

Miljøprojekt Nr. 664 2002

Teknologiudviklingsprogrammet for
jord- og grundvandsforurening

Kortlægning af diffus jordforurening i byområder. Delrapport 2

Afprøvning af feltmetoder ved undersøgelser af diffust
forurennet jord

Jacqueline Anne Falkenberg
NIRAS Rådgivende Ingeniører A/S

Miljøstyrelsen vil, når lejligheden gives, offentliggøre rapporter og indlæg vedrørende forsknings- og udviklingsprojekter inden for miljøsektoren, finansieret af Miljøstyrelsens undersøgelsesbevilling.

Det skal bemærkes, at en sådan offentliggørelse ikke nødvendigvis betyder, at det pågældende indlæg giver udtryk for Miljøstyrelsens synspunkter.

Offentliggørelsen betyder imidlertid, at Miljøstyrelsen finder, at indholdet udgør et væsentligt indlæg i debatten omkring den danske miljøpolitik.

Indhold

FORORD	5
SAMMENFATNING OG KONKLUSIONER	7
SUMMARY AND CONCLUSIONS	11
1 BAGGRUND OG FORMÅL	15
1.1 BAGGRUND	15
1.2 FORMÅL VED AFPRØVNING AF FELTMETODER	15
2 DE UDVALGTE FELTMÅLETEKNIKKER	17
2.1 EDXRF	18
2.2 IMMUNOASSAY	19
3 UNDERSØGELSESPROGRAM	21
3.1 AFPRØVNING AF HYPOTESER	21
3.2 STATISTISKE BEHANDLING	22
3.3 PRØVETAGNINGSAREALER OG PRØVETAGNINGSPUNKTER	24
3.3.1 <i>Center for Tegnsprog, tidligere Blindeinstituttet</i>	24
3.3.2 <i>Fælledparken</i>	25
3.4 ANALYSEMETODE - EDXRF FOR TUNGMETALLER	26
3.5 ANALYSEMETODE - IMMUNOASSAY FOR PAH OG PCB.	27
3.6 PLADSINHOMOGENITET	30
3.7 BLANDINGSPRØVER	30
3.8 FORBEHANDLING	30
3.9 EKSTRAKTIONS BETINGELSE	31
3.10 ANALYSEKVALITET	31
3.11 GENFINDING	31
4 RESULTATER	33
4.1 JORDART OG PID	33
4.2 TØRSTOF OG GLØDETAB	34
4.3 JORDFORURENINGSFORHOLD	34
4.4 INHOMOGENITET OVER PRØVETAGNINGSAREALET	35
4.5 BLANDINGSPRØVER	36
4.6 FORBEHANDLING	37
4.7 OPVARMNING I EKSTRAKTIONSFASEN	37
4.8 ANALYSEKVALITET	38
4.9 GENFINDING	39
5 KONKLUSION	41
5.1 JORDFORURENINGSFORHOLD	41
5.2 PRØVETAGNING AF BLANDINGSPRØVER OG STIKPRØVER	41
5.3 FORBEHANDLING	42
5.4 EKSTRAKTIONS BETINGELSER	42
5.5 ANALYSEKVALITET	42
5.6 GENFINDING I HENHOLD TIL CERTIFICERET JORD	43
5.7 SAMMENFATTENDE KONKLUSIONER OM FELTMETODER	43
6 ORDFORKLARING	45

Bilag A	Oversigt over analyseresultater fra afprøvning	51
Bilag B	Statistiske behandling af afprøvningsresultater	75
Bilag C	Analysereport fra TI	85
Bilag D	Analysereport fra DHI	103
Bilag E	Certificerede jord	109
Bilag F	Metodevalideringsrapporter	119

Forord

Nærværende udredningsprojekt om kortlægning af diffus jordforurening i byområder er iværksat af Københavns Kommune, Miljøkontrollen, under Miljøstyrelsens teknologiprogram for jord- og grundvandsforurening. Projektet har det overordnede formål at udarbejde metoder til optimering og forenkling af myndighedernes faglige arbejde ved den forestående kortlægning af diffus jordforurening i byområder på vidensniveau 2.

Projektet er opdelt i 2 faser, hvor Fase I omfatter indsamling af erfaringer og viden om forureningskilder samt teknikker og metoder til undersøgelse af diffust forurennet jord. Fase II omfatter fysiske en afprøvning af de i Fase I udarbejdede undersøgelsesstrategier. På baggrund af de opnåede undersøgelsesresultater skal der i Fase II foretages en endelig redigering af strategierne.

Nærværende rapport er en af tre delrapporter udarbejdet under Fase I.

Projektet er udført af NIRAS Rådgivende ingeniører og planlæggere A/S i samarbejde med styregruppen. Følgende personer har deltaget i styregruppen:

- Mariam Wahid, Københavns kommune, Miljøkontrollen (formand)
- Ulla Højsholt, Miljøstyrelsen
- Arne Rokkjær, Amternes Videnscenter for Jordforurening
- Tyge Wanstrup, Vestsjællands Amt
- Poul Aaboe Rasmussen, Frederiksborg Amt

Desuden har DHI-Institut for Vand og Miljø udarbejdet forslag til og udført den statistisk databehandling af resultaterne i forbindelse med afprøvning af feltmetoderne.

Sammenfatning og konklusioner

Nærværende delrapport 2 om afprøvning af feltmetoder ved undersøgelse af diffust forurenet jord er én af tre delrapporter under Fase I af projektet om kortlægning af diffus jordforurening i byområder. Projektet er iværksat af Københavns Kommune, Miljøkontrollen, under Miljøstyrelsens teknologiudviklingsprogram med det overordnede formål at udarbejde metoder til optimering og forenkling af myndighedernes faglige arbejde ved den forestående kortlægning på vidensniveau 2. Fase I har omfattet indsamling af erfaringer og viden om forureningskilder samt udarbejdelse af undersøgelsesstrategier.

Formålet med delrapport 2 er:

- at afklare om feltmålemetoder kan benyttes ved undersøgelser af diffus jordforurening i forbindelse med kortlægning på vidensniveau 2
- at afklare om feltmetoder er anvendelige til screening af prøver eller som dokumentationsværktøj til erstatning af laboratorieanalyser.

Formålet er desuden at dokumentere vha. afprøvning, om en feltmetode kan medføre en forbedring af undersøgelsesstrategien.

Tungmetaller og organiske stoffer, som olie, PAH og PCB er vurderet i delrapport 1 som relevante forureningsparametre. Efter gennemgang af måleparametre, måleegenskaber, detektionsgrænser og økonomi for feltmetoder er der udpeget to teknikker, som mulige feltmetoder;

- EDXRF (*Energidispersiv røntgenfluorescens*) for tungmetaller
- Rapid Immunoassay for PAH'er og PCB'er

Ved afprøvning af disse to feltmetoder er der udtaget henholdsvis 9 og 24 prøver fra 10 cm's dybde fra to prøvetagningsarealer på ca. 100m² i Københavns kommune. De to arealer repræsenterer byjord, men har ikke været udsat for forureningskilder eller byggeaktiviteter i flere år. På basis af en tidligere undersøgelse er udvalgt følgende testarealer:

- et areal med en forventet høj diffus jordforurening på Center for Tegnsprog, tidligere Blindeinstituttet, Kastelsvej 60, 2100 København, som var bebygget før 1906
- et areal med en forventet lav diffus jordforurening på Fælledparken, som var etableret i 1908 –12 og var tidligere græsningsarealer for kreaturer.

Undersøgelsesprogrammet belyser seks spørgsmål:

1. Hvad er spredning i analyseresultaterne som følge af jordens varierende sammensætning henover det diffust forurenede areal?
2. Giver blandingsprøver en lige så god beskrivelse som stikprøver?
3. Hvordan påvirker forbehandling af en jordprøve (afledt af prøveinhomogenitet) analyseresultatet?

4. Hvordan påvirker ekstraktionsbetingelsen for immunoassay (PAH og PCB) (afledt af prøveinhomogenitet) analyseresultatet?
5. Hvor god analysekvalitet kan opnås med “felt” analysemetoder (standardafvigelse, genfindning, gennemsnit) sammenlignet med analysekvaliteten opnået med akkrediterede metoder?
6. Hvordan er metodens genfindning ved måling af certificerede standarder?

Ad 1. Det konkluderes, at forurening er ensartet, men forskellig for de to testarealer. Der ses kun overskridelser af jordkvalitetskriterier for bly og PAH'er. Forureningsniveauer er generelt højere ved Center for Tegnsprog end ved Fælledparken for bly, kobber og PAH'er, mens der ved Fælledparken ses et højere chromindhold. Ved EDXRF-målinger af kobber og zink ved Center for Tegnsprog ses større spredning (60 – 100%) end af de andre metaller (10-30%) og ved Fælledparken. Ved immunoassay af PAH ses stor spredning på 80 – 100%.

Ad 2. Det konkluderes, at der ikke er forskelle i de gennemsnitlige resultater eller i varianskoeficienterne for målinger på stikprøver og blandingsprøver på de pågældende testarealer med ensartet forureningsniveauer.

Ad 3. Det konkluderes, at forbehandling af jordprøver ved findeling, tørring, knusning og sigtning er uhensigtsmæssigt, idet der ses en signifikant påvirkning af resultaterne. Ved EDXRF-målinger for tungmetaller fås et signifikant højere indhold ved analyse af den finere jordfraktion..

Ad 4. Det konkluderes, at længere ekstraktionstider og opvarmning af ekstrakten medfører en øgede genfindning.

Ad 5. Det konkluderes, at analyseresultaterne ved EDXRF af bly, nikkel og chrom kan sammenlignes direkte med laboratorieresultater i den pågældende undersøgelse. Analyseresultaterne ved EDXRF af zink og kobber ved de pågældende koncentrationsniveauer er mindre nøjagtig, men niveauangivende. Analyseresultaterne ved EDXRF af arsen viser, at arsenindhold er mindre end detektionsgrænsen, som er sandt. Analyseresultaterne med immunoassay af PAH og PCB er ikke ved de statistiske tests fundet at stemme overens med laboratorieresultater, men er niveauangivende. Analyse-kvalitet med immunoassay af PCB er upålideligt ved det anvendte måleområde.

Ad 6. Det konkluderes, at kun ved EDXRF for bly og zink ved højere koncentrationer end henholdsvis 350 og 550 mg/kg TS, kan det påvises statistisk, at gennemsnittet for analyseresultaterne er identisk med den sande værdi. For de andre parametre som måles med EDXRF og immunoassay kan det ikke påvises statistisk, at resultaterne angiver den sande værdi, men resultaterne er niveauangivende. Valideringsdata (standardafvigelse, detektionsgrænser, præcision og nøjagtighed) ved EDXRF for bly, chrom, kobber, nikkel og zink er beregnet.

Det konkluderes, at EDXRF kan anvendes som erstatning for laboratorieanalyser til at vurdere indhold af zink og bly i diffust forurennet jord. EDXRF kan anvendes som screeningsværktøj ved målinger for arsen, kobber, nikkel og chrom.

Det konkluderes, at immunoassay kan anvendes som et screeningsværktøj til at vurdere den generelle PAH-belastning på et areal, men at de enkelte resultater ikke skal pålægges for stor vægt uden bekræftende målinger med GC-MS-SIM.

Det konkluderes, at immunoassay for PCB er upålidelig ved lave koncentrationsniveauer. Metoden kan evt. bruges til at vurdere om der er en PCB-forurening til stede, dvs. som screeningsværktøj til vurdering af hvilke prøver, der skal sendes til analyse for PCB i tilfælde af en kildeforurening.

Det vurderes, at testkittet ikke kan bruges til kortlægning af koncentrationsniveauer i forbindelse med diffus jordforurening, da disse er lave, men er anvendeligt til en kvalitativ identificering af eventuelle PCB-problemer.

Summary and conclusions

This report concerning practical trials of field screening techniques for the investigation of diffuse soil pollution is part 2 of a three-part report prepared under Phase I of a project on mapping of diffuse soil pollution in urban areas.

The project is instigated and supervised by Agency of Environmental Protection in Copenhagen under the Danish Environmental Protection Agency's technology development program. The overall objective is to prepare methods to optimise and simplify technical investigations by the environment authorities in connection with mapping of diffuse soil pollution at the legislative information level 2. Phase I has included a review of information concerning the sources of pollution, measurements from actual investigations, analytical and sampling techniques and investigation strategies

The objectives for the part 2 report are;

- To clarify whether field-screening techniques can be used for investigations of diffuse soil contamination in connection with mapping of soil contamination at the legislative information level 2.
- To clarify if field-screening techniques can be used to screen soil samples or to replace laboratory analyses for the documentation of the pollution levels.

Furthermore, the objective is to assess if field-screening techniques can improve the investigation strategy

Heavy metals and organics such as oil, PAH, PCB are identified in the part 1 report as relevant contaminants. Assessment of a range of field screening techniques with respect to measurement parameters, properties, detection limits and economic estimates for analysis of samples identified the following two field screening techniques as of interest for the practical trials.

- EDXRF (*Energy Dispersive X-ray Fluorescence*) for metals.
- Rapid Immunoassay for PAH and PCB.

The practical trials for these two field screening techniques involved respectively 9 and 24 soil samples from a depth of 10 cm from two test areas each comprising 100 m² within the city of Copenhagen. The two areas represent urban soils, but have not been exposed to known sources of pollution or to construction activities. On the basis of a former investigation, the two areas are defined as:

- an area with an expected high level of diffuse pollution at the Center for Tegnsprog, formerly Blindeinstituttet, Kastelsvej 60, 2100 Copenhagen; a site that was developed in 1906
- an area with an expected low level of soil pollution in Fælled Park, which was established in 1908 –1912 and which was formerly grazing pastures for cattle

The practical trials were designed to answer six questions:

1. What is the variation in soil sample concentration across the diffuse contaminated test areas due to the variable composition of contaminants in the soil?
2. Do composite soil samples give the same description of the soil contamination as measured in the individual soil samples?
3. Does pre-treatment of the soil samples affect the result as interpreted by comparison of the variation in soil sample composition for identical samples?
4. Does the extraction conditions for the immunoassay affect the analytical result (based on variation in soil sample composition for identical samples)?
5. How good is the analytical quality for the field screening techniques compared to the analytical quality achieved by the accredited laboratory methods?
6. How is the % recovery for certified soil standards when measured by the field screening techniques?

Ad 1. It is concluded that the contamination is uniform (homogenous), but different for the two test areas. The soil quality criteria are only exceeded for the content of lead and PAH. The pollutant levels for lead, copper and PAH are generally higher at the Center for Tegnsprog than at Fælled Park, while at Fælled Park, a higher chromium content is found in the soil samples. The EDXRF measurements of copper and zinc at the Center for Tegnsprog show more variation around the average (60 – 100%) than for the other metals (10- 30%) and compared to measurements at Fælled Park. The immunoassay measurements for PAH show large variation around the average of 80– 100%.

Ad 2. It is concluded that for the two test areas, which have uniform contaminant levels, there is no difference in the average content or in the variation coefficients for measurements on the individual samples as compared to the composite samples (each representing three individual samples).

Ad 3. It is concluded that pre-treatment of the soil samples by comminution, drying, crushing and sieving is inexpedient in that this has a significant effect on the results as compared to the laboratory results. The EDXRF measurements show significantly higher levels of metals if the analysis is performed on the fine soil fraction generated by the pre-treatment and sieving.

Ad 4. It is concluded that the longer extraction times and warming of the extract give an increased recovery of PAH from the soils.

Ad 5. It is concluded that for the actual investigation, the analytical results with EDXRF for lead, nickel, and chromium are directly comparable with the accredited laboratory results. The analytical results with EDXRF for zinc and copper are less accurate at the actual concentration levels, but indicate the concentration level. The analytical results with EDXRF for arsenic showed that the test areas had an arsenic level below the detection limit for the EDXRF method (<20 mg/kg), which was correct (actual level was 7-10 mg kg TS). According to the statistical tests, the analytical results for immunoassay for PAH and PCB were not found to be in agreement with the laboratory measurements, but they indicated the contaminant concentration level. The analytical quality for immunoassay for PCB is unreliable for the actual measurement interval for the practical tests (0,05- 1 mg/kg).

Ad 6. It is concluded that the concentrations for certified samples as measured by the field screening EDXRF technique can only be statistically shown to be identical with the true value for high concentrations of lead and zinc at 350 and 550 mg/kg respectively. For all other parameters measured by EDXRF and immunoassay, no statistical agreement can be demonstrated, but the measurements indicate the concentration level. The validation data (standard deviation, detection limits,

precision and accuracy) for the EDXRF measurements for lead, chromium, copper, nickel, and zinc is calculated.

It is concluded that EDXRF can be used as an alternative to laboratory analysis to measure the content of zinc and lead in diffuse contaminated soils and is useful for screening of soil samples for arsenic, copper, nickel and chromium.

It is concluded that immunoassay can be used for screening of the general PAH levels in the soil, but that an individual result can not be attributed great value without confirmation by GC-MS-SIM analysis.

It is concluded that immunoassay for PCB is unreliable at low concentrations. The method can however be used to assess whether there is a PCB contamination present in the soil, and if present to allow identification of representative samples to be sent to analysis for PCB. It is assessed that the test kit can not be used to map the concentration levels in connection with diffuse soil contamination, since these levels are very low, but can be used to qualitatively identify a PCB problem.

1 Baggrund og formål

1.1 Baggrund

Som noget nyt i forhold til tidligere lovgivning omfatter jordforureningsloven bestemmelser om diffust forurenede arealer /ref. 1/. Jordforureningsloven indeholder dermed hjemmel til at kortlægge arealer med diffus jordforurening eller forventet diffus jordforurening. Der mangler dog et generelt videngrundlag til med større sikkerhed at kunne udpege disse arealer.

Diffus jordforurening har et andet forureningsmønster end punktforureninger, hvilket stiller særlige krav til forskellige undersøgelsesstrategier til brug ved dokumentation af signifikante diffuse forureningsniveauer.

Således har Københavns Kommune, Miljøkontrollen, under Miljøstyrelsens teknologiudviklingsprogram iværksat et projekt med det overordnede formål at udarbejde metoder til optimering og forenkling af myndighedernes faglige arbejde ved den forestående kortlægning af diffus jordforurening i byområder på vidensniveau 2.

Projektet er opdelt i 2 faser, hvor Fase I har omfattet indsamling af erfaringer og viden om forureningskilder samt teknikker og metoder til undersøgelse af diffust forurennet jord. Endvidere omfattede Fase I udarbejdelse af en strategi til afprøvning af fysiske undersøgelsesmetoder på diffust forurenede jord, inklusiv vurdering og validering af egnede feltmetoder. Undersøgelsesstrategier skal føre til beslutning om eventuel kortlægning af diffust forurenede arealer på vidensniveau 2.

I Fase I af projektet om kortlægning af diffus jordforurening i byområder er udarbejdet følgende tre delrapporter:

- Delrapport 1: Erfaringsopsamling og afklaring af kilder til diffus jordforurening i byområder /ref. 2/.
- Delrapport 2: Afprøvning af feltmetoder ved undersøgelse af diffust forurennet jord /nærværende rapport/.
- Delrapport 3: Indledende forslag til undersøgelsesstrategier for kortlægning af diffust forurenede arealer i byområder /ref. 3/

I Fase II skal der foretages en fysisk afprøvning af de i Fase I udarbejdede undersøgelsesstrategier. På baggrund af de opnåede undersøgelsesresultater skal der i Fase II foretages en endelig redigering af undersøgelsesstrategierne for kortlægning af diffus jordforurening på vidensniveau 2.

1.2 Formål ved afprøvning af feltmetoder

I nærværende delrapport 2 afrapporteres feltundersøgelserne udført i forbindelse med afprøvning og validering af egnede feltmetoder, der kan anvendes til kortlægning af diffust forurennet jord på vidensniveau 2.

Formålet med delrapport 2 er:

- At afklare om feltmålemetoder kan benyttes ved undersøgelser af diffus jordforurening i forbindelse med kortlægning på vidensniveau 2.
- At afklare om feltmetoder er anvendelige til screening af prøver eller som dokumentationsværktøj til erstatning af laboratorieanalyser.

Formålet er desuden at dokumentere vha. afprøvning, om en feltmetode kan medføre en forbedring af undersøgelsesstrategien.

2 De udvalgte feltmåleteknikker

Til optimering af analyse- og prøvetagningsstrategier anvendes ofte feltmetoder, idet:

- Et langt tættere prøvetagningsnet (gitter) kan opnås inden for et rimeligt budget.
- Flere oplysninger, evt. for flere stoffer, kan indsamles, sammenstilles og anvendes til vurdering af den rumlige udbredelse, sammensætning og intensitet af jordforureningen.
- Udvælgelse af relevante prøver til akkrediteret analyse kan optimeres.
- Prøvetagnings- og analysestrategien kan justeres løbende, mens feltarbejdet pågår, idet analysetiden er kortere end ved akkrediterede analyser.

Hvis undersøgelsens formål er at kortlægge diffust forurenede arealer er feltmetodernes økonomiske og analytiske fordel af større interesse end analysetiden, idet tidsfaktoren er mindre væsentlige.

Da tidsfaktoren er mindre væsentlig kan analysearbejdet optimeres ved at prøver samles og analyseres samtidig.

Følgende ulemper ved anvendelse af feltmetoder skal dog overvejes :

- Visse feltmetoder giver mindre præcise oplysninger om stofsammensætning, f.eks. PAH sammensætning.
- Analysenøjagtighed (rigtighed) og præcision (standardafvigelse)/ref. 16/ er typisk mindre end for laboratorieanalyser.
- Detektionsgrænser kan være højere end for laboratorieanalyse.
- Feltmetoder opfylder ikke myndigheders krav vedrørende dokumentation af jordforurening og skal suppleres af akkrediterede laboratorieanalyser.
- Laboratorieanalyser skal udføres til kalibrering af feltanalyserne og for at sikre, at koncentrationsniveauet i kritiske prøver er repræsentativ.

I håndbogen om feltmetoder /ref. 5/ er opstillet en oversigt over relevante feltmetoder i forhold til forureningsparametre. Et udsnit af tabellen er gengivet i tabel 2.1 med parametre og metoder som vurderes som relevante for diffuse forurening.

Feltmetode og henvisning til datablade /ref. 5/	Metaller	CN	Benzin /Ole	PAH	Phthalat	PCB	DDT	Dioxin
Visuel bedømmelse DB-1	U-kval	U-kval	U-kval	U-kval				
Colorimetriske testkits DB-2	S-Semi	S-Semi						
Immunoassay DB-3	Hg S-Semi		F-Semi	F-Semi		F-Semi	F-Semi	F-Semi
EDXRF DB-4	S-kvant							
PID (headspace) DB-5			U-kval					
FID (headspace) DB-6			U-kval					
Felt-GC (headspace) DB-7			S-Semi					
Fluorimeter SoilScan DB-8			F-kval	F-kval				
HNU Hanby farvereaktioner DB-10			F-Semi			F-Semi		
Ekstraktfarve bedømmelse DB-11			U-kval	U-kval				
Petroflag SDI Test Kits DB-12			F-Semi					
Kviksølvdampe måler DB-16	S-Semi							
Dexsil Testkits DB-19						F-Semi		
EnviroI Testkit DB-20				F-Semi				
AccuSensor DB-21			F-Semi					

U: Uspecifik F: Forureningsspecifik S: Stofspecifik
Kval: Kvalitativ Semi: Semi-kvantitative Kvant: Kvantitative

Tabel 2.1 Oversigt over feltmetoder og forureningsparametre.
Overview of field screening methods and pollutants

Som det ses af tabel 2.1, er der to teknikker af interesse ved analyse af metaller og organiske forbindelser;

- EDXRF (*Energidispersiv røntgenfluorescens*) for tungmetaller
- Rapid Immunoassay for PAH'er og PCB'er

Disse to feltmåleteknikker er derfor udvalgt til afprøvning.

2.1 EDXRF

Der findes forskellige kommercielle EDXRF feltudstyr til målinger af tungmetaller. Måleparametre, måleområder, præcision, nøjagtighed og detektionsgrænser for disse er forskellige, idet der anvendes forskellige røntgenkilder (^{55}Fe , ^{109}Cd , ^{241}Am , ^{57}Co), software og kalibreringsprocedurer.

Ved EDXRF måles tungmetalindhold på jordprøvens overflade direkte, mens jordprøven ved ICP-AES og AAS opvarmes i salpetersyre og målinger foretages på en vandig opløsning af metallerne.

Prisniveauer for EDXRF-målinger med bærbart feltudstyr er sammenlignelige med EDXRF-målinger på laboratorieudstyr (Teknologisk Institut). Hvis on-site målinger ikke er påkrævet, vil man ofte vælge at analysere prøver på laboratoriet, idet lavere detektionsgrænser kan opnås på laboratorieudstyr. Disse laboratoriemålinger er ikke akkrediterede og bruges ofte til screeningsanalyser som erstatning for eller som supplement til akkrediterede analyser som ICP eller AAS.

Prisen for EDXRF på laboratoriet er baseret på analyser på råjord uden forbehandling. Da EDXRF målingerne foretages direkte på jordens overflade, kan det forventes, at forbehandling som knusning, tørring og homogenisering til mindre end 0,25 mm, vil give et mere repræsentativt resultat (mindre spredning).

Det er dog ikke tidligere undersøgt, om forbehandling af jordprøverne eller blanding af stikprøverne vil give en bedre beskrivelse af jordforureningsforhold (middelværdi) end hvis der analyseres på et større antal stikprøver.

2.2 Immunoassay

Især for organiske parametre, PAH'er og PCB'er, er det økonomisk fordelagtigt at anvende det billigere, men mindre nøjagtige, immunoassay.

Principperne for GS-MS analyser på laboratoriet er baseret på veldefinerede og afprøvede ekstraktionsbetingelser og med tilsætning af hjælpemidler for at forbedre ekstraktionen fra jorden. Herefter analyseres for en række enkelte stoffer og resultatet angives som indhold af de enkelte stoffer samt som summen af de målte PAH'er eller PCB'er.

Immunoassay er baseret på ekstraktion i methanol over 1 minut. Resultatet angiver en værdi, som er baseret på responsen f.eks. "alle" PAH'er ved PAH testkit og "alle" PCB'er ved PCB testkit prøven, d.v.s. det "totale" indhold af PAH'er eller PCB'er.

Det må antages, at ekstraktionen er væsentlig mindre effektiv end ved laboratoriemetoder, ligesom forureningsinhomogeniteten i jord (tjære-/asfaltpartikler) vil medføre en større spredning. Immunoassay metoden for PCB er valideret af US-EPA /ref.. 6/.

Analyserne for PCB er ikke tidligere blevet udført for diffust forurenat byjord, og baggrundsniveauet forventes at være mindre end 0,01 mg/kg /ref. 11/. I Sverige er der dog fundet op til 0,2 – 2 mg/kg i Bergen Kommune i forbindelse med bygningsrenovering /ref. 14/.

En af barriererne ved anvendelse af immunoassay er, at det kræver oplæring og udøvelse af flere komplicerede analysetrin.

Tidligere anvendelse af immunoassay i Danmark har været baseret på EnSys, og Envirogard testkits /ref. 7/. RaPID /ref. 7/ er beregnet til større måleserier, evt. på laboratorier, hvor der kan måles op til 60 prøver samtidig, og hvor der købes testkits til 30 eller 100 analyser. Da der også skal analyseres på kalibringsstandard og kontrolprøver er antallet af jordprøver, der kan analyseres henholdsvis 20 eller 80 prøver pr testkit.

Erfaringer ved tidligere afprøvninger af PAH immunoassay testkits /ref. 8/ har indikeret, at metoden er rimelig god til at afgøre, om jorden er forurenat, men mindre god til at afgøre, om jorden er over rådgivningsintervallet (1,5 - 15 mg/kg TS). Problemerne med nøjagtighed er delvis forårsaget af ringe udbytte i ekstraktionstrinnet.

Immunoassayteknikker er følsomme, d.v.s. at der ses store udslag ved relativt små koncentrationsforskelle, men linearitet over store koncentrationsintervaller er lille. Linearitetsproblemet løses ved at foretage fortyndinger, således at prøven svarer til

linearitetsområdet (måleområdet). Detektionsgrænserne er derfor afhængige af det valgte fortyndings- og måleområde.

Koncentrationerne uden for måleområder kan kun opgives som henholdsvis mere end eller mindre end den højeste eller mindste værdi.

3 Undersøgellesprogram

3.1 Afprøvning af hypoteser

Validering er en dokumentation af, om metodens ydeevne er passende i forhold til den påtænkte brug af analyseresultaterne /ref. 4/.

Første trin ved afprøvning af en ny feltmetode er at definere feltmetodens anvendelse. Valideringsproceduren skal afbilde den feltmæssige anvendelse og eftervise, om resultatet (udsagn) fra feltmetoden er i overensstemmelse med resultatet fra laboratorieanalyserne /ref. 5, 16/. Formålet med nærværende projekt er desuden at dokumentere vha. afprøvning, om en feltmetode kan medføre en forbedring af undersøgelsesstrategien.

Det er dog vurderet at en formel validering af et bestemt feltudstyr (genfindingsforsøg med certificeret jord ved forskellige koncentrationsmålinger omkring detektionsgrænsen og flere gentagelser på homogeniserede jordprøver) er mindre interessant end en mere målrettet vurdering af analysekvalitet, genfinding og spredning ved anvendelse af feltmålemetoder i forbindelse med målinger på diffust forurenede jord.

Undersøgellesprogrammet belyser seks spørgsmål:

1. Hvad er spredning i analyseresultaterne som følge af jordens varierende sammensætning henover det diffust forurenede areal (pladsinhomogenitet)?
2. Giver blandingsprøver en lige så god beskrivelse som stikprøver?
3. Hvordan påvirker forbehandling af en jordprøve (afledt af prøveinhomogenitet) analyseresultatet?
4. Hvordan påvirker ekstraktionsbetingelsen for immunoassay (PAH og PCB) (afledt af prøveinhomogenitet) analyseresultatet?
5. Hvor god analysekvalitet kan opnås med "felt" analysemetoder (standardafvigelse, genfinding, gennemsnit) sammenlignet med analysekvaliteten opnået med akkrediterede metoder?
6. Hvordan er metodens genfinding ved måling af certificerede standarder?

Følgende bemærkninger skal tilknyttes undersøgelsesprogrammet:

- Det skal være muligt at anvende simple statistiske metoder til databehandling.
- Kun én parameter skal ændres ved sammenligning af sæt af forsøgsresultater
- Der skal måles for de vigtigste sædvanligt benyttede kvalitetsmål for analysemetoder / jf. ref 16/.
- Inhomogeniteten af forurenede jord betyder, at undersøgelsesprogrammet primært bør baseres på gentagne analyser af udvalgte, homogeniserede prøver.
- For at kunne benytte princippet i "Håndbog i Metodevalidering for miljølaboratorier" /ref. 4/ og det tilhørende computerprogram, MetVal, til at validere analysemetoder, er det et krav, at prøverne så vidt muligt er homogene, således at en eventuel forskel ikke primært afspejler inhomogenitet i prøverne, men derimod forskelle i analysemetoderne.

Undersøgelsesprogrammet for afprøvning er udarbejdet af NIRAS, men er modificeret i henhold til kommentar fra DHI-institut for Vand og Miljø vedrørende databehov ved statistiske evalueringer af resultaterne. Ligeledes er undersøgelsesprogrammet drøftet med JSA-EnviroStat med hensyn til geostatistiske aspekter.

3.2 Statistiske behandling

For de to feltmetoder har DHI forslået en statistiske databehandling som er efterfølgende tilpasset projektets økonomiske rammer. Behandlingsplan for henholdsvis EDXRF og immunoassay er vist i tabel 3.1-3.2.

Prøver, forbehandling og analyser	Databehandling og statistik	Output	Spørgsmål besvaret
Center for tegnsprog			
18 stikprøver, ingen forbehandling, dobbeltanalyser, EDXRF 36 analyser i alt	MetVal DS/ISO 2854, DIS/ISO 2602	Standardafvigelse indenfor stikprøve og standardafvigelse imellem stikprøverne, gennemsnit og konfidensinterval for hele pladsen	1-Hvor stor er pladsinhomogenitet og spredning på analyseresultater?
6 blandeprøver af de 18 stikprøver, dobbeltanalyser, EDXRF 12 analyser i alt	DS/ISO 2854, DIS/ISO 2602	Standardafvigelse indenfor blandingsprøve og standardafvigelse imellem blandingsprøverne, gennemsnit og konfidensinterval for hele pladsen, test for ens standardafvigelse og gennemsnit	2-Giver 6 blandeprøver en lige så god beskrivelse (samme variation, gennemsnit), som 18 stikprøver?
1 store stikprøve homogeniseres, 50 % forbehandles og homogeniseres, Der udtages delprøver til 6 analyser af de 2 delprøver, EDXRF, 12 analyser i alt	DS/ISO 2854	Standardafvigelse på bestemmelse med og uden forbehandling, samt gennemsnit af måleresultat, test for ens standardafvigelse og gennemsnit	3-Hvilken effekt har forbehandling på usikkerhed og måleresultat?
Af homogeniserede stikprøve ovenfor udtages 6 delprøver til enkeltanalyse ICP, 12 prøver i alt.	MetVal DS/ISO 2854	Standardafvigelse på bestemmelse ved ICP, samt gennemsnit af måleresultat, test for ens standardafvigelse og gennemsnit	5-Giver EDXRF og ICP samme resultat?
Fæledparken			
9 stikprøver, dobbeltanalyser, EDXRF, 18 analyser i alt	MetVal DS/ISO 2854, DIS/ISO 2602	Standardafvigelse indenfor stikprøve og standardafvigelse imellem stikprøverne, gennemsnit og konfidensinterval for hele pladsen	1-Hvor stor er pladsinhomogenitet og spredning på analyseresultater?
1 stor stikprøve homogeniseres Der udtages delprøver til 6 enkeltanalyser, EDXRF og ICP, 6 prøver i alt	MetVal DS/ISO 2854	Standardafvigelse på bestemmelse ved EDXRF og ICP, samt gennemsnit af måleresultat, test for ens standardafvigelse og gennemsnit	5-Giver EDXRF og ICP samme resultat?
Certificerede Standard			
QC LOAM SOIL A 3 analyser per dag i 8 dage, 21 analyser	MetVal	Nøjagtighed, præcision og detektionsgrænsen	6-Genfinding
CTA-FFA-1 3 analyser per dag i 8 dage, 21 analyser	MetVal	Nøjagtighed, præcision og detektionsgrænsen	6-Genfinding

Tabel 3.1 Statistisk forsøgsplan for EDXRF.
Statistical experimental plan for testing of EDXRF

Prøver, forbehandling og analyser	Databehandling og statistik	Output	Spørgsmål besvaret
Databehandling ved Center for tegnsprog			
18 stikprøver, ingen forbehandling, dobbeltanalyser, Immunoassay-PAH 36 PAH analyser i alt	DS/ISO 2854, DIS/ISO 2602	Standardafvigelse indenfor stikprøve og standardafvigelse imellem stikprøverne, gennemsnit og konfidensinterval for hele pladsen	1-Hvor stor er pladsinhomogenitet og spredning på analyseresultater?
4 blandeprøver af de 12 stikprøver, dobbeltanalyser, Immunoassay-PAH-PCB 8 PAH-PCB analyser i alt	DS/ISO 2854, DIS/ISO 2602	Standardafvigelse indenfor blandingsprøve og standardafvigelse imellem blandingsprøverne, gennemsnit og konfidensinterval for hele pladsen, test for ens standardafvigelse og gennemsnit	2-Giver 6 blandeprøver en lige så god beskrivelse (samme variation og gennemsnit), som 18 stikprøver?
1 store stikprøve homogeniseres, 33 % Tørres og knuses, 33% ekstraheres ved opvarmning, 33 % som normalt. Der udtages delprøver til 6 enkeltanalyser, Immunoassay-PAH-PCB 18 PAH-PCB analyser i alt	DS/ISO 2854	Standardafvigelse på bestemmelse med og uden forbehandling, samt gennemsnit af måleresultat, test for ens standardafvigelse og gennemsnit	3-Hvilken effekt har forbehandling på usikkerhed og måleresultat?
Af homogeniserede stikprøve ovenfor udtages 6 delprøver til enkeltanalyse GC-MS-SIM, 6 prøver i alt. 2 blandeprøver, dobbeltanalyser, GC-MS-SIM, 4 GC analyser i alt	DS/ISO 2854	Standardafvigelse på bestemmelse ved GC-MS-SIM, samt gennemsnit af måleresultat, test for ens standardafvigelse og gennemsnit	5-Giver Immunoassay og GC-MS-SIM samme resultat?
Fælleparken			
9 stikprøver, enkelt analyser, Immunoassay -PAH, 9 analyser i alt	DS/ISO 2854, DIS/ISO 2602	Standardafvigelse indenfor stikprøve og standardafvigelse imellem stikprøverne, gennemsnit og konfidensinterval for hele pladsen	1-Hvor stor er pladsinhomogenitet og spredning på analyseresultater?
1 stor stikprøve homogeniseres Der udtages delprøver til 6 enkeltanalyser, immunoassay-PAH og PCB og GC-MS-SIM, 12 prøver i alt 2 stikprøver, dobbeltanalyser, GC-MS-SIM	DS/ISO 2854	Standardafvigelse på bestemmelse ved Immunoassay-PAH-PCB og GC-MS-SIM, samt gennemsnit af måleresultat, test for ens standardafvigelse og gennemsnit	5-Giver Immunoassay og GC-MS-SIM samme resultat?
Certificerede Standard			
QC sandy PAH HL-DHI 6 delprøver til enkeltanalyse		Standardafvigelse på bestemmelse ved Immunoassay-PAH samt gennemsnit af måleresultat	6-Genfinding
QC Loamy PAH LH-DHI 6 delprøver til enkeltanalyse		Standardafvigelse på bestemmelse ved Immunoassay-PAH samt gennemsnit af måleresultat	6-Genfinding
QC loamy PCB HH-DHI 9 delprøver til enkeltanalyse		Standardafvigelse på bestemmelse ved Immunoassay-PCB samt gennemsnit af måleresultat	6-Genfinding
QC Loamy PCB LL-DHI 6 delprøver til enkeltanalyse		Standardafvigelse på bestemmelse ved Immunoassay- PCB samt gennemsnit af måleresultat	6-Genfinding

Tabel 3.2 Statistisk forsøgsplan for Immunoassay.
Statistical experimental plan for testing of EDXRF

DHI's software til validering af analysemetoder /ref. 4/, MetVal, er benyttet til databehandling. MetVal er velegnet til brug ved belysning af analysekvaliteten (spørgsmål 5 og 6) og ved validering af feltmetoden. Ved de andre spørgsmål er generelle statistiske metoder anvendt. DS/ISO 2854:1980 "Statistisk fortolkning af data" /ref. 12/ er anvendt til F-test for sammenlignelig standardafvigelse og t-test for sammenligneligt måleresultat. DS/ISO 2602: 1981 "Statistisk fortolkning af prøvningsresultater" /ref. 13/ er anvendt til beregning af middelværdi og konfidensinterval.

3.3 Prøvetagningsarealer og prøvetagningspunkter

Der udtages prøver fra 10 cm's dybde fra to prøvetagningsarealer. De to arealer er valgt ud fra områder uden forureningskilder, men som repræsenterer byjord, og som ikke har været udsat for byggeaktiviteter eller andet i flere år. På basis af en tidligere undersøgelse /ref. 10/ vælges

- et areal med en forventet høj diffus jordforurening
- et areal med en forventet lav diffus jordforurening.

3.3.1 Center for Tegnsprog, tidligere Blindeinstituttet

Blindeinstituttet, Kastelsvej 60, 2100 København er etableret før 1906 /ref. 9/.



Figur 3.1 Center for tegnsprog, Østerbro

Ved en tidligere undersøgelse /ref. 10/ er der fundet følgende koncentration-niveauer, jf. tabel 3.3.

	Bly mg/kg TS		Sum af 16 PAH mg/kg TS		Benzo(a)pyren mg/kg TS	
	0,1 mut	0,5 mut	0,1 mut	0,5 mut	0,1 mut	0,5 mut
B147	98	110	10,7	12,55	1,1	1,3
B148	84	290	24,2	12,72	1,8	1,2
B153	120	92	23,5	37,23	2,3	3,4

Tabel 3.3 Resultaterne fra tidligere undersøgelse /ref. 10/.
Results from former investigations

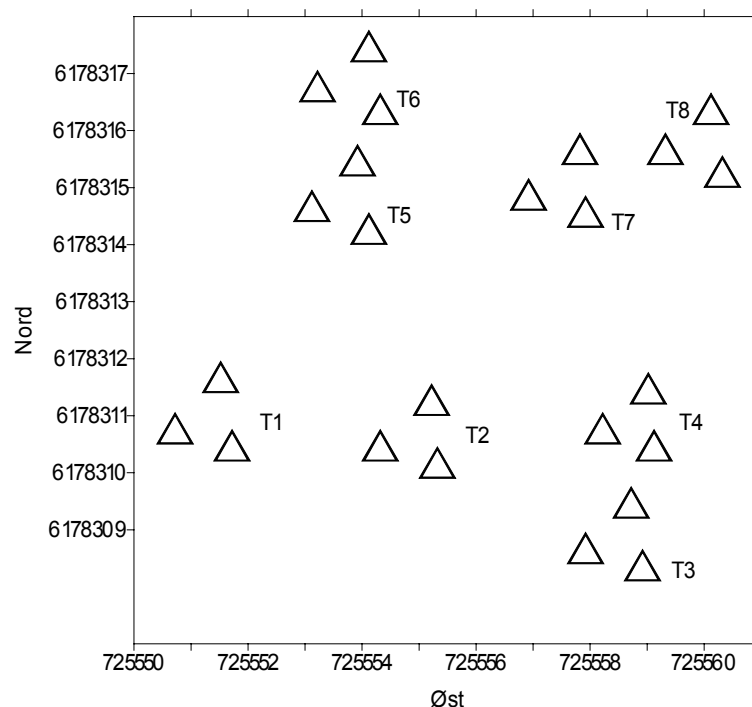
Til vurdering af den organiske belastning er der udtaget en blandingsprøve (af tre stikprøver) på det grønne areal ved Center for Tegnsprog den 17. juli 2001. Resultaterne er summeret i tabel 3.4 og gengivet i bilag A.

	Sum af 34 PAH mg/kg TS	Sum af 16 US EPA PAH mg/kg TS	Sum af 7 DK MST PAH mg/kg TS	Sum af 7 PCB mg/kg TS
BL 1	18,1	16,1	9,1	0,003

Tabel 3.4 GC-MS resultater for blandingsprøve udtaget 17/7-2001.
GC-MS results for a composite sample taken 17/7-2001.

Der er udtaget prøver fra 8 punkter T1 – T8 (3 stikprøver er udtaget inden for en afstand af 1 m fra hvert af punkterne, T1-1, T1-2, T1-3) inden for et areal på 100 m². Prøvetagningsfeltet ligger syd for de tidligere målepunkter ved B147 og B148. Prøverne fra 10 cm's dybde er udtaget i rilsanposer. Græstørvet er fjernet med en spade og er genetableret efter prøveudtagning. Fastpunkterne for

prøvetagningsnettet er indmålt med GPS-udstyr (Trimble GPS total station 5700, som måler via www.GPSnet.dk med en nøjagtighed af 20 mm). Måling med GPS-udstyr er hurtig, men problematisk i nærheden af høje træer og bygninger mod syd (satellitterne er mod syd). Koordinater for prøvetagningspunkter er opgivet som UTM-koordinater for zone 32 (København).



Figur 3.2 Skitse over prøvetagningsnet ved Center for tegnsprog
Sketch showing sampling points at the Center for Tegnsprog

Geologiske beskrivelser og PID (Photoionisationsdetektor) målinger er udført for alle prøver og gengivet i bilag A.

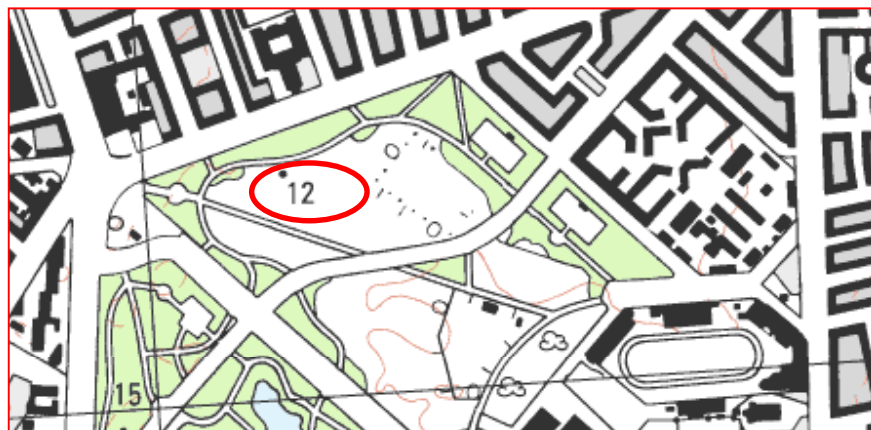
3.3.2 Fælledparken

Fælledparken er etableret i 1908 –12 og var tidligere græsningsarealer for kreaturer /ref. 9/.

Ved en tidligere undersøgelse /ref. 10/ er der fundet følgende koncentrationsniveauer, jf. tabel 3.5

	Bly mg/kg TS		Sum af 16 PAH mg/kg TS		Benzo(a)pyren mg/kg TS	
	0,1 mut	0,5 mut	0,1 mut	0,5 mut	0,1 mut	0,5 mut
B10	43	22	2,4	1,02	0,23	0,11
B11	70	46	3,9	2,67	0,37	0,26

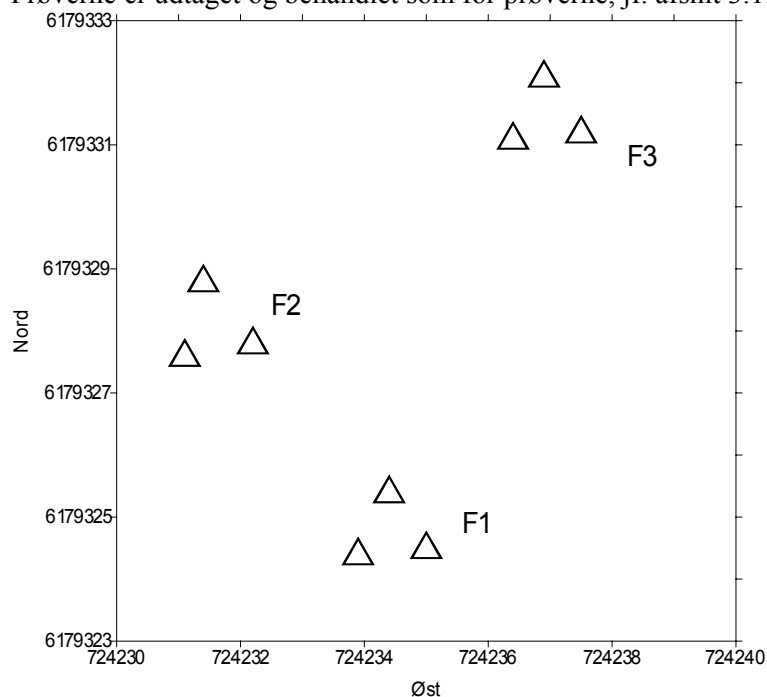
Tabel 3.5 Resultaterne fra tidligere undersøgelse ved Fælledparken /ref. 10/.
Results from former investigations at Fælled Park.



Figur 3.3 Fælledparken, Østerbro

Der er udtaget prøver fra 3 punkter, F1- F3 (3 stikprøver inden for en afstand af 1 m er udtaget fra hver punkt, F1-2, F1-2, F1-3) inden for et areal på 10 x 10 m, (100 m²), jf. figur 3.3 og 3.4. Prøvetagningsfeltet er syd for B11 og B12.

Prøverne er udtaget og behandlet som for prøverne, jf. afsnit 3.1.1



Figur 3.4 Skitse over prøvetagningsnet ved Fælledparken
Sketch showing sampling points at Fælled Park.

3.4 Analysemetode - EDXRF for tungmetaller

Ca. 4 - 5 g jord er overført til Somar kopper med 4 µm mylarfolie og jorden er stampet forsigtig ned mod vinduet på plastbord. Prøverne er fremsendt til Teknologisk Institut i Århus.

Ved modtagelse er prøverne tørret før analyse på Kevex 0700 EDXRF spektrometer, hvorefter de er analyseret for Pb, Cu, Cr, Ni, og Zn. Spektralanalyse er udført af Teknologisk Institut med PC-programmet SAMPO-90 og prøvens indhold af de relevante grundstoffer er udført ved hjælp af Pc-programmet Micro-XRAY. På basis af tællestatistikken er usikkerheden på resultatet estimeret.

Kalibrering og kontrolmålinger på blindprøve og certificerede materialer er foretaget for hver prøvebatch i henhold til Teknologisk Instituts metodebeskrivelse. Røntgenrør er rhodium med molybdæn som isotopkilder for tungmetaller. Der er anvendt en tælle tid på 1500 s. Detektionsgrænserne er angivet i tabel 3.6.

Analyseparametre	EDXRF Detektionsgrænser mg/kg
As	20
Cr	10
Cu	5
Ni	5
Pb	5
Zn	5

Tabel 3.6 Detektionsgrænser ved EDXRF analyser hos TI.
Detection limits for EDXRF analysis at TI.

Der er desuden analyseret på to certificerede standardjord.

Et antal prøver er desuden analyseret efter DS 259 og med ICP-AES hos DHI. Detektionsgrænserne er angivet i tabel 3.7.

Analyseparametre	ICP-AES Detektionsgrænser mg/kg TS
As	1,0
Cr	0,1
Cu	0,3
Ni	0,5
Pb	0,5
Zn	0,2
Mo*	0,5

* ikke akkrediterede

Tabel 3.7 Detektionsgrænser ved ICP-AES analyser hos DHI.
Detection limits for ICP-AES analysis at DHI.

Forberedelse af jordprøver til EDXRF hos TI var uproblematisk og ikke særlig tidskrævende.

Ved brug af eget feltudstyr vil der være behov for yderligere tidsforbrug til vedligeholdelse, kalibrering og kontrolmålinger samt til uddannelse af personel, idet resultattolkningen stiller store krav til operatøren. Der skal foreligge passende forenklede procedurer. Forberedelse af prøver og målinger er dog enkelt og nemt.

Pris pr. prøve for EDXRF er 210-260 kr./stk. afhængig af antallet af prøver, mens prisen på ICP-analyser typiske er omkring 550 – 1000 kr./stk., afhængig af antal metaller.

3.5 Analysemetode - immunoassay for PAH og PCB.

SDI ekstraktionskit /ref. 7/ er anvendt til ekstraktion af PAH og PCB. 10 g jord er efter en evt. forbehandling vejlet nøjagtigt ($\pm 0,1$ g) og ekstraheret med 20 ml methanol. Prøven er rystet i 1 min og bundfældet derefter. Det klare ekstrakt er filtreret og fortyndet yderligere med en passende mængde methanol.

SDI Rapid Carcinogene PAH Testkit for jordprøver har ved standard ekstraktionsbetingelser (en total fortynding på 1:100) en standard måleområde fra

0,01 – 0,5 mg PAH/kg, hvor der udføres en kalibreringskurve med tre standardopløsninger (svarende til 0,01, 0,1 og 0,5 mg/kg).

Måleområdet er baseret på en farvereaktion med en bestemt mængde PAH, hvor farven er mørk ved lave koncentrationer og lys ved høje koncentrationer. Farven er målt med et spektrofotometer ved 450 nm mod en blindprøve. Ved hver målerunde er det målt en negativ kontrolprøve (analyseblind tilsat reagens), de tre standardopløsninger og en kontrolprøve, svarende til 0,2 mg/kg. Koncentrationerne uden for måleområdet er opgivet som mere eller mindre end de yderst standardopløsninger.

For at kunne måles i området 1 – 50 mg PAH/kg er prøverne fortyndet yderligere 1:100 med methanol, svarende til et måleområde på 1 – 50 mg PAH/kg.

Feltkittet for de carcinogene PAH har en øget følsomhed over for de 5 – 6 ringede PAH'er i forhold til de 3- 4 ringede. Da det danske jordkvalitetskriterium er baseret på summen af 7 PAH, hvor kun én 4 ringet PAH indgår (fluoranthren), bør dette testkit være mere egnet til vurdering af PAH-indhold end et testkit for total PAH. Dette illustreres i tabel 6, hvor sum af 16 PAH'er, sum af 9 carcinogene PAH og sum af MST 7 PAH er beregnet for to tidligere prøver fra testarealerne.

PAH	B11 0,1mut 1997	B147 0,1 mut 1997
Ikke- carcinogen		
Naphthalen	0,05	0,05
Acenaphthylene	0,1	0,15
Phenanthren	0,17	0,38
Anthracen	0,07	0,14
Fluoranthren	0,48	1,7
Pyren	0,43	1,5
Carcinogen		
Benzo(a)anthracen	0,25	0,73
Chrysen	0,36	0,9
Benzo(b)fluoranthren	0,59	1,4
Benzo(j)fluoranthren	n.a.	n.a.
Benzo(k)fluoranthren	0,21	0,51
Benzo(a)pyren	0,37	1,1
Indeno(1,2,3-cd)pyren	0,38	1,1
Dibenzo(a,h)anthracen	0,07	0,14
Benzo(g,h,i)perylene	0,36	0,94
Sum af 16 PAH	3,9	10,7
Sum af 9 carcinogene PAH	2,6	6,8
Sum af 7 MST PAH	2,1	6,0

Tabel 3.8 Eksempel på sum af PAH for to tidligere jordprøver /ref. 10/.

Example showing calculations of different PAH sum for two former soil samples.

SDI Rapid PCB Testkit /ref. 7/ har for jordprøver ved standard ekstraktionsbetingelser (en total fortynding på 1:2000) et standard måleområde fra 0,5 – 10 mg PCB/kg, hvor kalibreringskurven består af målinger på tre standardopløsninger (svarende til 0,5, 2 og 10 mg/kg).

Måleområdet er baseret på en farvereaktion med en bestemt mængde PCB, hvor farven er mørk ved lave koncentrationer og lys ved høje koncentrationer. Farven måles med et spektrofotometer ved 450 nm mod en blindprøve. Ved hver målerunde måles en negativ kontrolprøve (analyseblind tilsat reagens), de tre

standardopløsninger og en kontrolprøve, svarende til 6 mg/kg. Koncentrationerne uden for måleområdet skal opgives som mere eller mindre end de yderst standardopløsninger.

For at kunne måles i området 0,0125 – 0,025 mg PCB/kg er jordprøverne kun fortyndet 50 gange.

Certificeret jord med PCB på 0,09 og 0,58 mg PCB/kg er fortyndet, således at måleområdet er henholdsvis 0,0125 – 0,025 mg/kg (50 gange fortynding) og 0,05 - 1 mg/kg (200 gange fortynding). Da de første resultater var uden for måleområdet, er analyserne gentaget med måleområder på henholdsvis 0,0025 - 0,05 mg/kg (10 gange fortynding og 0,0125 - 0,25 mg/kg (50 gange fortynding).

PCB testkittet er følsomt over for PCB'er som Aroclor 1232 – 1268, dog mindre følsomt for Aroclor 1061 – 1221.

Der er ingen danske jordkvalitetskriterier og "baggrundsniveauet" forventes at være mindre end 0,01mg/kg /ref. 11/.

Da den indledende analyse på BL 1, jf. tabel 3.4, indikerede, at PCB-indholdet var lavt og under metodens detektionsgrænse, blev der kun udført et begrænset antal PCB-analyser.

Et antal prøver er desuden analyseret for PAH (34) og PCB (7) ved GC-MS-SIM hos DHI. Detektionsgrænserne er angivet i tabel 3.9.

Analyseparametre	GC-MS-SIM Detektionsgrænser mg/kg
PAH (34 inkl. methylerede og NSO)	0,003
PCB (7)	0,005

Tabel 3.9 Detektionsgrænser ved GS-MS-SIM analyser hos DHI.
Detection limits for GC-MS-SIM analysis at DHI.

SDI Rapid Immunoassay analyserne var uproblematisk, men tidskrævende. Analysemetoden krævede stor omhu samt overholdelse af de detaljerede analyseprocedurer og tidsfrister. Immunoassay arbejdet er udført af en erfaren laborant på NIRAS' miljølaboratorium, som anvendes til feltmålinger (felt-GC, farvetestkits, geologiske vurderinger, jordbeskrivelser og PID) og har de nødvendige faciliteter. Metoden kræver en uforstyrret arbejdsplads og anvendelse af kemikalier, som skal bortskaffes.

Prisen for reagens til SDI carcinogen PAH-testkit og PCB-testkit er henholdsvis ca. 160 og 230 kr./stk. SDI-ekstraktionskit med methanol til standardfortynding koster ca. 140 kr./stk. men det er en økonomisk fordel i selv at indkøbe reagens og glas, især hvis man vil arbejde med andre måleområder. Herudover er det nødvendigt at leje eller købe et spektrofotometer, diverse mikropipetter samt methanol til fortynding. Ekstrakten kan i princippet genanvendes til flere analyser, f.eks. PAH og PCB eller fortyndes til andre måleområder, men hver enkelt bestemmelse medfører brug af reagens, ligesom der skal udføres kontrolmålinger.

Pris pr. immunoanalyse er ca. 400 kr. inkl. tidsforbrug. Tilsvarende pris for GC-MS analyser for PAH'er ca. 850 – 1000 kr. En kombinerede pakke med både PAH og PCB koster ca. 2000 kr. afhængig af laboratoriet og antal af PAH'er.

3.6 Pladsinhomogenitet

Alle 24 stikprøver (8 punkter) fra Center for Tegnsprog er analyseret med EDXRF, heraf 18 jordprøver (6 punkter) ved dobbeltbestemmelse (ny delprøve).

Alle 24 stikprøver (de 8 punkter) fra Center for Tegnsprog er analyseret enkeltvis ved immunoassay for PAH, heraf ved dobbeltbestemmelser (ny delprøve) på 18 af de 24 jordprøver (6 punkter).

Alle 9 stikprøver (3 punkter) fra Fælledparken er analyseret ved dobbeltbestemmelser ved EDXRF. Der er analyseret ved dobbeltbestemmelse med ICP-AES på 2 stikprøver (fra 2 punkter) fra Fælledparken.

Alle 9 stikprøver (3 punkter) fra Fælledparken er analyseret enkeltvis ved immunoassay for PAH.

2 stikprøver (fra 2 punkter) fra Fælledparken er analyseret ved dobbeltbestemmelser med GC/MS-SIM for PAH og PCB.

Resultaterne er behandlet statistiske af DHI med MetVal /ref. 4/, DS/ISO 2854 /ref. 12/ og DIS/ISO 2602 / ref.13/. Standardafvigelsen indenfor stikprøverne og standardafvigelsen imellem stikprøverne, gennemsnit og konfidensinterval for de to pladser er beregnet.

3.7 Blandingsprøver

6 blandingsprøver er blandet af 3 stikprøver fra 6 punkter fra Center for Tegnsprog, BT1, BT2, BT3, BT6, BT7 og BT8. Disse er analyseret ved dobbeltbestemmelser med EDXRF.

2 af de 6 blandingsprøver er desuden analyseret ved dobbeltbestemmelse med ICP-AES som kontrolmålinger.

De 6 blandingsprøver (blandet af 3 stikprøver fra 6 punkter) er analyseret ved dobbeltbestemmelse med immunoassay for PAH.

2 af de 6 blandingsprøver er analyseret ved dobbeltbestemmelse med immunoassay for PCB.

2 af de 6 blandingsprøver analyseres ved dobbeltbestemmelse med GC/MS-SIM for PAH og PCB hos DHI.

Resultaterne er behandlet statistiske af DHI med MetVal /ref. 4/, DS/ISO 2854 /ref. 12/ og DIS/ISO 2602 / ref.13/. Standardafvigelse indenfor blandingsprøverne og standardafvigelse imellem blandingsprøverne, gennemsnit og konfidensinterval for hele pladsen, test for ens standardafvigelse og gennemsnit er beregnet.

3.8 Forbehandling

En stor stikprøve fra Center for Tegnsprog (HT1-2) er homogeniseret grundigt.

Ca. 30 % af prøven er forbehandlet ved findeling, tørring ved 104°C i 8 timer, knusning og sigtning <0,1mm. Der er analyseret 6 delprøver uden forbehandling og 6 delprøver med forbehandling med EDXRF.

Ca. 30 % af prøven (HT1-2) er forbehandlet ved findeling, lufttørring i stinkskab i 24 timer, knusning og sigtning <2mm. 6 delprøver uden forbehandling er analyseret med immunoassay for PAH og PCB. 6 delprøver med forbehandling er analyseret med immunoassay for PAH. 2 blandingsprøver uden forbehandling er analyseret med immunoassay for PAH og PCB.

Resultaterne er behandlet statistiske af DHI med DS/ISO 2854 /ref. 12/. Standardafvigelse med og uden forbehandling, samt gennemsnit af måleresultatet og test for ens standardafvigelse og gennemsnit er beregnet.

3.9 Ekstraktionsbetingelse

6 delprøver af den homogeniserede prøve uden forbehandling (HT1-2) fra Center for tegnsprog jf. 3.2.3 er analyseret ved immunoassay for PAH og PCB, dog er ekstraktionsbetingelserne ændret, idet der opvarmes til 55° i 90 min.

2 af de 6 blandingsprøver er analyseret med immunoassay for PAH og PCB, dog er ekstraktionsbetingelserne ændret, idet der opvarmes til 55° i 90 min.

Resultaterne er behandlet statistiske af DHI med DS/ISO 2854 /ref. 12/. Standardafvigelse med og uden ændret ekstraktionsbetingelser, samt gennemsnit af måleresultatet og test for ens standardafvigelse og gennemsnit. er beregnet.

3.10 Analysekvalitet

6 delprøver af den samme homogeniserede prøve uden forbehandling (HT1-2) fra Center for tegnsprog jf. 3.3.3 er analyseret ved ICP-AES.

6 delprøver af den samme homogeniserede prøve uden forbehandling fra Center for tegnsprog er analyseret med GC/MS-SIM for PAH og PCB.

En stor stikprøve fra Fælledparken (HF1-1) er homogeniseret grundigt. 6 delprøver af den homogeniserede prøve fra Fælledparken er analyseret ved EDXRF og ved ICP-AES.

6 delprøver af den homogeniserede prøve fra Fælledparken er analyseret ved med immunoassay for PAH og PCB samt ved GC/MS-SIM for PAH og PCB.

Resultaterne er behandlet statistisk af DHI med DS/ISO 2854 /ref. 12/. Gennemsnit og standardafvigelser for ICP-AES bestemmelserne sammenlignes med EDXRF resultaterne for de to homogeniserede prøver ved test for ens standardafvigelse og gennemsnit. Gennemsnit og standardafvigelser for GC-MS-SIM bestemmelserne sammenlignes med immunoassay resultaterne for de to homogeniserede prøver ved test for ens standardafvigelse og gennemsnit.

3.11 Genfinding

6 delprøver af en certificeret standard QC-loam Soil A (VKI) og 6 prøver af CD1-FFA-1 er analyseret ved EDXRF, jf. tabel 3.10

Grundstof	QC LOAM SOIL A Batch VKI-20-2-0495 (mg/kg TS)	CD1-FFA-1 (mg/kg TS)
Pb	31,4	369
Cu	9,85	159
Cr	12,1	156
Ni	7,29	99
Zn	49,2	569
As	3,89	54

Tabel 3.10 Certificerede jord med tungmetaller.
Certified soil with heavy metals.

Analyserne blev gentaget som dobbeltbestemmelse over flere dage for at vurdere standardafvigelsen imellem serierne.

6 delprøver af en certificeret standard ved lavt og højt niveau af PAH og PCB er analyseret med immunoassay, jf. tabel 3.11.

Stof	QC PAH sandy SOIL LL VKI-26-1-0299 (mg/kg TS)	QC PAH loamy SOIL HL VKI-25-1-0299 (mg/kg TS)
16 EPA PAH	8,8	60
7 DEPA PAH	4,4	29
Stof	QC Loamy SOIL LL VKI-23-06-1999 (mg/kg TS)	QC Loamy SOIL HL VKI-23-06-1999 (mg/kg TS)
7 PCB	0,070	0,480

Tabel 3.11 Standardjord med PAH og PCB fra DHI.
Standard soil with known content of PAH and PCB from DHI.

Resultaterne er behandlet statistiske af DHI med MetVal /1/ og genfindning og præcision indenfor og imellem serierne er beregnet.

4 Resultater

En oversigt over konfidensinterval, gennemsnit og varianskoeficient (CV) for alle målte feltanalyseparametre, der ikke er forbehandlet, er angivet i tabel 4.1 og 4.2. De resultater, der er under detektionsgrænserne, er ikke indregnet i værdierne i tabel 4.1 og 4.2, men i den efterfølgende statistiske behandling anvendes en værdi svarende til den halve detektionsgrænse, jf. bilag C. Resultaterne er beskrevet i detaljer i de følgende afsnit og findes som oversigt i bilag A og laboratorierapporterne er vist i bilag C og D. En sammenfatning over den statistiske behandling er vist i bilag B.

Analyseparametre	Jordkvalitetskriteriet	Baggrund	Center for Tegnsprog Stikprøver	Center for Tegnsprog Blandeprøver Konfidensinterval	Fælledparken
Tørstof %	-	-	82-84	82-86	84-85
Glødetab %	-	-	4,8-6,0	3,9-7,2	4,7-5,8
Arsen mg/kg TS	20	2 – 6	<20	<20	<20
Bly mg/kg TS	40	10 - 40	220-257	221-298	41-46
Chrom mg/kg TS	500	1,3 - 23	22-25	19-26	161-183
Kobber mg/kg TS	500	13	56-98	57-74	37-42
Nikkel mg/kg TS	30	0,1 – 50	14-16	13-17	11-12
Zink mg/kg TS	500	10 – 300	134-185	146-226	158-172
PAH* mg/kg VV	1,5	?	2,9-4,4	1,2-7,6	0,6-2,5
PCB* mg/kg VV	-	?	0,008-0,009	0,007-0,01	0,005-0,007

* Resultater opgives mg/kg vådvægt

Tabel 4.1 Oversigt over konfidensinterval for de målte feltanalyser.
Overview of confidence limits for the measured content at the test sites by field screening techniques

Analyseparametre		Center for Tegnsprog Stikprøver			Center for Tegnsprog Blandeprøver			Fælledparken		
		gns.	median	CV %	gns.	median	CV %	gns.	median	CV %
Tørstof	%	83	83	2,5	84	82	2,5	85	85	1,2
Glødetab	%	5	5	27	5	5	36	5	5	15
Arsen	mg/kg TS	<20			<20			<20		
Bly	mg/kg TS	239	221	27	260	256	26	43	43	15
Chrom	mg/kg TS	24	23	22	22	23	28	172	167	16
Kobber	mg/kg TS	77	67	96	66	68	18	40	39	17
Nikkel	mg/kg TS	15	15	26	15	14	26	11	11	13
Zink	mg/kg TS	160	135	56	186	163	38	165	169	10
PAH*	mg/kg VV	4*	3*	73	5*	4*	79	2*	1*	121
PCB*	mg/kg VV	0,008*	0,009*	11	0,008*	0,008*	13	0,006*	0,006*	26

Tabel 4.2 Oversigt over gennemsnit og spredning for de målte feltanalyser
Overview of average content and variation for the measured values using field-screening techniques at the test sites

4.1 Jordart og PID

Jordprøverne fra Center for Tegnsprog har bestået af sand, muldholdig og stenet, mens jorden fra Fælledparken er stærkt sandet og stenet, lerjord. Der er ikke målt PID-udslag over baggrundsniveauet i prøverne.

4.2 Tørstof og glødetab

Begge sæt jordprøver havde et vandindhold omkring 15% og et organisk indhold på omkring 5%. Jordprøverne fra Center for Tegnsprog viser en større spredning end prøverne fra Fælledparken, blandt andet er der målt organiske indhold fra 2,8 - 9,3%. Vandindhold betyder, at feltresultaterne for immunoassay bør forhøjes med ca. 18%, d.v.s. 4 mg PAH /kg vådprøve, svarende til 4,7 mg PAH/kg TS.

4.3 Jordforureningsforhold

Et oversigt over resultaterne er givet i bilag A og laboratorierapporter er gengivet i bilag C og D.

Jordforureningsniveauet for tungmetallerne er i overensstemmelse med de tidligere målte niveauer i 5 stikprøver fra undersøgelserne i 1998 /ref. 10/, jf. tabel 3.3 og 3.4, B11, B12, B147, B148 og B153.

I 1998 /ref. 10/ blev der målt et højt chromindhold (100 mg/kg) på prøverne fra B11 i Fælledparken, og ved nærværende undersøgelse er der fundet en general belastning på 170 mg/kg TS over hele prøvetagningsfeltet på 100 m². Chromniveauet på 25 mg/kg TS hos Center for Tegnsprog er mere repræsentativt for bybaggrunds niveauet og er på samme niveau som ved undersøgelsen i 1998 /ref. 10/.

Kobber- og blyniveauerne er højere i arealet ved Center for Tegnsprog end ved arealet ved Fælledparken, jf. tabel 4.1. Kobber- og zink niveauer viser større spredning (variation) ved Center for Tegnsprog som formentlig skyldes større inhomogenitet i tungmetalkoncentrationer i jorden.

På arealet ved Center for Tegnsprog ses en del variation i blyindholdet over arealet på 100 m². Ligeledes ses et mindre antal prøver med højt indhold af kobber og nikkel. I bilag til rapporten om undersøgelsesstrategier for diffust forurenede arealer /ref. 6/ er der udarbejdet et geostatistiske vurdering af bly data fra Center for tegnsprog i forhold til den tidligere undersøgelse fra 1998.

Gennemsnitsresultater	Center for Tegnsprog mg/kg TS		Fælledparken mg/kg TS
	Stikprøver	Blandeprøver	Stikprøver
Arsen	7	8	10
Bly	189	223	49
Chrom	11	12	162
Kobber	49	51	40
Nikkel	16	16	25
Molybdæn	<0,5	<0,5	<0,5
Zink	111	108	183

Tabel 4.3 Oversigt over tungmetalindhold ved ICP-AES-analyse.

Overview of heavy metal content as measured by laboratory techniques, ICP-AES

ICP-AES-analyserne er udført på 6 stikprøver (i alt 20 analyser). Resultaterne viste det samme niveau som ved feltnmålinger og molybdæninholdet i prøvetagningsområder er mindre end 0,5 mg/kg (jordkvalitetskriteriet er på 5 mg/kg), jf. tabel 4.3.

GC-MS-SIM analyserne for PCB er udført på 6 stikprøver (i alt 20 analyser). Resultaterne viste, at PCB-indholdet i prøvetagningsområder er mindre end 0,01 mg/kg TS, jf. tabel 4.4.

Gennemsnitsresultater	Center for Tegnsprog µg/kg TS		Fælledparken µg/kg TS
	Stikprøver	Blandeprøver	Stikprøver
CB 28	0,07	0,12	0,01
CB 52	0,30	0,26	0,19
CB 101	0,52	0,17	0,68
CB 118	0,37	0,17	0,46
CB 153	1,45	0,79	2,28
CB 138	1,68	1,09	3,42
CB 180	0,96	0,59	1,70
Sum af PCB	5,34	3,18	8,73

Tabel 4.4 Oversigt over PCB-indhold ved GC-MS-SIM-analyse.
Overview of PCB content by laboratory techniques: GC-MS-SIM

GC-MS-SIM-analyserne af 34 PAH'er har vist, at der er en ensartet forureningsprofil i alle 6 stikprøver (20 analyser), jf. tabel 4.5

I tabel 4.4 vises det gennemsnitlige PAH-indhold i prøverne fra Center for Tegnsprog og Fælledparken, opdelt i forskellige PAH-grupper.

Gennemsnitsresultater	Center for Tegnsprog mg/kg TS		Fælledparken mg/kg TS
	Stikprøver	Blandeprøver	Stikprøver
Sum af 34 PAH	16,64	15,06	5,31
Sum af 16 EPA PAH	14,43	13,04	4,57
Sum af MST 7 PAH	8,21	7,39	2,44
Benzo(a) pyren	1,65	1,49	0,46
Dibenzo(a, h)anthracen	0,22	0,19	0,09
Sum af methylerede PAH	0,61	0,58	0,42
Forhold methylphenanthren/phenanthren	0,37	0,37	0,42

Tabel 4.5 Oversigt over PAH-indhold ved GC-MS-SIM-analyse.
Overview of PAH content by laboratory techniques: GC-MS-SIM

Forureningsniveauerne som målt ved GC-MS-SIM, jf. bilag B for de 7 PAH'er i Miljøstyrelsens jordkvalitetskriterier er henholdsvis 2,4 og 8,2 mg/kg TS i Fælledparken og Center for Tegnsprog. Der er tidligere målt henholdsvis ca. 3 og ca. 18 mg/kg TS for 16 PAH'er, svarende til ca. 1,6 mg/kg TS i Fælledparken og ca. 8,5 mg/kg TS ved Center for Tegnsprog, ved summering af Miljøstyrelsens 7 PAH'er. I henhold til /ref. 15/ er der desuden indikationer for, at PAH-forureningen er forårsaget af forbrændingsprocesser, idet indholdet af de ikke-methylerede PAH'er er større end indholdet af de methylerede PAH'er, og forholdet mellem methylphenanthren og phenanthren er mindre end 1, jf. tabel 4.5.

Overskridelsen af jordkvalitetskriteriet for dibenzo(a,h)anthracen på 0,1 mg/kg ses kun ved betydelige overskridelser af både benzo(a)pyren og sum af de 7 MST PAH'er.

4.4 Inhomogenitet over prøvetagningsarealet

	Gns. mg/kg TS	Konfidensinterval for gns. mg/kg TS	Antal måling	Variationskoef. CV %	Er variation over pladsen signifikant?
Tørstof	83 %	0,9 %	24	3	nej
Glødetab	5 %	0,6 %	24	27	nej
Arsen	<20	-	42	-	-
Bly	*	*	42	*	ja
Chrom	21	2,7	42	42	nej

Kobber	74	24	42	107	nej
Nikkel	13	2	42	53	nej
Zink	160	29	42	60	nej
PAH**	3,5	0,8	42	72	nej

* Blyresultaterne viser inhomogenitet, hvorfor der ikke er beregnet et gennemsnit..

** Resultater opgives i mg/kg våd jord.

Tabel 4.6 Center for Tegnsprog. Vurdering af inhomogenitet.

Center for Tegnsprog. Assessment of inhomogeneity across the test site

Inhomogenitet over prøvetagningsarealet på 100 m² er beregnet fra feltnmålinger, jf. tabel 4.6 og 4.7.

Ved dobbeltbestemmelsen for bly i Center for Tegnsprog var variationen mellem målepunkterne større end analyseusikkerheden. Enkelte målepunkter var dog parvis ens, d.v.s. det er muligt at dele arealet op i forskellige områder med ens blyniveauer. For alle andre parametre kunne analyseusikkerhed ikke skelnes fra en eventuel inhomogenitet over prøvetagningsarealet. Forureningsniveauet vurderes derfor som "ens". Konfidensintervallet angiver usikkerheden ved gennemsnitsværdien, mens variationskoefficienten angiver spredningen for de enkelte målinger.

	Gns. mg/kg TS	Konfidensinterval for gns. mg/kg TS	Antal måling	Variationskoef. CV %	Er variation over pladsen signifikant?
Tørstof	85 %	0,7 %	9	1	nej
Glødetab	5 %	0,5 %	9	15	nej
Arsen	<20	-	9	-	-
Bly	44	3	9	15	nej
Chrom	171	14	9	18	nej
Kobber	39	3	9	18	nej
Nikkel	6	2	9	73	nej
Zink	166	8	9	11	nej
PAH *	1,2	1,6	9	199	nej

* Resultater opgives i mg/kg våd jord.

Tabel 4.7 Fælledparken. Vurdering af inhomogenitet

Fælled Park. Assessment of inhomogeneity across the test site

Analyseusikkerheden kunne ikke skelnes fra en eventuel inhomogenitet over prøvetagningsarealet for parametre målt i prøverne fra Fælledparken. Forureningen vurderes derfor som "ens" over testarealet. Som det bemærkes, er konfidensintervallet for chrom 171 ± 14 , (157-185) mg/kg TS, d.v.s. at der er et signifikant højere chromindhold i Fælledparken (ca. 8 gange) end ved Center for Tegnsprog.

4.5 Blandingsprøver

Der er kun lavet blandingsprøver fra stikprøver fra Center for Tegnsprog.

	Gns. Stikprøver (36) mg/kg TS	Gns. Blandpr. (12) mg/kg TS	Er gns. fundet ens?	CV Stikprøver %	CV Blandpr. %	Er CV fundet ens?
Bly	172	192	Ja, parvis	18	6	ja, parvis
Chrom	19	17	Ja	47	60	ja
Kobber	77	66	ja	111	18	nej**
Nikkel	11	13	ja	60	47	ja
Zink	167	186	ja	18	61	ja
PAH*	2,5	4,1	ja	56	93	nej

* Resultater opgives i mg/kg våd jord

**hvis en prøve T3-1 på 562 udelukkes er CV ens

Tabel 4.8 Center for Tegnsprog. Vurdering af blandingsprøver.

Der findes ikke forskelle i de gennemsnitlige resultater eller i variationskoefficienterne for målinger på stikprøver og blandingsprøver. Blandingsprøverne er ikke mere homogene end stikprøverne. Da der også er et mindre antal prøver, der indgår i beregningen for blandingsprøver, er konfidensintervallet for blandingsprøver større og gennemsnittet er mindre sikkert bestemt.

4.6 Forbehandling

Der er kun udført forbehandling af én homogeniseret prøve, T1-2, fra Center for Tegnsprog.

	Gns. uden forbehand. mg/kg TS	Gns. med forbehand. mg/kg TS	Er gens. fundet ens?	CV uden forbehand. %	CV med forbehand. %	Er CV fundet ens ?
Bly	203	410	nej	5	6	nej
Chrom	11	18	ja	86	114	nej
Kobber	65	141	nej	3	12	nej
Nikkel	17	32	nej	6	3	ja
Zink	144	272	nej	5	6	ja
PAH	6,6	4,4	nej	29	28	ja

Tabel 4.9 Center for Tegnsprog. Vurdering af forbehandling.
Center for Tegnsprog. Assessment of pre-treatment by drying, crushing and sieving.

Forbehandling til EDXRF målinger ved findeling, tørring ved 104°C i 8 timer, knusning og sigtning <0,1 mm har næsten medført en fordobling i koncentrationen af kobber, nikkel, zink og bly. Analyserne for chrom er tæt på detektionsgrænsen for metoden, som betyder at variationskoefficienten er høj. Derfor kan man ikke konkludere, hvorvidt gennemsnittet er forskellige.

Procedurer fra US-EPA anbefaler, at der ved EDXRF tørres, knuses og sigtes til mindre end 0,25 mm. I nærværende forsøg er jordprøven på 100 g reduceret til en rest på ca. 62 g efter der tørret, knust og sigtet til mindre end 0,1 mm. De højere tungmetalindhold kan skyldes afsmittning fra metalsigten eller at tungmetal-forurening er tilknyttet de finere partikler (<0,1 mm) i jorden.

Forbehandlingen har ikke betydet, at variationskoefficienten er blevet mindre, d.v.s. prøverne er ikke mere homogene efter forbehandling.

Forbehandling til immunoassay ved findeling, lufttørring i stinkskab i 24 timer, knusning og sigtning <2 mm har medført at et mindre indhold af PAH er ekstraheret.

4.7 Opvarmning i ekstraktionsfasen

Der er kun udført opvarmning i ekstraktionsfasen for immunoassay på én homogeniseret prøve, T1-2, fra Center for Tegnsprog og på to blandingsprøver fra T6 og T8. Kun resultaterne fra T1-2 er behandlet statistisk.

	Gns. uden opvarmning mg/kg	Gns. med opvarmning mg/kg	Er gns. fundet ens?	CV uden opvarmning %	CV med opvarmning %	Er CV fundet ens ?
PAH	6,6	13,9	nej	29	15	ja
PCB	0,008	0,009	ja	15	9	ja

Tabel 4.10 Center for Tegnsprog. Vurdering af ekstraktionsbetingelser.
Center for Tegnsprog. Assessment of extraction with and without warming for the Immunoassay.

Ved at opvarme methanol til 55° C i 90 min fås et ca. 50% større indhold af PAH i T1-2 end ved standard ekstraktionsbetingelser. Resultaterne for blandingsprøver T6 og T8, hvor der kun er udført dobbelt bestemmelser, viser dog ikke en ligende forbedring af udbyttet efter opvarmning, jf. bilag A.

4.8 Analysekvalitet

Resultaterne opnået med EDXRF er sammenlignet med resultaterne opnået med ICP-AES. Resultaterne opnået med Immunoassay er sammenlignet med GC-MS-SIM for sum af MST's 7 PAH'er.

	Gns. EDXRF mg/kg TS	Gns. ICP-AES. mg/kg TS	Er gns. fundet ens?	CV EDXRF %	CV ICP-AES. %	Er CV fundet ens ?
Arsen	<20	7				
Bly	203	189	ja	5	9	ja
Chrom	11	11	ja	86	3	nej
Kobber	65	49	nej	3	5	ja
Nikkel	17	16	ja	6	7	ja
Zink	144	111	nej	5	4	ja

Tabel 4.11 Center for Tegnsprog. Vurdering af analysekvalitet, EDXRF.
Center for Tegnsprog. Assessment of analytical quality for EDXRF.

	Gns. immuno. mg/kg TS	Gns. GC-MS-SIM mg/kg TS	Er gns. fundet ens?	CV immuno. %	CV GC-MS-SIM %	Er CV fundet ens ?
PAH	6,6*	8,2	nej	29	1	nej
PCB	0,009*	0,005	nej	8	27	ja

* Resultater opgives i mg/kg våd jord.

Tabel 4.12 Center for Tegnsprog. Vurdering af analysekvalitet, immunoassay.
Center for Tegnsprog. Assessment of analytical quality for Immunoassay.

Tabel 4.11 viser, at det kun er resultaterne for bly, chrom og nikkel fra Center for Tegnsprog, der statistisk kan påvises, at stemme overens med resultaterne af de akkrediterede analyser (ICP-AES). Da ICP-AES har lave variationskoefficienter, skal EDXRF resultaterne være ret tæt på ICP-AES resultater, hvis det skal påvises at de er ens.

For PAH og PCB, jf. tabel 4.12 skal der noteres, at resultatet er opgivet som mg/kg vådvægt. Ved justering til tørvægt er indholdet henholdsvis 7,9 og 0,011 mg/kg TS, dvs. overensstemmelsen er forbedret. PCB-resultaterne for både immunoassay og GC-MS-SIM ligger under detektionsgrænserne.

I bilag A angives flere PAH-målinger af blandingsprøverne, T2 og T6, og stikprøver, F2-1 og F3-1, hvor overensstemmelsen med GC-MS-SIM, ikke er så god som vist i tabel 4.12. Resultaterne er ikke vurderet statistisk, men baseret på den praktiske erfaring vurderes det, at analyseusikkerheden er forbundet med

ekstraktionsfasen og måleusikkerhed ved den ydre ende af måleområdet (dvs. ved lave og høje koncentrationer).

	Gns. EDXRF mg/kg TS	Gns. ICP-AES mg/kg TS	Er gns. fundet ens?	CV EDXRF %	CV ICP-AES. %	Er CV fundet ens ?
Bly	41	48	nej	14	2	nej
Chrom	176	161	nej	12	3	nej
Kobber	42	40	nej	13	1	nej
Nikkel	9	27	nej	58	3	nej
Zink	163	181	nej	9	2	nej

Tabel 4.13 Fælledparken. Vurdering af analysekvalitet, EDXRF.
Fælled Park. Assessment of analytical quality for EDXRF

	Gns. immuno. mg/kg TS	Gns. GC-MS-SIM mg/kg TS	Er gns. fundet ens?	CV immuno %	CV GC-MS-SIM %	Er CV fundet ens ?
PAH	2,1	2,4	nej	25	3	nej
PCB	0,006	0,0085	nej	26	9	ja

Tabel 4.14 Fælledparken. Vurdering af analysekvalitet, Immunoassay
Fælled Park. Assessment of analytical quality for immunoassay.

Tabel 4.14 viser, at ingen af resultaterne fra Fælledparken statistisk kan påvises at stemme overens med resultaterne af de akkrediterede analyser (ICP-AES og GC-MS-SIM). Da ICP-AES har lave variationskoefficienter, skal EDXRF resultaterne være ret tæt på ICP-AES-resultaterne, hvis det skal påvises at de er ens.

For PAH og PCB skal der noteres, at resultatet er opgivet som mg/kg vådvægt. Ved justering til tørvægt er indholdet henholdsvis 2,5 og 0,007 mg/kg TS, dvs. overensstemmelsen er forbedret. PCB-resultaterne for både immunoassay og GC-MS-SIM ligger under detektionsgrænserne.

4.9 Genfinding

Genfindingen af udvalgt certificerede referencemateriale, jf. bilag E, er udregnet ved hjælp af MetVal i metodevalideringsrapporterne, gengivet i bilag F. Resultaterne er opsummeret i tabel 4.15.

	Certificerede niveau mg/kg TS	Gennemsnit mg/kg TS	Det. gr. mg/kg TS	Genfinding %	CV(r) inden for serie %	CV(b) mellem dage, %	Er gns. og sande værdi ens?
Arsen	3,89 54	<20 47		257 19 - 159	48,1		nej nej
Bly	31,4 369	34 365	34	70 - 150 80 - 107	20,2 6,2	5,0	nej ja
Chrom	12,1 156	14 146	64	41 - 298 72 - 107	96,5 8,4		nej nej
Kobber	9,85 159	17 149	35	25 - 274 67 - 104	41,3 10,4		nej nej
Nikkel	7,29 99	2,5 66		34 35 - 83	17,8	11,1	nej nej
Zink	49,2 596	65 589	29	104 - 148 77 - 107	9,4 5,8	3,9 7,0	nej ja

Tabel 4.15 Genfindingen af udvalgt referencemateriale udregnet med MetVal /ref. 4/.
Recovery of reference standard soils calculated by MetVal.

Data fra immunoassay forsøg kunne ikke bruges til MetVal.

I tabel 4.16 er der opstillet konfidensintervaller for gennemsnitsværdier ved gentagne målinger i forbindelse med genfindingsforsøg, jf. bilag A.

	Certificerede niveau mg/kg TS	Konfidensinterval for Gns. EDXRF mg/kg TS
Arsen	3,89 54	<20 44 – 59
Bly	31,4 369	32-36 352-378
Chrom	12,1 156	26-31 141-151
Kobber	9,85 159	17-21 142-156
Nikkel	7,29 99	<5 60-73
Zink	49,2 569	63-68 565-812

Tabel 4.16 Oversigt over målinger for tungmetaller i genfindingsforsøg.
Overview of measurements for heavy metals for recovery of certified soils

Resultaterne ved EDXRF er rimelig gode til at vurdere forureningsniveauet, men er ikke så præcise og nøjagtige som ved ICP-AES. For enkelte stikprøver er resultaterne for kobber, nikkel og chrom opgivet som mindre end detektionsgrænsen, men om indholdet er lavt eller der er sket tilfældige fejl ved måleteknikken, vides ikke.

	Certificeret niveau mg/kg TS	Konfidensinterval for gns. Immunoassay mg/kg vådvægt
7 MST's PAH'er	4,4 29	4,9-6,2 49-50
16 USEPA PAH'er	8,8 60	4,9-6,2 49-50
7 PCB	0,07 0,48	0,026-0,037 0,19-0,22

*De første målinger var for lave og uden for måleområdet, hvorfor måleområdet blev ændret

Tabel 4.17 Oversigt over målinger for PAH og PCB i genfindingsforsøg
Overview of measurements for PAH and PCB for recovery of standard soils.

Den anvendte carcinogen-PAH testkit er niveauangivende for PAH i forhold til MST's jordkvalitetskriteriet for 7 PAH.

Resultaterne ved immunoassay for PCB er derimod ikke overbevisende, men dette kan skyldes, at testkittet er beregnet til anvendelse i et måleområde på 0,5 – 10 mg/kg. På grundlag af praktiske erfaring vurderes at analyseusikkerheden er forbundet med ekstraktionsfasen og måleusikkerheden ved den ydre ende af måleområdet.

5 Konklusion

Konklusionerne fra afprøvning af feltmetoder er sammenfattet i de efterfølgende afsnit.

5.1 Jordforureningsforhold

- For alle parametre målt ved feltteknikker, EDXRF og Immunoassay for PAH og PCB, kan analyseusikkerheden ikke skelnes fra inhomogenitet over prøvetagningsarealerne, dvs. at der er et ensartet forureningsniveau for hvert af de to testarealer, men evt. undtagelse af bly ved Center for Tegnsprog.
- Chromindholdet er signifikant højere i Fælledparken end ved Center for Tegnsprog.
- Bly-, kobber- og PAH-indholdet er højere ved Center for Tegnsprog end i Fælledparken.
- Molybdæn og PCB'er findes ikke som diffus jordforurening på de to testområder, idet koncentrationerne er mindre end henholdsvis 0,5 mg Mo/kg TS (jordkvalitetskriteriet) og 0,01 mg PCB/kg TS.
- Kun indholdet af bly og PAH'er medfører overskridelse af jordkvalitetskriteriet i Fælledparken, men overskridelsen er marginal (1-2 gange kriterierne).
- Kun indholdet af bly og PAH'er medfører overskridelse af jordkvalitetskriteriet ved Center for Tegnsprog, og overskridelsen er signifikant (3-6 gange kriterierne).
- Det konkluderes, at de beregnede gennemsnitsværdier og konfidensintervaller kan anses for at være repræsentative for de to testarealer.

5.2 Prøvetagning af blandingsprøver og stikprøver

- Der findes ikke forskelle i de gennemsnitlige resultater eller variationskoefficienterne for målingerne på stikprøver og blandingsprøver. Resultaterne er forventelige, da forureningsniveauet er ensartet over hvert af de to testarealer.
- Da der også indgår et mindre antal prøver i beregningen for blandingsprøver, er konfidensintervallet for blandingsprøver større, og gennemsnittet således mindre sikkert end for stikprøver.
- Det konkluderes, at der hverken er fordele eller ulemper ved blanding af jordprøver i områder, hvor der forventes ensartet forureningsniveauer. Ved vurdering af diffus jordforurening er man ofte interesseret i at vurdere den indbyrdes statistiske variation mellem alle punktmålinger (stik prøver) i et område.

5.3 Forbehandling

- Forbehandling omfattende findeling, tørring, knusning og sigtning til <0,1 mm gav et signifikant højere indhold af tungmetaller. Om det højere indhold skyldes afsmitning, eller at der kun blev målt på den finere jordfraktion på < 0,1 mm, er ikke afklaret.
- Forbehandling omfattende findeling, tørring, knusning og sigtning til <0,1 mm gav en større analyseusikkerhed end for prøverne uden forbehandling.
- Forbehandling omfattende findeling, tørring, knusning og sigtning til <0,1 mm vurderes derfor som uhensigtsmæssig.
- Forbehandling omfattende findeling, lufttørring i stinkskab i 24 timer, samt sigtning til <2 mm gav et signifikant mindre indhold af PAH.
- Forbehandling ved findeling, lufttørring i stinkskab i 24 timer, og sigtning til <2 mm vurderes derfor uhensigtsmæssig.
- Det konkluderes at forbehandling er uhensigtsmæssige, tidskrævende og belaster arbejdsmiljøet.

5.4 Ekstraktionsbetingelser

- Ekstraktion ved opvarmning til 55°C i 90 minutter giver højere PAH-indhold.
- Det konkluderes, at opvarmningen forbedrer nøjagtigheden (genfinding), men den er tidskrævende og øger muligheden for arbejdsmiljø -eksponering med methanol.

5.5 Analysekvalitet

- Analyseresultater målt ved EDXRF af bly, nikkel og chrom kan sammenlignes direkte med laboratorieresultater i den pågældende undersøgelse.
- Analyseresultater målt ved EDXRF af zink og kobber ved de pågældende koncentrationsniveauer er mindre nøjagtige, men niveauangivende.
- Analyseresultater målt ved EDXRF af arsen viser, at arsenindholdet er mindre end detektionsgrænsen, hvilket er korrekt.
- Analyseresultaterne for PAH og PCB målt ved immunoassay er ved de statistiske tests ikke fundet at stemme overens med laboratorieresultater.
- Analyseresultaterne PAH og PCB målt ved immunoassay viser stor variation og forskellige grad af overensstemmelse med laboratorieanalyserne.
- Analyse kvaliteten ved målinger ved immunoassay for PCB har vist sig at være upålidelig i det anvendte måleområde, 0,01- 0,5 mg/kg vådvægt.

- Måleområdet ved immunoassay af PAH og PCB er meget lille, og koncentrationer uden for måleområdet skal opgives som mindre eller mere end de ydre grænser for måleområdet.
- Det konkluderes, at EDXRF giver et rimeligt overblik over koncentrationsniveauet for bly, chrom, kobber, zink og nikkel, men ikke for arsen.
- Det konkluderes, at immunoassay af PAH er niveauangivende inden for det anvendte måleområde.
- Det konkluderes, at immunoassay af PCB kun kan anvendes til at indikere tilstedeværelse af PCB i jord (ved koncentrationer omkring 0,1 mg/kg).

5.6 Genfinding i henhold til certificeret jord

- Valideringsdata (standardafvigelser, detektionsgrænser, præcision og nøjagtighed) for målinger ved EDXRF for bly, chrom, kobber, nikkel og zink er beregnet, jf. tabel 4.14.
- Kun ved EDXRF for bly og zink ved højere koncentrationer, henholdsvis 350 og 550 mg/kg TS, kan det statistisk påvises, at gennemsnittet for analyseresultaterne er identisk med den sande værdi.
- Analyseresultater ved målinger ved med immunoassay af PAH viser store variationer, og det kan ikke påvises statistisk, at disse resultater angiver den sande værdi.
- Analyseresultater ved målinger ved immunoassay for PCB viser store variationer og ringe genfinding af PCB'er. Det kan ikke påvises statistisk, at resultaterne angiver den sande værdi.
- Analyse kvaliteten ved målinger ved immunoassay af PCB er upålidelig inden for det anvendte måleområde, 0,01- 0,5 mg/kg.

5.7 Sammenfattende konklusioner om feltmetoder

Det konkluderes, at EDXRF kan anvendes som erstatning for laboratorieanalyser til at vurdere indhold af zink og bly i diffust forurennet jord. EDXRF kan endvidere anvendes som screeningsværktøj ved målinger af arsen, kobber, nikkel og chrom.

Da EDXRF ikke er akkrediteret, kan der være behov for nogle få akkrediterede analyser til myndighedsbehandling i forbindelse med kortlægning.

Det konkluderes, at immunoassay kan anvendes som et screeningsværktøj til at vurdere den generelle PAH-belastning på et areal, men at de enkelte resultater ikke skal pålægges for stor vægt uden bekræftende målinger med GC-MS-SIM. Der er herudover behov for en række kontrolanalyser med GC-MS-SIM for at få bekræfte jordforureningsniveauet og forureningsarten.

Det konkluderes, at immunoassay for PCB er upålidelig ved lave koncentrationsniveauer. Metoden er af USEPA valideret til brug ved kontrol af jordforureningen over 50 mg/kg, med en detektionsgrænse på 1,5 mg/kg. Ved at anvende andre fortyndingsprocedurer kan metoden bruges til at vurdere, om der er en PCB-forurening til stede, d.v.s. den kan anvendes som screeningsværktøj til vurdering af

hvilke prøver, der skal sendes til laboratorieanalyse for PCB i tilfælde af en kildeforurening. Det vurderes, at testkittet ikke kan bruges til kortlægning af koncentrationsniveauer i forbindelse med diffus jordforurening, da disse er lave, men er anvendeligt til en kvalitativ identificering af eventuelle PCB-problemer.

6 Ordforklaring

Ag	Sølv
As	Arsen
Au	Guld
AVJ	Amternes Videncenter for Jordforurening
BaP	Benzo(a)Pyren
Carcinogen	Kræftfremkaldende
Cd	Cadmium
Co	Kobolt
Cr	Chrom
Cu	Kobber
DEHP	Di-(2- EthylHexyl)Phthalat
Diffus jordforurening	Diffus jordforurening er oprindeligt forårsaget af hændelser, der er relateret til en eller flere punktkilder, men hvor der er sket en spredning, opblanding eller fortynding, således at forholdet mellem kildestyrken og jordforureningen er blevet sløret
Diffus kilde	Diffuse forureningskilder er typisk industriaftast eller trafik, som medfører luftbåren forurening
DS	Dansk Standard
ECD	Elektron Capture Detektor: anvendes med GC
EDXRF	Energi Dispersiv (X-ray) Røntgen Fluorescens: analysemetode for metaller
ETV	Environmental Technology Verification (Validering)
FID	Flamme Ionisations Detektor.
Forureningsmodel	Ofte kaldt en konceptuelle model fra den engelske betegnelse "conceptual pollution model". En beskrivelse af forurenings kilde, spredning/transport og fordeling i miljøet.
GC	GasChromatografi: analysemetode for organiske forbindelser
GC-ECD	GasChromatografi med Elektron Capture Detektor
GC-FID	GasChromatografi med Flamme Ionisations Detektor.
GC-MS	GasChromatografi med MasseSpektrometri
GC-MS-SIM	GasChromatografi med MasseSpektrometri med Selektiv Ion Monitoring
GC-MS-SIM	GasChromatografi med MasseSpektrometri med Selektiv Ion Monitoring
Geostatistik	Geostatistik er anvendelse af statistik til at evaluere den rumlig fordeling af geokemiske data.
Hg	Kviksølv
ICP	Induktivt (Coupled) Plasma: analysemetode for metaller

IR	InfraRødspektrometri
LIF	Laser Induced Fluorescens
MIP	Membrane Interface Probe : in-situ metode til flygtige organiske forureninger
Mo	Molybdæn
MS	MasseSpektrometri
MS-SCAN	Masse Spektrometri i SCAN mode
MS-SIM	MasseSpektrometri med Selected Ion Monitoring
Ni	Nikkel
NSO-forbindelser	Heterocycliske aromatiske forbindelser indeholdende kvælstof (N, nitrogen), svovl (S) eller ilt (O, oxygen).
PAH	Polycycliske Aromatiske Hydrocarboner omfatter et utal af kulbrinter(forbindelser som alene indeholder kulstof og brint), der består af to eller flere aromatiske ringe. PAH'er kan være usubstituerede eller alkylsubstituerede.
PAH	Polycycliske Aromatiske Hydrocarboner (kulbrinter): findes i tjære og olieprodukter
Pb	Bly
Pb	Bly
PCB	PolyChlorBiphenyl er
PID	Photo Ionisations Detektor
Sb	Antimon
Se	Selen
Sn	Tin
USA-EPA	United States Environmental Protection Agency
US-EPA	United States Environmental Protection Agency
UV	UltraVioletspektroskopi
V	Vanadium
Vidensniveau 2	Defineret i Jordforureningslov ifm. kortlægning, hvor der tilvejebragt et dokumentationsgrundlag, der gør, at det med høj grad af sikkerhed kan lægges til grund, at der på et areal er en jordforurening af en sådan art og koncentration, at forurening kan have skadelig virkning på mennesker og miljø.
Zn	Zink
AAS	Atom Absorption Spektrometri
AAS-coldvapour	Atom Absorption Spektrometri med coldvapour teknik,
AAS-flamme	Atom Absorption Spektrometri med flamme teknik

7 Referencer

- /ref. 1/ Miljø- og Energiministeriet (1999). Lov om forurennet jord. nr. 370 af 2. juni 1999.
- /ref. 2/ Miljøstyrelsen (2001). Miljøprojekt. Fase I. Kortlægning af diffus jordforurening i byområder. Delrapport 1: Erfaringsopsamling og afklaring af kilder til diffus jordforurening. Miljøkontrollen. NIRAS.
- /ref. 3/ Miljøstyrelsen (2001). Miljørapport. Fase I. Kortlægning af diffus jordforurening i byområder. Delrapport 3: Indledende forslag til undersøgelsesstrategier for kortlægning af diffust forurenede arealer i byområder. Miljøkontrollen. NIRAS
- /ref. 4/ VKI (1994). Håndbog i metodevalidering for miljølaboratorier. Miljøstyrelsens referencelaboratorium. December 1994.
- /ref. 5/ Amternes Videncenter for Jordforurening (2001). Håndbogen om feltmetoder til analyse af forurennet jord. Teknik og Administration. nr. 3. NIRAS.
- /ref. 6/ United States Environmental Protection Agency (1998). Environmental Technology Verification program. Strategic Diagnostics Inc. RaPID Assay System for PCB Analysis. EPA-VS-SCM-17. EPA/600/R-98/111. Environmental Protection Development August 1998
- /ref. 7/ www.sdix.com
- /ref. 8/ Jensen, A. Steen. (2000). Bestemmelse af PAH'er i jord ved hjælp af immunoassay. ATV møde Måling – overvågning og kemiske analyser i felten. 8. november 2000.
- /ref. 9/ Miljøkontrollen.(1998). Arealanvendelse. Historiske kortlægning af arealanvendelse i København.
- /ref. 10/ Miljøkontrollen (1998). Undersøgelse af diffus jordforurening på Østerbro. April 1998. Krüger.
- /ref. 11/ Løkke, H. (2000). Industri- og husholdningskemikalier. Kapitel 5 i 0000Kemiske stoffer i miljøet. Redaktion Helveg, A. Gads Forlag, København.
- /ref. 12/ Dansk Standard (1980). DS/ISO 2854. Statistisk fortolkning af data.
- /ref. 13/ Dansk Standard. (1981). DS/ISO 2602. Statistisk fortolkning af prøvningsresultater.
- /ref. 14/ Norges Geologiske Undersøgelser (1999). Årsrapport. Jordforurening i Bergen. Konsekvenser for helse og miljø.

- /ref. 15/ Amternes Videncenter for Jordforurening (2001). Interferenser ved bestemmelse af olie i jordprøver. Teknik og administration. nr. 2. DHI.
- /ref. 16/ Amternes Videncenter for Jord. (2001). Håndbog i analysekvalitet for laboratoriebrugere. Teknik og administration. nr. 4. DHI.

Oversigt over analyseresultater fra afprøvning

UTM koordinater, PID og geologiske beskrivelse

Center for tegnsprog					
Position	stikprøver	Zone 32		PID	Geologiske
		Northings	Easting		
B147	April 1998	6178319	725543		Muld, græs
B148	April 1998	618330	725615		Muld, leret
B153	April 1998	6178249	725570		Muld, leret
T1	-1	6178310,78	725550,72	0	Sand, muldholdig, let leret, stenet, tegl, mørkbrun
	-2	6178310,48	725551,72	0	Sand, muldholdig, let leret, stenet, tegl, mørkbrun
	-3	6178311,68	725551,52	0	Sand, muldholdig, let leret, stenet, tegl, mørkbrun
T2	-1	6178310,48	725554,32	0	Sand, muldholdig, let leret, stenet, tegl, mørkbrun
	-2	6178310,18	725555,32	0	Sand, muldholdig, let leret, stenet, tegl, mørkbrun
	-3	6178311,28	725555,22	0	Sand, muldholdig, let leret, stenet, tegl, mørkbrun
T3	-1	6178308,68	725557,92	0	Sand, muldholdig, stenet, tegl, mørkbrun
	-2	6178308,38	725558,92	0	Sand, muldholdig, stenet, tegl, mørkbrun
	-3	6178309,48	725558,72	0	Sand, muldholdig, stenet, tegl, mørkbrun
T4	-1	6178310,78	725558,22	0	Sand, muldholdig, stenet, tegl, gråbrun
	-2	6178310,48	725559,12	0	Sand, muldholdig, stenet, tegl, gråbrun
	-3	6178311,48	725559,02	0	Sand, muldholdig, stenet, tegl, gråbrun
T5	-1	6178314,68	725553,12	0	Sand, muldholdig, stenet, tegl, gråbrun
	-2	6178314,28	725554,12	0	Sand, muldholdig, stenet, tegl, gråbrun
	-3	6178315,48	725553,92	0	Sand, muldholdig, stenet, tegl, gråbrun
T6	-1	6178316,78	725553,22	0	Sand, muldholdig, stenet, tegl, gråbrun (blåt skær)
	-2	6178316,38	725554,32	0	Sand, muldholdig, stenet, tegl, gråbrun
	-3	6178317,48	725554,12	0	Sand, muldholdig, stenet, tegl, gråbrun
T7	-1	6178314,88	725556,92	0	Sand, muldholdig, stenet, svagt leret, tegl, gråbrun
	-2	6178314,58	725557,92	0	Sand, muldholdig, stenet, svagt leret, tegl, gråbrun
	-3	6178315,68	725557,82	0	Sand, muldholdig, stenet, svagt leret, tegl, gråbrun
T8	-1	6178315,68	725559,32	0	Sand, muldholdig, stenet, tegl, gråbrun
	-2	6178315,28	725560,32	0	Sand, muldholdig, stenet, tegl, gråbrun
	-3	6178316,38	725560,12	0	Sand, muldholdig, stenet, tegl, gråbrun
Fælledparken					
B11	April 1998	6179343	724202		Muld, sandet, brun
B12	April 1998	6179375	724313		Muld, leret
F1	-1	6179324,45	724233,9	0	Ler, stærkt sandet, stenet, muldholdig, lysebrun
	-2	6179324,55	724235	0	Ler, stærkt sandet, stenet, muldholdig, lysebrun
	-3	6179325,45	724234,4	0	Ler, stærkt sandet, stenet, muldholdig, lysebrun
F2	-1	6179327,65	724231,1	0	Ler, stærkt sandet, stenet, muldholdig, lysebrun
	-2	6179327,85	724232,2	0	Ler, stærkt sandet, stenet, muldholdig, lysebrun
	-3	6179328,85	724231,4	0	Ler, stærkt sandet, stenet, muldholdig, lysebrun
F3	-1	6179331,15	724236,4	0	Ler, stærkt sandet, stenet, muldholdig, lysebrun
	-2	6179331,25	724237,5	0	Ler, stærkt sandet, stenet, muldholdig, lysebrun
	-3	6179332,15	724236,9	0	Ler, stærkt sandet, stenet, muldholdig, lysebrun

Tørstof og Glødetab

		TS DS 204 g/kg	Glødetab DS 204 g/kg TS	TS DS 204 %	Glødetab DS 204 % af TS		Middelværdi TS	Spredning TS	% spredning	Median	Maks værdi	Minimum værdi	Middelværdi Glødetab	Spredning Glødetab	% spredning	Median	Maks værdi	Minimum værdi
--	--	-------------------	----------------------------	----------------	----------------------------	--	----------------	--------------	-------------	--------	------------	---------------	-------------------------	--------------------	-------------	--------	------------	---------------

Center for tegnsprog

B147	April 1998	876		87,6														
B148	April 1998	832		83,2														
B153	April 1998	763		76,3														
T1-1	Råjord		46,6	83,6	4,7		83,2	2,1	2,5	83,1	87,7	78,7	5,4	1,5	27,2	5,4	9,30	2,75
T1-2	Råjord		69,4	78,7	6,9													
H-T1-2	Råjord																	
H-T1-2	Forbehandling																	
T1-3	Råjord		62,9	80,3	6,3													
T2-1	Råjord		57,5	82,9	5,8													
T2-2	Råjord		34,4	85,7	3,4													
T2-3	Råjord		27,5	87,7	2,7													
T3-1	Råjord		68,6	81,9	6,9													
T3-2	Råjord		75,2	81,4	7,5													
T3-3	Råjord		58,5	81,2	5,9													
T4-1	Råjord		61,4	84,5	6,1													
T4-2	Råjord		93,0	81,5	9,3													
T4-3	Råjord		40,1	86,0	4,0													
T5-1	Råjord		46,2	83,2	4,6													
T5-2	Råjord		33,2	86,8	3,3													
T5-3	Råjord		35,7	84,4	3,6													
T6-1	Råjord		54,8	81,9	5,5													
T6-2	Råjord		52,9	81,2	5,3													
T6-3	Råjord		45,2	83,1	4,5													
T7-1	Råjord		48,5	84,5	4,9													
T7-2	Råjord		52,4	83,3	5,2													
T7-3	Råjord		58,4	81,8	5,8													
T8-1	Råjord		51,1	84,6	5,1													
T8-2	Råjord		56,1	84,0	5,6													
T8-3	Råjord		58,2	83,0	5,8													

Fælledparken

B11	April 1998	770,0		77,0														
B12	April 1998	757,0		75,7														
F1-1	Råjord		46,7	85,3	4,7		84,6	1,0	1,2	85,0	85,6	82,7	5,3	0,8	15,3	5,3	6,58	4,16
H-F1-1	Råjord																	
F1-2	Råjord		57,9	85,3	5,8													
F1-3	Råjord		56,8	84,2	5,7													
F2-1	Råjord		51,2	84,3	5,1													
F2-2	Råjord		65,8	82,7	6,6													
F2-3	Råjord		58,5	83,3	5,8													
F3-1	Råjord		42,3	85,0	4,2													
F3-2	Råjord		53,8	85,6	5,4													
F3-3	Råjord		41,6	85,4	4,2													

Blandingsprøver Institut for tegnsprog

BI-T1	Råjord		50,3	82,2	5,0		83,6	2,5	3,0	82,4	88,0	81,5	5,5	2,0	36,4	5,5	9,14	3,49
BI-T2	Råjord		39,9	85,2	4,0													
BI-T3	Råjord		91,4	81,5	9,1													
BI-T4	Råjord																	
BI-T5	Råjord																	
BI-T6	Råjord		53,5	82,3	5,3													
BI-T7	Råjord		34,9	88,0	3,5													
BI-T8	Råjord		62,7	82,5	6,3													

Chrom

		mg Cr/kg TS	mg Cr/kg TS	mg Cr/kg TS	mg Cr/kg TS	mg Cr/kg TS	mg Cr/kg TS	middelværdi	Standardafvigelse	%CV	Median	Min	Maks	mg Cr/kg TS	mg Cr/kg TS	mg Cr/kg TS	mg Cr/kg TS	mg Cr/kg TS	mg Cr/kg TS	middelværdi
		EDXRF												ICP-AES						

Center for Tegnsprog

B147	April 1998	6,5																		
B148	April 1998	11																		
B153	April 1998	12																		
T1-1	Råjord	32,0	21,0					26,5	7,778											
T1-2	Råjord	22,0	12,0					17,0	7,071											
H-T1-2	Råjord	<10	24,0	<10	<10	23,0	<10	23,5	0,707					10,7	10,8	10,3	11,2	10,9	10,9	10,8
H-T1-2	Forbehandling	<10	50,0	38,0	<10	<10	<10	44,0	8,485											
T1-3	Råjord	28,0	<10					28,0												
T2-1	Råjord	<10	<10																	
T2-2	Råjord	<10	23,0					23,0												
T2-3	Råjord	24,0	19,0					21,5	3,535											
T3-1	Råjord	19,0	21,0					20,0	1,414											
T3-2	Råjord	<10	31,0					31,0												
T3-3	Råjord	37,0	23,0					30,0	9,899											
T4-1	Råjord	33,0						33,0												
T4-2	Råjord	27,0						27,0												
T4-3	Råjord	23,0						23,0												
T5-1	Råjord	23,0						23,0												
T5-2	Råjord	23,0						23,0												
T5-3	Råjord	25,0						25,0												
T6-1	Råjord	19,0	19,0					19,0	0											
T6-2	Råjord	28,0	23,0					25,5	3,535											
T6-3	Råjord	19,0	22,0					20,5	2,121											
T7-1	Råjord	29,0	22,0					25,5	4,949											
T7-2	Råjord	18,0	<10					18,0												
T7-3	Råjord	14,0	28,0					21,0	9,899											
T8-1	Råjord	<10	26,0					26,0												
T8-2	Råjord	19,0	27,0					23,0	5,656											
T8-3	Råjord	<10	27,0					27,0												

Samlet analysekvalitet: Center for Tegnsprog

23,7 5,2 22 23,0 12,0 37,0

Fælledparken

B11	April 1998	100,0																		
B12	April 1998	19,0																		
F1-1	Råjord	164,0	122,0					143,0	29,69											
H-F1-1	Råjord	202,0	167,0	185,0	194,0	149,0	156,0	175,5	43,31					163	168	161	157	154	162	161
F1-2	Råjord	202,0	197,0					199,5	3,535											
F1-3	Råjord	188,0	161,0					174,5	19,09											
F2-1	Råjord	166,0	188,0					177,0	15,55					190	174					182
F2-2	Råjord	151,0	195,0					173,0	31,11											
F2-3	Råjord	160,0	158,0					159,0	1,414											
F3-1	Råjord	104,0	155,0					129,5	36,06					149	146					148
F3-2	Råjord	205,0	176,0					190,5	20,50											
F3-3	Råjord	227,0	158,0					192,5	48,79											

Samlet analysekvalitet

172,1 27,71 16 167 122 227

Blandingsprøver Institut for tegnsprog

BI-T1	Råjord	29,0	24,0					26,5	3,535											
BI-T2	Råjord	<10	32,0					32,0						10,4	10					16
BI-T3	Råjord	14,0	<10					14,0												
BI-T4	Råjord																			
BI-T5	Råjord																			
BI-T6	Råjord	19,0	15,0					17,0	2,828					15,8	11,4					14
BI-T7	Råjord	23,0	<10					23,0												
BI-T8	Råjord	23,0	<10					23,0												

Samlet analysekvalitet

22,4 6,28 28 23 15,0 32

Certificerede jord

QC-loam soil A 12,1 mgCr/kg
CTA-FFA-1 156 mg Cr/ kg

CTA	21-08-01	158	150	113				140	24,0										
CTA	22-08-01	142	140	153				145	7										
CTA	23-08-01	142	143	167				150	14,2										
CTA	27-08-01	150	142	149				147	4,4										
CTA	28-08-01	139	146	136				140	5,2										
CTA	29-08-01	155	145	152				150	5,2										
QC	22-08-01	<10	<10	<10				<10											
QC	23-08-01	36	<10	<10				36,0											
QC	27-08-01	<10	35	<10				35,0											
QC	28-08-01	25	31	<10				28,0	4,2										
QC	29-08-01	<10	23	<10				23,0											
QC	21-08-01	34,0	34,0	<10	<10	25,0	<10	31,0	5,2										
QC	21-08-01	<10	31,0	15,0				23,0	11,31										

Nikkel

																				</

Center for Tegnsprog

B147	April 1998	8,7																		
B148	April 1998	11																		
B153	April 1998	11																		
T1-1	Råjord	21,0	24,0					22,5	2,121											
T1-2	Råjord	18,0	<5					18,0												
H-T1-2	Råjord	16,0	18,0	18,0	17,0	16,0	16,0	16,8	0,983					15,2	17,8	15,2	15,2	16,5	16,5	16,07
H-T1-2	Forbehandling	33,0	32,0	31,0	<5	31,0	32,0	31,8	0,836											
T1-3	Råjord	30,0	<5					30,0												
T2-1	Råjord	<5	<5																	
T2-2	Råjord	<5	17,0					17,0												
T2-3	Råjord	16,0	14,0					15,0	1,414											
T3-1	Råjord	13,0	<5					13,0												
T3-2	Råjord	<5	18,0					18,0												
T3-3	Råjord	15,0	13,0					14,0	1,414											
T4-1	Råjord	17,0						17,0												
T4-2	Råjord	17,0						17,0												
T4-3	Råjord	15,0						15,0												
T5-1	Råjord	14,0						14,0												
T5-2	Råjord	17,0						17,0												
T5-3	Råjord	12,0						12,0												
T6-1	Råjord	9,0	12,0					10,5	2,121											
T6-2	Råjord	<5	13,0					13,0												
T6-3	Råjord	10,0	13,0					11,5	2,121											
T7-1	Råjord	14,0	<5					14,0												
T7-2	Råjord	<5	14,0					14,0												
T7-3	Råjord	10,0	13,0					11,5	2,121											
T8-1	Råjord	11,0	19,0					15,0	5,656											
T8-2	Råjord	11,0	15,0					13,0	2,828											
T8-3	Råjord	14,0	12,0					13,0	1,414											

Samlet analysekvalitet

15,3 3,97 26 15 9,0 24

Fælledparken

B11	April 1998	15,0																		
B12	April 1998	15,0																		
F1-1	Råjord	<5	<5																	
H-F1-1	Råjord	11,0	12,0	15,0	11,0	<5	<5	12,3	2,344					28,1	27	27	25,8	27	27	26,98
F1-2	Råjord	<5	<5																	
F1-3	Råjord	<5	<5																	
F2-1	Råjord	<5	10,0					10,0						21,4	22,5					21,95
F2-2	Råjord	<5	11,0					11,0												
F2-3	Råjord	<5	11,0					11,0												
F3-1	Råjord	<5	<5											23,5	23,5					23,5
F3-2	Råjord	11,0	9,0					10,0	1,414											
F3-3	Råjord	12,0	11,0					11,5	0,707											

Samlet analysekvalitet

11,3 1,49 13 11 9,0 15

Blandingsprøver

Bl-T1	Råjord	23,0	18,0					20,5	3,535											
Bl-T2	Råjord	17,0	17,0					17,0	0					15,3	15,3					15,3
Bl-T3	Råjord	10,0	14,0					12,0	2,828											
Bl-T4	Råjord																			
Bl-T5	Råjord																			
Bl-T6	Råjord	12,0	11,0					11,5	0,707					18,2	13,4					15,8
Bl-T7	Råjord	<5	<5																	
Bl-T8	Råjord	13,0	14,0					13,5	0,707											

Samlet analysekvalitet

14,9 3,90 26 14 11,0 23

Certificerede jord

QC-loam soil A 7,29 mg Ni/kg
CTA-FFA-1 99 mg Ni/kg

CTA	21-08-01	75,0	56,0	52,0				61,0	12,3										
CTA	22-08-01	74	72	72				72,7	1,2										
CTA	23-08-01	75	73	79				75,7	3,1										
CTA	27-08-01	74	62	41				59,0	16,7										
CTA	28-08-01	51	72	35				52,7	18,6										
CTA	29-08-01	79	69	82				76,7	6,8										
QC	21-08-01	<5	<5	<5	<5	<5	<5												
QC	21-08-01	<5	<5	<5															
QC	22-08-01	<5	<5	<5															
QC	23-08-01	<5	<5	<5															
QC	27-08-01	<5	<5	<5															
QC	28-08-01	<5	<5	<5															
QC	29-08-01	<5	<5	<5															

Kobber

		mg Cu/kg	mg Cu/kg	mg Cu/kg	mg Cu/kg	mg Cu/kg	mg Cu/kg	middelværdi	Standardafvigelse	%CV	Median	Min	Maks	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	middelværdi
		EDXRF												ICP-AES						

Center for Tegnsprog

B147	April 1998	33																		
B148	April 1998	31																		
B153	April 1998	30																		
T1-1	Råjord	62,0	60,0					61,0	1,414											
T1-2	Råjord	64,0	51,0					57,5	9,192											
H-T1-2	Råjord	63,0	66,0	64,0	63,0	68,0	63,0	64,5	2,073					45,7	48,3	48,3	52,1	50,8	50,8	49,33
H-T1-2	Forbehandling	152,0	145,0	137,0	109,0	155,0	147,0	140,8	16,78											
T1-3	Råjord	70,0	<5					70,0												
T2-1	Råjord	28,0	50,0					39,0	15,55											
T2-2	Råjord	<5	65,0					65,0												
T2-3	Råjord	55,0	56,0					55,5	0,707											
T3-1	Råjord	72,0						317,0	346,4											
T3-2	Råjord	49,0	76,0					62,5	19,09											
T3-3	Råjord	71,0	75,0					73,0	2,828											
T4-1	Råjord	62,0						62,0												
T4-2	Råjord	71,0						71,0												
T4-3	Råjord	64,0						64,0												
T5-1	Råjord	71,0						71,0												
T5-2	Råjord	67,0						67,0												
T5-3	Råjord	59,0						59,0												
T6-1	Råjord	58,0	65,0					61,5	4,949											
T6-2	Råjord	64,0	71,0					67,5	4,949											
T6-3	Råjord	65,0	68,0					66,5	2,121											
T7-1	Råjord	82,0	74,0					78,0	5,656											
T7-2	Råjord	70,0	71,0					70,5	0,707											
T7-3	Råjord	74,0	74,0					74,0	0											
T8-1	Råjord	76,0	85,0					80,5	6,363											
T8-2	Råjord	71,0	81,0					76,0	7,071											
T8-3	Råjord	73,0	68,0					70,5	3,535											

Samlet analysekvalitet

76,9 73,8 96 67 28,0 562

Fælledparken

B11	April 1998	33,0																		
B12	April 1998	20,0																		
F1-1	Råjord	33,0	33,0					33,0	0											
H-F1-1	Råjord	45,0	40,0	47,0	48,0	35,0	37,0	42,0	18,65					39,8	41	39,8	39,8	39,8	39,8	40,0
F1-2	Råjord	40,0	39,0					39,5	0,707											
F1-3	Råjord	52,0	38,0					45,0	9,899											
F2-1	Råjord	37,0	45,0					41,0	5,656					42,7	40,3					41,5
F2-2	Råjord	37,0	42,0					39,5	3,535											
F2-3	Råjord	37,0	41,0					39,0	2,828											
F3-1	Råjord	19,0	37,0					28,0	12,72					35,3	38,8					37,05
F3-2	Råjord	43,0	39,0					41,0	2,828											
F3-3	Råjord	47,0	38,0					42,5	6,363											

Samlet analysekvalitet

39,5 6,54 17 39 33,0 52

Blandingsprøver

BI-T1	Råjord	68,0	68,0					68,0	0											
BI-T2	Råjord	65,0	60,0					62,5	3,535					48,1	44,6					46,35
BI-T3	Råjord																			
BI-T4	Råjord	62,0	70,0					66,0	5,656											
BI-T5	Råjord																			
BI-T6	Råjord	65,0	67,0					66,0	1,414					54,7	55,9					55,3
BI-T6	Råjord																			
BI-T7	Råjord	72,0	33,0					52,5	27,57											
BI-T8	Råjord	76,0	80,0					78,0	2,828											

Samlet analysekvalitet

65,5 11,7 18 68 33,0 80

Certificerede jord

QC-loam soil A 9,85 mg Cu/kg

CTA-FFA-1 159 mg Cu/kg

CTA	21-08-01	157,0	152,0	139,0				149,3	9,291										
CTA	22-08-01	156	146	156				152,7	5,773										
CTA	23-08-01	160	157	161				159,3	2,081										
CTA	27-08-01	156	134	141				143,7	11,23										
CTA	28-08-01	136	156	140				144,0	10,58										
CTA	29-08-01	165	107	163				145,0	32,92										
QC	21-08-01	24	22	23	11	19	19	19,7	4,72										
QC	21-08-01	12	26	20				19,3	7,023										
QC	22-08-01	19	26	18				21,0	4,358										
QC	23-08-01	19	12	20				17,0	4,358										
QC	27-08-01	<5	16	15				15,5	0,707										
QC	28-08-01	17	27	<5				22,0	7,071										
QC	29-08-01	20	17	18				18,3	1,527										

Zink

		mg Zn/kg TS	mg Zn/kg TS	mg Zn/kg TS	mg Zn/kg TS	mg Zn/kg TS	mg Zn/kg TS	middelværdi	Standardafvigelse	%CV	Median	Min	Maks	mg Zn/kg TS	mg Zn/kg TS	mg Zn/kg TS	mg Zn/kg TS	mg Zn/kg TS	mg Zn/kg TS	middelværdi
		EDXRF												ICP-AES						

Center for Tegnsprog

B147	April 1998	56																		
B148	April 1998	180																		
B153	April 1998	240																		
T1-1	Råjord	130,0	133,0					131,5	2,121	2										
T1-2	Råjord	116,0	113,0					114,5	2,121	2										
H-T1-2	Råjord	144,0	146,0	143,0	130,0	154,0	144,0	143,5	7,739	5				104	109	112	118	114	111	111,33
H-T1-2	Forbehandling	280,0	284,0	266,0	241,0	281,0		271,8	16,33	6										
T1-3	Råjord	167,0	113,0					140,0	38,18	27										
T2-1	Råjord	137,0	127,0					132,0	7,071	5										
T2-2	Råjord	100,0	117,0					108,5	12,02	11										
T2-3	Råjord	118,0	119,0					118,5	0,707	1										
T3-1	Råjord	153,0	157,0					155,0	2,828	2										
T3-2	Råjord	134,0	179,0					156,5	31,81	20										
T3-3	Råjord	536,0	245,0						205,7	53										
T4-1	Råjord	123,0						123,0												
T4-2	Råjord	156,0						156,0												
T4-3	Råjord	131,0						131,0												
T5-1	Råjord	146,0						146,0												
T5-2	Råjord	129,0						129,0												
T5-3	Råjord	104,0						104,0												
T6-1	Råjord	125,0	132,0					128,5	4,949	4										
T6-2	Råjord	130,0	135,0					132,5	3,535	3										
T6-3	Råjord	94,0	129,0					111,5	24,74	22										
T7-1	Råjord	145,0	135,0					140,0	7,071	5										
T7-2	Råjord	496,0	427,0					461,5	48,79	11										
T7-3	Råjord	147,0	139,0					143,0	5,656	4										
T8-1	Råjord	119,0	142,0					130,5	16,26	12										
T8-2	Råjord	128,0	158,0					143,0	21,21	15										
T8-3	Råjord	182,0	147,0					164,5	24,74	15										

Samlet analysekvalitet

159,5 89,3 56 135 94,0 536

Fælledparken

B11	April 1998	160,0																		
B12	April 1998	78,0																		
F1-1	Råjord	163,0	155,0					159,0	5,656	4										
H-F1-1	Råjord	177,0	137,0	171,0	172,0	160,0	158,0	162,5	102,7	63				184	183	184	178	176	180	180,83
F1-2	Råjord	185,0	185,0					185,0	0	0										
F1-3	Råjord	183,0	156,0					169,5	19,09	11										
F2-1	Råjord	166,0	180,0					173,0	9,899	6				220	204					212
F2-2	Råjord	124,0	172,0					148,0	33,94	23										
F2-3	Råjord	176,0	172,0					174,0	2,828	2										
F3-1	Råjord	132,0	147,0					139,5	10,60	8				164	159					161,5
F3-2	Råjord	185,0	167,0					176,0	12,72	7										
F3-3	Råjord	184,0	151,0					167,5	23,33	14										

Samlet analysekvalitet

164,9 17,31 10 169 137,0 185

Blandingsprøver

Bl-T1	Råjord	166,0	163,0					164,5	2,121	1										
Bl-T2	Råjord	133,0	125,0					129,0	5,66	4				96,2	91,5					93,85
Bl-T3	Råjord		210,0							1										
Bl-T4	Råjord																			
Bl-T5	Råjord																			
Bl-T6	Råjord	130,0	131,0					130,5	0,71	1				130	114					122
Bl-T7	Råjord								51,6	16										
Bl-T8	Råjord	158,0	163,0					160,5	3,54	2										

Samlet analysekvalitet

186,0 71,30 38 163 125,0 359

Certificerede jord

QC-loam soil A 49,2 mg Zn/kg

CTA-FFA-1 596 mg Zn/kg

CTA	22-08-01	633,0	636,0	538,0				602	55,73	9									
CTA	22-08-01	600	579	635				604,7	28,29	5									
CTA	23-08-01	563	617	624				601,3	33,38	6									
CTA	27-08-01	528	456	506				496,7	36,89	7									
CTA	28-08-01	581	608	620				603,0	19,97	3									
CTA	29-08-01	640	604	625				623,0	18,08	3									
QC	22-08-01	71	68	69	59	69	65	66,8	4,31	6									
QC	21-08-01	71	63	51				61,7	10,0	16									
QC	22-08-01	57	69	70				65,3	7,23	11									
QC	23-08-01	71	66	73				70,0	3,61	5									
QC	27-08-01	52	66	62				60,0	7,211	12									
QC	28-08-01	63	65	60				62,7	2,52	4									
QC	29-08-01	70	70	71				70,3	0,58	1									

Arsen

		mg As/kg TS	mg As/kg TS	mg As/kg TS	mg As/kg TS	mg As/kg TS	mg As/kg TS	Middelværdi	Standardafvigelse	%CV	Median	Min	Maks	mg As/kg TS	mg As/kg TS	mg As/kg TS	mg As/kg TS	mg As/kg TS	mg As/kg TS	Middelværdi
		EDXRF												ICP-AES						

Center for Tegnsprog

B147	April 1998																			
B148	April 1998																			
B153	April 1998																			
T1-1	Råjord	<20	<20																	
T1-2	Råjord	<20	<20																	
H-T1-2	Råjord	<20	<20	<20	<20	<20	<20							6,86	7,5	6,61	7,12	8,13	7,88	7,4
H-T1-2	Forbehandling	<20	<20	<20	<20	<20	<20													
T1-3	Råjord	<20	<20																	
T2-1	Råjord	<20	<20																	
T2-2	Råjord	<20	<20																	
T2-3	Råjord	<20	<20																	
T3-1	Råjord	<20	<20																	
T3-2	Råjord	<20	<20																	
T3-3	Råjord	<20	<20																	
T4-1	Råjord	<20																		
T4-2	Råjord	<20																		
T4-3	Råjord	<20																		
T5-1	Råjord	<20																		
T5-2	Råjord	<20																		
T5-3	Råjord	<20																		
T6-1	Råjord	<20	<20																	
T6-2	Råjord	<20	<20																	
T6-3	Råjord	<20	<20																	
T7-1	Råjord	<20	<20																	
T7-2	Råjord	<20	<20																	
T7-3	Råjord	<20	<20																	
T8-1	Råjord	<20	<20																	
T8-2	Råjord	<20	<20																	
T8-3	Råjord	<20	<20																	

Fældsparken

B11	April 1998																			
B12	April 1998																			
F1-1	Råjord	<20	<20																	
H-F1-1	Råjord	<20	<20	<20	<20	<20	<20							9,61	9,73	9,84	9,37	9,84	10,1	9,7
F1-2	Råjord	<20	<20																	
F1-3	Råjord	<20	<20																	
F2-1	Råjord	<20	<20											11,2	11,3					11
F2-2	Råjord	<20	<20																	
F2-3	Råjord	<20	<20																	
F3-1	Råjord	<20	<20											10,6	9,3					10
F3-2	Råjord	<20	<20																	
F3-3	Råjord	<20	<20																	

Blandingsprøver

BI-T1	Råjord	<20	<20											7,28	5,75					6,5
BI-T2	Råjord	<20	<20																	
BI-T3	Råjord	<20	<20																	
BI-T4	Råjord																			
BI-T5	Råjord																			
BI-T6	Råjord	<20	<20											10,4	7,04					8,7
BI-T7	Råjord	<20	<20																	
BI-T8	Råjord	<20	<20																	

Certificerede jord

QC-loam soil A	3,89 mg As/kg
----------------	---------------

CTA-FFA-1	54 mg As/kg
-----------	-------------

[illegible]

Bly

		ng Pb/kg TS	ng Pb/kg TS	ng Pb/kg TS	ng Pb/kg TS	ng Pb/kg TS	ng Pb/kg TS	ng Pb/kg TS	Standardafvigelse %CV	Median	Min	Maks	ng Pb/kg TS	ng Pb/kg TS	ng Pb/kg TS	ng Pb/kg TS	ng Pb/kg TS	ng Pb/kg TS	middelværdi
		EDXRF											ICP-AES						

B147	April 1998	98																	
B148	April 1998	84																	
B153	April 1998	120																	
T1-1	Råjord	168	251					210	58,7	28									
T1-2	Råjord	162	171					167	6,36	4									
H-T1-2	Råjord	204	209	206	188	215	196	203	9,63	5			165	187	178	196	192	217	189,1
H-T1-2	Forbehandling	419	433	414	358	415	423	410	26,5	6									
T1-3	Råjord	184	146					165	26,9	16									
T2-1	Råjord	149	134					142	10,6	7									
T2-2	Råjord	172	202					187	21,2	11									
T2-3	Råjord	163	156					160	4,95	3									
T3-1	Råjord	220	255					238	24,7	10									
T3-2	Råjord	187	221					204	24	12									
T3-3	Råjord	185	202					194	12	6									
T4-1	Råjord	177						177											
T4-2	Råjord	197						197											
T4-3	Råjord	189						189											
T5-1	Råjord	278						278											
T5-2	Råjord	218						218											
T5-3	Råjord	238						238											
T6-1	Råjord	268	289					279	14,8	5									
T6-2	Råjord	301	324					313	16,3	5									
T6-3	Råjord	266	299					283	23,3	8									
T7-1	Råjord	311	311					311	0	0									
T7-2	Råjord	374	293					334	57,3	17									
T7-3	Råjord	352	344					348	5,66	2									
T8-1	Råjord	300	348					324	33,9	10									
T8-2	Råjord	284	324					304	28,3	9									
T8-3	Råjord	340	282					311	41	13									

Samlet analysekvalitet

239 65,6 27 221 134,0 374

Fælledparken

B11	April 1998	70																	
B12	April 1998	35																	
F1-1	Råjord	43	46					45	2,12	5									
H-F1-1	Råjord	47	31	41	41	40	47	41	113	274			48	49,2	48	46,9	46,9	49,2	48,03
F1-2	Råjord	45	42					44	2,12	5									
F1-3	Råjord	45	43					44	1,41	3									
F2-1	Råjord	40	53					47	9,19	20			60,5	57					58,75
F2-2	Råjord	30	47					39	12	31									
F2-3	Råjord	50	44					47	4,24	9									
F3-1	Råjord	37	33					35	2,83	8			44,7	43,5					44,1
F3-2	Råjord	48	42					45	4,24	9									
F3-3	Råjord	57	42					50	10,6	21									

Samlet analysekvalitet

43 6,3 15 43 31,0 57

Blandingsprøver

BI-T1	Råjord	197	207					202	7,07	4									
BI-T2	Råjord	181	183					182	1,41	1			153	154					153,5
BI-T3	Råjord	211	207					209	2,83	1									
BI-T4	Råjord																		
BI-T5	Råjord																		
BI-T6	Råjord	306	312					309	4,24	1			288	296					292
BI-T7	Råjord	300	300					300	0	0									
BI-T8	Råjord	344	370					357	18,4	5									

Samlet analysekvalitet

260 68,3 26 256 183,0 370

Certificerede jord

QC-loam soil A 31,4 mg Pb/kg

CTA-FFA-1 369 mg Pb/kg

QC		37	33	38	25	33	38	34	4,98	15									
QC	21-08-01	41	37	26				35	7,77	22									
CTA	21-08-01	396	392	340				376	31,2	8									
QC	22-08-01	25	47	38				37	11,1	30									
CTA	22-08-01	363	332	396				364	32	9									
QC	23-08-01	37	34	39				37	2,52	7									
CTA	23-08-01	353	382	384				373	17,3	5									
QC	27-08-01	22	40	32				31	9,02	29									
CTA	27-08-01	336	295	331				321	22,4	7									
QC	28-08-01	29	26	32				29	3	10									
CTA	28-08-01	364	374	388				375	12,1	3									
QC	29-08-01	37	38	34				36	2,08	6									
CTA	29-08-01	393	372	381				382	10,5	3									

PAH

		ng/kg	ng/kg	ng/kg	ng/kg	ng/kg	ng/kg	Middelværdi	Standardafvigelse	%CV	Median	Min	Maks	mg/kg TS	mg/kg TS	mg/kg TS	mg/kg TS	mg/kg TS	mg/kg TS	Middelværdi
		Immunoassay carcinogenic PAH												GC-SIM sum af 7 MST PAH						

Center for Tegnsprog

B147	April 1998	10,7																		
B148	April 1998	24,2																		
B153	April 1998	23,5																		
T1-1	Råjord	2,2	1,9	4,7				2,9	1,521											
T1-2	Råjord	1,2	1,0					1,1	0,138											
H-T1-2	Råjord	4,6	6,7	6,1	8,8	8,8	4,6	6,6	1,892					8,27	8,39	8,19	8,13	8,08	8,21	8,21
Hw-T1-2	Opvarmning af ekstrakt	14,0	11,6	16,8	15,3	14,0	11,6	13,9	2,042											
Hw-T1-2	Lufttør + knusning	5,3	5,9	4,9	3,1	4,4	2,8	4,4	1,230											
T1-3	Råjord	2,7	2,9					2,8	1,230											
T2-1	Råjord	0,6	0,8					0,7	0,173											
T2-2	Råjord	1,6	1,1					1,3	0,128											
T2-3	Råjord	2,7	2,2					2,5	0,330											
T3-1	Råjord	2,2	1,4					1,8	0,304											
T3-2	Råjord	1,7	1,0					1,4	0,563											
T3-3	Råjord	1,4	1,0					1,2	0,499											
T4-1	Råjord	2,1						2,1	0,302											
T4-2	Råjord	1,2						1,2												
T4-3	Råjord	5,4						5,4												
T5-1	Råjord	13,0						13,0												
T5-2	Råjord	10,0						10,0												
T5-3	Råjord	8,4						8,4												
T6-1	Råjord	5,4	4,5					5,0												
T6-2	Råjord	4,1	2,5					3,3	0,612											
T6-3	Råjord	1,2	1,4					1,3	1,198											
T7-1	Råjord	2,2	2,9					2,6	0,164											
T7-2	Råjord	5,4	2,9					4,2	0,477											
T7-3	Råjord	3,8	3,5					3,6	1,748											
T8-1	Råjord	5,9	4,5					5,2	0,225											
T8-2	Råjord	2,7	1,7					2,2	0,962											
T8-3	Råjord	2,5	2,9	6,0				3,8	0,671											

Samlet analysekvalitet

3,7 2,68 72,6 2,7 0,6 13,0

Fælledparken

B11	April 1998	2,4																		
B12	April 1998	3,9																		
F1-1	Råjord	1,0						1,0												
H-F1-1	Råjord	2,7	1,7	2,2	2,7	1,5	1,8	2,1	1,490					2,28	2,43	2,31	2,38	2,43	2,35	2,36
F1-2	Råjord	0,4						0,4												
F1-3	Råjord	0,4						0,4												
F2-1	Råjord	0,4						0,4						2,59	2,64					2,62
F2-2	Råjord	0,3						0,3												
F2-3	Råjord	0,3						0,3												
F3-1	Råjord	0,3						0,3						2,39	2,56					2,48
F3-2	Råjord	0,2						0,2												
F3-3	Råjord	7,6						7,6												

Samlet analysekvalitet

1,6 1,90 121 1,0 1,5 7,6

Blandingsprøver

BI-T1	Råjord	3,4	1,8					2,6	1,123											
BI-T2	Råjord	14,0	9,7					11,8	3,048					5,62	5,58					5,60
BI-T2	Opvarmning af ekstrakt	11,6	8,8					10,2	1,986											
BI-T3	Råjord	2,4	2,4					2,4	0,020											
BI-T4	Råjord																			
BI-T5	Råjord																			
BI-T6	Råjord	2,9	2,9					2,9	0,00					9,24	9,13					9,19

BI-T6	Opvarmning af ekstrakt	4,2	4,6					4,4	0,288										
BI-T7	Råjord	4,1	3,5					3,8	0,417										
BI-T8	Råjord	1,8	0,7					1,3	0,784										

Samlet analysekvalitet

4,9 3,894 79 3,5 0,7 14,0

Standard jord

QC-sandy HL 60mg/kg

QC-loamy-LH 9mg/kg

QC-HL		50,1	41,9	41,9	54,8	50,1	59,9	49,8	0,784										
QC-LH		5,4	5,4	5,6	6,7	6,1	4,2	5,6	0,829										
Control 0,2 mg/kg		0,24	0,28	0,24	0,16	-	-	0,2	0,053										

Kalibrering: PAH

Standardkurve 0,01 - 0,5 mg/kg forudsættes at jordprøver fortyndes 1:100

Jordprøverne og standard er fortyndet 1:10000 gange, således at måleområdet er 1 - 50

dato: 9/8-01			
blind	1,1		1,09
0,01 mg/kg	0,79		0,82
0,1 mg/kg	0,49		0,5
0,5 mg/kg	0,31		0,34
dato: 10/8-01			
blind	0,99		1,04
0,01 mg/kg	0,8		0,79
0,1 mg/kg	0,46		0,48
0,5 mg/kg	0,3		0,34
dato: 15/8-01			
blind	0,97		0,96
0,01 mg/kg			
0,1 mg/kg			
0,5 mg/kg			
dato: 16/8-01			
blind	1,02		0,97
0,01 mg/kg	0,79		0,8
0,1 mg/kg	0,47		0,43
0,5 mg/kg	0,37		0,37

PCB

		mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	midelværdi	Standardafvigelse	%CV	Median	Min	Maks	mg/kg TS	mg/kg TS	mg/kg TS	mg/kg TS	mg/kg TS	mg/kg TS	midelværdi
		Immunoassay PCB												GC-SIM sum af 7 PCB						

Center for Tegnsprog

[illegible]

Samlet analysekvalitet

0,008 0,001 11,3 0,008 0,007 0,009

Fælledparken

[illegible]

Samlet analysekvalitet

0.006 0.00 26 0.006 0.004 0.007

[illegible]

DHI: PAH GC/MS-SIM
Metodens detektionsgrænse mht. PAH er 3 µg/kg TS

	Fælledparken											Center for tegnsprog														% af US EPA 16 PAH	
	H-F1-1						F2-1		F3-1		Gns.	H-T1-2								T2 bld.prv		T6 bld.prv		Gns.			
Lab-mærkning	80-1a	80-1b	80-1c	80-1d	80-1e	80-1f	80-2a	80-2b	80-3a	80-3b		80-5a	80-5b	80-5c	80-5d	80-5e	80-5f		80-4a	80-4b	80-6a	80-6b					
Naphthalen	95	97	92	95	98	101	108	103	116	101	100	107	103	109	98	107	109	106	77	79	120	116	98	2	1		
2-methylnaphthalen	55	63	61	65	57	61	68	66	70	66	63	47	45	43	48	49	48	47	38	36	56	55	46				
1-methylnaphthalen	34	41	38	40	42	39	41	40	40	38	39	52	47	50	49	40	50	48	38	40	53	52	46				
Biphenyl	11	12	12	13	14	14	15	15	15	14	13	16	14	15	16	15	15	15	11	10	15	16	13				
1,5-Dimethylnaphthalen	24	28	27	27	30	28	26	28	29	28	27	34	30	28	33	29	35	32	27	30	42	41	35				
Acenaphthylen	112	116	104	109	118	122	114	115	142	146	120	110	109	115	116	118	132	117	86	85	139	142	113	3	1		
Acenaphthen	7,2	7,2	6,1	6,5	6,6	6,7	6,0	7,4	6,0	6,1	7	14	12	15	11	15	12	13	8,5	9,2	11	12	10	0	0		
Dibenzofuran	18	20	18	18	18	19	19	22	19	21	19	29	27	29	26	28	27	28	20	20	29	28	24				
2,3,5-Trimethylnaphthalen	21	25	23	24	26	26	26	27	27	25	25	32	30	26	34	33	32	31	27	27	36	39	32				
Fluoren	18	19	17	17	19	19	18	18	22	26	19	23	21	24	21	24	22	22	15	14	23	24	19	0	0		
1-Methylfluoren	5,6	6,6	5,3	5,9	6,9	5,8	5,6	5,9	5,4	6,7	6	9,9	9,3	9,1	9,4	10	10	10	7,8	6,9	10	10	9				
Dibenzothiophen	13	14	12	12	14	13	13	13	13	15	13	32	29	33	30	33	32	31	22	21	34	34	27				
Phenanthren	195	190	191	177	198	188	194	199	167	225	192	545	531	529	533	542	548	538	369	355	598	578	475	4	4		
Anthracen	49	53	46	51	53	55	57	59	60	75	56	138	120	128	128	136	136	131	65	65	142	154	106	1	1		
Carbazol	25	24	24	23	22	25	29	29	27	24	25	77	76	79	75	81	81	78	45	48	83	89	66				
2-Methylphenanthren	43	46	42	46	47	46	48	48	42	51	46	117	111	112	119	120	124	117	80	72	126	128	101				
2-Methylantracen	21	26	21	25	26	26	24	25	30	33	26	30	28	28	31	31	28	29	18	17	32	35	25				
1-Methylphenanthren	36	30	32	31	34	29	40	39	35	35	34	85	83	78	83	79	80	81	54	55	96	97	75				
3,6-Dimethylnaphthalen	7,3	6,6	6,5	6,8	6,2	7,5	7,8	7,7	6,9	7,3	7	15	15	18	17	17	17	16	11	9,1	17	19	14				
Fluoranthren	493	533	498	495	522	500	520	539	467	601	517	2117	2113	2069	2106	2094	2105	2101	1496	1439	2347	2328	1902	11	15		
Pyren	451	467	450	445	458	439	464	472	412	515	457	1938	1940	1896	1913	1911	1915	1919	1410	1290	2121	2110	1733	10	13		
Benzo(a)fluoren	70	71	61	69	68	73	74	74	67	81	71	196	195	194	199	202	199	198	143	140	225	224	183				
1-Methylpyren	27	30	27	27	28	27	27	28	28	29	28	57	61	60	61	61	62	60	50	47	66	69	58				
Benz(a)anthracen	287	351	325	327	350	320	348	355	334	414	341	958	1030	1083	983	995	1034	1014	658	601	1265	1296	955	7	7		
Chrysen	347	361	344	321	332	343	395	399	368	367	358	1109	1083	1098	1145	1126	1079	1107	693	707	1432	1310	1036	8	8		
Benzo(b+k+j)fluoranthren	826	894	873	884	881	883	1003	1034	907	912	910	2921	2967	2777	2817	2767	2783	2839	1986	2002	3152	3164	2576	20	20		
Benzo(e)pyren	464	498	477	481	492	474	520	521	484	499	491	1299	1332	1285	1254	1232	1325	1288	923	892	1443	1484	1185				
Benzo(a)pyren	431	458	416	450	481	436	487	489	469	509	462	1652	1678	1669	1580	1606	1688	1646	1094	1115	1858	1887	1489	10	11		
Perylen	112	121	113	114	117	113	125	130	119	127	119	404	397	414	410	410	419	409	276	262	460	470	367				
Indeno(1,2,3-cd)pyren	460	477	461	478	475	467	501	506	484	499	481	1219	1271	1243	1264	1264	1261	1254	846	847	1394	1306	1098	11	8		
Dibenzo(a,h)anthracen	87	79	90	95	85	95	95	101	92	89	91	217	220	221	222	224	211	219	164	152	238	220	193	2	1		
Benzo(g,h,i)perylen	446	461	433	452	463	435	479	477	452	448	455	1365	1415	1455	1402	1387	1425	1408	881	875	1640	1535	1233	10	9		
SumTrimethylnaphthalener	101	126	113	122	165	133	127	122	128	124	126	146	137	136	173	148	168	151	128	123	168	189	152				
Sum af alle 34 PAH	4997	5322	5062	5137	5325	5132	5584	5673	5199	5685	5312	16649	16842	16613	16554	16476	16732	16644	11420	11139	18945	18735	15060				
Sum af 16 US-EPA PAH	4305	4563	4345	4402	4539	4409	4789	4873	4498	4932	4565	14434	14613	14431	14340	14317	14460	14432	9849	9636	16480	16182	13037	100	100		
Sum af 7 MST PAH	2283	2425	2310	2375	2432	2349	2585	2641	2387	2558	2435	8272	8393	8191	8127	8077	8213	8212	5621	5582	9235	9134	7393				
Sum af methylerede PAH	372	422	390	414	460	421	432	428	436	443	422	616	589	585	642	609	644	614	466	450	688	718	580				
Sum af tilsvarende "ren" PAH	809	826	796	785	826	802	840	850	777	941	825	2751	2714	2686	2693	2721	2729	2716	1936	1804	3005	2982	2431				
Forhold methylerede/"ren"PAH	0,46	0,51	0,49	0,53	0,56	0,53	0,51	0,50	0,56	0,47	0,51	0,22	0,22	0,22	0,24	0,22	0,24	0,23	0,24	0,25	0,23	0,24	0,24				
Forhold methylphenanthren /phenanthren	0,40	0,40	0,39	0,43	0,41	0,40	0,45	0,44	0,46	0,38	0,42	0,37	0,37	0,36	0,38	0,37	0,37	0,37	0,36	0,36	0,37	0,39	0,37				

DHI: PCB GC/MS-SIM
Metodens detektionsgrænse mht. PCB er 5 µg/kg TS

	Fælledparken																						% af total		
	H-F1-1						F2-1		F3-1		Gns.	H-T1-2						Gns.	T2 bld.prv		T6 bld.prv		Gns.	Fælled parken	Center for tegnsprog
	1	2	3	4	5	6	1	2	1	2		1	2	3	4	5	6		1	2	1	2			
Lab-mærkning	80-1a	80-1b	80-1c	80-1d	80-1e	80-1f	80-2a	80-2b	80-3a	80-3b		80-5a	80-5b	80-5c	80-5d	80-5e	80-5f		80-4a	80-4b	80-6a	80-6b			
CB 28	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,07	0,00	0,01	0,00	0,41	0,00	0,00	0,00	0,00	0,07	0,45	0,00	0,00	0,02	0,12	0	4
CB 52	0,21	0,07	0,13	0,24	0,06	0,09	0,12	0,31	0,26	0,36	0,19	0,11	0,52	0,32	0,34	0,27	0,24	0,30	0,40	0,13	0,16	0,35	0,26	2	8
CB 101	0,47	0,74	0,62	0,74	0,63	0,59	0,86	0,87	0,66	0,56	0,68	0,00	0,71	0,69	0,74	0,43	0,52	0,52	0,68	0,00	0,00	0,00	0,17	8	5
CB 118	0,37	0,58	0,60	0,65	0,38	0,45	0,45	0,31	0,38	0,41	0,46	0,12	0,58	0,42	0,67	0,14	0,28	0,37	0,55	0,00	0,00	0,13	0,17	5	5
CB 153	1,88	2,59	2,36	2,32	2,07	2,19	2,83	2,87	1,96	1,73	2,28	0,85	1,61	1,74	1,88	1,35	1,28	1,45	1,06	0,68	0,86	0,56	0,79	26	25
CB 138	3,13	3,66	3,49	3,48	3,02	3,33	4,24	3,74	3,07	3,08	3,42	1,56	1,87	1,82	1,99	1,34	1,53	1,68	1,45	0,86	0,84	1,20	1,09	39	34
CB 180	1,59	1,80	1,93	1,65	1,55	1,52	2,18	1,90	1,55	1,33	1,70	0,70	0,94	1,10	1,30	0,72	0,97	0,96	1,12	0,29	0,41	0,53	0,59	19	18
Sum af PCB	7,64	9,45	9,14	9,08	7,72	8,17	10,68	10,00	7,96	7,48	8,73	3,34	6,64	6,08	6,91	4,24	4,82	5,34	5,72	1,95	2,28	2,79	3,18	100	100

Alle 7 PCB kongener er påvist, men kan ikke kvantificeres, da de er under metodens detektionsgrænse
De angivne værdier må derfor kun betragtes som vejledende.

DHI: tungmetaller

ICP-AES

	As	Cu	Cr	Mo	Ni	Pb	Zn
	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES
	mg/kg TS	mg/kg TS	mg/kg TS	mg/kg TS	mg/kg TS	mg/kg TS	mg/kg TS
Prøvemærkning kunde							
H-T1-2 udføres 6 dobbelt	6,86	45,7	10,7	<0,5	15,2	165	104
H-T1-2 udføres 6 dobbelt	7,50	48,3	10,8	<0,5	17,8	187	109
H-T1-2 udføres 6 dobbelt	6,61	48,3	10,3	<0,5	15,2	178	112
H-T1-2 udføres 6 dobbelt	7,12	52,1	11,2	<0,5	15,2	196	118
H-T1-2 udføres 6 dobbelt	8,13	50,8	10,9	<0,5	16,5	192	114
H-T1-2 udføres 6 dobbelt	7,88	50,8	10,9	<0,5	16,5	217	111
Gennemsnit for Center for Tegnsprog	7	49	11	<0,5	16	189	111
bland pr. T2 udføres dobbelt	7,28	48,1	10,4	<0,5	15,3	153	96,2
bland pr. T2 udføres dobbelt	5,75	44,6	10,0	<0,5	15,3	154	91,5
bland pr. T6 udføres dobbelt	10,4	54,7	15,8	<0,5	18,2	288	130
bland pr. T6 udføres dobbelt	7,04	55,9	11,4	<0,5	13,4	296	114
Gennemsnit for blandeprøver fra Center	8	51	12	<0,5	16	223	108
H-F1-1 udføres 6 dobbelt	9,61	39,8	163	<0,5	28,1	48,0	184
H-F1-1 udføres 6 dobbelt	9,73	41,0	168	<0,5	27,0	49,2	183
H-F1-1 udføres 6 dobbelt	9,84	39,8	161	<0,5	27,0	48,0	184
H-F1-1 udføres 6 dobbelt	9,37	39,8	157	<0,5	25,8	46,9	178
H-F1-1 udføres 6 dobbelt	9,84	39,8	154	<0,5	27,0	46,9	176
H-F1-1 udføres 6 dobbelt	10,1	39,8	162	<0,5	27,0	49,2	180
F2-1 udføres dobbelt	11,2	42,7	190	<0,5	21,4	60,5	220
F2-1 udføres dobbelt	11,3	40,3	174	<0,5	22,5	57,0	204
F3-1 udføres dobbelt	10,6	35,3	149	<0,5	23,5	44,7	164
F3-1 udføres dobbelt	9,3	38,8	146	<0,5	23,5	43,5	159
Gennemsnit for Fælledparken	10	40	162	<0,5	25	49	183

Diffus forurennet jord/51498 BL 1 (17/7)

Modtaget på DHI d. 17. juli 2001

Name	Konc. (µg/kg TS)
CB 28	0,1
CB 52	0,4
CB 101	0,3
CB 118	0,2
CB 153	0,8
CB 138	1,0
CB 180	0,5
sum af 7 PCB	3,3

Metodens detektionsgrænse er 5 µg/kg TS

Alle 7 PCB kongener er påvist, men kan ikke kvantificeres, da de er under metodens detektionsgrænse

De angivne værdier må derfor kun betragtes som vejledende.

Name	Konc. (µg/kg TS)
Naphthalen	122
2-methylnaphthalen	53
1-methylnaphthalen	49
Biphenyl	15
1,5-Dimethylnaphthalen	28
Acenaphthylene	122
Acenaphthen	12
Dibenzofuran	32
2,3,5-Trimethylnaphthalen	33
Fluoren	23
1-Methylfluoren	9
Dibenzothiophen	32
Phenanthren	790
Anthracen	143
Carbazol	89
2-Methylphenanthren	123
2-Methylanthracen	32
1-Methylphenanthren	92
3,6-Dimethylnaphthalen	22
Fluoranthren	2180
Pyren	2029
Benzo(a)fluoren	205
1-Methylpyren	65
Benzo(a)anthracen	1013
Chrysen	1358
Benzo(b+k+j)fluoranthren	2801
Benzo(e)pyren	1263
Benzo(a)pyren	1742
Perylen	464
Indeno(1,2,3-cd)pyren	1197
Dibenzo(a,h)anthracen	191
Benzo(g,h,i)perylene	1734
Sum af 34 PAH	18062
Sum af 16 USEPA	16127
Sum af 7 MST	9124

Metodens detektionsgrænse er 3 µg/kg TS

Statistisk behandling af afprøvningsresultater

Statistisk behandling af afprøvningsresultater

Udført af DHI - Institut for Vand og Miljø

Indhold

1	STATISTISK DATABEHANDLING	77
1.1	METODEN	77
1.2	PLADSIHOMOGENITET	77
1.3	BLANDPRØVER	77
1.4	FORBEHANDLING	78
1.5	ANALYSEKVALITETEN	78
1.6	EKSTRAKTIONS BETINGELSER	78
1.7	GENFINDING	78
1.8	REFERENCER	79
	SAMMENDRAG AF DATABEHANDLING	80



Agern Allé 11
2970 Hørsholm

Tlf: 4516 9200
Fax: 4516 9292
Afd. fax: 4516 9292
E-mail: dhi@dhi.dk
Web: www.dhi.dk

1 Statistisk databehandling

1.1 Metoden

De værktøjer, der er benyttet til den statistiske databehandling, er beskrevet i /1/-/5/.

For analyseresultater under detektionsgrænsen er en værdi benyttet i de statistiske beregninger svarende til den halve detektionsgrænse. Dette princip til at talfæste en værdi af analyseresultater under detektionsgrænsen vil kunne påvirke de statistiske tests. Alternativt kunne resultaterne under detektionsgrænsen helt udgå af beregningerne.

For Arsen (As) er ingen statistiske tests gennemført, da alle analyseresultaterne med EDXRF-metoden giver resultater under den benyttede detektionsgrænse (20 mg/kg). Analyserne foretaget med ICP-AES på de to testarealer giver et gennemsnit på 7,4 mg/kg for Center for tegnsprog og 9,7 mg/kg for Fælledparken med varianskoefficienter på henholdsvis 8% og 3%. En oversigt over ICP-AES resultaterne er vedlagt i sammendrag

For de resterende metaller i undersøgelsen (chrom, nikkel, kobber, zink og bly) er pladsinhomogeniteten (6.1), blandprøve påvirkningen (6.2), forbehandlingen (6.3) og analysekvaliteten (6.4) undersøgt i regneark med det angivne nummer. Genfindingen af referencematerialer, præcisionen indenfor dag og mellem dage er beregnet med programmet MetVal (6.5).

Tilsvarende er undersøgt for PAH i 7.1 til 7.5. For PCB er undersøgt, hvordan ekstraktionsbetingelserne (7.4) påvirker resultatet, og hvorledes analysekvaliteten er i forhold til GC/MS-SIM (7.5).

1.2 Pladsinhomogenitet

Ved undersøgelsen af pladsinhomogenitet (6.1 og 7.1) var den generelle tendens (pånær bly), at analyseusikkerheden (fra dobbeltbestemmelsen) ikke kunne skelnes fra en eventuel pladsinhomogenitet. For bly var det muligt at dele en af pladserne (Center for tegnsprog) op i forskellige områder med ens niveau af bly-påvirkning.

Bestemmelsen af pladsinhomogeniteten (6.1) er kun foretaget på resultaterne fra punkterne T1, T2, T3, T6, T7 og T8, da der for disse er foretaget dobbeltbestemmelse for hver stikprøve. Resultaterne er derved bestemt med samme usikkerhed. Derfor indgår kun disse punkter i den statistiske test, hvorfor nøgletallene (gennemsnit, standardafvigelse, variationskoefficient og konfidensinterval) også er udregnet specielt for disse punkter. Til orientering er nøgletallene med alle analyseresultaterne også beregnet.

1.3 Blandprøver

I undersøgelsen af om analyseresultaterne påvirkes af, at der udtages stikprøver eller prøverne blandes (6.2 og 7.2), er benyttet, at pladsvariationen er fundet ikke-signifikant i forhold til analysevariationen. Derfor kan analyseresultaterne fra de

forskellige punkter indgå i samme test. For bly er de punkter, som er fundet parvis ens, testet sammen.

Generelt findes ikke forskel på det gennemsnitlige resultat af målinger på stikprøver og målinger på blandprøver. På grund af det mindre antal prøver, der indgår i målingerne for blandprøve, findes konfidensintervallet her større, og resultatet er altså mindre sikkert bestemt.

1.4 Forbehandling

Tendensen for de forbehandlede prøver (6.3 og 7.3) er, at gennemsnittet af analyseresultaterne ikke er identisk med analyseresultatet uden forbehandling. De forbehandlede prøver giver alle højere målinger, dog findes for PAH et lavere resultat. For chrom er de to gennemsnit fundet ens. Dette skyldes den store standardafvigelse specielt på prøverne med forbehandling.

1.5 Analysekvaliteten

Når analysekvaliteten sammenlignes mellem EDXRF og ICP-AES (6.4), er resultaterne og spredningen ved EDXRF-metoden fundet forskellig fra resultatet med ICP-AES for alle metallerne på prøverne fra Fælledparken. For prøverne fra området ved Center for tegnsprog findes for kobber og zink en forskel i gennemsnittet ved de to metoder. For metallerne nikkel og bly findes standardafvigelserne og gennemsnittene ens, mens for chrom findes standardafvigelserne forskellige men gennemsnittene ens.

1.6 Ekstraktionsbetingelser

Undersøgelser af ekstraktionsmetoden benyttet inden PAH og PCB analysen undersøges (7.4) viser, at ekstraktionsmetoden påvirker resultatet for PAH, mens resultatet for PCB ikke findes forskelligt fra de ubehandlede prøver. Dette resultat bygger på et begrænset antal analyser (4), hvorfor usikkerheden på denne vurdering er relativ stor.

Analyseresultaterne for PAH og PCB findes forskellige ved brug af immunoassay-metoden og GC/MS-SIM. Immunoassay-metoden finder lavere værdier for PAH og svingende værdier for PCB end GC/MS-SIM.

1.7 Genfinding

Genfindingen af udvalgte referencematerialer er udregnet med MetVal i metodevalideringsrapporten. Den indledende detektionsgrænse er udregnet på baggrund af de 6 dobbeltbestemmelser på referencematerialet. Detektionsgrænsen, nøjagtigheden og præcisionen er efterfølgende bestemt udfra dobbeltbestemmelser på 6 forskellige dage. Hvis standardafvigelsen er 0 mellem dagene skyldes det, at standardafvigelsen indenfor dagene, (repeterbarheden) er større end mellem dagene.

Generelt findes en højere detektionsgrænse end anvendt i resultaterne. For arsen og nikkel er detektionsgrænseregningerne baseret på QC-soil A, der har en certificeret værdi under detektionsgrænsen. I metodevalideringsrapporten er angivet test størrelsen Z i undersøgelsen af selektiviteten (Student t-test). Denne test størrelse viser, hvorvidt gennemsnittet af analyseresultaterne og den sande værdi er identisk. Sandsynligheden for at dette er opfyldt, er kun større end 85% for bly og zink og kun for analyse af CTA-FFA-1.

For tørstof og glødetab findes, at pladsvariationen ikke er signifikant i forhold til variationen indenfor de enkelte punkter. Det er ikke muligt, at udregne en variation indenfor stikprøver da der ikke er udført dobbeltbestemmelse på prøverne. Endvidere findes at hverken spredning eller gennemsnit på blandprøverne kan skelnes fra gennemsnittet på stikprøverne.

1.8 Referencer

- /1/ Håndbog i metodevalidering for miljølaboratorier. VKI. Miljøstyrelsens referencelaboratorium. December 1994
- /2/ DS/ISO 2854 Statistisk fortolkning af data. Dansk Standard. 1980
- /3/ DS/ISO 2602 Statistisk fortolkning af prøvningsresultater. Dansk Standard. 1981
- /4/ Introduktion til statistik. DTU. K. Condradsen. 1984
- /5/ Design and Analysis of Experiments. John Wiely & Sons, Inc. D. C. Montgomery. 4.ed 1997

2 Sammenlægning af databehandling

Sammenlægning af resultaterne fundet ved statistiske test

6.1 Pladsinhomogenitet Metode: EDXRF Prøvetagningsareal: Center for tegnsprog

Nøgletal fra T1, T2, T3, T6, T7 og T8

		Chrom	Nikkel	Kobber	Zink	Bly
Gennemsnit af plads	mg/kg	19,2	11,5	273,0	166,8	*
Standardafvigelse	mg/kg	9,1	6,9	234,2	102,1	
Varianskoefficient (CV)		47%	60%	86%	61%	
Antal målinger		36	36	4	36	
Konfidensinterval	mg/kg	3,0	2,3	229,5	33,3	

Nøgletal for hele pladsen

		Chrom	Nikkel	Kobber	Zink	Bly
Gennemsnit af plads	mg/kg	20,8	12,5	148,6	158,0	*
Standardafvigelse	mg/kg	8,8	6,6	172,5	95,4	
Varianskoefficient (CV)		42%	53%	116%	60%	
Antal målinger		42	42	10	42	
Konfidensinterval	mg/kg	2,7	2,0	106,9	28,8	

* Pladsen blev fundet inhomogen, derfor udregnes gennemsnit ikke for bly.

		Chrom	Nikkel	Kobber	Zink	Bly
Er variationen på pladsen fundet signifikant		Nej	Nej	Nej	Nej	Ja*

* Ved at sammenligne gennemsnittene for de forskellige punkter findes at T1 og T2, T6 og T7 samt T7 og T8 er parvis ens.

6.1 Pladsinhomogenitet Metode: EDXRF Prøvetagningsareal: Fælledparken

Nøgletal

		Chrom	Nikkel	Kobber	Zink	Bly
gennemsnit af plads	mg/kg	170,9	5,7	38,7	165,7	43,7
Standardafvigelse	mg/kg	30,0	4,2	6,8	18,5	6,5
Varianskoefficient (CV)		18%	73%	18%	11%	15%
Antal målinger		18	18	18	18	18
Konfidensinterval	mg/kg	13,9	1,9	3,1	8,5	3,0

		Chrom	Nikkel	Kobber	Zink	Bly
Er variationen på pladsen fundet signifikant		Nej	Nej	Nej	Nej	Nej

6.2 Blandprøve Metode: EDXRF Prøvetagningsareal: Center for tegnsprog

Nøgletal

		Chrom		Nikkel		Kobber		Zink		Bly	
		Stikprøver	Blandprøver	Stikprøver	Blandprøver	Stikprøver	Blandprøver	Stikprøver	Blandprøver	Stikprøver	Blandprøver
Gennemsnit	mg/kg	19,2	16,6	11,5	12,8	30,3	65,5	166,8	186,0	171,5	192,0
Standardafvigelse	mg/kg	9,1	9,9	6,9	6,0	110,8	11,7	102,1	71,3	30,7	12,3
Varianskoefficient (CV)		47%	60%	60%	47%	365%	18%	61%	38%	18%	6%
Antal målinger (n)		36	12	36	12	36	12	36	12	12	4
Konfidensinterval	mg/kg	3,0	5,6	2,3	3,4	36,2	6,6	33,3	40,3	17,4	12,0

Er standardafvigelserne fundet ens

Ja

Ja

Nej *

Ja

Ja **

Er gennemsnittet fundet ens

Ja

Ja

Ja

Ja

Ja **

* Hvis T3-1 (562 mg/kg) udelukkes vil standardafvigelserne findes ens.

** Standardafvigelserne for T1 og T2, T6 og T8 samt T7 og T8 findes ens. Gennemsnittene for T1 og T2, T6 og T8 samt T7 og T8 findes ens.

Sammendrag af resultaterne fundet ved statistiske test

6.3 Forbehandling

Metode: EDXRF

Prøvetagningsareal:

Center for tegnsprog

Nøgletal

		Chrom Uden Forbehand.	Med forbehand.	Nikkel Uden Forbehand.	Med forbehand.	Kobber Uden Forbehand.	Med forbehand.	Zink Uden Forbehand.	Med forbehand.	Bly Uden Forbehand.	Med forbehand.
Gennemsnit	mg/ kg	11,2	18,0	16,8	31,8	64,5	140,8	143,5	271,8	203,0	410,3
Standardafvigelse	mg/ kg	9,6	20,5	1,0	0,8	2,1	16,8	7,7	16,3	9,6	26,5
Varianskoefficient (CV)		86%	114%	6%	3%	3%	12%	5%	6%	5%	6%
Antal målinger (n)		6	6	6	5	6	6	6	6	6	6
Konfidensinterval	mg/ kg	7,6	16,4	0,8	0,7	1,7	13,4	6,2	13,1	7,7	21,2
Er standardafvigelse fundet ens		Nej		Ja		Nej		Ja		Nej	
Er gennemsnittet fundet ens		Ja		Nej		Nej		Nej		Nej	

6.4 Analysekvalitet

Prøvetagningsareal:

Center for tegnsprog

Nøgletal

		Chrom EDXRF	ICP-AES	Nikkel EDXRF	ICP-AES	Kobber EDXRF	ICP-AES	Zink EDXRF	ICP-AES	Bly EDXRF	ICP-AES
Gennemsnit	mg/ kg	11,2	10,8	16,8	16,1	64,5	49,3	143,5	111,3	203,0	189,2
Standardafvigelse	mg/ kg	9,6	0,3	1,0	1,1	2,1	2,3	7,7	4,7	9,6	17,6
Varianskoefficient (CV)		86%	3%	6%	7%	3%	5%	5%	4%	5%	9%
Antal målinger (n)		6	6	6	6	6	6	6	6	6	6
Konfidensinterval	mg/ kg	7,65	0,24	0,79	0,85	1,66	1,87	6,19	3,78	7,71	14,06
Er standardafvigelse fundet ens		Nej		Ja		Ja		Ja		Ja	
Er gennemsnittet fundet ens		Ja		Ja		Nej		Nej		Ja	

6.4 Analysekvalitet

Prøvetagningsareal:

Fælledparken

Nøgletal

		Chrom EDXRF	ICP-AES	Nikkel EDXRF	ICP-AES	Kobber EDXRF	ICP-AES	Zink EDXRF	ICP-AES	Bly EDXRF	ICP-AES
Gennemsnit	mg/ kg	175,5	160,8	9,0	27,0	42,0	40,0	162,5	180,8	41,2	48,0
Standardafvigelse	mg/ kg	21,4	4,9	5,2	0,7	5,4	0,5	14,5	3,4	5,9	1,0
Varianskoefficient (CV)		12%	3%	58%	3%	13%	1%	9%	2%	14%	2%
Antal målinger (n)		6	6	6	6	6	6	6	6	6	6
Konfidensinterval	mg/ kg	17,1	3,9	4,2	0,6	4,4	0,4	11,6	2,7	4,7	0,8
Er standardafvigelse fundet ens		Nej		Nej		Nej		Nej		Nej	
Er gennemsnittet fundet ens		Nej		Nej		Nej		Nej		Nej	

Sammendrag af resultaterne fundet ved statistiske test

7.1 Pladsinhomogenitet

Metode: immunoassay

Prøvetagningsareal:

Center for tegnsprog

Nøgletal fra T1, T2, T3, T6, T7 og T8

		PAH
Gennemsnit af plads	mg/kg	2,5
Standardafvigelse	mg/kg	1,4
Varianskoefficient (CV)		56%
Antal målinger		36
Konfidensinterval	mg/kg	0,45

Nøgletal for hele pladsen

		PAH
gennemsnit af plads	mg/kg	3,5
Standardafvigelse	mg/kg	2,5
Varianskoefficient (CV)		72%
Antal målinger		42
Konfidensinterval	mg/kg	0,77

Er variationen på pladsen fundet si Nej

7.1 Pladsinhomogenitet

Metode: immunoassay

Prøvetagningsareal:

Fælledparken

Nøgletal

		PAH
Gennemsnit af plads	mg/kg	1,2
Standardafvigelse	mg/kg	2,4
Varianskoefficient (CV)		199%
Antal målinger		9
Konfidensinterval	mg/kg	1,6

Er variationen på pladsen fundet si Nej

7.2 Blandprøve

Metode: immunoassay

Prøvetagningsareal:

Center for tegnsprog

Nøgletal

		PAH	
		Stikprøver	Blandprøver
Gennemsnit	mg/kg	2,5	4,1
Standardafvigelse	mg/kg	1,4	3,8
Varianskoefficient (CV)		56%	93%
Antal målinger (n)		36	12
Konfidensinterval	mg/kg	0,45	2,16

Er standardafvigelserne fundet ens Nej

Er gennemsnittet fundet ens Ja

Sammendrag af resultaterne fundet ved statistiske test

7.3 Forbehandling

Metode: immunoassay

Prøvetagningsareal:

Center for tegnsprog

Nøgletal		PAH	
		Uden	Med
		Forbehand.	forbehand.
Gennemsnit	mg/ kg	6,6	4,4
Standardafvigelse	mg/ kg	1,9	1,2
Varianskoefficient (CV)		29%	28%
Antal målinger (n)		6	6
Konfidensinterval	mg/ kg	1,5	1,0

Forbehandling i form af nedknusning og

Er standardafvigelserne fundet	Ja
Er gennemsnittet fundet	Nej

7.4 Ekstraktionsbetingelser

Metode: immunoassay

Prøvetagningsareal:

Center for tegnsprog

Nøgletal		PAH		PCB	
		Uden	Med	Uden	Med
		Forbehand.	forbehand.	Forbehand.	forbehand.
Gennemsnit	mg/ kg	6,6	13,9	0,0077	0,0089
Standardafvigelse	mg/ kg	1,9	2,0	0,0012	0,0008
Varianskoefficient (CV)		29%	15%	15%	9%
Antal målinger (n)		6	6	4	4
Konfidensinterval	mg/ kg	1,5	1,6	0,00116	0,00079
Er standardafvigelserne fundet		Ja		Ja	
Er gennemsnittet fundet		Nej		Ja	

7.5 Analysekvalitet

Prøvetagningsareal:

Center for tegnsprog

Nøgletal		PAH		PCB	
		immunoassay	GC/MS-SIM	immunoassay	GC/MS-SIM
Gennemsnit	mg/kg	6,6	8,2	0,0086	0,0053
Standardafvigelse	mg/kg	1,9	0,11	0,0007	0,0014
Varianskoefficient (CV)		29%	1%	8%	27%
Antal målinger (n)		6	6	6	6
Konfidensinterval	mg/kg	1,5	0,09	0,0005	0,0012
Er standardafvigelserne fundet ens		Nej		Ja	
Er gennemsnittet fundet ens		Nej		Nej	

7.5 Analysekvalitet

Prøvetagningsareal:

Fælledparken

Nøgletal		PAH		PCB	
		immunoassay	GC/MS-SIM	immunoassay	GC/MS-SIM
Gennemsnit	mg/kg	2,1	2,4	0,0060	0,0085
Standardafvigelse	mg/kg	0,52	0,06	0,0016	0,0008
Varianskoefficient (CV)		25%	3%	26%	9%
Antal målinger (n)		6	6	6	6
Konfidensinterval	mg/kg	0,41	0,05	0,0013	0,0006
Er standardafvigelserne fundet ens		Nej		Ja	
Er gennemsnittet fundet ens		Nej		Nej	

Tørstof og glødetab

Pladsinhomogenitet

Nøgletal	Center for tegnsprog		Fælledparken	
	TS	GT	TS	GT
	g/kg	g/kg TS	g/kg	g/kg TS
gennemsnit af plads	832	53,7	846	53
Standardafvigelse	21	14,6	10	8
Varianskoefficient (CV)	3%	27%	1%	15%
Konfidensinterval	8,5	5,8	9,0	9,0
Er variationen på pladsen fundet si	Nej	Nej	Nej	Nej

Blandprøver

Nøgletal	TS		GT	
	Stikprøver	Blandprøver	Stikprøver	Blandprøver
Gennemsnit	828,3	836,2	54,3	55,4
Standardafvigelse	20,8	25,0	11,7	20,2
Varianskoefficient (CV)	3%	3%	21%	36%
Antal målinger (n)	18	6	18	6
Konfidensinterval	9,6	20,0	5,4	16,2
Er standardafvigelserne fundet ens	Ja		Ja	
Er gennemsnittet fundet ens	Ja		Ja	

Analyserapport fra TI

Resultater

TABEL. Resultater af EDXRF, sag: Niras A/S Kasse 1. Alle resultater i mg/kg tør jord.

Rå-jord Kop		Mærke	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Pb
1	T1-1		32 ± 5	21 ± 1	62 ± 3	130 ± 7	< 20	< 10	168 ± 9
2	T1-1		21 ± 5	24 ± 2	60 ± 3	133 ± 7	< 20	< 10	251 ± 13
3	T1-2		22 ± 5	18 ± 1	64 ± 3	116 ± 6	< 20	< 10	162 ± 9
4	T1-2		12 ± 4	< 5	51 ± 3	113 ± 6	< 20	< 10	171 ± 9
5	T1-3		28 ± 6	30 ± 2	70 ± 4	167 ± 9	< 20	< 10	184 ± 10
6	T1-3		< 10	< 5	< 5	113 ± 6	< 20	< 10	146 ± 8
7	T2-1		< 10	< 5	28 ± 2	137 ± 7	< 20	< 10	149 ± 8
8	T2-1		< 10	< 5	50 ± 4	127 ± 7	< 20	< 10	134 ± 7
9	T2-2		< 10	< 5	< 5	100 ± 5	< 20	< 10	172 ± 9
10	T2-2		23 ± 5	17 ± 1	65 ± 3	117 ± 6	< 20	< 10	207 ± 11
11	T2-3		24 ± 5	16 ± 1	55 ± 3	118 ± 6	< 20	< 10	163 ± 8
12	T2-3		19 ± 5	14 ± 1	56 ± 3	119 ± 6	< 20	< 10	156 ± 8
13	T3-1		19 ± 6	13 ± 1	72 ± 4	153 ± 8	< 20	< 10	220 ± 11
14	T3-1		21 ± 5	< 5	562 ± 29	157 ± 12	< 20	< 10	255 ± 14
15	T3-2		< 10	< 5	49 ± 3	134 ± 7	< 20	< 10	187 ± 10

Reg. nr. III/3 / vni 2001-08-13

TABEL. Resultater af EDXRF, sag: Niras A/S Kasse 2. Alle resultater i mg/kg tørjord.

Kop Nr.	Mærke Råjord	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Pb
1	T3-2	31 ± 3	18 ± 1	76 ± 4	179 ± 9	< 20	< 10	221 ± 11
2	T3-3	37 ± 5	15 ± 1	71 ± 4	536 ± 28	< 20	< 10	185 ± 10
3	T3-3	23 ± 5	13 ± 1	75 ± 4	245 ± 13	< 20	< 10	202 ± 10
4	T4-1	33 ± 3	17 ± 1	62 ± 3	123 ± 6	< 20	< 10	177 ± 9
5	T4-2	27 ± 6	17 ± 1	71 ± 4	156 ± 8	< 20	< 10	197 ± 10
6	T4-3	23 ± 5	15 ± 1	64 ± 3	131 ± 7	< 20	< 10	189 ± 10
7	T5-1	23 ± 3	14 ± 1	71 ± 4	146 ± 8	< 20	< 10	278 ± 14
8	T5-2	23 ± 5	17 ± 1	67 ± 4	129 ± 7	< 20	< 10	218 ± 11
9	T5-3	25 ± 5	12 ± 1	59 ± 3	104 ± 6	< 20	< 10	238 ± 12
10	T6-1	19 ± 4	9 ± 1	58 ± 3	125 ± 7	< 20	< 10	268 ± 14
11	T6-1	19 ± 2	12 ± 1	65 ± 3	132 ± 7	< 20	< 10	289 ± 15
12	T6-2	28 ± 4	< 5	64 ± 3	130 ± 7	< 20	< 10	301 ± 16
13	T6-2	23 ± 5	13 ± 1	71 ± 4	135 ± 7	< 20	< 10	324 ± 17
14	T6-3	19 ± 5	10 ± 1	65 ± 3	94 ± 5	< 20	< 10	266 ± 14
15	T6-3	22 ± 5	13 ± 1	68 ± 4	129 ± 7	< 20	< 10	299 ± 16

Reg. nr. 11173 / 29 2001-08-14

TABEL. Resultater af EDXRF, sag: Niras A/S kasse 3. Alle resultater i mg/kg tør jord.

Kop Nr.	Mærke Rajord	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Pb
1	T7-1	29 ± 6	14 ± 1	82 ± 4	145 ± 8	< 20	< 10	311 ± 16
2	T7-1	22 ± 4	< 5	74 ± 4	135 ± 7	< 20	< 10	311 ± 16
3	T7-2	18 ± 5	< 5	70 ± 4	496 ± 25	< 20	< 10	374 ± 19
4	T7-2	< 10	14 ± 1	71 ± 4	427 ± 22	< 20	< 10	293 ± 15
5	T7-3	14 ± 3	10 ± 1	74 ± 4	147 ± 8	< 20	< 10	352 ± 18
6	T7-3	28 ± 6	13 ± 1	74 ± 4	139 ± 7	< 20	< 10	344 ± 18
7	T8-1	< 10	11 ± 1	76 ± 4	119 ± 6	< 20	< 10	300 ± 16
8	T8-1	26 ± 2	19 ± 2	85 ± 5	142 ± 8	< 20	< 10	348 ± 18
9	T8-2	19 ± 4	11 ± 1	71 ± 4	128 ± 7	< 20	< 10	284 ± 27
10	T8-2	27 ± 5	15 ± 1	81 ± 4	158 ± 8	< 20	< 10	324 ± 17
11	T8-3	< 10	14 ± 1	73 ± 4	182 ± 10	< 20	< 10	340 ± 17
12	T8-3	27 ± 5	12 ± 1	68 ± 4	147 ± 8	< 20	< 10	282 ± 16

Reg. nr. 11173 / vni 2001-08-15

TABEL. Resultater af EDXRF, sag: Niras A/S Kasse 4. Alle resultater i mg/kg tør jord.

Kop Nr.	Mærke Råjord	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Pb
1	F1-2	202 ± 13	< 5	40 ± 2	185 ± 10	< 20	< 10	45 ± 3
2	F1-1	164 ± 12	< 5	33 ± 2	163 ± 9	< 20	< 10	43 ± 3
3	F1-3	188 ± 13	< 5	52 ± 3	183 ± 10	< 20	< 10	45 ± 3
4	F2-1	166 ± 11	< 5	37 ± 2	166 ± 9	< 20	< 10	40 ± 2
5	F2-2	151 ± 11	< 5	37 ± 2	124 ± 7	< 20	< 10	30 ± 3
6	F2-3	160 ± 11	< 5	37 ± 2	176 ± 9	< 20	< 10	50 ± 3
7	F3-1	104 ± 11	< 5	19 ± 2	132 ± 7	< 20	< 10	37 ± 2
8	F3-2	205 ± 14	11 ± 1	43 ± 2	185 ± 10	< 20	< 10	48 ± 3
9	F3-3	227 ± 14	12 ± 1	47 ± 3	184 ± 10	< 20	< 10	57 ± 3

Reg. nr. 11173 / vni 2001-08-16

TABEL. Resultater af EDXRF, sag: Niras A/S Kasse 5. Alle resultater i mg/kg tør jord.

Kop Nr.	Mærke Blandingsprøve	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Pb
1	1 T1	29 ± 6	23 ± 2	68 ± 4	166 ± 9	< 20	< 10	197 ± 10
2	1 T1	24 ± 4	18 ± 1	68 ± 4	163 ± 9	< 20	< 10	207 ± 11
3	2 T2	< 10	17 ± 1	65 ± 3	133 ± 7	< 20	< 10	181 ± 9
4	2 T2	32 ± 6	17 ± 1	60 ± 3	125 ± 6	< 20	< 10	183 ± 10
5	3 T3	14 ± 5	10 ± 1	62 ± 3	208 ± 11	< 20	< 10	211 ± 11
6	3 T3	< 10	14 ± 1	70 ± 4	210 ± 11	< 20	< 10	207 ± 11
7	6 T6	19 ± 4	12 ± 1	65 ± 3	130 ± 7	< 20	< 10	306 ± 16
8	6 T6	15 ± 5	11 ± 1	67 ± 4	131 ± 7	< 20	< 10	312 ± 16
9	7 T7	23 ± 5	< 5	72 ± 4	286 ± 15	< 20	< 10	300 ± 15
10	7 T7	< 10	< 5	33 ± 3	359 ± 19	< 20	< 10	300 ± 15
11	8 T8	23 ± 5	13 ± 1	76 ± 4	158 ± 8	< 20	< 10	344 ± 18
12	8 T8	< 10	14 ± 1	80 ± 4	163 ± 8	< 20	< 10	370 ± 19
13	Stikprøve ubeh. H-TI-2	< 10	16 ± 1	63 ± 3	144 ± 8	< 20	< 10	204 ± 11
14	H-TI-2	24 ± 4	18 ± 1	66 ± 4	146 ± 8	< 20	< 10	209 ± 11
15	H-TI-2	< 10	18 ± 1	64 ± 3	143 ± 8	< 20	< 10	206 ± 11

Reg. nr. III73 / vni 2001-08-16

TABEL. Resultater af EDXRF, sag: Niras A/S Kasse 6. Alle resultater i mg/kg tør jord.

Kop Nr.	Mærke Stikprøve	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Pb
1	H-T1-2 ubeh.	< 10	17 ± 1	63 ± 3	130 ± 7	< 20	< 10	188 ± 14
2	H-T1-2 ubeh.	23 ± 5	16 ± 1	68 ± 4	154 ± 8	< 20	< 10	215 ± 11
3	H-T1-2 ubeh.	< 10	16 ± 1	63 ± 3	144 ± 8	< 20	< 10	196 ± 10
4	H-T1-2 forb.	< 10	33 ± 3	152 ± 8	280 ± 15	< 20	< 10	419 ± 22
5	H-T1-2 forb.	50 ± 11	32 ± 2	145 ± 8	284 ± 15	< 20	< 10	433 ± 23
6	H-T1-2 forb.	38 ± 10	31 ± 3	137 ± 7	266 ± 14	< 20	< 10	414 ± 22
7	H-T1-2 forb.	< 10	< 5	109 ± 6	241 ± 13	< 20	< 10	358 ± 19
8	H-T1-2 forb.	< 10	31 ± 2	155 ± 8	281 ± 15	< 20	< 10	415 ± 22
9	H-T1-2 forb.	< 10	32 ± 2	147 ± 8	279 ± 15	< 20	< 10	423 ± 22
10	QC-LOAM SOIL A	34 ± 6	< 5	24 ± 2	71 ± 4	< 20	< 10	37 ± 2
11	QC-LOAM SOIL A	34 ± 6	< 5	22 ± 1	68 ± 4	< 20	< 10	33 ± 2
12	QC-LOAM SOIL A	< 10	< 5	23 ± 1	69 ± 4	< 20	< 10	38 ± 2
13	QC-LOAM SOIL A	< 10	< 5	11 ± 1	59 ± 3	< 20	< 10	25 ± 2
14	QC-LOAM SOIL A	25 ± 3	< 5	19 ± 2	69 ± 4	< 20	< 10	33 ± 2
15	QC-LOAM SOIL A	< 10	< 5	19 ± 2	65 ± 4	< 20	< 10	38 ± 2

Reg. nr. 11173 / vni 2001-08-17

TABEL. Resultater af EDXRF, sag: Niras A/S Kasse 7. Alle resultater i mg/kg tør jord.

Råjord + stikprøver Kop Nr.	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Pb
1 f1-1	122 ± 14	< 5	33 ± 2	155 ± 8	< 20	< 10	46 ± 3
2 f1-2	197 ± 12	< 5	39 ± 2	185 ± 10	< 20	< 10	42 ± 3
3 f1-3	161 ± 12	< 5	38 ± 2	156 ± 8	< 20	< 10	43 ± 3
4 f2-1	188 ± 11	10 ± 1	45 ± 2	180 ± 9	< 20	< 10	53 ± 3
5 f2-2	195 ± 18	11 ± 1	42 ± 2	172 ± 9	< 20	< 10	47 ± 3
6 f2-3	158 ± 11	11 ± 1	41 ± 2	172 ± 9	< 20	< 10	44 ± 2
7 f3-1	155 ± 11	< 5	37 ± 2	147 ± 8	< 20	< 10	33 ± 2
8 f3-2	176 ± 12	9 ± 1	39 ± 2	167 ± 9	< 20	< 10	42 ± 2
9 f3-3	158 ± 11	11 ± 1	38 ± 2	151 ± 8	< 20	< 10	42 ± 2
10 H-F1-1	202 ± 14	11 ± 1	45 ± 3	177 ± 9	< 20	< 10	47 ± 3
11 H-F1-1	167 ± 11	12 ± 1	40 ± 2	137 ± 7	< 20	< 10	31 ± 3
12 H-F1-1	185 ± 12	15 ± 1	47 ± 3	171 ± 9	< 20	< 10	41 ± 3
13 H-F1-1	194 ± 14	11 ± 1	48 ± 3	172 ± 9	< 20	< 10	41 ± 2
14 H-F1-1	149 ± 13	< 5	35 ± 2	160 ± 8	< 20	< 10	40 ± 2
15 H-F1-1	156 ± 12	< 5	37 ± 2	158 ± 8	< 20	< 10	47 ± 3

Reg. nr. III73 / vni 2001-08-23

TABEL. Resultater af EDXRF, sag: Niras A/S Kasse 7. Alle resultater i mg/kg tør jord.

Råjord + stikprøver Kop Nr.	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Pb
1 f1-1	122 ± 14	< 5	33 ± 2	155 ± 8	< 20	< 10	46 ± 3
2 f1-2	197 ± 12	< 5	39 ± 2	185 ± 10	< 20	< 10	42 ± 3
3 f1-3	161 ± 12	< 5	38 ± 2	156 ± 8	< 20	< 10	43 ± 3
4 f2-1	188 ± 11	10 ± 1	45 ± 2	180 ± 9	< 20	< 10	53 ± 3
5 f2-2	195 ± 18	11 ± 1	42 ± 2	172 ± 9	< 20	< 10	47 ± 3
6 f2-3	158 ± 11	11 ± 1	41 ± 2	172 ± 9	< 20	< 10	44 ± 2
7 f3-1	155 ± 11	< 5	37 ± 2	147 ± 8	< 20	< 10	33 ± 2
8 f3-2	176 ± 12	9 ± 1	39 ± 2	167 ± 9	< 20	< 10	42 ± 2
9 f3-3	158 ± 11	11 ± 1	38 ± 2	151 ± 8	< 20	< 10	42 ± 2
10 H-F1-1	202 ± 14	11 ± 1	45 ± 3	177 ± 9	< 20	< 10	47 ± 3
11 H-F1-1	167 ± 11	12 ± 1	40 ± 2	137 ± 7	< 20	< 10	31 ± 3
12 H-F1-1	185 ± 12	15 ± 1	47 ± 3	171 ± 9	< 20	< 10	41 ± 3
13 H-F1-1	194 ± 14	11 ± 1	48 ± 3	172 ± 9	< 20	< 10	41 ± 2
14 H-F1-1	149 ± 13	< 5	35 ± 2	160 ± 8	< 20	< 10	40 ± 2
15 H-F1-1	156 ± 12	< 5	37 ± 2	158 ± 8	< 20	< 10	47 ± 3

Reg. nr. III73 / vni 2001-08-23

TABEL. Resultater af EDXRF, sag: Niras A/S Ref. 21/8. Alle resultater i mg/kg tør jord.

Kop	Mærke	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Pb
1	QC Loam	< 10	< 5	12 ± 1	71 ± 4	< 20	< 10	41 ± 2
2	do	31 ± 8	< 5	26 ± 2	63 ± 4	< 20	< 10	37 ± 2
3	do	15 ± 3	< 5	20 ± 1	51 ± 3	< 20	< 10	26 ± 2
4	CTA-FFA-1	158 ± 17	75 ± 5	157 ± 9	633 ± 33	44 ± 6	< 10	396 ± 21
5	do	150 ± 14	56 ± 6	152 ± 9	636 ± 33	64 ± 6	< 10	392 ± 20
6	do	113 ± 15	52 ± 5	139 ± 8	538 ± 28	33 ± 4	< 10	340 ± 19

Reg. nr. 11173 / vni 2001-08-23

TABEL. Resultater af EDXRF, sag: Niras A/S Ref. 22/8. Alle resultater i mg/kg.

Kop Nr.	Mærke	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Pb
1	QC Loam	< 10	< 5	19 ± 1	57 ± 3	< 20	< 10	25 ± 2
2	do	< 10	< 5	26 ± 2	69 ± 4	< 20	< 10	47 ± 3
3	do	< 10	< 5	18 ± 1	70 ± 4	< 20	< 10	38 ± 2
4	CTA-FFA-1	142 ± 12	74 ± 5	156 ± 8	600 ± 31	65 ± 9	< 10	363 ± 19
5	do	140 ± 16	72 ± 5	146 ± 8	579 ± 31	65 ± 14	< 10	332 ± 18
6	do	153 ± 17	72 ± 5	156 ± 8	635 ± 33	46 ± 5	< 10	396 ± 21

Reg. nr. 11173 / vni 2001-08-23

TABEL. Resultater af EDXRF, sag: Niras A/S ref.23/8. Alle resultater i mg/kg.

Kop	Mærke	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Pb
1	QC-Loam	36 ± 4	< 5	19 ± 1	71 ± 4	< 20	< 10	37 ± 2
2	do	< 10	< 5	12 ± 1	66 ± 4	< 20	< 10	34 ± 2
3	do	< 10	< 5	20 ± 1	73 ± 4	< 20	< 10	39 ± 3
4	CTA-FFA-1	142 ± 18	75 ± 5	160 ± 9	563 ± 29	34 ± 5	< 10	353 ± 19
5	do	143 ± 18	73 ± 5	157 ± 8	617 ± 32	61 ± 7	< 10	382 ± 20
6	do	167 ± 20	79 ± 5	161 ± 9	624 ± 32	60 ± 8	< 10	384 ± 20

Reg. nr. III173 / vni 2001-08-28

TABEL. Resultater af EDXRF, sag: Niras A/S ref.27/8. Alle resultater i mg/kg.

Kop	Mærke	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Pb
1	QC Loam	< 10	< 5	< 5	52 ± 3	< 20	< 10	22 ± 2
2	do	35 ± 3	< 5	16 ± 1	66 ± 4	< 20	< 10	40 ± 2
3	do	< 10	< 5	15 ± 1	62 ± 3	< 20	< 10	32 ± 2
4	CTA-FFA-1	150 ± 15	74 ± 5	156 ± 8	528 ± 28	35 ± 19	< 10	336 ± 20
5	do	142 ± 12	62 ± 4	134 ± 7	456 ± 25	< 20	< 10	295 ± 15
6	do	149 ± 13	41 ± 6	141 ± 9	506 ± 27	62 ± 21	< 10	331 ± 20

Reg. nr. III173 / vni 2001-08-28

TABEL. Resultater af EDXRF, sag: Niras A/S Ref.28/8. Alle resultater i mg/kg.

Kop	Mærke	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Pb
1	QM Loam	25 ± 7	< 5	17 ± 1	63 ± 4	< 20	< 10	29 ± 2
2	do	31 ± 6	< 5	27 ± 2	65 ± 4	< 20	< 10	26 ± 2
3	do	< 10	< 5	< 5	60 ± 3	< 20	< 10	32 ± 2
4	CTA-FFA-1	139 ± 16	51 ± 8	136 ± 8	581 ± 30	86 ± 14	< 10	364 ± 19
5	do	146 ± 16	72 ± 5	156 ± 9	608 ± 31	< 20	< 10	374 ± 20
6	do	136 ± 16	35 ± 10	140 ± 11	620 ± 32	43 ± 5	< 10	388 ± 20

Reg. nr. III173 / vni 2001-08-29

TABEL. Resultater af EDXRF, sag: Niras A/S Ref.28/8. Alle resultater i mg/kg.

Kop	Mærke	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Pb
1	QC Loam	< 10	< 5	20 ± 1	70 ± 4	< 20	< 10	37 ± 2
2	do	23 ± 5	< 5	17 ± 1	70 ± 4	< 20	< 10	38 ± 2
3	do	< 10	< 5	18 ± 1	71 ± 4	< 20	< 10	34 ± 2
4	CTA-FFA-1	155 ± 17	79 ± 5	165 ± 9	640 ± 33	34 ± 6	< 10	393 ± 21
5	do	145 ± 15	69 ± 5	107 ± 8	604 ± 31	60 ± 6	< 10	372 ± 19
6	do	152 ± 16	82 ± 5	163 ± 9	625 ± 32	28 ± 7	< 10	381 ± 20

Reg. nr. III173 / vni 2001-08-29



TEKNOLOGISK
INSTITUT

NIRAS A/S
att. Jacqueline Anne Falkenberg
Sortemosevej 2
3450 Allerød

NIRAS		
Dirk.	Bem. af	Kopi
	07 SEP. 2001	
	Sag nr.	
	Arkiv	

Teknologiparken
Kongsvang Allé 29
DK-8000 Århus C
Telefon 72 20 10 00
Telefax 72 20 10 19
info@teknologisk.dk
www.teknologisk.dk

6. september 2001
11173-1_vni

EDXRF-screening af jord for tungmetaller

Herved et eksempel på den kasse referencer og analyser på samme, som køres jævnlgt.

Der er resultater fra en testkørsel slut august 2001 samt et skema med certifikatværdier for prøverne.

Dette som et lille tillæg til det afleverede.

Med venlig hilsen
Kemiteknik


Vagn Nielsen
Akademingenør

TABEL. Resultater af EDXRF, sag: BCR-ref. Alle resultater i mg/kg tør prøve.

PRØVE	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Hg	Pb
BCR141	79 ± 9	23 ± 2	44 ± 3	92 ± 5	< 20	< 10	< 5	24 ± 2
BCR142	87 ± 5	21 ± 2	38 ± 2	97 ± 5	< 20	< 10	< 5	33 ± 2
BCR143	226 ± 19	87 ± 5	229 ± 12	1218 ± 63	< 20	< 10	< 5	1300 ± 67
BCR144	515 ± 30	1121 ± 58	633 ± 33	3078 ± 157	< 20	< 10	< 5	472 ± 24
BCR145	120 ± 9	42 ± 3	388 ± 20	2889 ± 148	< 20	< 10	< 5	321 ± 17
BCR146	695 ± 41	273 ± 15	703 ± 37	3388 ± 177	< 20	< 10	< 5	1017 ± 54
NBS1633	208 ± 19	71 ± 6	121 ± 7	217 ± 12	190 ± 12	< 10	< 5	65 ± 4
HG1	55 ± 12	24 ± 2	67 ± 4	250 ± 13	< 20	< 10	126 ± 7	38 ± 3
HG2	42 ± 4	17 ± 2	43 ± 3	94 ± 5	< 20	< 10	15 ± 1	18 ± 2
NIST2709	118 ± 11	56 ± 4	44 ± 3	114 ± 6	< 20	< 10	< 5	10 ± 1
NIST2710	< 10	< 5	2464 ± 132	5804 ± 522	712 ± 56	< 10	< 5	5565 ± 284
NIST2711	29 ± 9	< 5	104 ± 6	344 ± 18	102 ± 9	< 10	< 5	1201 ± 62
CDA-FFA1CDA-FFA1	157 ± 16	80 ± 5	164 ± 9	621 ± 32	63 ± 6	< 10	< 5	390 ± 20
NBS1656	75 ± 8	15 ± 2	30 ± 2	127 ± 7	< 20	< 10	< 5	24 ± 2
NBS2704	134 ± 13	28 ± 2	105 ± 6	440 ± 23	< 20	< 10	< 5	158 ± 8

Reg. nr. 11100 / VNI 2001-08-31 C1100



TEKNOLOGISK
INSTITUT

TABEL. Certifikatværdier for Ref.materialer. Alle resultater i mg/kg.

PRØVE	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Hg	Pb
BCR141	75 ± 10	31 ± 3	33 ± 2	81 ± 4	-	0,16		29 ± 2
BCR142	75 ± 9	29 ± 3	28 ± 1	92 ± 4	-	0,53		30 ± 2
BCR143	228	100 ± 6	237 ± 8	1272 ± 30	-	0,6	3,9	1333 ± 39
BCR144	485	942 ± 22	713 ± 26	3143 ± 103	-	2,3		495 ± 19
BCR145	105	41 ± 2	429 ± 10	2843 ± 64	-	3,3		349 ± 15
BCR146	784	280 ± 18	934 ± 24	4059 ± 90	-	1,7		1270 ± 28
NBS1633	196 ± 6	127 ± 4	118 ± 3	220 ± 10	145 ± 15	10,3 1		72 ± 1
HG1	58 ± 4	27 ± 2	73 ± 4	269 ± 14	< 20	< 10	143 ± 8	43 ± 3
HG2	40 ± 3	18 ± 2	44 ± 3	89 ± 5	< 20	< 10	13 ± 2	18 ± 3
NIST2709	130 ± 4	88 ± 5	34.6 ± 0.7	106 ± 3	17.7 0.8	1.57 0.1	1.4 0.08	18.9 ± 0.5
NIST2710	39	14.3 ± 1.0	2950 ± 130	6952 ± 91	626 ± 38	< 5	32.6 ± 1.8	5532 ± 297
NIST2711	47	20.6 ± 1.1	114 ± 2	350 ± 4.8	105 ± 8	1.52 ± 0.14	6.25 ± 0.19	1162 ± 31
CTA-FFA 1	156 ± 8	99 ± 6	158 ± 9	569 ± 58	53.6 ± 2.7	4.6	< 5	389 ± 20
NBS1646	76 ± 3	32 ± 1	18 ± 3	138 ± 6	11.6 ± 1.3	< 10	0,06	28 ± 2
NBS2704	135 ± 5	44 ± 3	98.6 ± 5	438 ± 12	< 20	< 10	1.44 ± 0.1	161 ± 17

Reg. nr. 80000 certifikatværdier / VNI 1998-02-II



TEKNOLOGISK
INSTITUT

NIRAS A/S
att. Jacqueline Anne Falkenberg
Sortemosevej 2
3450 Allerød

NIRAS		
Dirk.	Bem. af	Kopi
	07 SEP. 2001	
	Sag nr.	
	Arkiv	

Teknologiparken
Kongsvang Allé 29
DK-8000 Århus C
Telefon 72 20 10 00
Telefax 72 20 10 19
info@teknologisk.dk
www.teknologisk.dk

6. september 2001
11173-1_vni

EDXRF-screening af jord for tungmetaller

Herved et eksempel på den kasse referencer og analyser på samme, som køres jævnlgt.

Der er resultater fra en testkørsel slut august 2001 samt et skema med certifikatværdier for prøverne.

Dette som et lille tillæg til det afleverede.

Med venlig hilsen
Kemiteknik


Vagn Nielsen
Akademingenør

TABEL. Resultater af EDXRF, sag: Niras A/S Kasse 2. Alle resultater i mg/kg tørjord.

Kop Nr.	Mærke Køjtord	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Pb
1	T3-2	31 ± 1	18 ± 1	76 ± 4	179 ± 9	< 20	< 10	221 ± 11
2	T3-3	37 ± 1	15 ± 1	71 ± 4	536 ± 28	< 20	< 10	185 ± 10
3	T3-3	23 ± 1	13 ± 1	75 ± 4	245 ± 15	< 20	< 10	202 ± 10
4	T4-1	33 ± 1	17 ± 1	63 ± 3	123 ± 6	< 20	< 10	177 ± 9
5	T4-2	27 ± 1	17 ± 1	71 ± 4	156 ± 8	< 20	< 10	197 ± 10
6	T4-3	23 ± 1	15 ± 1	64 ± 3	131 ± 7	< 20	< 10	189 ± 10
7	T5-1	23 ± 1	14 ± 1	71 ± 4	146 ± 8	< 20	< 10	278 ± 14
8	T5-2	23 ± 1	17 ± 1	67 ± 4	129 ± 6	< 20	< 10	218 ± 11
9	T5-3	25 ± 1	12 ± 1	59 ± 3	104 ± 5	< 20	< 10	238 ± 12
10	T6-1	33 ± 1	9 ± 1	58 ± 3	127 ± 7	< 20	< 10	268 ± 14
11	T6-1	13 ± 1	12 ± 1	65 ± 3	132 ± 7	< 20	< 10	289 ± 13
12	T6-2	23 ± 1	< 5	64 ± 3	139 ± 7	< 20	< 10	301 ± 16
13	T6-2	25 ± 1	13 ± 1	71 ± 4	137 ± 7	< 20	< 10	324 ± 17
14	T6-3	13 ± 1	10 ± 1	65 ± 3	95 ± 5	< 20	< 10	266 ± 14
15	T6-3	25 ± 1	13 ± 1	68 ± 4	129 ± 7	< 20	< 10	299 ± 16

Reg. nr. 11173 / 29 2001-08-14

2001.09.03

Rapport nr.: 11173

Antal bilag: 1

Side 4 af 12

Analyserapport fra DHI

Nirás A/S
Sortemosevej 2
3450 Allerød

Att: Jacqueline Anne Falkenberg

NIRÁS		
Cirk.	Beh. af	Kopi
28 NOV. 2001		
Sag nr. 01459.00		
Arkiv		



Agern Allé 11
2970 Hørsholm

Tlf: 4516 9200
Fax: 4516 9292
E-mail: sub@dhi.dk
Web: www.dhi.dk

Dato: 27. november 2001
Init.: SUB
Projekt: 51498

Prøvningsrapport nr.:
51498-01-001
Side 1 af 9

Vedr.: Analyser i forbindelse med kortlægning af diffust forurenede arealer

Hermed fremsendes resultater fra analyse af jordprøver modtaget på DHI den 9. august 2001.

Prøverne er analyseret for indhold af miljøfremmede stoffer, tungmetaller, tørstof og glødetab i henhold til vedlagte metodebeskrivelser.

Prøvemærkningen fremgår af resultatskemaet.

De opnåede resultater fremgår af resultatskemaerne. Resultaterne er af hensyn til den videre statistiske behandling af data angivet med flere betydende cifre, end metoderne foreskriver.

Vi er naturligvis til rådighed for en nærmere drøftelse af resultaterne, såfremt dette måtte ønskes.

Med venlig hilsen
DHI – Institut for Vand og Miljø

Susan Bennetzen
Susan Bennetzen

Preben Østfeldt
Preben Østfeldt

Analyser i forbindelse med kortlægning af diffust forurenede arealer
Resultater fra analyse af jordprøver for PAH og PCB
Prøverne er modtaget den 9. august 2001

Sag 51498, Niras						
	H-F1-1					
	1	2	3	4	5	6
Naphthalen	95	97	92	95	98	101
2-methylnaphthalen	55	63	61	65	57	61
1-methylnaphthalen	34	41	38	40	42	39
Biphenyl	11	12	12	13	14	14
1,5-Dimethylnaphthalen	24	28	27	27	30	28
Acenaphthylen	112	116	104	109	118	122
Acenaphthen	7.2	7.2	6.1	6.5	6.6	6.7
Dibenzofuran	18	20	18	18	18	19
2,3,5-Trimethylnaphthalen	21	25	23	24	26	26
Fluoren	18	19	17	17	19	19
1-Methylfluoren	5.6	6.6	5.3	5.9	6.9	5.8
Dibenzothiophen	13	14	12	12	14	13
Phenanthren	195	190	191	177	198	188
Anthracen	49	53	46	51	53	55
Carbazol	25	24	24	23	22	25
2-Methylphenanthren	43	46	42	46	47	46
2-Methylantracen	21	26	21	25	26	26
1-Methylphenanthren	36	30	32	31	34	29
3,6-Dimethylnaphthalen	7.3	6.6	6.5	6.8	6.2	7.5
Fluoranthren	493	533	498	495	522	500
Pyren	451	467	450	445	458	439
Benzo(a)fluoren	70	71	61	69	68	73
1-Methylpyren	27	30	27	27	28	27
Benz(a)anthracen	287	351	325	327	350	320
Chrysen	347	361	344	321	332	343
Benzo(b+k+j)fluoranthren	826	894	873	884	881	883
Benzo(e)pyren	464	498	477	481	492	474
Benzo(a)pyren	431	458	416	450	481	436
Perylen	112	121	113	114	117	113
Indeno(1,2,3-cd)pyren	460	477	461	478	475	467
Dibenzo(a,h)anthracen	87	79	90	95	85	95
Benzo(g,h,i)perylene	446	461	433	452	463	435
CB 28	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
CB 52	0.14	< 0,1	< 0,1	0.17	< 0,1	< 0,1
CB 101	0.32	0.50	0.42	0.50	0.43	0.40
CB 118	0.23	0.37	0.38	0.41	0.24	0.29
CB 153	1.16	1.60	1.46	1.43	1.28	1.35
CB 138	1.92	2.24	2.14	2.13	1.85	2.04
CB 180	0.98	1.11	1.18	1.01	0.96	0.93
SumTrimethylnaphthalener	101	126	113	122	165	133

Enhed µg/kg TS

Dato: 27. november 2001
Init.: SUB
Projekt: 51498

Nirás A/S
att.: Jacqueline Anne Falkenberg

Prøvningsrapport nr.:
51498-01-001
Side 2 af 9

Analyser i forbindelse med kortlægning af diffust forurenede arealer
Resultater fra analyse af jordprøver for PAH og PCB
Prøverne er modtaget den 9. august 2001

Sag 51498, Niras						
	F2-1		F3-1		T2 bld.prv	
	1	2	1	2	1	2
Naphthalen	108	103	116	101	77	79
2-methylnaphthalen	68	66	70	66	38	36
1-methylnaphthalen	41	40	40	38	38	40
Biphenyl	15	15	15	14	11	10
1,5-Dimethylnaphthalen	26	28	29	28	27	30
Acenaphthylen	114	115	142	146	86	85
Acenaphthen	6.0	7.4	6.0	6.1	8.5	9.2
Dibenzofuran	19	22	19	21	20	20
2,3,5-Trimethylnaphthalen	26	27	27	25	27	27
Fluoren	18	18	22	26	15	14
1-Methylfluoren	5.6	5.9	5.4	6.7	7.8	6.9
Dibenzothiophen	13	13	13	15	22	21
Phenanthren	194	199	167	225	369	355
Anthracen	57	59	60	75	65	65
Carbazol	29	29	27	24	45	48
2-Methylphenanthren	48	48	42	51	80	72
2-Methylantracen	24	25	30	33	18	17
1-Methylphenanthren	40	39	35	35	54	55
3,6-Dimethylnaphthalen	7.8	7.7	6.9	7.3	11	9.1
Fluoranthren	520	539	467	601	1496	1439
Pyren	464	472	412	515	1410	1290
Benzo(a)fluoren	74	74	67	81	143	140
1-Methylpyren	27	28	28	29	50	47
Benz(a)anthracen	348	355	334	414	658	601
Chrysen	395	399	368	367	693	707
Benzo(b+k+j)fluoranthren	1003	1034	907	912	1986	2002
Benzo(e)pyren	520	521	484	499	923	892
Benzo(a)pyren	487	489	469	509	1094	1115
Perylen	125	130	119	127	276	262
Indeno(1,2,3-cd)pyren	501	506	484	499	846	847
Dibenzo(a,h)anthracen	95	101	92	89	164	152
Benzo(g,h,i)perylene	479	477	452	448	881	875
CB 28	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	0.31	< 0,1
CB 52	< 0,1	0.21	0.18	0.25	0.28	< 0,1
CB 101	0.58	0.59	0.44	0.38	0.46	< 0,1
CB 118	0.29	0.20	0.24	0.26	0.35	< 0,1
CB 153	1.75	1.77	1.21	1.07	0.66	0.42
CB 138	2.59	2.29	1.88	1.89	0.89	0.53
CB 180	1.34	1.17	0.95	0.82	0.69	0.18
SumTrimethylnaphthalener	127	122	128	124	128	123

Enhed µg/kg TS

Dato: 27. november 2001
Init.: SUB
Projekt: 51498

Nirás A/S
att.: Jacqueline Anne Falkenberg

Prøvningsrapport nr.:
51498-01-001
Side 3 af 9

Resultater

Analyser i forbindelse med kortlægning af diffust forurenede arealer
Resultater fra analyse af jordprøver for PAH og PCB
Prøverne er modtaget den 9. august 2001

Dato: 27. november 2001
Init.: SUB
Projekt: 51498

Nirás A/S
att.: Jacqueline Anne Falkenberg

Prøvningsrapport nr.:
51498-01-001
Side 4 af 9

Resultater

Sag 51498, Nirás	H-T1-2						T6 bld.prv	
	1	2	3	4	5	6	1	2
Naphthalen	107	103	109	98	107	109	120	116
2-methylnaphthalen	47	45	43	48	49	48	56	55
1-methylnaphthalen	52	47	50	49	40	50	53	52
Biphenyl	16	14	15	16	15	15	15	16
1,5-Dimethylnaphthalen	34	30	28	33	29	35	42	41
Acenaphthylen	110	109	115	116	118	132	139	142
Acenaphthen	14	12	15	11	15	12	11	12
Dibenzofuran	29	27	29	26	28	27	29	28
2,3,5-Trimethylnaphthalen	32	30	26	34	33	32	36	39
Fluoren	23	21	24	21	24	22	23	24
1-Methylfluoren	9.9	9.3	9.1	9.4	10	10	10	10
Dibenzothiophen	32	29	33	30	33	32	34	34
Phenanthren	545	531	529	533	542	548	598	578
Anthracen	138	120	128	128	136	136	142	154
Carbazol	77	76	79	75	81	81	83	89
2-Methylphenanthren	117	111	112	119	120	124	126	128
2-Methylantracen	30	28	28	31	31	28	32	35
1-Methylphenanthren	85	83	78	83	79	80	96	97
3,6-Dimethylnaphthalen	15	15	18	17	17	17	17	19
Fluoranthren	2117	2113	2069	2106	2094	2105	2347	2328
Pyren	1938	1940	1896	1913	1911	1915	2121	2110
Benzo(a)fluoren	196	195	194	199	202	199	225	224
1-Methylpyren	57	61	60	61	61	62	66	69
Benz(a)anthracen	958	1030	1083	983	995	1034	1265	1296
Chrysen	1109	1083	1098	1145	1126	1079	1432	1310
Benzo(b+k+j)fluoranthren	2921	2967	2777	2817	2767	2783	3152	3164
Benzo(e)pyren	1299	1332	1285	1254	1232	1325	1443	1484
Benzo(a)pyren	1652	1678	1669	1580	1606	1688	1858	1887
Perylen	404	397	414	410	410	419	460	470
Indeno(1,2,3-cd)pyren	1219	1271	1243	1264	1264	1261	1394	1306
Dibenzo(a,h)anthracen	217	220	221	222	224	211	238	220
Benzo(g,h,i)perylene	1365	1415	1455	1402	1387	1425	1640	1535
CB 28	< 0,1	0.28	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
CB 52	< 0,1	0.35	0.22	0.23	0.19	0.16	0.11	0.24
CB 101	< 0,1	0.48	0.47	0.50	0.29	0.35	< 0,1	< 0,1
CB 118	< 0,1	0.37	0.27	0.42	0.09	0.18	< 0,1	< 0,1
CB 153	0.52	1.00	1.07	1.16	0.83	0.79	0.53	0.35
CB 138	0.96	1.14	1.12	1.22	0.82	0.94	0.52	0.74
CB 180	0.43	0.58	0.68	0.80	0.44	0.60	0.26	0.32
SumTrimethylnaphthalener	146	137	136	173	148	168	168	189

Enhed µg/kg TS

Analyser i forbindelse med kortlægning af diffust forurenede arealer
Resultater fra analyse af jordprøver for tungmetaller
Prøverne er modtaget den 9. august 2001

Dato: 27. november 2001
Init.: SUB
Projekt: 51498

Nirás A/S
att.: Jacqueline Anne Falkenberg

Prøvningsrapport nr.:
51498-01-001
Side 5 af 9

Resultater

Sag 51498, Nirás	H-F1-1					
	1	2	3	4	5	6
As	9.61	9.73	9.84	9.37	9.84	10.10
Cu	39.80	41.00	39.80	39.80	39.80	39.80
Cr	163.00	168.00	161.00	157.00	154.00	162.00
Mo	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5
Ni	28.10	27.00	27.00	25.80	27.00	27.00
Pb	48.00	49.20	48.00	46.90	46.90	49.20
Zn	184.00	183.00	184.00	178.00	176.00	180.00

Sag 51498, Nirás	F2-1		F3-1		T2 bld.prv	
	1	2	1	2	1	2
As	11.20	11.30	10.60	9.30	7.28	5.75
Cu	42.70	40.30	35.30	38.80	48.10	44.60
Cr	190.00	174.00	149.00	146.00	10.40	10.00
Mo	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5
Ni	21.40	22.50	23.50	23.50	15.30	15.30
Pb	60.50	57.00	44.70	43.50	153.00	154.00
Zn	220.00	204.00	164.00	159.00	96.20	91.50

Sag 51498, Nirás	H-T1-2						T6 bld.prv	
	1	2	3	4	5	6	1	2
As	6.86	7.50	6.61	7.12	8.13	7.88	10.40	7.04
Cu	45.70	48.30	48.30	52.10	50.80	50.80	54.70	55.90
Cr	10.70	10.80	10.30	11.20	10.90	10.90	15.80	11.40
Mo	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5
Ni	15.20	17.80	15.20	15.20	16.50	16.50	18.20	13.40
Pb	165.00	187.00	178.00	196.00	192.00	217.00	288.00	296.00
Zn	104.00	109.00	112.00	118.00	114.00	111.00	130.00	114.00

Enhed metaller mg/kg TS

Analyser i forbindelse med kortlægning af diffust forurenede arealer
Resultater fra analyse af jordprøver for tørstof og glødetab
Prøverne er modtaget den 9. august 2001

Sag 51498, Nirás		
	TS	GT
	g/kg	g/kg TS
T1-1	836	46.6
T1-2	787	69.4
T1-3	803	62.9
T2-1	829	57.5
T2-2	857	34.4
T2-3	877	27.5
T3-1	819	68.6
T3-2	814	75.2
T3-3	812	58.5
T4-1	845	61.4
T4-2	815	93.0
T4-3	860	40.1
T5-1	832	46.2
T5-2	868	33.2
T5-3	844	35.7
T6-1	819	54.8
T6-2	812	52.9
T6-3	831	45.2
T7-1	845	48.5
T7-2	833	52.4
T7-3	818	58.4
T8-1	846	51.1
T8-2	840	56.1
T8-3	830	58.2
F1-1	853	46.7
F1-2	853	57.9
F1-3	842	56.8
F2-1	843	51.2
F2-2	827	65.8
F2-3	833	58.5
F3-1	850	42.3
F3-2	856	53.8
F3-3	854	41.6
1: (T1-1, T1-2, T1-3)	822	50.3
1: (T2-1, T2-2, T2-3)	852	39.9
1: (T3-1, T3-2, T3-3)	815	91.4
1: (T6-1, T6-2, T6-3)	823	53.5
1: (T7-1, T7-2, T7-3)	880	34.9
1: (T8-1, T8-2, T8-3)	825	62.7

Dato: 27. november 2001
Init.: SUB
Projekt: 51498

Nirás A/S
att.: Jacqueline Anne Falkenberg

Prøvningsrapport nr.:
51498-01-001
Side 6 af 9

Resultater

Analyser i forbindelse med kortlægning af diffust forurenede arealer
Resultater fra analyse af PCB reference materiale (QC PCB in loamy soil, VKI 23-06-1999)

PCB	Nominal = Nordic level	Soxhlet guideline. µg/kg TS	SFE Average µg/kg TS	Målt DHI Aug 2001 1 best. µg/kg TS	Målt DHI Aug 2001 2 best. µg/kg TS
PCB 28	0.7	1.1	1.3	0.9	1.1
PCB 52	0.7	0.7	0.8	1.1	1.2
PCB 101	6.8	5.1	4.6	6.8	6.6
PCB 118	1.8	1.6	2.6	2.0	2.0
PCB 153	25	21	22	22	20
PCB 138	17	15	14	17	17
PCB 180	22	22	23	22	17

Dato: 27. november 2001
Init.: SUB
Projekt: 51498

Nirás A/S
att.: Jacqueline Anne Falkenberg

Prøvningsrapport nr.:
51498-01-001
Side 7 af 9

Resultater

PCB	Nominal = Nordic level	Soxhlet guideline. µg/kg TS	SFE Average µg/kg TS	Målt DHI Aug 2001 1 best. µg/kg TS	Målt DHI Aug 2001 2 best. µg/kg TS
PCB 28	1.1	2.1	1.4	1.8	1.9
PCB 52	3.6	3.4	3.5	4.6	4.8
PCB 101	46	40	30	46	47
PCB 118	11	11	13	12	12
PCB 153	167	152	126	137	152
PCB 138	113	107	86	113	121
PCB 180	151	143	142	147	157

**BESTEMMELSE AF MILJØFREMMEDTE STOFFER VED GC-MS
MULTIMETODE**

PRINCIP: Vandige prøver (TS < 10%). Et afmålt volumen vandprøve (ca. 1 L) ekstraheres med dichlormethan efter tilsætning af deuteriummærkede surrogat standarder under basiske (pH > 11) og sure (pH < 2) betingelser. Ekstrakterne behandles med aktiveret kobber for at eliminere svovl (mercaptaner elimineres ligeledes).

Faste prøver (TS > 10%). En afvejede mængde fast prøve (svarende til ca. 10 g tørstof af mineralske prøver og biologiske prøver) ekstraheres med dichlormethan, efter at prøven er gjort sur (pH < 2) og efter tilsætning af deuteriummærkede surrogat standarder. Ekstraktet behandles med aktiveret kobber.

Det organiske ekstrakt tørres med Na₂SO₄ gennem et fase-separationsfilter, og indampes til ca. 5 mL på rotationsfordamper ved forsigtig indblæsning under nitrogen, hvorefter det basiske ekstrakt overføres til et 8 mL glas og indampes forsigtigt under nitrogen til 1 mL.

Dette ekstrakt analyseres direkte efter tilsætning af intern standard. Ekstrakterne analyseres ved GC-MS (i SIM mode) under anvendelse af on-column injektion eller pulsed splitless injektion, kapillar kolonne, og temperaturprogrammering. Der foretages en kvantitativ bestemmelse efter kalibrering over for ekstrakterne standard blandinger med de specifikke forbindelser, og stofferne identificeres ud fra deres retentionstider og massespektre. Beregningen foretages ved hjælp af en karakteristisk målion under anvendelse af surrogat standard og intern sprøjtestandard.

DETEKTIONSGRÆNSER: Detektionsgrænsen i vandprøver er mellem 0,01 og 0,6 µg/L. Detektionsgrænsen i faste prøver er mellem 0,1 og 20 µg/kg TS.

INTERN KVALITETSKONTROL: I forbindelse med hver analyseserie (10-12 prøver) udføres følgende kontrolanalyser: 2 reagensblind (Merck lichrosolv), 2 tilsætningsforsøg på et niveau, der højst er ca. 10 gange detektionsgrænsen (~2,5 ppm i det endelige ekstrakt) og 1 prøve i duplikat, hvis tilstrækkeligt prøvemateriale haves.

USIKKERHED: Ved kontrolanalyse af spikede, naturlige prøver er der en analyseusikkerhed, CV_{Total}, på 10-20 %.

Dato: 27. november 2001
Init.: SUB
Sag: 51498

Nirás A/S
att.: Jacqueline Anne
Falkenberg

Prøvningsrapport nr.:
51498-01-001
Side 8 af 9

Analysemetoder

BESTEMMELSE AF TØRSTOF OG GLØDETAB

PRINCIP: Tørstofindholdet bestemmes ved at en kendt prøvemængde tørres ved 105°C, og den tilbageværende rest vejes. Gløderesten bestemmes ved, at prøvens tørstof glødes ved 550°C, og den tilbageværende rest vejes. Glødetabet er differensen mellem tørstofmængden og gløderesten.

REFERENCE: DS 204:1980

DETEKTIONSGRÆNSE: Tørstof 20 mg/kg, glødetab 20 mg/kg TS

INTERN KVALITETSKONTROL: Metoden kontrolleres ved dobbeltbestemmelse af en naturlig prøve i hver analyseserie.

USIKKERHED: Ved dobbeltbestemmelsen af en naturlig prøve er der en analyseusikkerhed indenfor dagen, CV_w, tørstof, 0,1-1%, CV_w, glødetab, 5-10%.

BESTEMMELSE AF TUNGMETALLER

PRINCIP: Metodennummer M-ICPAES-4. Princippet er oplukning efter DS 259:1982 og efterfølgende bestemmelse af metaller i destrueret med ICPAES.

REFERENCE: DS 259:1982

Dato: 27. november 2001
Init.: SUB
Sag: 51498

Nirás A/S
att.: Jacqueline Anne
Falkenberg

Prøvningsrapport nr.:
51498-01-001
Side 9 af 9

Analysemetoder

Certificeret jord



* CERTIFIKAT FOR REFERENCEMATERIALE

QC LOAM SOIL A
(Revision 1A)

BATCH: VKI-20-2-0495

ANVENDELSE AF REFERENCEMATERIALET

BESKRIVELSE OG MÆNGDE:

Dette referencemateriale består af tørret jord.

ANVENDELSE:

Referencematerialet skal anvendes som kontrol af analysernes nøjagtighed og præcision. Referencematerialet er typisk beregnet til intern kvalitetskontrol ved analyse af arsen, metaller, total nitrogen, total phosphor og glødetab i jord. Det kan ligeledes anvendes i kvalitetskontrollen ved indkøring og optimering af analysemetoder for disse parametre. Det er vigtigt, at batchnumrene på referencemateriale og certifikat er ens.

FREM GANGSMÅDE:

Bestemmelse af arsen, metaller, total nitrogen og total phosphor skal ske på destruerede prøver. I forbindelse med kontrolanalysen af arsen og metaller anbefales det at udtage maksimalt 1 gram referencemateriale til destruktion. Da materialet er hygroskopisk, anbefales det, at der med jævn mellemrum foretages en tørstofbestemmelse parallelt med analysen.

ANALYSE:

Referencematerialet analyseres samtidig med og på samme måde som øvrige prøver.

OPBEVARING OG HOLDBARHED:

Referencematerialet opbevares beskyttet mod sollys og tæt indelukkert i det originale brune glas i den støvbeskyttende plastpose i en eksikator ved stuetemperatur. Hvis der i salgsperioden er tegn på begyndende ustabilitet, vil der blive givet meddelelse herom.

FREMSTILLING AF REFERENCEMATERIALET OG DOKUMENTATION

FREMSTILLING:

Referencematerialet er fed jord udtaget i april 1995, 0-0,3 m under terræn mellem træerne i Forskningscentret, Hørsholm. Sten og plantedele er fjernet. Materialet er tørret ved 30-35°C, knust og sigtet til mindre end 250 µm og yderligere homogeniseret. Materialet er steriliseret ved γ-stråling. VKI har tilstræbt ved sine kvalitetsprocedurer, at fremstillingen og kvalitetskontrollen heraf giver den ønskede kvalitet af referencematerialet.

DOKUMENTATION FOR INDHOLD:

Al dokumentation for jordens indhold af arsen, metaller, total nitrogen og total phosphor er baseret på måling af destrueret referencemateriale. De målte indhold af de enkelte parametre er korrigeret for tørstofindholdet, som er bestemt parallelt med analysen.

*: Certifikatet er udfærdiget i følge retningslinier angivet i /1/.

INTERN KONTROL:

VKI's analysekvalitet er kontrolleret og fundet tilfredsstillende ved deltagelse i internationale interkalibreringer.

HOMOGENITET:

Homogeniteten er undersøgt for kobber og nikkel i 11 tilfældigt udvalgte glas. Der er testet for homogenitet ved sammenligning af standardafvigelsen mellem referencematerialerne og inden-for-dagen standardafvigelse opnået ved dobbeltbestemmelser på de samme prøver (F-test, 95%). Der er ikke fundet tegn på inhomogenitet.

STABILITET:

Stabiliteten følges, og der er ikke fundet tegn på holdbarhedsproblemer ved tidspunktet for udstedelse af dette certifikat.

EKSTERN KONTROL:

Certificeringen er udført i forbindelse med Nordisk Ministerråds-projektet "Spildevandssiamreferencemateriale" /2/. De deltagende laboratorier er udvalgt af de nordiske referencelaboratorier, og er laboratorier med en dokumenteret god analysekvalitet. De deltagende laboratorier er angivet i bilag 3 til dette certifikat.

På baggrund af de opnåede resultater er der beregnet:

m : gennemsnit

s_L: standardafvigelse mellem laboratorierne

95% konfidensinterval for beliggenheden af den sande middelværdi for analyseresultaterne:

$$m \pm t_{0,025}(v) \cdot \frac{s_L}{\sqrt{p}}$$

hvor

p: antal laboratorier

v: p-1, antal frihedsgrader

t_{0,025(v)}: t værdien på 0,025 niveau ved v frihedsgrader.

Statistikken ved de eksterne kontrolværdier er beregnet i henhold til den internationale standard, ISO Guide 35 /1/. ISO 5725-2 /4/ giver en beskrivelse af Grubbs og Cochran outlier-kriterierne. De statistiske parametre er angivet i omstående tabel, hvor der ligeledes er angivet, hvor mange laboratorier der har deltaget i certificeringen. I bilag 1 til certifikatet er angivet hvilke metoder der er anvendt og hvor mange laboratorier, der har anvendt de enkelte metoder.

De data, der indgår i den eksterne kontrol, er angivet i bilag 2 til dette certifikat.

EKSTERNE KONTROLVÆRDIER:

PARAMETER	METODE	ENHED	GENNEMSNIT	STANDARD- AFVIGELSE MELLEM LABO- RATORIERNE	95% KONFIDENSGRÆNSER PÅ GENNEMSNIT		ANTAL LABORA- TORIER	UDELUKKEDE LABORATO- RIER
			m	%	$m \pm t_{0,025}(v) \cdot \frac{S_L}{\sqrt{P}}$		(n)	U: Manuelt udelukkede ³⁾ C: Cochran outlier ⁴⁾ G: Grubbs outlier ⁵⁾
					Nedre	Øvre		
Arsen	Autoklave destruktion ¹⁾	mg/kg TS	3,89	0,48	3,61	4,17	(13)	4U 1C
Arsen	Mikrobølge destruktion ¹⁾	mg/kg TS	(4,02)	(0,54)	(3,17)	(4,88)	(4)	1C
Cadmium	Autoklave destruktion ¹⁾	mg/kg TS	0,214	0,031	0,200	0,228	(21)	5U 1C
Cadmium	Mikrobølge destruktion ¹⁾	mg/kg TS	0,215	0,021	0,198	0,234	(7)	2U 1C
Chrom	Autoklave destruktion ¹⁾	mg/kg TS	12,1	1,3	11,8	12,6	(24)	10U
Chrom	Mikrobølge destruktion ¹⁾	mg/kg TS	13,1	3,3	10,3	15,9	(8)	0
Kobber	Autoklave destruktion ¹⁾	mg/kg TS	9,85	1,03	9,48	10,21	(33)	2U 4C
Kobber	Mikrobølge destruktion ¹⁾	mg/kg TS	9,79	1,10	8,88	10,71	(8)	0
Kviksølv	Autoklave destruktion ¹⁾	mg/kg TS	0,089	0,014	0,082	0,095	(22)	4U 2C
Kviksølv	Mikrobølge destruktion ¹⁾	mg/kg TS	(0,077)	(0,025)	(0,045)	(0,108)	(5)	1U
Nikkel	Autoklave destruktion ¹⁾	mg/kg TS	7,29	0,46	7,08	7,50	(21)	8U 1C
Nikkel	Mikrobølge destruktion ¹⁾	mg/kg TS	8,08	1,21	6,80	9,36	(6)	2U
Bly	Autoklave destruktion ¹⁾	mg/kg TS	31,4	2,2	30,4	32,4	(21)	15U 2C
Bly	Mikrobølge destruktion ¹⁾	mg/kg TS	32,2	1,5	30,5	33,8	(6)	1C 1U
Zink	Autoklave destruktion ¹⁾	mg/kg TS	49,2	2,1	48,8	49,9	(31)	2U 1C 1G
Zink	Mikrobølge destruktion ¹⁾	mg/kg TS	51,7	4,5	47,5	55,8	(7)	1C
Kalium	Autoklave destruktion ¹⁺²⁾	g/kg TS	1,24	0,19	1,15	1,32	(21)	5U 3C
Kalium	Mikrobølge destruktion ¹⁾	g/kg TS	(0,380)	(0,267)	(0,554)	(1,405)	(4)	1C
Total N	Alle metoder	g/kg TS	1,57	0,16	1,51	1,63	(27)	1U 1C
Total P	Alle metoder	g/kg TS	0,785	0,112	0,740	0,829	(27)	5U 1C
Total P	Nordforsk ³⁾	g/kg TS	0,880	0,043	0,844	0,916	(8)	1U 1C 1G
Glødetab	Alle metoder	g/kg TS	44,38	2,04	43,68	45,08	(35)	2U 2C 1G

- 1) : Dansk Standard DS 259 og DS 2210, Finsk Standard SFS 3044 og SFS 5074, Norsk Standard NS 4770 og NS 4780 samt Svensk Standard SS 02 81 50 og SS 02 81 83.
- 2) : Reference: Nordforsk Miljøværdisekretariatet, publikation 1975:5, bilag 2.
- 3) : Laboratoriet er udelukket, enten fordi laboratoriet har ønsket at trække resultater tilbage, resultaterne er oplyst at være fejlbefrægtede, resultater er angivet som mindre end analysedetekteringsgrænsen, eller laboratoriet har oplyst, at den anvendte metode har højere analysedetekteringsgrænse end 1/10 af det målte indhold (Cd, Cr, Ni, Pb).
- 4) : Et af de 25 deltagende laboratorier oplukker ved en alternativ procedure.
- 5) : Data er angivet i parentes, da der er færre end seks laboratorier i certificeringen.

BRUG AF DE EKSTERNE KONTROLVÆRDIER:

For laboratorier, hvis analysekvalitet er på niveau med de laboratorier, der har leveret eksterne kontroldata, gælder følgende:

- 1) Analyseresultatet vil ved enkeltbestemmelse med 95% sandsynlighed ligge i intervallet

$$m \pm t_{0,025}(v) \cdot S_L$$

- 2) Analyseresultater, som er gennemsnittet af en dobbeltbestemmelse, vil med 95 % sandsynlighed ligge i intervallet:

$$m \pm t_{0,025}(v) \cdot \frac{S_L}{\sqrt{2}}$$

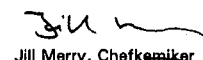
REFERENCER:

- 1/ ISO guide 35:1989. Certification of reference materials - General and statistical principles.
- 2/ Nordtest, November 1996: "Spildevandsslamreferencematerialer", VKI rapport.
- 3/ DS/INF 22-31, København 1988, ISO guide 31. Referencematerialer. Certifikater.
- 4/ ISO 5725-2, 1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results, Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method.

TEKNISK ANSVARLIGE:

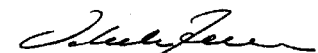


Hans Aage Hjulær, Afdelingsleder
VKI
2970 Hørsholm
Marts 1997



Jill Merry, Chefkemiker
VKI
2970 Hørsholm
Marts 1997

KVALITETSCHEF



Vibeke B. Jensen, Kvalitetschef
VKI
2970 Hørsholm
Marts 1997

**BILAG 1 TIL CERTIFIKAT QC LOAM SOIL A
ANALYSEMETODER**

ARSEN OG METALLER	
Metode-nummer	Princip
10	AAS med grafitovn, kalibreringskurve
11	AAS med grafitovn, standardaddition eller additionskalibrering
12	AAS med Zeeman grafitovn, kalibreringskurve
13	AAS med Zeeman grafitovn, standardaddition eller additionskalibrering
20	AAS med acetylen-luftflamme
21	AAS med lattergasflamme
22	Flammefotometri
23	Flammeatomemissionsspektrometri (FAES)
30	AAS med hydridsystem eller CVAAS, manuel eller automatiseret metode, kalibreringskurve
31	AAS med hydridsystem eller CVAAS, manuel eller automatiseret metode, standardaddition eller additionskalibrering
40	AFS, kalibreringskurve
41	AFS, standardaddition eller additionskalibrering
50	ICP-AES, kalibreringskurve
51	ICP-AES, standardaddition eller additionskalibrering
52	ICP-AES, intern standard og kalibreringskurve
57	Glødning, resten genopløses og koges med HNO ₃ og HCl, måling ved ICP-AES med kalibreringskurve
62	ICP-MS, intern standard og kalibreringskurve
90	Andet
AAS:	atomabsorptionsspektrometri
AFS:	atomfluorescensspektrometri
ICP-AES:	induktiv koblet plasmaatomemissionsspektrometri
ICP-MS:	induktiv koblet plasmamassespektrometri
CVAAS:	cold vapour AAS

GLØDETAB	
Metode-nummer	Princip
8	Tørstof bestemmes ved vejning efter tørring i ca. 20 timer ved 105 ± 3°C. Prøvens tørstof glødes i 2 timer ved 550 ± 25 °C. Glødetabet er forskellen mellem tørstof og prøvens vægt efter glødning. Bestemmelsen er foretaget ifølge DS 204, NS 4764, SFS 3008 eller SS 028113.
9	Andre metoder

**BILAG 1 TIL CERTIFIKAT QC LOAM SOIL A
ANALYSEMETODER**

TOTAL NITROGEN	
Metode-nummer	Princip
1	Kjeldahldestruktion, neutralisering, destillation og titrering, manuel eller automatiseret metode (Nordforskrublikation 1975:6).
2	Kjeldahldestruktion og fotometrisk bestemmelse af ammoniak.
3	Kjeldahldestruktion, neutralisering, destillation og titrering.
4	Kjeldahlmetode efter reduktion med Devardas legering modificeret til faste prøver.
5	Foraskning ved 1900°C og IR-detektion.
6	Foraskning i iltatmosfære ved 950°C eller 1100°C, og total nitrogen detekteres ved ledningsevnen over for helium.
7	Forkulning med H ₂ SO ₄ , destruktion med H ₂ O ₂ og H ₂ SO ₄ , bestemmelse af ammoniak ved gasdiffusion
8	Andet.

TOTAL PHOSPHOR	
Metode-nummer	Princip
4	Kjeldahldestruktion, neutralisering og bestemmelse af orthophosphat efter ascorbinsyre-molybdænbålmotoden, manuel eller automatiseret metode (Nordforskrublikation 1975:6).
5	Destrukction med H ₂ SO ₄ og HNO ₃ , neutralisering og bestemmelse af orthophosphat ifølge DS 291, NS 4724, SFS 3025, SS 028126.
6	Destrukction med H ₂ SO ₄ og CuSO ₄ samt FIA-bestemmelse.
8	Forkulning med H ₂ SO ₄ , destruktion med H ₂ O ₂ og H ₂ SO ₄ , bestemmelse af orthophosphat ifølge DS 291, NS 4724, SFS 3025, SS 028126.
50	Autoklavedestrukction med HNO ₃ , måling ved ICP-AES med kalibreringskurve.
53	Mikrobølgedestrukction med HNO ₃ , måling ved ICP-AES med kalibreringskurve.
54	Mikrobølgedestrukction med HNO ₃ , måling ved ICP-AES, intern standard og kalibreringskurve.
56	Glødning, resten genopløses og koges med HNO ₃ og HCl, måling ved ICP-AES med kalibreringskurve.

BILAG 1 TIL CERTIFIKAT QC LOAM SOIL A
ANALYSEMETODER

OVERSIGT OVER HVOR MANGE LABORATORIER, DER HAR ANVENDT DE ENKELTE METODER

Parameter	Metode nummer	10	11	12	13	20	21	30	31	40	41	50	51	52	62	90
	Destruktionsmetode	Antal laboratorier														
Arsen	Autoklave			5	3			3				1			1	
	Mikrobølge											1			3	
Cadmium	Autoklave	4	3	9	3							1		1		
	Mikrobølge														3	
Chrom	Autoklave	3	1	4	1							12		2	1	
	Mikrobølge	1				1						2		1	3	
Kobber	Autoklave			1	2	17						11		2		
	Mikrobølge					3						2		1	2	
Kviksølv	Autoklave							13	3	4						2
	Mikrobølge							4			1					
Nikkel	Autoklave	2	2	3	3							8		2	1	
	Mikrobølge	1										1		1	3	
Bly	Autoklave	1	1	3	3	6						3	1	2	1	
	Mikrobølge			2								1			3	
Zink	Autoklave					15						13		2	1	
	Mikrobølge					2						1		1	3	

Kalium						
Metode nummer		20	22	23	50	57
Antal laboratorier	Autoklavedestruktion	5	1	4	10	
	Mikrobølgedestruktion	3			1	
	Anden destruktionsmetode					1

Gledetab		
Metode nummer	8	9
Antal laboratorier	34	1

Total nitrogen							
Metode nummer	1	2	3	4	5	6	7
Antal laboratorier	14	4	3	1	1	2	1

Total phosphor							
Metode nummer	4	5	6	8	50	53	54
Antal laboratorier	9	5	1	1	7	2	1

BILAG 2 TIL CERTIFIKAT QC LOAM SOIL A
LABORATORIEMÅLINGER

Arsen				Cadmium				Chrom			
yi	si	n	Metode	yi	si	n	Metode	yi	si	n	Metode
mg/kg TS	mg/kg TS			mg/kg TS	mg/kg TS			mg/kg TS	mg/kg TS		
3,325	0,250	4	50	0,210	0,0037	4	12	14,32	0,42	4	12
5,030	0,125	4	12	C 0,210	0,0557	4	10	13,12	0,64	4	50
3,593	0,112	4	30	0,270	0,0080	4	10	11,97	0,53	4	50
3,163	0,261	4	12	0,177	0,0051	4	10	12,93	0,39	4	10
C 2,915	0,477	4	30	0,187	0,0158	4	52	12,05	0,24	4	50
3,705	0,117	4	30	0,173	0,0046	4	12	10,82	0,09	4	52
3,715	0,085	4	12	0,213	0,0114	4	12	10,10	0,14	4	50
4,082	0,043	4	12	0,183	0,0045	4	10	12,52	0,30	4	50
3,785	0,048	4	12	0,210	0,0000	2	12	10,70	0,29	4	10
3,935	0,226	4	13	0,234	0,0075	3	12	14,75	1,08	4	50
3,985	0,233	4	30	0,209	0,0014	2	10	12,25	0,35	2	12
3,897	0,206	4	13	0,277	0,0285	4	50	11,13	0,90	3	50
4,272	0,226	4	13	0,261	0,0092	4	13	12,47	0,39	4	50
4,082	0,101	4	62	0,209	0,0048	4	12	12,84	0,30	4	50
C 3,025	0,437	4	*50	0,186	0,0146	4	12	11,80	0,32	4	50
3,460		1	*12	0,215	0,0100	4	12	12,37	0,16	4	12
4,228	0,113	4	*62	0,219	0,0237	4	11	10,97	0,51	4	11
3,731	0,226	2	*62	0,183	0,0150	4	12	10,22	0,43	4	12
4,675	0,134	4	*62	0,176	0,0191	4	13	10,43	0,33	4	50
				0,262	0,0136	4	13	13,32	0,29	4	10
				0,232	0,0168	4	11	11,20	0,54	4	13
				0,226	0,0219	4	11	11,10	0,16	4	52
				0,229	0,0013	4	*12	13,17	0,64	4	62
				C 0,297	0,0484	4	*20	13,70	0,36	4	50
				0,190	0,0050	4	*12	14,51	0,29	4	*50
				0,250		1	*12	11,07	0,34	4	*20
				0,207	0,0072	4	*62	9,44	0,79	4	*52
				0,200	0,0078	2	*62	8,17	0,15	4	*50
				0,226	0,0094	4	*12	16,62	0,31	4	*62
				0,204	0,0089	4	*62	13,40	1,08	2	*62
								14,13	0,58	3	*10
								17,41	0,40	4	*62

yi : gennemsnit for laboratorium i
si : standardafvigelse for laboratorium i
ni : antal bestemmelser for laboratorium i
C : Cochran outlier
G : Grubbs outlier
(G) : Grubbs outlier ved beregning af de statistiske parametre for metode 4 for parameteren phosphor

*: For arsen og metalanalyse: Analysen er udført med en mikrobølgedestruktion, de andre analyser er udført med en autoklavedestruktion.

Metoder: Se side 5-7

**BILAG 2 TIL CERTIFIKAT QC LOAM SOIL A
LABORATORIEMÅLINGER**

Kalium				Kobber				Kviksølv			
yi	si	n	Metode	yi	si	n	Metode	yi	si	n	Metode
g/kg TS	g/kg TS			mg/kg TS	mg/kg TS			mg/kg TS	mg/kg TS		
1,395	0,026	4	50	9,03	0,22	4	50	C 0,088	0,0256	4	30
1,445	0,038	4	50	8,69	0,64	4	50	0,085	0,0072	4	40
1,375	0,031	4	50	9,93	0,26	4	20	0,080	0,0024	4	40
1,278	0,021	4	20	9,80	0,20	3	20	0,098	0,0013	4	30
C 1,425	0,128	4	23	8,93	0,13	4	50	0,084	0,0038	4	30
1,318	0,045	4	50	10,60	0,00	2	20	0,070	0,0113	4	30
1,270	0,000	2	20	10,45	0,04	4	52	0,071	0,0025	4	30
1,070	0,034	4	50	C 10,05	0,91	4	12	0,074	0,0021	4	90
1,147	0,021	4	50	10,14	0,30	4	50	0,083	0,0046	4	31
0,755	0,020	4	20	9,61	0,26	4	50	0,090	0,0140	2	40
1,350	0,039	4	50	10,00		1	20	0,077	0,0156	4	30
C 1,110	0,118	4	50	C 10,13	2,19	4	10	0,079	0,0036	4	40
0,917		1	23	8,12	0,22	4	20	0,081	0,0030	4	30
1,202	0,015	4	50	9,42	0,73	4	50	0,083	0,0056	4	30
1,318	0,011	4	50	10,55	0,07	2	12	C 0,106	0,0213	4	30
1,060	0,038	4	50	10,14	0,28	4	20	0,100	0,0135	4	30
1,105	0,015	4	23	9,59	0,00	2	50	0,094	0,0072	4	31
1,308	0,039	4	22	C 10,33	1,00	4	50	0,108	0,0107	4	30
C 1,135	0,151	4	23	9,46		1	20	0,126	0,0010	4	30
1,151	0,034	4	20	9,20	0,15	4	50	0,073	0,0038	4	31
1,473	0,049	2	20	11,01	0,13	4	50	0,089	0,0069	4	90
1,385	0,058	4	**57	9,24	0,26	4	50	0,095	0,0019	4	30
1,510	0,043	4	23	9,13	0,37	4	20	0,108	0,0069	4	30
1,185	0,006	4	23	11,35	0,50	4	20	0,102	0,0067	4	30
1,287	0,038	4	*20	12,10	0,55	4	20	0,071	0,0127	4	*30
C 2,158	0,230	4	*50	8,60	0,36	4	13	0,063	0,0140	4	*30
1,106	0,055	4	*20	10,02	0,09	4	20	0,047	0,0036	4	*41
0,835	0,062	4	*20	10,63	0,06	3	20	0,089		1	*30
0,691	0,012	4	*50	13,05	0,59	4	20	0,113	0,0088	4	*30
				C 10,40	1,19	4	50				
				9,42	0,55	4	13				
				9,09	0,12	4	52				
				9,91	0,15	4	20				
				10,50	0,32	4	20				
				8,60	0,47	4	20				
				9,50	0,32	4	50				
				9,20	0,00	4	20				
				11,23	0,92	4	*20				
				8,93	0,71	4	*50				
				10,73	0,67	4	*20				
				9,41	0,48	4	*20				
				7,96	0,28	4	*50				
				10,14	0,13	4	*62				
				9,27	0,24	2	*62				
				10,70	0,24	4	*52				

Forklaring af symboler, se side 8.
 **: Oplukning ved anden metode end autoklave og mikrobølgeovn.

**BILAG 2 TIL CERTIFIKAT QC LOAM SOIL A
LABORATORIEMÅLINGER**

Nikkel				Bly				Zink			
yi	si	n	Metode	yi	si	n	Metode	yi	si	n	Metode
mg/kg TS	mg/kg TS			mg/kg TS	mg/kg TS			mg/kg TS	mg/kg TS		
7,497	0,267	4	12	32,44	1,17	4	12	50,78	0,90	4	50
7,819	0,273	4	50	C 34,11	3,07	4	10	C 88,29	17,56	4	50
7,465	0,232	4	50	30,82	1,91	4	50	48,27	2,30	4	50
7,063	0,322	4	10	31,63	0,96	4	29	48,27	0,43	4	20
7,553	0,259	4	50	31,18	0,31	4	52	54,02	3,06	4	20
7,260	0,158	4	52	33,38	1,26	4	12	49,13	0,61	4	50
6,625	0,387	4	50	27,02	1,24	4	50	49,77	2,68	4	20
7,205	0,323	4	50	31,38	0,72	4	20	50,12	0,422	4	52
6,045	0,201	4	10	30,90		1	20	49,00	0,80	4	20
C 6,513	1,011	4	50	27,38	0,63	4	10	48,02	0,93	4	50
7,355	0,035	2	12	29,15	1,86	4	51	51,83	3,18	4	50
6,638	0,371	4	12	30,80	0,00	2	12	48,80		1	20
7,482	0,303	4	50	30,10	2,20	4	50	46,48	1,41	4	20
7,380	0,246	4	13	34,96	1,26	4	13	46,95	1,59	4	50
7,510	0,197	4	50	35,33	1,06	4	13	51,00	0,00	2	20
7,213	0,532	4	11	32,53	0,32	3	20	G 57,90	1,34	4	20
6,820	0,100	4	50	29,82	0,62	4	13	50,00	3,12	3	50
7,295	0,136	4	52	30,70	0,32	4	52	52,70	2,80	4	50
8,075	0,531	4	13	31,27	0,94	4	11	47,40		1	20
7,660	0,490	4	13	33,40	0,29	4	20	49,87	0,23	4	50
7,255	0,53	2	11	C 34,15	7,00	2	11	48,31	0,31	4	50
7,805	0,525	4	62	30,58	0,67	4	62	46,15	0,29	4	50
7,987	0,312	4	*50	34,77	1,73	4	20	45,55	1,37	4	20
5,968	0,138	4	*62	33,10	0,75	4	*12	49,33	0,90	4	20
8,659	0,097	4	*62	31,20	0,82	4	*50	52,05	0,96	4	20
7,869	0,130	2	*62	C 32,17	2,48	4	*20	52,48	3,87	4	20
9,637	0,268	4	*10	29,66	0,42	4	*12	50,25	0,91	4	20
8,33	0,109	4	*62	33,25	0,52	4	*62	46,33	0,85	4	20
				33,73	0,18	2	*62	47,03	1,30	4	50
				32,14	0,37	4	*62	47,17	1,58	4	20
								49,35	1,97	4	50
								47,65	0,42	4	52
								49,79	3,09	4	62
								52,30	2,37	4	*20
								50,95	1,41	4	*50
								54,15	3,63	4	*20
								44,51	0,86	4	*52
								C 48,25	8,06	4	*50
								47,59	0,68	4	*62
								57,45	0,77	2	*62
								55,02	2,54	4	*62

Forklaring af symboler, se side 8

**BILAG 2 TIL CERTIFIKAT QC LOAM SOIL A
LABORATORIEMÅLINGER**

Total nitrogen				Total phosphor				Gledetab			
yi	si	n	Metode	yi	si	n	Metode	yi	si	n	Metode
g/kg TS	g/kg TS			g/kg TS	g/kg TS			g/kg TS	g/kg TS		
C 1,58	0,311	4	1	0,749	0,0147	4	50	44,2	1,37	4	8
1,66	0,127	4	3	0,927	0,0260	4	4	45,7	0,64	4	8
1,57	0,034	4	3	0,725	0,0181	4	50	40,7	0,84	4	8
1,62	0,151	3	2	0,841	0,0122	4	5	50,8	1,27	4	8
1,52	0,083	4	1	0,970	0,0280	4	5	43,2	0,84	4	8
1,55	0,060	4	2	0,702	0,0008	4	54	48,9	0,71	4	8
1,73	0,081	3	1	0,894	0,0059	4	6	G 64,8	0,79	4	8
1,51	0,007	4	3	0,585	0,0082	4	5	44,0	0,55	4	8
1,85	0,190	4	5	0,620	0,0090	4	5	43,5	0,71	2	8
1,58	0,026	4	1	0,800	0,0000	4	5	C 45,9	2,38	4	8
1,70	0,140	4	4	(G)0,594	0,0029	4	4	44,7	0,61	4	8
1,48	0,186	4	1	0,697	0,0105	4	50	45,3	1,00	4	8
1,65	0,078	4	2	0,669	0,0310	4	53	44,5	0,70	2	8
1,46	0,022	4	1	0,829	0,0284	4	4	C 43,6	3,25	2	8
1,69	0,021	2	1	C 0,660	0,0668	4	4	44,9		1	9
1,63	0,060	3	8	0,706	0,0206	3	50	44,1	0,36	4	8
1,40	0,127	4	2	0,779	0,0040	4	50	41,3	0,44	4	8
1,50	0,000	2	6	0,718	0,0041	4	50	43,4	0,00	2	8
1,60	0,080	4	1	0,817	0,0275	4	53	44,5	1,00	4	8
1,37	0,061	4	1	0,715	0,0087	4	50	43,5	0,28	2	8
2,02	0,047	4	1	0,954	0,0181	4	4	45,0	0,82	4	8
1,39	0,019	4	7	0,897	0,0119	4	8	45,0	1,00	3	8
1,19	0,152	4	1	0,874	0,0261	4	4	42,4	0,14	2	8
1,50	0,029	4	1	0,881	0,0301	4	4	43,4	0,30	4	8
1,64	0,125	4	1	0,884	0,0171	4	4	45,9	1,20	4	8
1,54	0,035	2	1	0,853	0,0115	4	4	45,4	1,07	4	8
1,56	0,021	4	6	0,873	0,0340	4	56	40,8	0,87	4	8
1,54	0,041	4	1	0,836	0,0291	4	4	43,4	0,06	4	8
								44,0	1,22	4	8
								43,5	1,03	4	8
								45,4	0,10	4	8
								46,9	1,56	4	8
								44,5	0,68	4	8
								47,5	0,39	2	8
								45,2	0,35	4	8
								42,4	0,93	3	8
								43,6	0,69	4	8
								42,2	2,08	4	8

Forklaring af symboler, se side 8

**BILAG 3 TIL CERTIFIKAT QC LOAM SOIL A
CERTIFICERENDE LABORATORIER**

A/S AnalyCen, Fredericia, DANMARK
 Levnedsmiddelkontrollen I/S, Frederikssund, DANMARK
 Fælleskommunal Levnedsmiddelkontrol, Glostrup, DANMARK
 Miljø- og Levnedsmiddelkontrollen, Helsingør, DANMARK
 MLK Vestjylland I/S, Herning, DANMARK
 Miljø- og LevnedsmiddelCentret, Holbæk, DANMARK
 MLK Vestjylland I/S, Holstebro, DANMARK
 Miljø- og Levnedsmiddelcentret I/S, Horsens, DANMARK
 Miljø og Levnedsmiddelcenter, Sjælland Øst I/S, Køge, DANMARK
 MLK-Fyn I/S, Kemisk Afdeling, Odense SØ, DANMARK
 Miljø- og Levnedsmiddelkontrollen, Randers, DANMARK
 Miljø- og Levnedsmiddelkontrollen, Ribe, DANMARK
 Bornholms Levnedsmiddelkontrol, Rønne, DANMARK
 MLK Østjylland I/S, Silkeborg, DANMARK
 Hygiejnelaboratoriet A/S, Tønder, DANMARK
 Miljø- og Levnedsmiddelkontrollen Varde, Varde, DANMARK
 Miljø- og Levnedsmiddelkontrollen, Viborg, DANMARK
 Hygiejnisk Forvaltning, Ålborg, DANMARK
 Dansk Teknologisk Institut, Kemiteknik, Tåstrup, DANMARK
 dk-TEKNIK, Søborg, DANMARK
 FORCE Institutterne, Kemisk Afdeling, Brøndby, DANMARK
 Hedeselskabet, Laboratoriet Svenstrup, Svenstrup J., DANMARK
 Hedeselskabets Laboratorium, Viborg, DANMARK
 Miljø-Kemi, Dansk Miljø Center A/S, Galten, DANMARK
 Steins Laboratorium A/S, Brørup, DANMARK
 Sønderjyllands Højspændingsværk, Åbenrå, DANMARK
 VKI, Hørsholm, DANMARK
 Agricultural Research Centre of Finland, Institute of Soils and Environment, Jokioinen, FINLAND
 Finnish Environment Agency, Helsinki, FINLAND
 Geological Survey of Finland, Chemical Laboratory, Esbo, FINLAND
 The Finnish Forest Research, Vantaa, FINLAND
 Heilsufrøðelig Starvsstova, Tórshavn, FÆRØERNE
 Technological Institute of Iceland, Reykjavik, ISLAND
 ANØ, Kjeller, NORGE
 Buskerud Vann- og Avløpssenter, Drammen, NORGE
 Landbrukets Analysesenter, Jordforsk, Ås, NORGE
 Milab HINT, Avdeling for naturbruk, Steinkjer, NORGE
 Miljølaboratoriet i Telemark, Skien, NORGE
 NIVA, Kjelsås, Oslo, NORGE
 Norsk Analyse Center A/S, Billingstad, NORGE
 Næringsmiddeltilsynet i Salten, Bodø, NORGE
 Oslo Vann- og Avløpsverk, Avløpslab., Oslo, NORGE
 RF-Miljølaboratoriet, Stavanger, NORGE
 Sentrallaboratoriet NRV/RA-2, Strømmen, NORGE
 VEAS, Slommestad, NORGE

**BILAG 3 TIL CERTIFIKAT QC LOAM SOIL A
CERTIFICERENDE LABORATORIER**

AgroLab, Kristianstad, SVERIGE
Analytica AB, Täby, SVERIGE
ITM Solna, Stockholms Universitet, Stockholm, SVERIGE
IVL Analyslab, Stockholm, SVERIGE
KM-Lab. AB, Linköping, SVERIGE
KM-Lab. AB, Uppsala, SVERIGE
LV-Lab, Sandarne, SVERIGE
MILAB, Järfälla, SVERIGE
Svelab, Kalmar, SVERIGE
Stockholm Vatten, Avd. Vattenvård, Stockholm, SVERIGE
Tekniska kontorets VA-lab, Jönköping, SVERIGE
Tekniska verken i Linköping AB, Linköping, SVERIGE
VA-verkets vattenlaboratorium, Malmö, SVERIGE
VB Viak AB, Vattenvårdslaboratoriet, Stockholm, SVERIGE



INSTYTUT CHEMII I TECHNIKI JĄDROWEJ

POLISH CERTIFIED REFERENCE MATERIAL

FOR MULTIELEMENT TRACE ANALYSIS

FINE FLY ASH (CTA – FFA – 1)

GENERAL INFORMATION

INTENDED USE:

CHECKING THE ACCURACY OF ANALYTICAL WORK OF THE LABORATORIES ENGAGED IN THE DETERMINATION OF TRACE ELEMENTS IN MINERAL AND ENVIRONMENTAL SAMPLES. CALIBRATION OF APPARATUS AND METHODS.

ELEMENTS FOR WHICH CERTIFIED CONCENTRATIONS COULD BE ESTABLISHED:

Al, As, Ba, Ce, Co, Cr, Cs, Cu, Dy, Er, Eu, F, Fe, Gd, Hf, La, Li, Lu, Mn, Na, Nd, Ni, P, Pb, Rb, Sb, Sc, Si, Sm, Sr, Ta, Tb, Th, Tm, U, V, W, Y, Yb, Zn.

ELEMENTS FOR WHICH NON-CERTIFIED „INFORMATION” VALUES ARE AVAILABLE:

Be, Ca, Cd, Ga, In, K, Mg, Mo, Se, Ti.

Produced and certified by:

Distributed by:

COMMISSION OF TRACE ANALYSIS OF THE COMMITTEE FOR ANALYTICAL CHEMISTRY OF THE POLISH ACADEMY OF SCIENCES

Department of Analytical Chemistry,
Institute of Nuclear Chemistry and Technology
03-195 Warszawa, Poland
Phone: 112737
Telex: 813027 ichtj pl

and
INSTITUTE OF NUCLEAR CHEMISTRY
AND TECHNOLOGY, UL. DORODNA 16,
03-195 WARSZAWA, POLAND

ORIGIN, PREPARATION AND TESTING

Fine fly ash (ca. 60 kg) originating from the 3rd zone of electrofilters at Kozienice power station (Poland), was supplied by Mrs. M. Malusecka (Department of Power Stations' Waste Utilization, Katowice). Over 93% of the material passed through the 0.06 mm sieve. The material was homogenized by mixing for 16 hrs. in a plastic drum rotated in three directions. Preliminary homogeneity testing was performed determining Fe and Y contents by X-ray fluorescence in several subsamples of the material taken from the drum.

Distribution of 50g portions into wide-mouthed, air-tight polyethylene bottles was achieved with the aid of a specially constructed teflon scoop. Final homogeneity testing was performed by instrumental neutron activation analysis, analyzing several subsamples taken from 6 individual bottles chosen at random and comparing the results for 6 subsamples taken from one bottle. Statistical comparison of results for Co, Cr, Fe, La, Sc, and Th obtained in the two series of measurements confirmed good homogeneity of the material, at least for sample weight of $m \geq 100$ mg.

CERTIFICATION

Assigning of "recommended" (certified) values was done on the basis of world-wide intercomparison in which 63 laboratories participated. The laboratories contributed 4282 bits of chemical information (1041 laboratory means) on 65 elements. Their cooperation is gratefully acknowledged.

Statistical evaluation of results for individual elements was performed by the method published previously¹⁾. The outlying results from the population of laboratory averages were rejected by concurrent use of the four criteria i.e. those of Dixon, Grubbs, coefficient of skewness, and coefficient of kurtosis at significance level of 0.05, followed by calculation of overall mean, confidence limits etc.

The criteria used to decide whether the overall mean can be given the status of „recommended" (certified) value were as follows:

1. Relative uncertainty of the overall mean:

$$\frac{S.D. \cdot t_{0.05}}{\sqrt{N} \cdot \bar{X}} \leq 20\% \text{ (trace elements)}$$

$$\leq 10\% \text{ (major elements)}$$

or relative standard deviation

$$\frac{S.D.}{\bar{X}} \leq 25\% \text{ (trace elements)}$$

$$\leq 15\% \text{ (major elements)}$$

For the purpose of this work elements with concentration exceeding 0.5% (5000 ppm) were considered to be major elements.

2. The overall mean was calculated from at least 3 laboratory averages obtained by more than one analytical technique. If results from only one analytical technique are available the number of laboratory averages cannot be smaller than 5.

3. If the conditions (1) and (2) are fulfilled but the number of outliers exceeds 50%, the additional procedure is activated which checks the changes of the mean and standard deviation respectively accompanying successive rejections. The process of rejecting of outliers is then stopped when the change in both the mean and standard deviation becomes lower or equal to 15%, and the condition (1) is rechecked.

"Information" values were assigned to those elements for which the results while not fulfilling conditions (1)-(3) still fulfilled the following condition:

$$\frac{S.D. \cdot t_{0.05}}{\sqrt{N} \cdot \bar{X}} \leq 50\% \text{ (trace elements)}$$

$$\leq 30\% \text{ (major elements)}$$

"RECOMMENDED" VALUES FOR CTA-FFA-1

MAJOR ELEMENTS		TRACE ELEMENTS	
Element	Concentration [wt%]	Element	Concentration [mg/kg (ppm)]
Al	14.87 ± 0.39	As	53.6 ± 2.7
Fe	4.89 ± 0.14	Ba	835 ± 56
Na	2.19 ± 0.08	Ce	120 ± 7
Si	22.48 ± 0.92	Co	39.8 ± 1.7
		Cr	156 ± 8
		Cs	48.2 ± 2.6
		Cu	158 ± 9
		Dy	9.09 ± 1.45
		Er	4.52 ± 1.12
		Eu	2.39 ± 0.06
		F	198 ± 39
		Gd	10.0 ± 2.6
		Hf	6.09 ± 0.45
		La	60.7 ± 4.0
		Li	128 ± 22
		Lu	0.658 ± 0.043
		Mn	1066 ± 41
		Nd	56.8 ± 3.7
		Ni	99.0 ± 5.8
		P	725 ± 74
		Pb	369 ± 46
		Rb	185 ± 5
		Sb	17.6 ± 2.5
		Sc	24.2 ± 1.1
		Sm	10.9 ± 0.6
		Sr	250 ± 13
		Ta	2.11 ± 0.16
		Tb	1.38 ± 0.14
		Th	29.4 ± 0.7
		Tm	0.705 ± 0.200
		U	15.1 ± 0.8
		V	260 ± 10
		W	10.5 ± 1.1
		Y	45.0 ± 13.5
		Yb	4.24 ± 0.19
		Zn	569 ± 58

"INFORMATION" VALUES FOR CTA-FFA-1

MAJOR ELEMENTS

Element	Concentration [wt%]
Ca	2.29
K	2.20
Mg	1.55
Ti	0.58

TRACE ELEMENTS

Element	Concentration [mg/kg (ppm)]
Be	27
Cd	2.8
Ga	49
In	0.34
Mo	17
Se	4.6

The preparation and certification of the CTA-FFA-1 certified reference material was performed by the staff of the Department of Analytical Chemistry, Institute of Nuclear Chemistry and Technology, under the direction of Prof. dr hab. R. Dybczyński.

¹⁾ R. Dybczyński, *Analytica Chimica Acta*, **117**, 53-70 (1980)

Warsaw Nov. 1990

LIST OF PARTICIPANTS OF THE INTERCOMPARISON CTA-FFA-1

(in alphabetical order)

Mrs. E. Arabas, Instytut Szkła i Ceramiki, Warszawa, POLAND

Dr. D.J. Bland, British Geological Survey, Nottingham, UNITED KINGDOM

Dr. R. Bojanowski, Instytut Oceanologii PAN, Sopot, and Mr. A. Pietruszewski, CLOR, Warszawa, POLAND

Mr. E. Bolibrzuch, Instytut Uprawy, Nawożenia i Gleboznawstwa, Pulawy, POLAND

Prof. dr. M. de Bruin, Interuniversity Reactor Institute, Delft, THE NETHERLANDS

Mrs. T. Capalla, Mrs. I. Sheybal, Instytut Metalurgii Żelaza, Gliwice, POLAND

Mr. W. Czajowski, Mrs. H. Szajber, KGHM LUBIN, Lubin, POLAND

Dr. M. Dermelj, „Jozef Stefan” Institute Ljubljana, YUGOSLAVIA

Mr. W. Domek, dr. J. Golimowski, Instytut Ochrony Środowiska, Warszawa, POLAND

Dr. P. Dulski, Hahn-Meitner Institute, WEST BERLIN

Dr. M. Geisler, Dr. H. Schelhorn, Central Institute of Isotopes and Radiation Research, Leipzig, GERMAN DEMOCRATIC REPUBLIC

Dr. A. Ghods, Mr. J.C. Veselsky, International Atomic Energy Agency, Vienna, AUSTRIA

Dr. C. Gunchew, Mrs. R. Georgiewa, Mr. W. Iwanow, Institute for Plant Protection, Kostinbrod near Sofia, BULGARIA

Prof. J. Hertogen, Katholieke Universiteit Leuven, Leuven, BELGIUM

Mr. Z. Jońca, Państwowy Instytut Geologiczny, Warszawa, POLAND

Doc. dr. K. Kasiura, Politechnika Warszawska, Warszawa, POLAND

Dr. L. Kinowa, dr. I. Penew Institute of Nuclear Research and Nuclear Energy, Bulgarian Academy of Sciences, BULGARIA

Mrs. H. Kłosowska, ENERGOPOMIAR, Gliwice, POLAND

Dr. V. Kocman, Mrs. L.M. Foley, Domtar Inc. Research Centre, Quebec, CANADA

Dr. G. M. Kolesov, V. I. Vernadsky Institute of Geochemistry and Analytical Chemistry, Moscow, USSR

Mrs. K. Korolewicz, ENERGOPOMIAR, Gliwice, POLAND

Metodevalideringsrapporter

Metodevalideringsrapport

EDXRF - arsen

Formål

Undersøgelse af hurtigmetoden EDXRF.

Gennemførelse

Til bestemmelse af nøjagtighed og præcision er referenceprøverne QC-Loam Soil A og CTA-FFA-1 analyseret på 6 forskellige dage med dobbeltbestemmelser.

Den indledende detektionsgrænse er udregnet fra 6 replikater på samme dag af QC-Loam Soil A.

Resultater

Indledende detektionsgrænse (mg/kg)

Prøve	Gennemsnit	Std.afv.	Antal prøver	Detektionsgrænse
QC-Soil A	10,0	0,0	3	0,0

Detektionsgrænse (mg/kg)

Prøve	Gennemsnit	Std.afv.	Antal prøver	Detektionsgrænse
QC-Soil A	10,0	0,0	18	0,0

Nøjagtighed og præcision

Prøvetype	Niveau		Genfinding %	Antal prøver	Præcision			
	Tilsat	Fundet			Repeterbarhed		Std.afv. mellem dage	
	mg/kg	mg/kg			s(r) mg/kg	CV(r) %	s(b) mg/kg	CV(b) %
QC-Soil A	3,89	10	257	18	0,0	0,0	0,0	0,0
CTA-FFA-1	54	10,0 - 86,0	19 - 159	18	22,43	48,1	0,00	0,0

Selektivitet

	QC-Soil A	CTA-FFA-1
Gennemsnit	10	46,7
Sand koncentration	3,89	54
Test størrelse Z	1,4401	0,4562
Sandsynlighed for Z	0,1680	0,6540

Metodevalideringsrapport

EDXRF - bly

Formål

Undersøgelse af hurtigmetoden EDXRF.

Gennemførelse

Til bestemmelse af nøjagtighed og præcision er referenceprøverne QC-Loam Soil A og CTA-FFA-1 analyseret på 6 forskellige dage med dobbeltbestemmelser.

Den indledende detektionsgrænse er udregnet fra 6 replikater på samme dag af QC-Loam Soil A.

Resultater

Indledende detektionsgrænse (mg/kg)

Prøve	Gennemsnit	Std.afv.	Antal prøver	Detektionsgrænse
QC-Soil A	34,00	4,98	6	24,58

Detektionsgrænse (mg/kg)

Prøve	Gennemsnit	Std.afv.	Antal prøver	Detektionsgrænse
QC-Soil A	34,11	6,89	18	34,01

Nøjagtighed og præcision

Prøvetype	Niveau		Genfinding %	Antal prøver	Præcision			
	Tilsat	Fundet			Repeterbarhed		Std.afv. mellem dage	
	mg/kg	mg/kg			s(r) mg/kg	CV(r) %	s(b) mg/kg	CV(b) %
QC-Soil A	31,4	22,0 - 47,0	70 - 150	18	6,88	20,2	0,00	0,0
CTA-FFA-1	369	295,0 - 396,0	80 - 107	18	22,58	6,2	18,43	5,0

Selektivitet

	QC-Soil A	CTA-FFA-1
Gennemsnit	34,1	365,1
Sand koncentration	31,4	369
Test størrelse Z	-1,1879	0,1606
Sandsynlighed for Z	0,2512	0,8743

Metodevalideringsrapport

EDXRF - chrom

Formål

Undersøgelse af hurtigmetoden EDXRF.

Gennemførelse

Til bestemmelse af nøjagtighed og præcision er referenceprøverne QC-Loam Soil A og CTA-FFA-1 analyseret på 6 forskellige dage med dobbeltbestemmelser.

Den indledende detektionsgrænse er udregnet fra 6 replikater på samme dag af QC-Loam Soil A.

Resultater

Indledende detektionsgrænse (mg/kg)

Prøve	Gennemsnit	Std.afv.	Antal prøver	Detektionsgrænse
QC-Soil A	18,00	14,62	6	72,14

Detektionsgrænse (mg/kg)

Prøve	Gennemsnit	Std.afv.	Antal prøver	Detektionsgrænse
QC-Soil A	13,9	12,9	18	63,7

Nøjagtighed og præcision

Prøvetype	Niveau		Genfinding %	Antal prøver	Præcision			
	Tilsat	Fundet			Repeterbarhed		Std.afv. mellem dage	
	mg/kg	mg/kg			s(r) mg/kg	CV(r) %	s(b) mg/kg	CV(b) %
QC-Soil A	12,1	5 - 36	41 - 298	18	13,5	96,5	0,0	0,0
CTA-FFA-1	156	113,0 - 167,0	72 - 107	18	12,23	8,4	0,00	0,0

Selektivitet

	QC-Soil A	CTA-FFA-1
Gennemsnit	14	145,7
Sand koncentration	12,1	156
Test størrelse Z	-0,2272	1,4911
Sandsynlighed for Z	0,8230	0,1542

Metodevalideringsrapport

EDXRF - kobber

Formål

Undersøgelse af hurtigmetoden EDXRF.

Gennemførelse

Til bestemmelse af nøjagtighed og præcision er referenceprøverne QC-Loam Soil A og CTA-FFA-1 analyseret på 6 forskellige dage med dobbeltbestemmelser.

Den indledende detektionsgrænse er udregnet fra 6 replikater på samme dag af QC-Loam Soil A.

Resultater

Indledende detektionsgrænse (mg/kg)

Prøve	Gennemsnit	Std.afv.	Antal prøver	Detektionsgrænse
QC-Soil A	19,67	4,72	6	23,29

Detektionsgrænse (mg/kg)

Prøve	Gennemsnit	Std.afv.	Antal prøver	Detektionsgrænse
QC-Soil A	17,06	6,99	18	34,50

Nøjagtighed og præcision

Prøvetype	Niveau		Genfinding %	Antal prøver	Præcision			
	Tilsat	Fundet			Repeterbarhed		Std.afv. mellem dage	
	mg/kg	mg/kg			s(r) mg/kg	CV(r) %	s(b) mg/kg	CV(b) %
QC-Soil A	9,85	2,5 - 27,0	25 - 274	18	7,05	41,3	0,00	0,0
CTA-FFA-1	159	107,0 - 165,0	67 - 104	18	15,53	10,4	0,00	0,0

Selektivitet

	QC-Soil A	CTA-FFA-1
Gennemsnit	17,1	149,0
Sand koncentration	9,85	159
Test størrelse Z	-2,8744	0,9972
Sandsynlighed for Z	0,0105*	0,3326

*: Sandsynlighed <0,05

Metodevalideringsrapport

EDXRF - nikkel

Formål

Undersøgelse af hurtigmetoden EDXRF.

Gennemførelse

Til bestemmelse af nøjagtighed og præcision er referenceprøverne QC-Loam Soil A og CTA-FFA-1 analyseret på 6 forskellige dage med dobbeltbestemmelser.

Den indledende detektionsgrænse er udregnet fra 6 replikater på samme dag af QC-Loam Soil A.

Resultater

Indledende detektionsgrænse (mg/kg)

Prøve	Gennemsnit	Std.afv.	Antal prøver	Detektionsgrænse
QC-Soil A	2,50	0,00	6	0,00

Detektionsgrænse (mg/kg)

Prøve	Gennemsnit	Std.afv.	Antal prøver	Detektionsgrænse
QC-Soil A	2,50	0,00	18	0,00

Nøjagtighed og præcision

Prøvetype	Niveau		Genfinding %	Antal prøver	Præcision			
	Tilsat	Fundet			Repetérbarhed		Std.afv. mellem dage	
	mg/kg	mg/kg			s(r) mg/kg	CV(r) %	s(b) mg/kg	CV(b) %
QC-Soil A	7,29	2,5	34	18	0,00	0,0	0,00	0,0
CTA-FFA-1	99	35,0 - 82,0	35 - 83	18	11,77	17,8	7,38	11,1

Selektivitet

	QC-Soil A	CTA-FFA-1
Gennemsnit	2,5	66,3
Sand koncentration	7,29	99
Test størrelse Z	-1,1290	3,4751
Sandsynlighed for Z	0,2746	0,0029**

** Sandsynlighed <0,01

Metodevalideringsrapport

EDXRF - zink

Formål

Undersøgelse af hurtigmetoden EDXRF.

Gennemførelse

Til bestemmelse af nøjagtighed og præcision er referenceprøverne QC-Loam Soil A og CTA-FFA-1 analyseret på 6 forskellige dage med dobbeltbestemmelser.

Den indledende detektionsgrænse er udregnet fra 6 replikater på samme dag af QC-Loam Soil A.

Resultater

Indledende detektionsgrænse (mg/kg)

Prøve	Gennemsnit	Std.afv.	Antal prøver	Detektionsgrænse
QC-Soil A	66,83	4,31	6	21,27

Detektionsgrænse (mg/kg)

Prøve	Gennemsnit	Std.afv.	Antal prøver	Detektionsgrænse
QC-Soil A	65,00	5,91	18	29,15

Nøjagtighed og præcision

Prøvetype	Niveau		Genfinding %	Antal prøver	Præcision			
	Tilsat	Fundet			Repetérbarhed		Std.afv. mellem dage	
	mg/kg	mg/kg			s(r) mg/kg	CV(r) %	s(b) mg/kg	CV(b) %
QC-Soil A	49,2	51,0 - 73,0	104 - 148	18	6,13	9,4	2,55	3,9
CTA-FFA-1	596	456,0 - 640,0	77 - 107	18	34,42	5,8	41,17	7,0

Selektivitet

	QC-Soil A	CTA-FFA-1
Gennemsnit	65,0	588,5
Sand koncentration	49,2	596
Test størrelse Z	-6,7603	0,1578
Sandsynlighed for Z	0,0000***	0,8765

*** Sandsynlighed <0,001

