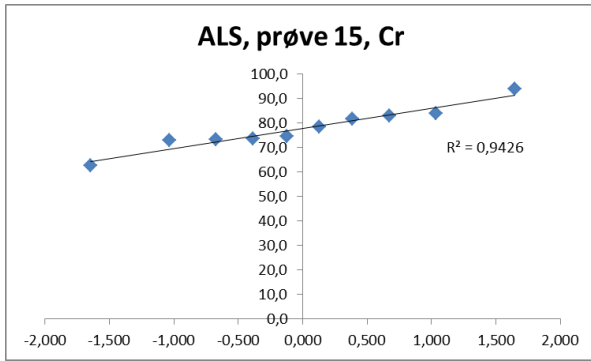












Vedlegg G: Grubbs t-test for outliere

Tabell G.1: Konsentrasjoner, minimum og maksimum, gjennomsnitt, standardavvik og Grubbs t-test for outliers for prøve 3, dekomponert med standard metode, n=10, konf.= 95 %. Røde celler viser verdier større enn den kritiske t-verdien. Røde tall viser konsentrasjoner med RSD>10 % fra ICP-MS analysen.

Prøve 3 Paralleller	As [mg/kg]	Cd [mg/kg]	Cr [mg/kg]	Cu [mg/kg]	Hg [mg/kg]	Ni [mg/kg]	Pb [mg/kg]	Zn [mg/kg]
1	3,36	0,259	45,3	30,3	0,104	24,6	15,3	244
2	5,76	0,336	59,1	42,0	0,052	35,7	28,7	171
3	4,05	0,222	57,3	33,2	0,024	26,7	15,3	116
4	4,92	0,947	133	82,8	0,047	70,2	31,3	189
5	4,70	0,298	63,6	50,5	0,042	33,0	36,6	182
6	4,41	0,376	64,5	32,2	0,043	29,2	20,6	504
7	5,77	0,585	65,0	75,1	0,061	36,3	40,2	255
8	4,80	0,290	59,5	66,3	0,047	29,9	23,4	170
9	6,03	0,542	60,5	71,2	0,037	34,0	30,9	224
10	5,97	0,295	60,5	65,5	0,051	33,2	22,2	392
Min:								
	3,36	0,222	45,3	30,3	0,024	24,6	15,3	116
Maks:								
	6,03	0,947	133	82,8	0,104	70,2	40,2	504
Avg:								
	4,98	0,415	66,8	54,9	0,051	35,3	26,5	245
St.avvik:								
	0,897	0,221	23,9	19,6	0,021	12,8	8,50	117
RSD (%):								
	18	53	36	36	41	36	32	48
t-test (min)								
	1,80	0,872	0,900	1,25	1,3	0,831	1,31	1,10
t-test (maks)								
	1,17	2,40	2,77	1,42	2,5	2,72	1,62	2,21
t-krit (n=10,95 %)								
	2,18	2,18	2,18	2,18	2,2	2,18	2,18	2,18
Min ny:								
		0,222	45,3		0,024	24,6		116
Maks ny:								
		0,585	65,0		0,061	36,3		392
Avg ny:								
		0,356	59,5		0,045	31,4		216
St.avvik ny:								
		0,126	5,92		0,010	4,04		78,6
RSD ny (%)								
		35	10		23	13		36
T-test(min)								
		1,06	2,39		2,01	1,68		1,27
T-test (maks)								
		1,82	0,93		1,53	1,21		2,24
t-krit (n=9, 95 %)								
		2,11	2,11		2,11	2,11		2,11
Min ny:								
			57,3					116
Maks ny:								
			65,0					255
Avg ny:								
			61,3					194
St.avvik ny:								
			2,79					45,5
RSD ny (%)								
			4,6					23
t-test (min):								
			1,41					1,71
t-test (maks):								
			1,34					1,34
t-krit (n=8, 95 %)								
			2,03					2,03

Tabell G.2: Konsentrasjoner, minimum, maksimum, gjennomsnitt, standardavvik og Grubbs t-test for outliers for prøve 15, dekomponert med standard metode, n=10, konf.= 95 %. Røde celler viser verdier større enn den kritiske t-verdien.

Prøve 15 Paralleller	As [mg/kg]	Cd [mg/kg]	Cr [mg/kg]	Cu [mg/kg]	Hg [mg/kg]	Ni [mg/kg]	Pb [mg/kg]	Zn [mg/kg]
1	12,9	21,7	180	1 580	0,183	511	2 290	30 700
2	13,1	21,3	184	2 290	0,489	495	2 210	33 000
3	14,1	24,0	197	1 640	0,466	453	2 290	31 700
4	13,2	26,3	220	1 830	0,451	503	2 470	32 400
5	13,3	23,4	181	2 570	0,525	332	2 310	33 300
6	13,4	22,6	193	1 720	1,38	399	2 330	33 600
7	10,7	20,5	162	1 590	0,448	355	3 320	30 300
8	13,7	26,4	232	1 680	0,432	493	2 830	33 000
9	13,3	23,8	234	1 570	0,297	454	3 140	30 200
10	11,1	24,1	194	1 570	0,729	798	3 030	33 700
Min:								
Min:	10,7	20,5	162	1 570,0	0,183	332	2 210	30 200
Maks:								
Maks:	14,1	26,4	234	2 570,0	1,38	798	3 320	33 700
Avg:								
Avg:	12,9	23,4	198	1 800	0,540	479	2 620	32 200
St.avvik:								
St.avvik:	1,10	1,96	23,8	346	0,327	128	416	1370
RSD (%):								
RSD (%):	8,6	8,4	12	19	61	27	16	4,3
t-test (min)								
t-test (min)	1,98	1,48	1,50	0,664	1,09	1,15	0,984	1,46
t-test (maks)								
t-test (maks)	1,14	1,52	1,53	2,22	2,57	2,48	1,68	1,09
t-krit (95 %)								
t-krit (95 %)	2,18	2,18	2,18	2,18	2,18	2,18	2,18	2,18
Min:								
Min:				1570	0,183	332		
Maks ny:								
Maks ny:				2290	0,729	511		
Avg ny:								
Avg ny:				1720	0,447	444		
St.avvik ny:								
St.avvik ny:				231	0,150	66,7		
RSD ny (%):								
RSD ny (%):				13	34	15		
t-test (min):								
t-test (min):				0,65	1,76	1,68		
t-test (maks):								
t-test (maks):				2,47	1,88	1,01		
t-krit (n=9, 95 %)								
t-krit (n=9, 95 %)				2,11	2,11	2,11		
Min:								
Min:				1570				
Maks ny:								
Maks ny:				1830				
Avg ny:								
Avg ny:				1650				
St.avvik ny:								
St.avvik ny:				92,2				
RSD ny (%):								
RSD ny (%):				5,6				
t-test (min):								
t-test (min):				0,87				
t-test (maks):								
t-test (maks):				1,95				
t-krit (n=8, 95 %)								
t-krit (n=8, 95 %)				2,03				

Tabell G.3: Konsentrasjoner, minimum, maksimum, gjennomsnitt, standardavvik og Grubbs t-test for outliers for prøve 3, dekomponert med flussyre, n=10, konf.= 95 %. Røde celler viser verdier større enn den kritiske t-verdien. Røde tall viser verdier med RSD>10% i fra ICP-MS analysen.

Prøve 3 Paralleller	As75 [mg/kg]	Cd111 [mg/kg]	Cr53 [mg/kg]	Cu53 [mg/kg]	Hg202 [mg/kg]	Ni62 [mg/kg]	Pb208 [mg/kg]	Zn67 [mg/kg]
1	4,69	0,643	60,6	51,5	<0,0162	40,0	41,0	232
2	4,65	0,267	57,7	35,4	<0,0162	36,6	21,1	140
3	4,70	0,329	48,8	42,1	<0,0162	34,9	19,0	153
4	5,71	0,381	75,8	82,7	<0,0162	51,9	25,4	194
5	3,87	0,382	57,9	53,0	<0,0162	42,2	13,8	141
6	3,62	0,295	79,4	17,0	<0,0162	46,8	13,3	129
7	3,48	<0,162	39,9	32,3	<0,0162	25,0	10,8	127
8	16,8	0,264	49,5	80,6	<0,0162	53,5	18,2	172
9	6,08	<0,162	80,8	34,1	<0,0162	37,7	14,9	108
10	5,99	0,299	59,9	78,8	<0,0162	39,8	18,2	303
Min:	3,48	<0,162	39,9	17,0	<0,0162	25,0	10,8	108
Maks:	16,8	0,643	80,8	82,7	<0,0162	53,5	41,0	303
Gj.snitt:	5,96	0,302	61,0	50,8	<0,0162	40,8	19,6	170
St.avvik:	3,92	0,160	13,7	23,0	0,00	8,40	8,63	59,2
RSD%:	66	53	23	45	0,0	21	44	35
t-test (min)	0,632	1,38	1,54	1,47	0,949	1,88	1,02	1,05
t-test (maks)	2,76	2,13	1,44	1,39	0,949	1,51	2,48	2,25
t-krit (n=10, 95 %)	2,18	2,18	2,18	2,18	2,18	2,18	2,18	2,18
Min ny:	3,48						10,8	108
Maks ny:	6,08						25,4	232
Avg ny:	4,75						17,2	155
St.avvik ny:	0,99						4,48	38,5
RSD ny(%):	21						26	25
t-test (min)	1,28						1,43	1,22
t-test (maks)	1,33						1,83	2,00
t-krit (n=9, 95 %)	2,11						2,11	2,11

Tabell G.4: Konsentrasjoner, minimum, maksimum, gjennomsnitt, standardavvik og Grubbs t-test for outliers for prøve 15, dekomponert med flussyre, n=10, konf.= 95 %. Røde celler viser verdier større enn den kritiske t-verdien. Røde tall viser verdier med RSD>10 % fra ICP-MS analysen.

Prøve 15 Paralleller	As [mg/kg]	Cd [mg/kg]	Cr [mg/kg]	Cu [mg/kg]	Hg [mg/kg]	Ni [mg/kg]	Pb [mg/kg]	Zn [mg/kg]
1	27,3	30,5	224	1470	<0,016	406	2050	43600
2	77,8	20,4	141	2090	0,040	638	2130	35200
3	40,2	32,5	208	1990	0,060	516	2300	37000
4	49,7	19,7	189	1040	<0,016	402	2010	36100
5	49,2	26,9	230	2150	0,059	831	3330	38700
6	48,7	20,5	193	1630	0,329	521	2520	32400
7	67,4	21,4	225	1390	0,334	410	4540	36400
8	32,2	34,8	279	1950	0,324	512	3130	35100
9	42,6	24,2	213	1630	0,185	358	3130	34600
10	76,5	21,2	217	1350	0,095	460	2060	32400
Min:								
	27,3	19,7	141	1040	<0,016	358	2010	32400
Maks:								
	77,8	34,8	279	2150	0,334	831	4540	43600
Avg:								
	51,2	25,2	212	1 670	0,14	505	2 720	36 200
St.avvik:								
	17,5	5,61	35,1	366	0,14	140	815	3250
RSD (%):								
	34	22	17	22	95	28	30	9,0
t-test (min)								
	1,37	0,98	2,02	1,72	1,0	1,05	0,87	1,17
t-test (maks)								
	1,52	1,71	1,91	1,31	1,4	2,32	2,23	2,28
t-krit (n=10, 95 %)								
	2,18	2,18	2,18	2,18	2,2	2,18	2,18	2,18
Min ny:								
						358	2010	32400
Maks ny:								
						638	3330	38700
Avg ny:								
						469	2520	35300
St.avvik ny:								
						86,4	535	2050
RSD ny(%):								
						18	21	5,8
t-test (min)								
						1,29	0,95	1,41
t-test (maks)								
						1,95	1,51	1,66
t-krit (n=9, 95 %)								
						2,11	2,11	2,11

Tabell G.5: Konsentrasjoner, minimum, maksimum, gjennomsnitt, standardavvik og Grubbs t-test for outliers for prøve 3, dekomponert med modifisert ALS metode, n=10, konf.= 95 %. Røde celler viser verdier større enn den kritiske t-verdien. Røde tall viser verdier med RSD>10 % i fra ICP-MS analysen.

Prøve 3 Paralleller	As75 [mg/kg]	Cd111 [mg/kg]	Cr53 [mg/kg]	Cu53 [mg/kg]	Hg202 [mg/kg]	Ni62 [mg/kg]	Pb208 [mg/kg]	Zn67 [mg/kg]
1	7,74	0,344	22,6	1 500	0,013	47,9	20,6	306
2	6,41	0,238	28,3	49,7	0,047	29,8	22,3	174
3	5,23	0,179	28,8	30,0	0,014	23,4	16,0	126
4	4,80	0,374	23,3	48,0	0,034	23,3	55,9	179
5	8,10	0,422	33,7	64,0	0,057	32,0	393	264
6	8,28	0,547	32,6	75,1	0,054	32,1	47,7	296
7	10,4	0,296	36,9	59,1	0,017	32,6	23,6	178
8	10,0	0,535	36,7	121	0,059	35,8	60,6	332
9	6,14	0,349	25,3	53,9	0,029	25,2	25,8	203
10	7,24	0,464	31,9	111	0,048	29,8	37,8	264
Min:	4,80	0,179	22,6	30,0	0,013	23,3	16,0	126
Maks:	10,4	0,547	36,9	1 500	0,059	47,9	393	332
Avg:	7,43	0,375	30,0	211	0,037	31,2	70,3	232
St.avvik:	1,86	0,120	5,19	454	0,018	7,20	114	68,9
RSD%:	25	32	17	215	49	23	163	30
t-test (min)	1,41	1,63	1,43	0,40	1,3	1,10	0,47	1,54
t-test (maks)	1,59	1,43	1,33	2,84	1,2	2,32	2,82	1,45
t-krit (n=10, 95 %)	2,18	2,18	2,18	2,18	2,2	2,18	2,18	2,18
Min ny:				30,0		23,3	16,0	
Maks ny:				121		35,8	60,6	
Avg ny:				68,0		29,3	34,5	
St.avvik ny:				30,0		4,42	16,6	
RSD ny(%):				44		15	48	
t-test (min)				1,27		1,36	1,11	
t-test (maks)				1,77		1,46	1,57	
t-krit (t=9, 95 %)				2,11		2,11	2,11	

Vedlegg H: Sammendrag t-test dekomponeringsteknikker

Tabell H.1: Sammenligning av standard metode og HF for prøve 15 ved t-test, 5 % signifikans. (+o) betyr med outlier og (-o) betyr datasett uten outlier.

	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Avg HF [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p- verdi	t-stat.	t- krit.	Konklusjon
As	12,9	51,2	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variensene er signifikant ulike. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=10$	Uparet, med antatt ulike variens, tosidig. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=10$	6,98× 10 ⁻⁵	6,91	2,26	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.
Cd	23,4	25,2	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variensene er signifikant ulike. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=10$	Uparet, med antatt ulike variens, tosidig. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=10$	0,359	0,957	2,20	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Cr	198	212	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variensene er for like. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=10$	Uparet, med antatt like variens, tosidig. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=10$	0,304	1,06	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Avg HF [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p- verdi	t-stat.	t- krit.	Konklusjon
Cu (+o)	1800	1670	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=10$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=10$	0,408	-0,847	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Cu (-o)	1650	1670	F>F-krit og $p<0,05$: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HNO_3}=8$ og $N_{HF}=10$	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HNO_3}=8$ og $N_{HF}=10$	0,862	0,179	2,23	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Avg HF [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p- verdi	t-stat.	t- krit.	Konklusjon
Hg (+o)	0,540	0,14	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variensene er signifikant ulike. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=10$	Uparet, med antatt ulike variensar, tosidig. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=10$	$4,16 \times 10^{-3}$	3,53	2,18	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.
Hg (-o)	0,447	0,14	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variensene er for like. $N_{HNO_3}=9$ og $N_{HF}=10$	Uparet, med antatt like variensar, tosidig. $N_{HNO_3}=9$ og $N_{HF}=10$	$2,58 \times 10^{-4}$	4,59	2,11	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.

	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Avg HF [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p- verdi	t-stat.	t- krit.	Konklusjon
Ni (+o)	479	505	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{HNO3}=10$ og $N_{HF}=10$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{HNO3}=10$ og $N_{HF}=10$	0,670	0,434	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Ni (-o)	444	469	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{HNO3}=9$ og $N_{HF}=9$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{HNO3}=9$ og $N_{HF}=9$	0,496	0,696	2,12	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Avg HF [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p- verdi	t-stat.	t- krit.	Konklusjon
Pb (+o)	2620	2720	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variensene er signifikant ulike.	Uparet, med antatt ulike variensar, tosidig. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=10$	0,740	0,339	2,16	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Pb (-o)	2620	2520	$N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=10$ F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variensene er for like. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=9$	Uparet, med antatt like variensar, tosidig. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=9$	0,640	-0,476	2,11	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Avg HF [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p- verdi	t-stat.	t- krit.	Konklusjon
Zn (+o)	32200	36200	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variensene er signifikant	Uparet, med antatt ulike variensar, tosidig. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=10$	4,02· 10 ⁻³	3,55	2,18	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.
Zn (-o)	32200	35300	ulike. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=10$ F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variensene er for like. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=9$	Uparet, med antatt like variensar, tosidig. $N_{HNO_3}=10$ og $N_{HF}=9$	1,02· 10 ⁻³	3,96	2,11	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.

Tabell H.2: Sammenligning av standard metode og ALS for prøve 15 ved t-test, 5 % signifikans. (+o) betyr med outlier og (-o) betyr datasett uten outlier.

	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Avg ALS [mg/kg]	Resultat F- test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p- verdi	t-stat.	t- krit.	Konklusjon
As	12,9	11,3	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{HNO3}=10$ og $N_{ALS}=10$	Upåret, med antatt like varianser, tosidig. $N_{HNO3}=10$ og $N_{ALS}=10$	$2,42 \times 10^{-3}$	3,53	2,10	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.
Cd	23,4	25,2	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{HNO3}=10$ og $N_{ALS}=10$	Upåret, med antatt like varianser, tosidig. $N_{HNO3}=10$ og $N_{ALS}=10$	0,112	1,67	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Cr	198	77,8	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HNO3}=10$ og $N_{ALS}=10$	Upåret, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HNO3}=10$ og $N_{ALS}=10$	$1,11 \times 10^{-8}$	15,0	2,20	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.

	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Avg ALS [mg/kg]	Resultat F- test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p- verdi	t-stat.	t- krit.	Konklusjon
Cu (+o)	1800	1840	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like.	Upåret, med antatt like varianser, tosidig.	0,776	-0,289	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Cu (-o)	1650	1840	$N_{HNO_3}=10$ og $N_{ALS}=10$ F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HNO_3}=8$ og $N_{ALS}=10$	$N_{HNO_3}=10$ og $N_{ALS}=10$ Upåret, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HNO_3}=8$ og $N_{ALS}=10$	0,0509	2,17	2,18	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Avg ALS [mg/kg]	Resultat F- test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p- verdi	t-stat.	t- krit.	Konklusjon
Hg (+o)	0,540	0,26	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HNO3}=10$ og $N_{ALS}=10$	0,029	2,5	2,2	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.
Hg (-o)	0,447	0,26	ulike. $N_{HNO3}=10$ og $N_{ALS}=10$ F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{HNO3}=9$ og $N_{ALS}=10$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{HNO3}=9$ og $N_{ALS}=10$	0,0169	-2,65	2,11	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.

	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Avg ALS [mg/kg]	Resultat F- test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p- verdi	t-stat.	t- krit.	Konklusjon
Ni (+o)	479	510	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like.	Upåret, med antatt like varianser, tosidig.	0,695	0,398	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Ni (-o)	444	510	$N_{HNO_3}=10$ og $N_{ALS}=10$ F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HNO_3}=9$ og $N_{ALS}=10$	$N_{HNO_3}=10$ og $N_{ALS}=10$ Upåret, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HNO_3}=9$ og $N_{ALS}=10$	0,355	0,966	2,20	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Avg ALS [mg/kg]	Resultat F- test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p- verdi	t-stat.	t- krit.	Konklusjon
Pb (+o)	2620	2740	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HNO3}=10$ og $N_{ALS}=10$	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HNO3}=10$ og $N_{ALS}=10$	0,678	0,425	2,14	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Pb (-o)	2620	2520	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{HNO3}=10$ og $N_{ALS}=9$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{HNO3}=10$ og $N_{ALS}=9$	0,561	0,593	2,11	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Zn	32200	36500	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HNO3}=10$ og $N_{ALS}=10$	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HNO3}=10$ og $N_{ALS}=10$	$6,01 \cdot 10^{-3}$	3,39	2,20	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.

Tabell H.3: Sammenligning av HF og ALS for prøve 15 ved t-test, 5 % signifikans. (+o) betyr med outlier og (-o) betyr datasett uten outlier.

	Avg HF [mg/kg]	Avg ALS [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
As	51,2	11,3	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HF}=10$ og $N_{ALS}=10$	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{ALS}=10$	$5,04 \times 10^{-5}$	7,21	2,26	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.
Cd	25,2	25,2	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HF}=10$ og $N_{ALS}=10$	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{ALS}=10$	0,980	0,0255	2,16	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg HF [mg/kg]	Avg ALS [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Cr	212	77,8	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HF}=10$ og $N_{ALS}=10$	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{ALS}=10$	$3,58 \times 10^{-7}$	11,7	2,23	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.
Cu	1670	1840	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{HF}=10$ og $N_{ALS}=10$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{ALS}=10$	0,238	-1,22	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg HF [mg/kg]	Avg ALS [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Hg	0,14	0,26	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{HF}=10$ og $N_{ALS}=10$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{ALS}=10$	0,11	1,7	2,1	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg HF [mg/kg]	Avg ALS [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Ni (+o)	505	510	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like.	Uparet, med antatt like varianser, tosidig.	0,958	0,0538	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Ni (-o)	469	510	$N_{HF}=10$ og $N_{ALS}=10$ F>F-krit og $p<0,05$: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HF}=9$ og $N_{ALS}=10$	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{ALS}=10$ Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HF}=9$ og $N_{ALS}=10$	0,577	0,573	2,18	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg HF [mg/kg]	Avg ALS [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Pb (+o)	2720	2740	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{HF}=10$ og $N_{ALS}=10$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{ALS}=10$	0,954	-0,059	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Pb (-o)	2520	2520	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{HF}=9$ og $N_{ALS}=9$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{HF}=9$ og $N_{ALS}=9$	0,996	0,005	2,12	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg HF [mg/kg]	Avg ALS [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Zn (+o)	36200	36500	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{HF}=10$ og $N_{ALS}=10$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{ALS}=10$	0,818	0,234	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Zn (-o)	35300	36500	F>F-krit og $p<0,05$: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HF}=9$ og $N_{ALS}=10$	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HF}=9$ og $N_{ALS}=10$	0,401	0,867	2,14	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

Tabell H.4: Sammenligning av HF og standard metode for prøve 3 ved t-test, 5 % signifikans. (+o) betyr med outlier og (-o) betyr datasett uten outlier.

	Avg HF [mg/kg]	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
As (+o)	5,96	4,98	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=10$	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=10$	0,458	0,772	2,23	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 .
As (-o)	4,75	4,98	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{HF}=9$ og $N_{HNO_3}=10$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{HF}=9$ og $N_{HNO_3}=10$	0,615	-0513	2,11	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg HF [mg/kg]	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Resultat F-test $H_0:$ $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A:$ $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Cd (+o)	0,302	0,415	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da	Uparet, med antatt like varianser,	0,229	1,31	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 .
Cd (-o)	0,302	0,356	variansene er for like. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO3}=10$ F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO3}=9$	tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO3}=10$ Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO3}=9$	0,431	-0,807	2,11	Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene. t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg HF [mg/kg]	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Resultat F-test $H_0:$ $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A:$ $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Cr (+o)	61,0	66,8	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da	Uparet, med antatt like varianser,	0,514	0,665	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 .
Cr (-o)	61,0	61,3	variansene er for like. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=10$ F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=8$	tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=10$ Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=8$	0,962	- 0,0494	2,23	Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene. t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg HF [mg/kg]	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Resultat F-test $H_0:$ $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A:$ $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Cu	50,8	54,9	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=10$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=10$	0,669	-0,435	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg HF [mg/kg]	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Resultat F-test $H_0:$ $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A:$ $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Hg (+o)	0,0081	0,051	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=10$	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=10$	1,2· 10^{-4}	6,4	2,3	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.
Hg (-o)	0,0081	0,045	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=9$	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=9$	5,2· 10^{-6}	11	2,3	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.

	Avg HF [mg/kg]	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Resultat F-test $H_0:$ $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A:$ $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Ni (+o)	40,8	35,3	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da	Uparet, med antatt like varianser,	0,267	-1,15	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 .
Ni (-o)	40,8	31,4	variansene er for like. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=10$ F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=9$	tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=10$ Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=9$	7,40· 10 ⁻³	3,17	2,16	Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene. t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.

	Avg HF [mg/kg]	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Resultat F-test $H_0:$ $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A:$ $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Pb (+o)	19,6	26,5	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da	Uparet, med antatt like varianser,	0,0894	-1,80	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 .
Pb (-o)	17,2	26,5	variansene er for like. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=10$ F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HF}=9$ og $N_{HNO_3}=10$	tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO_3}=10$ Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HF}=9$ og $N_{HNO_3}=10$	9,35· 10 ⁻³	3,01	2,14	Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene. t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.

	Avg HF [mg/kg]	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Resultat F-test $H_0:$ $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A:$ $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Zn (+o)	170	245	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO3}=10$	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{HF}=10$ og $N_{HNO3}=10$	0,0953	1,80	2,16	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Zn (-o)	155	194	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{HF}=9$ og $N_{HNO3}=8$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{HF}=9$ og $N_{HNO3}=8$	0,0762	1,90	2,13	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

Tabell H.5: Sammenligning av standard metode og ALS for prøve 3 ved t-test, 5 % signifikans. (+o) betyr med outlier og (-o) betyr datasett uten outlier.

	Avg ALS [mg/kg]	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Resultat F- test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p- verdi	t- stat.	t- krit.	Konklusjon
As	7,43	4,98	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variensene er signifikant ulike. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO_3}=10$	Uparet, med antatt ulike variensene, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO_3}=10$	$2,38 \times 10^{-3}$	3,76	2,16	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.

	Avg ALS [mg/kg]	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Cd (+o)	0,375	0,415	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO3}=10$	Upåret, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO3}=10$	0,622	0,504	2,14	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Cd (-o)	0,375	0,356	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO3}=9$	Upåret, med antatt like varianser, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO3}=9$	0,742	-0,34	2,11	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg ALS [mg/kg]	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Cr (+o)	30,0	66,8	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO_3}=10$	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO_3}=10$	$7,70 \times 10^{-4}$	4,76	2,23	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.
Cr (-o)	30,0	61,3	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO_3}=8$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO_3}=8$	$5,78 \times 10^{-11}$	-15,3	2,12	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.
Cu (-o)	68	54,9	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{ALS}=9$ og $N_{HNO_3}=10$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{ALS}=9$ og $N_{HNO_3}=10$	0,272	1,14	2,11	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg ALS [mg/kg]	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Resultat F- test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p- verdi	t- stat.	t- krit.	Konklusjon
Hg (+o)	0,037	0,051	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO_3}=10$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO_3}=10$	0,14	1,5	2,1	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene
Hg (-o)	0,037	0,045	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO_3}=9$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO_3}=9$	0,28	-1,1	2,1	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene

	Avg ALS [mg/kg]	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Ni (+o)	31,2	35,3	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike.	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO_3}=10$	0,395	0,878	2,14	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Ni (-o)	29,3	31,4	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{ALS}=9$ og $N_{HNO_3}=9$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{ALS}=9$ og $N_{HNO_3}=9$	0,316	-1,04	2,12	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg ALS [mg/kg]	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Resultat F- test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p- verdi	t- stat.	t- krit.	Konklusjon
Pb (-o)	34,5	26,5	F>F-krit og $p < 0,05$: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{ALS}=9$ og $N_{HNO3}=10$	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{ALS}=9$ og $N_{HNO3}=10$	0,216	1,31	2,18	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

	Avg ALS [mg/kg]	Avg HNO ₃ [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Zn (+o)	232	245	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO_3}=10$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO_3}=10$	0,775	0,290	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Zn (-o)	232	194	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO_3}=8$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HNO_3}=8$	0,196	1,35	2,12	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.

Tabell H.6: Sammenligning av ALS og HF for prøve 3 ved t-test, 5 % signifikans. (+o) betyr med outlier og (-o) betyr datasett uten outlier.

	Avg ALS [mg/kg]	Avg HF [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
As (+o)	7,43	5,96	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{ALS}=10$ og $N_{HF}=10$	Upåret, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HF}=10$	0,302	-1,07	2,16	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
As (-o)	7,43	4,75	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{ALS}=10$ og $N_{HF}=10$	Upåret, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HF}=9$	$1,41 \times 10^{-3}$	3,97	2,14	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.

	Avg ALS [mg/kg]	Avg HF [mg/kg]	Resultat F-test $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0: \mu_1 = \mu_2$ $H_A: \mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Cd	0,375	0,302	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{ALS}=10$ og $N_{HF}=10$	Upåret, med antatt like varianser, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HF}=10$	0,266	-1,15	2,10	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Cr	30,0	61,0	F>F-krit og $p<0,05$: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{ALS}=10$ og $N_{HF}=10$	Upåret, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HF}=10$	$2,26 \cdot 10^{-5}$	6,68	2,18	t-stat >t-krit og $p<0,05$: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.



	Avg ALS [mg/kg]	Avg HF [mg/kg]	Resultat F-test $H_0:$ $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A:$ $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Cu (-o)	68	50,8	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variansene er for like. $N_{ALS}=9$ og $N_{HF}=10$	Uparet, med antatt like varianser, tosidig. $N_{ALS}=9$ og $N_{HF}=10$	0,175	1,41	2,11	t-stat <t-krit. Kan ikke forkaste H_0 . Ingen signifikant, statistisk forskjell mellom datasettene.
Hg	0,037	0,0081	F>F-krit og $p<0,05:$ H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{ALS}=10$ og $N_{HF}=10$	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HF}=10$	$6,8 \times 10^{-4}$	5,1	2,3	t-stat >t-krit og $p<0,05:$ H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.

	Avg ALS [mg/kg]	Avg HF [mg/kg]	Resultat F-test $H_0:$ $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A:$ $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Ni (+o)	31,2	40,8	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da	Uparet, med like	0,0130	2,76	2,10	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en
Ni (-o)	29,3	40,8	variansene er for like. $N_{ALS}=10$ og $N_{HF}=10$ F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{ALS}=9$ og $N_{HF}=10$	varianser, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HF}=10$ Uparet, med ulike varianser, tosidig. $N_{ALS}=9$ og $N_{HF}=10$	$2,00 \times 10^{-3}$	3,79	2,14	signifikant forskjell mellom datasettene. t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.

	Avg ALS [mg/kg]	Avg HF [mg/kg]	Resultat F-test $H_0:$ $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A:$ $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Pb (-o)	34,5	17,2	F>F-krit og p<0,05: H_0 forkastes, variansene er signifikant ulike. $N_{ALS}=9$ og $N_{HF}=9$	Uparet, med antatt ulike varianser, tosidig. $N_{ALS}=9$ og $N_{HF}=9$	0,0145	3,02	2,26	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene. .

	Avg ALS [mg/kg]	Avg HF [mg/kg]	Resultat F-test $H_0:$ $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$ $H_A:$ $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$	T-test $H_0:$ $\mu_1 = \mu_2$ $H_A:$ $\mu_1 \neq \mu_2$	p-verdi	t-stat.	t-krit.	Konklusjon
Zn (+o)	232	170	F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da	Upåret, med antatt like	0,0438	2,17	2,10	t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en
Zn (-o)	232	155	variensene er for like. $N_{ALS}=10$ og $N_{HF}=10$ F<F-krit: kan ikke forkaste H_0 da variensene er for like. $N_{ALS}=10$ og $N_{HF}=9$	variensar, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HF}=10$ Upåret, med antatt like variensar, tosidig. $N_{ALS}=10$ og $N_{HF}=9$	$8,77 \times 10^{-3}$	2,96	2,11	signifikant forskjell mellom datasettene. t-stat >t-krit og p<0,05: H_0 forkastes, det er en signifikant forskjell mellom datasettene.

Vedlegg I: Risikoanalyse

NTNU	Kartlegging av risikofylt aktivitet	Utarbeidet av	Nummer	Dato	
		HMS-avd.	HMSRV2601	22.03.2011	
HMS		Godkjent av	Side	Erstatter	
		Rektor		01.12.2006	

Enhet: _____ Dato: 29.09.2014

Linjeleder: Marie-Laure Olivier

Deltakere ved kartleggingen (m/ funksjon):

(Ansv. veileder, student, evt. medveiledere, evt. andre m. kompetanse)

Øyvind Mikkelsen, Trude Walleraunet

Kort beskrivelse av hovedaktivitet/hovedprosess:

Prøvetaking av jordprøver i forbindelse med masteroppgave

Er oppgaven er rent teoretisk? (JA/NEI)

Nei



"JA" betyr at veileder innestår for at oppgaven ikke inneholder noen aktiviteter som krever risikovurdering. I dette tilfellet er det ikke nødvendig å fylle ut resten av skjemaet

Signaturer:

Ansvarlig veileder: Øyvind Mikkelsen (ØM)

Student: Trude Walleraun

ID nr.	Aktivitet/prosess	Ansvarlig	Eksisterende dokumentasjon	Eksisterende sikringstiltak	Lov, forskrift o.l.	Kommentar
1	Prøvetaking av jordprøver	ØM + TW	Arbeidsmiljøloven, NTNU og NT sine HMS retningslinjer, SJA	Telefon/mobil kommunikasjon når mulig og ved behov. Ved ikke dekning -støttepersonell for assistanse om nødvendig.	Arbeidsmiljøloven, Lov om ferdsel i utmark.	Prøvetaking skal foretas under trygge arbeidsbetingelser der vær- og vindforhold alltid vurderes fortløpende, og sikringstiltak (plan for kommunikasjon) er på plass før og under prøvetaking.
2	Ferdse i utmark	ØM + TW	Arbeidsmiljøloven, NTNU og NT sine HMS retningslinjer, SJA	Opplæring, bruk av guide når påkrevd	Arbeidsmiljøloven, NTNU og NT sine HMS retningslinjer. Lov om ferdsel i utmark.	Opplæring, regler for ferdsel på i utmark. Studenten er ellers godt kjent i området.
3	Arbeid i grøft og sjakt	ØM + TW	Utgraving av gravemasser til grøft Fare for fall i grøft	Støtteperson ved fare	Arbeidsmiljøloven, NTNU og NT sine HMS retningslinjer.	Risikoforbedrene tiltak gitt under
4	Ferdse i gravemaskin	ØM + TW	Klemskader Påkjørsel Lekkasje fra hydraulikkslanger etc. Sprut fra rør, gummi pakninger osv. i fyllmasser	Guide når påkrevd	Arbeidsmiljøloven, NTNU og NT sine HMS retningslinjer.	Risikoforbedrene tiltak gitt under

NTNU	<h1>Risikovurdering</h1>	Utarbeidet av	Nummer	Dato	
		HMS-avd.	HMSRV2603	04.02.2011	
HMS /KS		Godkjent av	Side	Erstatter	
		Rektor		09.02.2010	

Enhet: IKJ

Dato: 29.09.2014

Linjeleder:

Marie-Laure Olivier

Deltakere ved risikovurderingen (m/ funksjon):

(Ansv. veileder, student, evt. medveiledere, evt. andre m. kompetanse)

Øyvind Mikkelsen, Trude Walleraunet

Risikovurderingen gjelder hovedaktivitet:

Prøvetaking av jordprøver i forbindelse med masteroppgave

Signaturer:

Ansvarlig veileder: Øyvind Mikkelsen

Student: Trude Walleraun

ID nr.	Aktivitet/prosess fra kartleggingsskjemaet	Mulig uønsket hendelse	Vurdering av sannsynlighet (1-5)	Vurdering av konsekvens				Risiko-verdi (menneske)	Kommentarer/ status Forslag til tiltak
				Menneske (A-E)	Ytre miljø (A-E)	Øk./ materiell (A-E)	Om-dømme (A-E)		
1	Prøvetaking av jordprøver	Uframkommelig området / fallulykke	1	A				A1	Det jobbes minst med to personer sammen ved vanskelig / uframkommelig prøveområdet. Ved reell flom utsettes arbeidet.
2	Ferdse i utmark	Generelle skader som kan skje under opphold i felt. Bilulykke ved transport til/fra prøveområder	1	A				A1	Følger egne regler for sikkerhet ved ferdsel i utmark. Følge trafikkreglene. Ved prøveområder følges retningslinjer og sikkerhetsrutiner til ekstern partner i prosjektet.
3	Arbeid i grøft og sjakt	Usikker, dårlig jobbutførelse Utrasning av gravemasser til grøft Fare for fall i grøft	2	B				B2	I grøft dypere enn 1,5 m er det ikke lov til å gå ned i grøft. Det er ulovlig å sitte i gravemaskinskuffa for å ta en prøve. Prøver skal tas fra masser i skuffe. Ikke gå over/under overheng i groper. Sørg for at gravemasser plasseres slik at de ikke kan forårsake utrasning, dvs i god avstand fra grøftkanten.
4	Ferdse ved gravemaskin	Klemeskader Påkjørsel Lekkasje fra hydraulikkslanger etc. Sprut fra rør, gummipakninger osv. i fylmasser	2	B				B2	Vær oppmerksom. Ha øyekontakt med fører og stå utenfor maskinens arbeidsfelt. Stå alltid slik at fører ser deg. Bruk alltid godt synlig arbeidstøy og hjelm. Gå aldri bak gravemaskinen. Vær oppmerksom og hold god avstand når det demonteres rør osv. Ikke gå ned i grøft/sjakt under graving