

BACHELOROPPGAVE

Biokjemisk metanpotensial (BMP) ved anaerob nedbrytning av avløpsslam tilsatt fiskeslam som ko-substrat og tilhørende tungmetallanalyse av bioresten

The biochemical methane potential (BMP) in anaerobic digestion of sewage sludge with added fish sludge as co-substrate and associated heavy metal analysis of the digestate

Katarzyna Tlustochowicz

Hedda Vik Askeland

Olav Bjørnberg

Bachelor i ingeniørfag, kjemi
Fakultet for ingeniør- og naturvitenskap/Institutt for sikkerhet, kjemi- og
Bioingeniørfag/Kjemiingeniør/Studieretning miljøteknologi

Innleveringsdato: 28.05.2021

Jeg bekrefter at arbeidet er selvstendig utarbeidet, og at referanser/kildehenvisninger til allekilder som er brukt i arbeidet er oppgitt, jf. Forskrift om studium og eksamen ved Høgskulen på Vestlandet, § 10.

Forord

Denne prosjektrapporten er utarbeidet som en del av faget KJE150- Bacheloroppgave, som er et obligatorisk emne på siste semesteret ved kjemiingeniørutdanningen ved Høgskulen på Vestlandet (HVL). Oppgaven ble utført våren 2021.

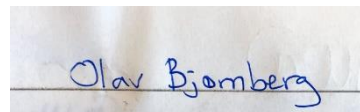
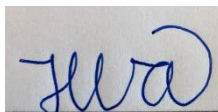
Ved dette prosjektet arbeidet 3 studenter som alle har miljøteknologibakgrunn og har brukt kunnskap fra følgende fag for å gjennomføre oppgaven: Statistikk og kjemometri, Vannrenseteknologi, Analyseteknikk og Instrumentell analyse.

Oppgaven er en del av forskningsprosjektet “Mass balance and energy optimisation in recirculating aquaculture systems with special focus on diurnal variations in water quality”, som er støttet av Norsk Forskningsråd (NFR). Bachelorprosjektet omhandler bruk av avfallstoff, fiskeslam, som et ressurs til biogassproduksjon og er et produkt av samarbeidet mellom Høgskulen på Vestlandet og Bergen Kommune. Det eksperimentelle arbeidet ble utført internt på instrumentellanalyse laboratorium på HVL og eksternt ved biogassanlegget i Rådalen.

Personer vi ønsker å takke er vår intern veileder og høgskulelektor Kristin Kvamme og eksternt veileder Ingvild Sveinsgjerd Fenne, som ga oss god oppfølging og var meget hjelpsom under hele arbeidet. Vi ønsker også takke overingeniør Torun Synnøve Skøld for den hjelpen som ble gitt. I tillegg vil vi takke Bergen Kommune for tildeling av en spennende og lærerik oppgave.

Dato: 28.05.21

Tlustochowicz



Katarzyna Tlustochowicz

Hedda Vik Askeland

Olav Bjørnberg

Sammendrag

Resirkuleringsanlegg (RAS) produserer fiskeslam som i dag i for liten grad blir utnyttet på en bærekraftig måte. Derfor ønsker forskningsprosjektet (RAS-EN) å studere og optimalisere energibruken i RAS. Det er ønskelig å benytte fiskeslam i høyest mulig grad for å øke biokjemisk metanpotensial (BMP) til avløpsslammet. Biometan kan brukes som drivstoff og til oppvarming, mens biorest kan egne seg som gjødsel.

Denne bacheloroppgaven som er basert på det nevnte forskningsprosjektet, er et eksperimentelt prosjekt som har utforsket potensialet for å bruke tørt og vått fiskeslam i biogassproduksjon for økning av energiutvinning i anaerob nedbrytning av slammet. Den optimale sammensetningen av avløpsslam tilsatt vått og tørket fiskeslam som ga høyest BMP ble undersøkt. AMPTS II ble benyttet for å måle BMP. Statistiske metoder ble brukt for å avgjøre om det var signifikante forskjeller i BMP for de ulike analyseprøvene.

BMP i podeslam og hygienisert slam tilsatt tørket fiskeslam 10 VS% ga en størst økning på 5,02 % i forhold til podeslam blandet med hygienisert slam, mens tilsats av 35 VS% tørket fiskeslam ga størst reduksjon i BMP på -12,35 %. Tilsetning av vått fiskeslam førte til reduksjon i BMP i alle benyttede samutråtningsforhold. t-test av BMP i de ulike analyseprøvene viser at det ikke er signifikant forskjell mellom dem. Prosjektet viser at biogassproduksjonen er hovedsakelig avhengig av podeslam og hygienisert slam, og ikke av fiskeslam.

Tungmetallanalysene, utført ved bruk av ICP-OES, viser en oppkonsentrering av analyserte tungmetaller i bioresten. Interne analyser viser at bioresten fra alle prøver tilhører kvalitetsklasse II, og kan dermed brukes som gjødsel. Eksterne analyser derimot plasserer bioresten i kvalitetsklasse III.

Nøkkelord: Biokjemisk metanpotensial (BMP), biogass, anaerob samutråtning, resirkuleringsanlegg (RAS), fiskeslam, tungmetallanalyser

Abstract

Recirculating aquaculture systems (RAS) produces fish sludge which today is used too little in a sustainable way. Therefore, the research project (RAS-EN) wishes to study and optimize energy use in RAS. It is desirable to use fish sludge as much as possible to increase the biochemical methane potential (BMP) of the sewage sludge. Biomethane can be used as fuel and for heating, while bio-residue can be used as fertilizer.

This bachelor thesis, which is based on the mentioned research project, is an experimental project that has explored the potential of using dry and wet fish sludge in biogas production to increase energy recovery in anaerobic digestion of the sludge. The optimal composition of sewage sludge and wet and dried fish sludge, which gave the highest BMP, were investigated. AMPTS II was used to measure BMP. Statistical methods were used to determine whether there were significant differences in BMP for the different analysis samples.

BMP in graft sludge and sanitized sludge with added 10 VS% dried fish sludge gave a largest increase of 5,02% compared to graft sludge mixed with sanitized sludge, while addition of 35 VS% dried fish sludge gave the largest reduction in BMP of -12,35 %. t-test of BMP in the different samples shows that there is no significant difference between them. The project shows that biogas production is mainly dependent on graft sludge and hygienized sludge, and not on fish sludge.

The heavy metal analyzes, performed using ICP-OES, shows an increased concentration of analyzed heavy metals in the bio-residue. Internal analyzes show that the bio-residue from all samples belongs to quality class II and can thus be used as fertilizer. External analyzes however, places the bio-residue in quality class III.

Keywords: Biochemical methane potential (BMP), recirculating aquaculture systems (RAS), biogas, anaerobic co-digestion, statistical methods, heavy metal analyzes, fish sludge

Liste over forkortelser

BMP	Biokjemisk Metanpotensial (Biochemical Methane Potential)
AMPTS II	Automatic Methane Potential Test System (Automatisk Metan Potensjale Test System)
ICP-OES	Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (Induktiv Koblet Plasma Optisk Emisjon Spektrometri)
ICP-MS	Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (Induktiv Koblet Plasma Masse Spektrometri)
PS	Podeslam
HS	Hygienisert slam
FS	Fiskeslam
FS T	Tørt fiskeslam
FS V	Vått fiskeslam
TS	Tørrstoff
VS	Volatile solids, "flyktige faste stoffer"
Wv	Glødetap
LSP	Lav spikeprøve
HSP	Høy spikeprøve
KKL	Kvalitetskontrollprøve lav
KKH	Kvalitetskontrollprøve høy

Innholdsfortegnelse

Forord.....	2
Sammendrag	3
Abstract.....	4
Liste over forkortelser.....	5
1. Introduksjon	10
1.1 Bakgrunn og tema for bacheloroppgaven	10
1.2 Problemstilling, formål, mål og delmål	11
1.3 Teori.....	12
1.3.1 Tidligere arbeid.....	12
1.3.2 Produksjon av biogass og dens utfordringer	14
1.3.3 Biorest.....	16
1.3.4 AMPTS II.....	17
1.3.5 ICP-OES	19
2. Materialer og metoder.....	21
2.1 HMS.....	21
2.2 Formler og likninger	21
2.2.1 BMP-analyse.....	21
2.3 Instrumentering	23
2.3.1 Instrumentering ved BMP-analyse	23
2.3.2 Instrumentering ved ammonium analyse	24
2.3.3 Instrumentering ved tungmetallanalyse	25
2.4 Kjemikalier og reagenser	26
2.4.1 Kjemikalier og reagenser ved BMP-analyse.....	26

2.4.2 Kjemikalier, reagenser, løsninger og prøver ved tungmetallanalyse	27
2.5 Fremgangsmåter.....	27
2.5.1 Fremgangsmåte for AMPTS-forsøk	27
2.5.2 Fremgangsmåte for grunnstoffanalyse av slamprøver ved Hardanger Miljøsender	35
2.5.3 Fremgangsmåte tungmetallanalyse utført på HVL	36
3. Resultater	43
3.1 Bestemmelse av BMP i analyserte prøver	43
3.1.1 TS, VS og Wv i podeslammet, substrater og substratblandinger i alle 3 forsøksserier ...	43
3.1.2 TS, VS og Wv i analyseprøver før og etter utråtning	44
3.1.4 Akkumulert volum av metan	44
3.1.5 BMP i analyserte prøver	47
3.1.6 Statistiske analyser av BMP-resultater	49
3.1.7 pH og ledningsevne.....	50
3.1.8 Ammoniumanalyse	50
3.2 Resultater fra ICP-OES analyse.....	51
3.2.1 Tungmetallkonsentrasjoner i analyserte prøver	51
3.2.2 Kvalitetskontroller og spikeprøver	59
3.2.3 Eksterne analyseresultater.....	60
4. Diskusjon	63
4.1 AMPTS II-forsøkene	63
4.1.1 Karakterisering av podeslammet og substrater	63
4.1.2 BMP og statistiske tester.....	64
4.1.3 Forslag til videre arbeid	67
4.2 Tungmetallanalyser.....	68

4.2.1 Feil og problemer under prøveopparbeiding.....	68
4.2.2 Tungmetallkonsentrasjoner og bioresten	69
4.3 Nytteverdi av dette prosjektet	72
5. Konklusjon.....	73
6. Bibliografi.....	74
7. Appendiks (vedlegg).....	77
A: Eksempel på beregning av innveide masser av fiskeslam og podeslam basert på ønskede VS- innhold i substratblandingen og beregning av VS% fra fiskeslam i blandingen.....	77
B: Masser av tomme digler, digler med vått substratsprøve, med tørket prøve og med prøve etter gløding i forsøksserie 1, 2 og 3.....	78
C: TS, VS og Wv i analyserte substratsprøver i forsøksserie 1, 2 og 3 før utråtning med en eksempelberegning	80
D: Innveide masser av podeslam og substrater.....	82
E: Masser av tomme digler, digler med vått analyseprøve, med tørket prøve og med prøve etter gløding ved forsøksserie 1, 2 og 3 før utråtning	84
F: TS, VS og Wv i analyseprøver ved forsøksserie 1, 2 og 3 før utråtning.....	86
G: Masser av tomme digler, digler med vått analyseprøve, med tørket prøve og med prøve etter gløding ved forsøksserie 1, 2 og 3 etter utråtning.....	87
H: TS, VS og Wv i analyseprøver ved forsøksserie 1, 2 og 3 etter utråtning.....	89
I: Rådata for akkumulert volum av metan i forsøksserie 1,2 og 3.....	90
J: Eksempelberegning på BMP.....	93
K: Statistiske tester: f-test og t-test	94
L: pH og ledningsevne før og etter utråtning.....	94
M: Ammoniuminnhold i analyseprøver før og etter utråtning.....	98
N: Kalibreringskurver og intensiteter	99
O: Beregnede metallkonsentrasjoner i rene substrater, substratblandinger og analyseprøve	103
P: Spike- og kontrollprøver.....	106

R: Analyseresultater fra eksternt laboratorium 108

1. Introduksjon

1.1 Bakgrunn og tema for bacheloroppgaven

Studenter ved kjemiingeniørutdanningen på Høgskulen på Vestlandet (HVL) fikk høsten 2020 presentert ulike bacheloroppgaver, hvor en biogassrelatert bacheloroppgave i samarbeid med Vann- og avløpsetaten (VA-etaten) i Bergen Kommune var en av dem. Oppgaven har bakgrunn i forskningsprosjektet “Mass balance and energy optimisation in recirculating aquaculture systems with special focus on diurnal variations in water quality” (RAS-EN) (1), og handler om å bruke avfallsprodukter som ressurs. Studentene syntes dette prosjektet virket interessant ettersom bruk av avfallsressurser vil gi et betydelig bidrag til det grønne skiftet. Det grønne skiftet er noe det norske samfunn legger stor vekt på. Nylig forsterket Norge sine klimamål under Parisavtalen. Målet er å redusere utslippene med minst 50 prosent innen 2030 (2). Studentene ønsker derfor å bidra hvor de kan for å minke de negative konsekvensene for miljø og klima. Det eksperimentelle arbeidet ble utført ved Bergen biogassanlegg i Rådalen, og internt på laboratoriet for instrumentell analyse ved HVL.

I 2016 fikk Bergen kommune tildelt forskningsstøtte fra Regionalt forskningsfond Vestlandet (RFF) for prosjektet “Utnyttelse av avfall fra marin matproduksjon til regional fornybar energi” (1). Prosjektet gikk fra 2016-2019, og var et større samarbeid mellom flere aktører på Vestlandet, med blant annet Vann- og avløpsetaten i Bergen kommune, Interkommunalt vann-, avløps- og renovasjonsselskap (IVAR IKS), Aquateam COWI AS, samt Høgskulen på Vestlandet (HVL). Bacheloroppgavene fra 2017 (3) og 2018 (4) inngikk i dette prosjektet (4). Forskningsprosjektet RAS-EN er en videreføring av RFF-prosjektet, og årets bacheloroppgave vil også være det. Forskningsprosjektet er et profesjonsprosjekt støttet av Norsk Forskningsråd (NFR). Dette prosjektet er et samarbeid mellom Institutt for sikkerhet, kjemi- og bioingeniørfag, institutt for maskin- og marinfag samt eksterne aktører som blant annet Vann- og avløpsetaten i Bergen kommune. NFR-prosjektet hadde oppstart 1. august 2020 og skal avsluttes 31-07-2024 (5 s. 9).

Det er stort fokus på utvikling av teknologi i havbruksindustrien i Norge i dag. Det er lovpålagt at all ny teknologi må dokumenteres som velferdsvennlig for fisk (Fish Health Report 2018, 2019 (6)). Derimot er det ikke det som oftest skjer. For et tiår siden inkluderte RAS-teknologi bare et par norske lakseoppdrettsanlegg, mens i dag representerer det rundt 40 % av hele produksjonen. Hvis disse anleggene brukes uten tilstrekkelig kunnskap om hvilken innvirkning de har på miljøet, kan det utfordre fiskens velferd. Resirkulerende akvakultursystemer (RAS) hemmer i dag både kostnad og bærekraft til fiskeoppdrettsanleggene (7). Derfor ønsker forskningsprosjektet (RAS-EN) å studere og optimalisere energibruken til RAS. Kunnskap utviklet ved dette prosjektet vil være relevant for utdanning, forskning og næringsliv (5).

1.2 Problemstilling, formål, mål og delmål

Problemstillingen for gruppens bacheloroppgave, med bakgrunn i NFR-prosjektet, ønsker å tilfredsstille målet til sirkulær økonomi ved å bruke fiskebiprodukter (et typisk avfallsstoff) som ressurs. Resirkuleringsanlegg (RAS) produserer fiskeslam som i dag i for liten grad blir utnyttet på en bærekraftig måte. Det er ønskelig å benytte fiskeslam i høyest mulig grad for å øke biokjemisk metanpotensial (BMP) til avløpsslammet. I den sammenheng er tørket fiskeslam et interessant ko-substrat siden det er lettere å transportere og lagre enn vått fiskeslam. Økning i biogassproduksjon, som er en miljøvennlig energikilde, vil gi et betydelig bidrag til det grønne skiftet.

Hensikten med dette prosjektet er utforske potensialet for a) å bruke fiskeslam i biogassproduksjon for å øke energiutvinningen b) å øke biogassproduksjonen i biogassanlegg ved bruk av henholdsvis vått og tørket fiskeslam som ko-substrat med kommunalt avløpsslam (hovedsubstrat) i anaerob nedbrytning slammet. Denne bacheloroppgaven er dermed en eksperimentell oppgave. Arbeidet i denne bacheloroppgaven skal besvare spørsmål som er knyttet til gassproduksjon i den anaerobe utråtningsprosessen. Hvordan vil sammensetningen av substratene (tørt og vått fiskeslam) påvirke biokjemisk metanpotensiale (BMP), og tungmetallkonsentrasjonene? Hva er den optimale sammensetningen av substratene som gir høyest BMP, og kan dermed egne seg til videre pilotskalaforsøk? Er det en forskjell i produsert biogassmengde ved bruk av tørt eller vått fiskeslam? Hva er konsentrasjon av tungmetaller i bioresten? Vil disse være innenfor grensene i gjødsselforskriften? Kan dermed bioresten brukes til gjødsling?

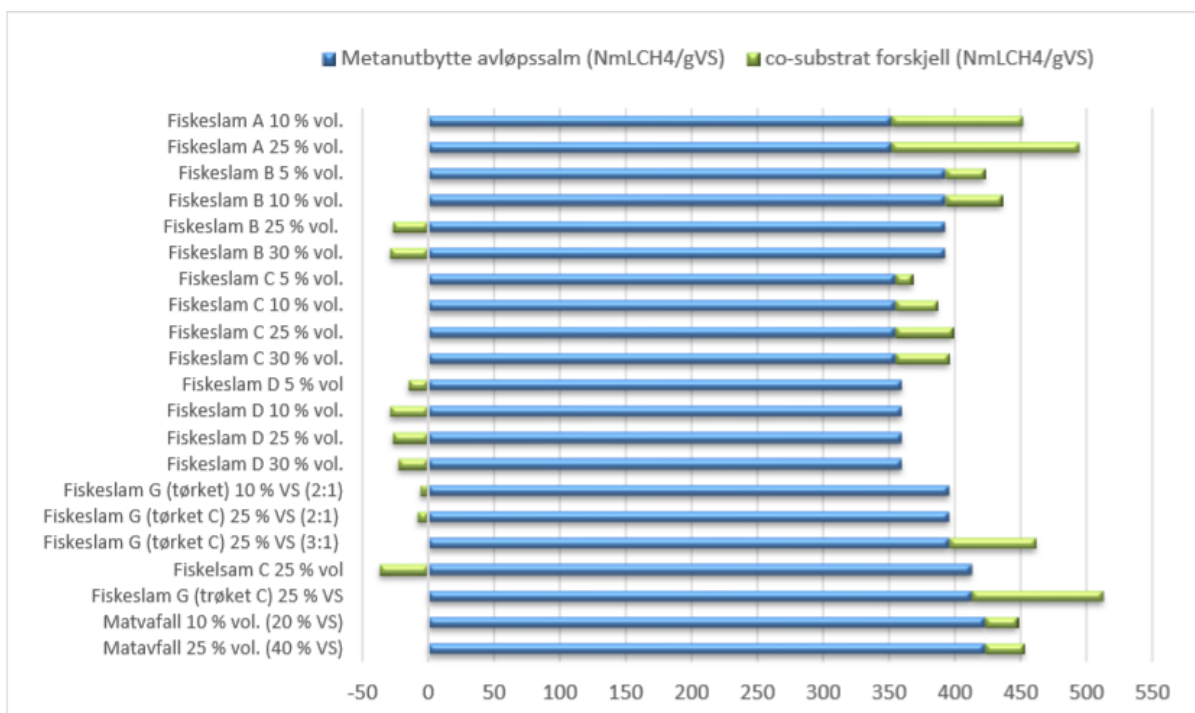
Hovedmålet er å bestemme den optimale sammensetningen av avløpsslam og henholdsvis vått og tørket fiskeslam som gir det høyeste biokjemiske metanpotensialet (BMP). Neste hovedmål er å beskrive potensialet for økning av biogassproduksjon i biogassanlegget ved bruk av henholdsvis vått og tørt fiskeslam. Hensikten med dette er å bruke resultater som utgangspunkt i videre pilotskalaforsøk. Statistiske tester skal bli brukt for å finne ut om det er eventuelle signifikante forskjeller i BMP-resultatene. BMP skal bestemmes for avløpsslam ved bruk av laboratorieskala "batch"-forsøk (AMPTS). Et delmål er å bestemme konsentrasjon av utvalgte tungmetaller, ved bruk av induktiv koblet plasma optisk emisjonsspektroskopi (ICP-OES), i bioesten for å avgjøre om den kan brukes som gjødsel. Siste delmål, men ikke mindre viktig, er å øke kompetanse innen biogassproduksjon på et lokalt nivå.

1.3 Teori

1.3.1 Tidligere arbeid

Metangassproduksjon ved anaerob utråtning er et voksende felt i verden. Det har blitt publisert flere artikler basert på denne forskningen. Det har også blitt gjort lignende bachelorforsøk ved Bergen Biogassanlegg i samarbeid med HVL tidligere. I tabell 1 kan man se utvalgte BMP-resultater fra tidligere studier hvor det er benyttet ko-substrater som fiskeslam. Det har blitt utført mer forskning på dette feltet og man finner flere resultater i bacheloroppgaven fra 2018 (4).

Oppsamling av resultater fra RFF-prosjektet kan finnes i RFF-sluttrapport (1). BMP eksperimenter med Bergen Biogassanlegg sitt hygieniserte avløpsslam som hovedsubstrat ble gjennomført i dette prosjektet (figur 1), dette inkluderer blant annet bacheloroppgavene fra 2017 (3) og 2018 (4). Blanding med vått fiskeslam A (25 volum%) gav en økning på opptil 40 % mer metan enn avløpsslam alene (3). Tørket fiskeslam (25 VS%) gav også interessante resultater ved termofil drift med en økning på 24 % (4). Resultatene fra Aquateam baserte seg på råslamprøver fra IVAR IKS sine biogassanlegg, og to forskjellige avløpsslam ble brukt fra Grødaland og SNJ. Det er viktig å nevne at fiskeslam benyttet i forsøkene kommer fra forskjellige leverandører fra Vestlandet.



Figur 1: BMP tester utkjørt hos biogassanlegget i Rådalen i samarbeid med HVL. Grønn bar viser forskjell i metanutbytte som kommer fra de co-substratene nevnt ved y-axis (figuren er hentet fra RFF-sluttrapporten (1))

Tabell 1: BMP-resultater fra tidligere arbeid med fiskeslam

Litteratur	Prøve	BMP (NmL/g VS)
Frydenberg, NL, Hatland, HE, og Haustveit, G 2017 (3)	PS + HS	352
	PS + HS + FS V 10 volum%	452
	PS + HS + FS V 25 volum%	495
Risan Arnesen, IE og Beyer Holm M 2018 (4)	PS + HS	414
	PS + HS + FS T 25 VS%	513
	PS + HS + FS V 25 masse%	374

I det tidligere nevnte bachelorprosjektet fra 2017 (3) ble tungmetallkonsentrasjoner undersøkt i avløpslam med fiskeslam som ko-substrat, men resultatene ble ikke vedlagt i rapporten. I bachelorprosjektet fra 2018 (4) bestemte Risan Arnesen og Beyer Holm BMP i avløpslam alene, og i samutråning med tilsetning av vått og tørt fiskeslam samt matavfall.

Tungmetallanalyse ble gjennomført i dette prosjektet, og oppkonsentrering i bioresten ble funnet. En liste over tidligere resultater fra tungmetallanalysene utført i 2018 er oppført i tabell 2.

Tabell 2: Tungmetallanalyser utført i 2018 på slamprøver etter utråtning (enhet: mg/kg TS)

			Cu	Zn	Ni	Cd	Pb
2018	Forsøksserie 1	PS (blank)	260	640	21	1,1	26
		PS + HS	260	650	20	1,1	25
		PS + HS + FS V	260	660	20	1,3	26
		PS + HS + FS T	260	670	21	1,1	26

1.3.2 Produksjon av biogass og dens utfordringer

Biogass dannes når organisk materiale, som gjødsel, matavfall, planterester, avløpsvann og annet, brytes ned av mikroorganismer i oksygenfritt miljø (anaerob nedbrytning). Biogass består hovedsakelig av metan og karbondioksid. Siden råstoffet kommer fra biologisk materiale regnes forbrenningen som CO₂-nøytral, da denne går inn i det naturlige CO₂-kretsløpet. Biogass kan utnyttes til å produsere strøm, varme og drivstoff. De viktigste råstoffene (substratene) for biogassproduksjon er våtorganisk avfall, avløpslam, fiskeslam, husdyrgjødsel og annet organisk materiale. Gassutbyttet er ofte bedre når man kombinerer ulike råstoffer. Etter at mikroorganismene har produsert metan, sitter man igjen med et flytende restprodukt kalt biorest som kan egne seg til gjødsel til planter (8).

Produksjon av biogass skjer i en trinnvis nedbrytningsprosess, der avfallsproduktene fra tidligere nedbrytningsprosesser blir benyttet som substrat i de etterfølgende nedbrytningsprosessene. Denne trinnvise prosessen foregår helt til en har fått dannet avfallsproduktene karbondioksid- og metangass. For at den biologiske kjedereaksjonen skal kunne skje, må det være nok substrat og næringsstoffer tilgjengelig for de ulike mikroorganismene. Det må også være gunstig miljø for organismene som temperatur, surhet, oksygeninnhold og saltinnhold (9 s. 13).

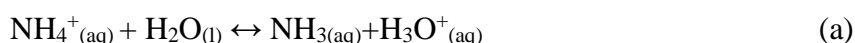
Den anaerobe nedbrytningen som finner sted i et biogassanlegg, består av fire adskilte trinn. Det første trinnet er hydrolyse av organisk materiale som sukker, fett og protein. Disse komplekse molekylene blir brutt ned til mindre organiske molekyl som aminosyrer, fettsyrer og alkoholer ved hjelp av ekstracellulære enzym. Disse mindre molekylene tas deretter opp i cellene til mikroorganismene i det neste trinnet fermentering (9 s. 11-12).

I fermenteringstrinnet skjer det flere reaksjoner. Hvilke reaksjon som skjer avhenger av hvilke organismer og substrat som er til stede. Ved fermentering blir sluttproduktene fra hydrolysen benyttet som energi- og næringskilder for organismene som tok del i hydrolysen. Det finnes også andre mikroorganismer som bryter ned disse stoffene. Bakterier omdanner sluttproduktene til en rekke organiske syrer, alkoholer, hydrogen- og karbondioksidgass. Eddiksyre, hydrogen og karbondioksid kan omdannes direkte til metan, mens andre organiske syrer og alkoholer må gjennomgå et tredje reaksjonstrinn, anaerob oksidasjon (9 s. 16).

Ved anaerob oksidasjon inngår organiske syrer og alkoholer som substrat for ulike mikroorganismer. I dette trinnet blir forbindelsene omdannet til acetat, hydrogen- og karbondioksid (9 s. 17-19). I det fjerde trinnet blir det produsert metan og karbondioksid (biogass) av substratene fra de tidligere reaksjonene. Dette trinnet er det hastighetsbegrensende trinnet i den anaerobe prosessen (9 s. 19-21).

Forskjellige typer mikroorganismer dominerer i hvert av trinnene som fører til delvis forskjellige krav til pH, temperatur, toleranse for ammonium og organiske syrer og andre faktorer som kan inhibere prosessen i hvert trinn (10). En biogassproduksjonsprosess fungerer best på en pH rundt 7,0, mens det optimale pH-området ligger på 6,0-8,0 (9 s. 12). Produksjon av flyktige syrer senker pH, derfor bør en buffer tilsettes for å hindre drastiske endringer i pH (11).

I prosessen blir metan dannet fra karbon og på samme måte blir ammoniumioner (NH_4^+) dannet fra nitrogen (nedbryting av proteinholdige substrater). Dette har sine gode sider med tanke på bruk av bioresten som gjødsel, men samtidig kan det være svært problematisk. Det blir innstilt en likevekt mellom ammoniumioner og ammoniakk (reaksjonslikning a) og avhengig av pH og temperatur blir en av formene dominerende. Høye konsentrasjoner av ammoniakk gir store problemer i rånetanker fordi ammoniakk vil kunne inhibere aktiviteten av bakterier som produserer metan, og derfor må ammonium innhold i substratene kontrolleres.



En annen faktor knyttet til nitrogeninnholdet i substratene er karbon/nitrogen forholdet (C/N). Optimalt bør forholdet ligge rundt 30. Lavt C/N-forhold betyr at det er et overskudd av nitrogen som fører til ammoniumakkumulering og forhøyet pH. Et høyt C/N-forhold derimot, fører til lavere aktivitet av mikroorganismene og prosessen går saktere (11). Det som er karakteristisk for fiskerester er et høyt protein- og fettinnhold og en lav pH-verdi. Dette fører til høyt biogasspotensial, men samtidig innebærer lavt C/N-forhold og en mulig dannelse av langkjedete fettsyrer som inhiberer prosessen (12). Saltinnholdet bør også kontrolleres ettersom høy saltkonsentrasjon kan ha en negativ innvirkning på nedbrytningsprosessen (1).

1.3.3 Biorest

Restproduktet, som blir igjen etter at biogassproduksjon fra anaerob nedbrytning av organisk materialet, kalles for biorest. Mengde av organiske forbindelser blir omtrent halvert under nedbrytningen, mens mengde av andre næringsstoffer forandrer seg ikke betydelig. Dette gjør at bioresten egner seg som jordforbedring eller gjødsel (13). Det er en utfordring å finne mottakere av denne ressursen på Vestlandet, og derfor blir kun 25 % av bioresten produsert i biogassanlegget brukt som jordforbedring i dette fylket. Resten, 75 %, blir transportert med tog til Østlandet, hvor det brukes som gjødsel på kornåker (14).

For at bioresten kan brukes til jordforbedring, må konsentrasjon av blant annet tungmetaller ligge innenfor grensene gitte ved gjødselvereforskriften (15). Maksimale konsentrasjoner av enkelte tungmetaller i bioresten bestemmer hvilken kvalitetsklasse bioresten tilhører som vist i tabell 3. Tillate bruksområder for gitte kvalitetsklasser er detaljert beskrevet i gjødselvereforskriften (§ 27.Kvalitetsklasser og bruksområder).

Tabell 3: Maksimumsgrenser for innhold av tungmetaller i bioresten for de ulike kvalitetsklassene gitt i gjødselvereforskriften (tabellen er hentet fra § 10.Kvalitetskrav i Gjødselvereforskrift (15)) (enhet: mg/ kg TS)

Kvalitetsklasse	Kadmium (Cd)	Bly (Pb)	Kvikksølv (Hg)	Nikkel (Ni)	Sink (Zn)	Kobber (Cu)	Krom (Cr)
0	0,4	40	0,2	20	150	50	50
I	0,8	60	0,6	30	400	150	60
II	2	80	3	50	800	650	100
III	5	200	5	80	1500	1000	150

1.3.4 AMPTS II

Automatic Methane Potential Test System II (AMPTS II) er en metode som brukes for å bestemme BMP i organisk materiale av analytiske prøver og er knyttet til gassproduksjon i den anaerobe utråtningsprosessen. AMPTS II er en volumetrisk målemetode der trykket holdes konstant, mens mengde av produsert gass kvantifiseres med en måleenhet.

Gassproduksjonen registreres i programvaren hvor det korrigeres for å gi et normalisert resultat (NmL) gitt under standardbetingelser på 1 atmosfære og 0°C under tørre forhold.

Daglig gassproduksjon (NmL/dag) og akkumulert gassproduksjon registreres i programvaren (NmL). Sistnevnte brukes til å videre beregne BMP (16).

Før en starter en BMP -test må det bestemmes biomasse ved bruk av totalt tørrstoff (TS) og flyktige stoffer (VS). pH skal også måles før start for å sjekke at substratet ikke er syrlig. Substratene skal oppbevares kjølig før eksperimentet starter.

Ved forberedning av analyse må et blandingsforhold bli valgt, for henholdsvis podeslam og substrat. Blandingsforholdet 3:2-2:1 benyttes vanligvis, og er avhengig av innhold av organisk materiale. Derimot blir det anbefalt å benytte et høyere blandingsforhold dersom det er kjent at substrater inneholder forbindelser som kan inhibere prosessen, altså mindre mengder substrat i forsøket.

For å oppnå resultater med høy nøyaktighet bør eksperimentet settes opp med rikelig mengde i flaskene. Blandingsforhold kalles I:S-forholdet, som beskriver forholdet mellom podeslam (I) og substrat (S). Dette er for å generere et høyt volum av gass ved høy hastighet under prosessen. Etter at blandingsforholdet er bestemt må utregning av mengde inoculum (m_{IS}) og mengde substrat (m_{S}) bli utført. Forsøket avsluttes når metanproduksjonen er neglisjerbar (under 5mL/dag).

Det er anbefalt å bruke triplikater av hver kombinasjon av podeslam-substrat i forsøkene. For en prøve må det brukes tre blank reaktorflasker (med podeslam), tre reaktorflasker med podeslam og substrat, og tre reaktorflasker med cellulose (standard).

Instrumentet består av fire enheter: A, B, C og D. Prøveinkuberingsenheten (enhet A) består av et termostatisk vannbad med mulighet til å justere temperatur. Karet rommet 15 reaktorflasker som inneholder en liten mengde prøve blandet med podeslam. Det røres kontinuerlig i flaskene under forsøket. I CO₂-fikseringsenheten (enhet B) blir den produserte biogassen i reaktorflaskene videreført til denne enheten gjennom gummislanger til flasker som inneholder alkalisk løsning med indikatorfarge. Hensikten til den alkaliske løsningen er å fange opp andre gasser enn CH₄ som produseres i reaktorflaskene. Indikatorfargen brukes for å anslå om det har skjedd en drastisk pH-endring. pH-endringen kan skje dersom luten (NaOH) blir mettet med gass, da nøytraliseres luten og avfarging vil skje i indikatoren. Da må eventuelt løsningen fornyes. Gassvolum-måleenheten (enhet C) består av et vannkar og 15 *flowceller*. Volumet av metangassen fra enhet B blir målt her. Et digitalt signal genereres når en mengde volum av gassen frigjøres. Resultatene blir loggført og analysert av programvaren på tilhørende PC-enheten (enhet D) (16).

1.3.5 ICP-OES

Induktivt koplet plasma – optisk emisjonsspektroskopi er en analyseteknikk som er brukt for å detektere kjemiske grunnstoff. Prinsippet for ICP-OES baserer seg på atomspektroskopi. I emisjonsspektroskopi blir lyset som emitteres fra eksiterte atomer eller ioner målt og loggført. Bølgelengden på lyset som blir emittert er karakteristisk for stoffet, og en kan da bestemme kvantitativt hvor mye stoff en har basert på intensiteten av den emitterte elektromagnetiske strålingen.

Instrumentet danner plasma ved at argongass blir ført til en brenner som har tre kvartsglasstuber, eventuelt tuber av annet passende stoff. Dette produserer elektriske og magnetiske felt ved utløpet til brenneren, og ioniserer argongassen som vist i reaksjonslikning b.



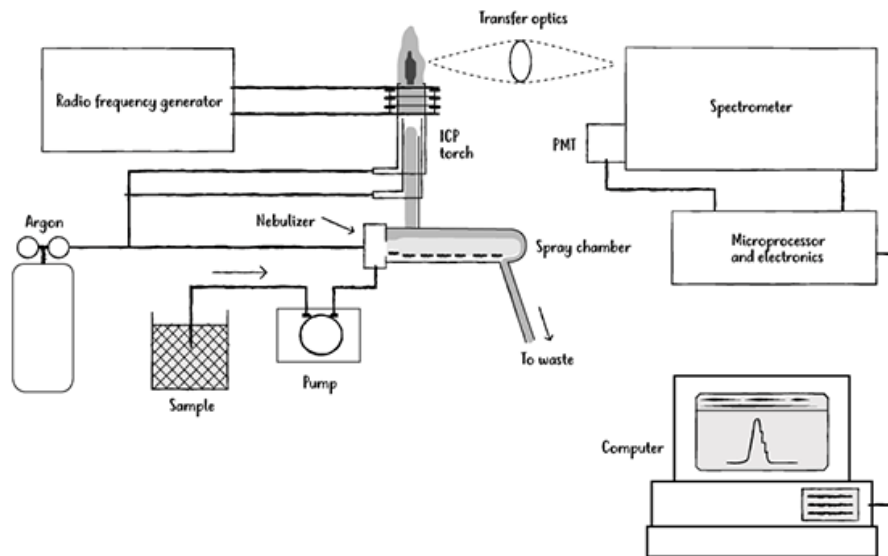
Plasmaet holder en temperatur på 6 000 – 10 000 K (17 s. 537).

Når atomene blir oppvarmet av plasmaet, blir de eksiterte, og når de går tilbake til grunntilstanden vil de emittere elektromagnetisk stråling som er karakteristisk. Intensiteten fra strålingen blir målt i et optisk spektrometer, ved bestemte bølgelengder for grunnstoffene, der energi og bølgelengde er inverst relatert, som en kan se fra Plancks lov gitt ved formel 1 (17 s. 433):

$$E = \frac{h \cdot c}{\lambda} \quad (1)$$

Der E er energidifferansen fra to energinivåer, h er Plancks konstant, c er lysfarten i vakuum og λ er bølgelengden.

Figur 2 viser en prinsippsskisse for et ICP-OES instrument, og de forskjellige delene i instrumentet.



Figur 2: Prinsippskisse for ICP-OES instrument (figuren er hentet fra technologynetworks.com)

Fra en automatisk styrt autosampler blir de forskjellige prøvene pumpet inn i spraykammeret ved hjelp av en pumpe. Forstøveren (nebulizer) omdanner væskeprøven til en aerosol. Større dråper og partikler vil falle ned i spraykammeret og gå til avfall. Videre blir aerosolen transportert med argongassen til plasmaet, og ettersom temperaturen er høy, vil prøven atomiseres og ioniseres. Atomene og ionene blir eksiterte, og emitterer elektromagnetisk stråling. Strålene blir fanget opp av en monokromator, som sorterer de forskjellige strålene etter bølglengde. På de fleste ICP-OES instrumenter kan en både måle radielt og aksielt. Aksiell måling kan forbedre sensitivitet og senke deteksjonsgrensen, men det øker og sannsynligheten for interferens, og krever derfor at en bruker intern standardmetode for aksiell måling. Radiell måling blir målt gjennom siden av plasmaet ved en konstant temperatur, mens aksiell måling går gjennom hele plasmaet fra topp til bunn. De elektromagnetiske strålingene blir detektert av en detektor og omregnet til konsentrasjoner i programvaren på datamaskinen. Argongass er relativt inert, og skaper lite interferens med prøvene.

Bruk av denne analysemetoden har mange store fordeler i forhold til andre spektrometriske metode. Det er mulig å analysere flere grunnstoffer samtidig og prøvekapasitet er stor. Metoden er relativt enkel å bruke, har mange forskjellige bruksområder og har ganske lave deteksjonsgrenser (til og med ppb-nivå) (18).

2. Materialer og metoder

Dette kapittelet beskriver de metodene som ble brukt i bacheloroppgaven for å svare på problemstillingen og oppnå målene gitt i introduksjonen.

2.1 HMS

Prosjektet ble sterkt påvirket av global COVID-pandemi. Av denne grunnen ble arbeidet i Høgskulen sine laboratorier utført i henhold til lokale smitteregler for kjemiingeniørutdanningen i tillegg til regler som vanligvis gjelder ved håndtering av biologiske faktorer i form av slam fra avløpsanlegg. Arbeidet knyttet til slamhåndtering i laboratorier ble ført i uren sone som ble tydelig merket. Bruk av laboratoriefrakk, hansker, vernebriller og munnbind var obligatorisk. Etter at studentene ble ferdig med laboratoriearbeid på en gitt dag, ble alle overflater og brukt utstyr desinfisert med vaskemiddelet Virkon og 70 % etanoløsning. Tilsvarende tiltak gjaldt også ved biogassanlegget i Rådalen.

2.2 Formler og likninger

2.2.1 BMP-analyse

For å bestemme utpipetterte mengder av standarder/prøver ble det brukt fortynningsloven gitt ved formel 2.

$$c_1 * v_1 = c_2 * v_2 \quad (2)$$

$c_{1/2}$: konsentrasjon før/etter fortynning

$v_{1/2}$: volum før/etter fortynning

Til å bestemme parametere gitt nedenfor ble det brukt følgende standarder:

- Tørrstoff: Norsk Standard NS-EN 12879 (19)
- Glødetap og flyktige faste stoffer : Norsk Standard NS-EN 12879:2000 (20)

Prosentinnhold av tørrstoff % TS, altså mengde av partikulært og oppløst stoff i en prøve, ble beregnet ved formel 3.

$$TS\% = \frac{m_{\text{tørket prøve}} - m_{\text{beholder}}}{m_{\text{våt prøve}} - m_{\text{beholder}}} * 100 \% \quad (3)$$

Prosentinnhold av flyktige stoffer % VS i en prøve ble beregnet ved formel 4.

$$VS\% = \frac{m_{\text{tørket prøve}} - m_{\text{aske}}}{m_{\text{våt prøve}} - m_{\text{beholder}}} * 100 \% \quad (4)$$

Glødetap som gir et mål på å mengde av organisk stoff i en prøve ble beregnet ved formel 5.

$$Wv\% = \frac{m_{\text{tørket prøve}} - m_{\text{aske}}}{m_{\text{tørket prøve}} - m_{\text{beholder}}} * 100 \% \quad (5)$$

Til å bestemme BMP for en gitt prøve ble det brukt formel 6.

$$BMP = \frac{v_S - v_B * \frac{m_{IS}}{m_{IB}}}{m_{VS,SS}} * 100 \% \quad (6)$$

BMP: biokjemisk metan potensialet (NmL/g VS)

V_S : Akkumulert volum av metan fra en gitt prøve (NmL)

V_B : Akkumulert volum av metan fra blankprøven (NmL)

$m_{VS,SS}$: mengde av VS som kommer fra substrat i en gitt prøve (g)

m_{IS} : mengde av VS som kommer fra podeslam i en gitt prøve (g)

m_{IB} : gjennomsnittlig mengde av VS som kommer fra podeslam i blank prøver (g)

BMP-verdier ble oppgitt som konfidensintervaller gitt ved formel 6 (21 s. 96).

$$\bar{x} \pm t_{\alpha, n-1} * \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (7)$$

\bar{x} : gjennomsnitt av parallelle målinger

α : signifikansnivå

n: antall replikate målinger

n-1: antall frihetsgrader

s: standardavvik for parallellene

$t_{\alpha, n-1}$: t-verdi basert på konfidensnivået, α , og antall frihetsgrader, n-1

For å bestemme om oppnådde BMP- verdier er signifikant forskjellige, ble det benyttet F-test og t-test som er detaljert beskrevet i boken *Statistikk for kjemikere* (21 s. 112).

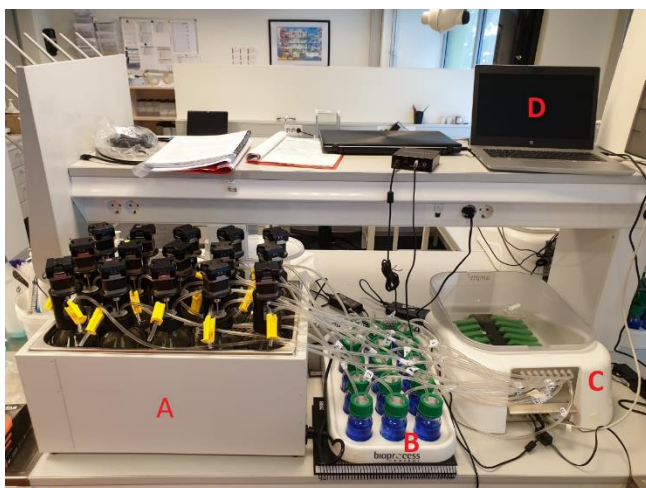
2.3 Instrumentering

Instrumenter, apparatur, utstyr, slamprøver og kjemikalier for BMP- og ammoniumanalyse ble gjort tilgjengelig for studenter av Bergen kommune.

2.3.1 Instrumentering ved BMP-analyse

Til å bestemme BMP i analyserte prøver ble Automatic Methane Potential System II (AMPTS II) brukt. Instrumentet består av fire enheter som vist i figur 3.

Inkubasjonsenhet (A) inneholdt 15 mini-reaktorer i vannbad. Alle reaktorer ble koblet med en slange til hver sin CO₂-fikseringsenhet (B) som igjen ble koblet med metansensorer i gassmålingsenheten (C). Instrumentet var koblet til datamaskinen (D) med AMPTS II-programvare som styrte hele prosessen.



Figur 3: AMPTS II- instrumentet med følgende elementer: A-inkubasjonsenhet, B- CO₂-fikseringsenhet, C- gassmålingsenheten, D-datamaskin med programvaren (privat bilde)

Utstyr som ble benyttet for å forberede substrater og under selve analysen:

- Avtrekkskap og punktavtrekk
- Tørke- og muffelovn
- Porselendigler
- Eksikator med silica
- Analysevekt Entris 224I-1S Sartorius og bordvekt Entris 5201I-1S Sartorius
- 1 l og 2l plastflasker
- Plastbøtter
- Plast- og metalskjeer
- pH elektrode VWR enormenal 1100H
- Konduktivitetsmåler HACO conductivity HQ14d
- Kjøleskap og fryser

2.3.2 Instrumentering ved ammoniumanalyse

Analysemetoden valgt for å bestemme mengde ammonium-nitrogen (NH₄-N) i slamprøver var en fotometrisk metode, nemlig ammonium-kyvettetest. Analyseinstrumentet er spektrofotometer NOVA 60.

Utstyr som ble brukt under analysen:

- Spectroquant kyvetter Ammonium, 0,5-16,0 mg/L NH₄-N
- 100 mL målekolber
- 100 mL begerglass
- Glasstrakter
- Sentrifuger med tilhørende sentrifugerør
- Whatman foldet filterpapir
- Thermo Fisher automat pipetter med fast volum 0,5 ml og 1 mL
- Vorteks-mikser
- Kyvettestativ
- Lo-fritt papir

2.3.3 Instrumentering ved tungmetallanalyse

Analysemetoden går ut på å bestemme konsentrasjonen av grunnstoffer ved å analysere karakterisk emisjon av elektromagnetisk stråling fra grunnstoffenes eksiterte atomer og ioner. Analysen ble utført ved hjelp av ICP-OES-instrument Avio 200 (PerkinElmer) som vist i figur 4 og prøvene ble oppsluttet i mikrobølgeovn Ethos 1 (Milestone).

Deteksjonsgrenser til ICP-OES instrumentet ble bestemt i bacheloroppgaven fra 2020 (22).



Figur 4: ICP-OES- instrument Avio 200 (Perkin Elmer) (privat bilde)

Tilbehør til ICP-OES-instrument:

- Autosampler
- Peristatisk pumper
- Silikonslanger:
 1. Svart-svart med indre diameter 0,76 mm.
 2. Rød-rød med indre diameter 1,14 mm.
- Konsentrisk forstøver
- Syklonisk spraykammer
- Et introduksjonssystem med brenner, «torch»
- Stående plasma med flatplateteknologi
- Detektor: «Charge Coupled Device», CCD
- Gasstilføringssystem (argongass av kvalitet 5.0 og luft)

Tilbehør til mikrobølgeovn er:

- 100 mL teflonbeholdere og tilhørende lok
- 1 lokk for temperatursensor
- Sikkerhetsdeksler og indikatorringer
- Segmenter
- 10 posisjonsrotor: HPR-1000/10S
- Temperatursensor
- Momentnøkkel og arbeidsstasjon

2.4 Kjemikalier og reagenser

2.4.1 Kjemikalier og reagenser ved BMP-analyse

Kjemikalier brukt i BMP-analyse:

- 3M NaOH løsning
- pH indikator (thymolphthalein og etanol)

2.4.2 Kjemikalier, reagenser, løsninger og prøver ved tungmetallanalyse

Standardløsninger brukt i tungmetallanalyser:

- Perkin Elmer Pure XIII. 25 mg Cd/L. 100 mg Zn, Cu, Ni, Pb, Cd og Cr /L oppløst i 5 % HNO₃. Art nr. N9303946
- PerkinElmer 29-Element Solution 10 mg/L av Cd, Zn, Cu, Ni, Pb, Cd og Cr. Oppløst i 5 % HNO₃. Art nr. N9301720
- PerkinElmer Yttrium (Y) Pure Standard 1000 mg Y/L. Oppløst i 2 % HNO₃. Art nr. N9303810.

Kjemikalier brukt i tungmetallanalyser:

- Konsentrert NORMATOM salpetersyre (67 %) til spormetallanalyse
- Konsentrert NORMATOM saltsyre (34 %) til spormetallanalyser
- Argongass av kvalitet 5.0

2.5 Fremgangsmåter

2.5.1 Fremgangsmåte for AMPTS-forsøk

Substrater, substratblandinger og analyseprøver

Ved substrater menes hygienisert slam, fiskeslam og cellulose. Substratblandinger er blandinger laget av substrater (hygienisert slam tilsatt fiskeslam), og analyseprøver er substrater eller substratblandinger blandet med podeslam.

Slamtyper og substrater brukt under analysen:

- Podeslam, hentet direkte fra rånetanker ved Bergen biogassanlegg
- Hygienisert avløpsslamslam fra Bergen Biogassanlegg (blandet slam fra forskjellige renseanlegg i Bergen)
- Fiskeslam fra leverandør på Vestlandet. Leverandør har et renseanlegg fra Bioretur som er koblet etter trommelfiltrene. Fiskeslammet kommer fra alle avdelinger, både ferskvanns- og brakkvannsavdelinger (fra klekkeri til postsmoltavdelingene). Det blir ikke tilført noen

kjemikalier som flokkulant i renseanlegget. Etter ultralyd som flokkulerer slammet er det en sentrifuge som øker tørrstoffet til 15–20 % før det går videre til tørking. Leverandøren kan altså levere slam med ulikt tørrstoffinnhold, fra 0,5–25 %, og ferdigtørket fiskeslam på rundt 90 % tørrstoff. Det ble bestilt vått fiskeslam med 8–10 % tørrstoff og tørket fiskeslam med ca. 90 % tørrstoff.

- Ren cellulose

Det ble planlagt 3 forsøksserier: forsøksserie 1 med tørt fiskeslam som ko-substrat, forsøksserie 2 med vått fiskeslam og forsøksserie 3 med utvalgte konsentrasjoner av tørt fiskeslam. Analyseprøver (blankprøven og podeslam tilsatt utvalgte substrater/substratlandinger) som ble benyttet under BMP-analyse er gitt i tabell 4. Konsentrasjon av tørt fiskeslam blir angitt som prosent VS fra tørt fiskeslam og ikke som masseprosent.

Tabell 4: Prøver til BMP-analyse

Forsøksoppsett			
Prøvenummer	Forsøksserie 1 Startdato:25.02.2021 Sluttdato: 24.03.2021	Forsøksserie 2 Startdato:01.03.2021 Sluttdato: 25.03.2021	Forsøksserie 3 Startdato:13.04.2021 Sluttdato: 11.05.2021
1-3	PS (blank)	PS (blank)	PS (blank)
4-6	PS + HS	PS + HS	PS + HS
7-9	PS + HS + FS T 10 VS%	PS + HS + FS V 10 masse%	PS + HS + FS T 15 VS%
10-12	PS + HS + FS T 25 VS%	PS + HS + FS V 25 masse%	PS + HS + FS T 35 VS%
13-15	PS + cellulose	PS + cellulose	PS + cellulose

Podeslam og hygienisert avløpsslam ble hentet direkte fra uttaket på biogassanlegget i hver sin plastbøtte samme dag som forsøket startet. Vått fiskeslam fra leverandør ble lagret kjølig under transporten til biogassanlegget og det ble også levert samme dag fra leverandør. Tørket fiskeslam ble lagret i kjøleskap hvor det kan lagres i lengre tid.

I forsøksserie 1 og 3 ble det laget to blandinger av hygienisert avløpsslam og fiskeslam der fiske ko-substratet utgjorde respektivt 10 og 25 VS% i blandingen, og 15 og 35 VS% for forsøksserie 3. Tilsvarende i forsøksserie 2 ble det laget 2 forskjellige blandinger av hygienisert slam og fiskeslam med respektive 10 og 25 masse% av fiskeslammet ved bruk av bordvekt.

Innhold av tørt fiskeslam i blandingen med hygienisert slam i forsøksserie 1 og 3 ble oppgitt som VS% som kom fra fiskeslam. For forsøksserie 2 ble innhold av vått fiskeslam oppgitt som masse%. Tabell 5 viser alle konsentrasjoner av fiskeslam, både tørt og vått, oppgitt som VS%, samt innveide masser av fiske- og hygienisertslam benyttet til å lage de blandinger. I appendiks A er det vist en eksempelberegning på hvordan innveid masse av fiskeslam bestemmes for å få ønskede VS% i blandingen og beregning av VS% som kommer fra fiskeslam i blandingen.

Tabell 5: Konsentrasjon av fiskeslam i substratblandinger oppgitt som VS% fra fiskeslam og innveide masser av fiske- og podeslam

Forsøksserie	Substratblanding	Innveid masse av fiskeslam (g)	Innveid masse av HS (g)	VS% fra FS i prøven (%)
1	HS + FS T 10 VS%	6,9	900,0	10,0
	HS + FS T 25 VS%	20,7	900,0	25,0
2	HS + FS V 10 masse%	100,0	900,0	20,2
	HS + FS V 25 masse%	250,0	900,0	38,7
3	HS + FS T 15 VS%	9,9	900,0	15,0
	HS + FS T 35 VS%	30,2	900,0	35,0

Bestemmelse av tørrstoff (TS), flyktige organiske stoff (VS) og glødetap (Wv) i prøver

Analysene ble utført i henhold til Norsk Standard NS-EN 15934 (19) og Norsk Standard NS-EN 12879 (20).

Det ble tatt ca. 1 L av podeslam, hygienisert avløpsslam, rent fiskeslam og begge blandingene i hver forsøksserie til hver sin plastflaske. Når substratene ikke var i bruk, ble de lagret i kjøleskap.

To paralleller av slamtyper og substratblandinger vist i tabell 6 ble benyttet under denne analysen. 12 rene porselendigler ble veid på en analysevekt med fire desimaler. Digelene ble glødet på forhånd i en muffelovn ved 550°C i 1 time for å fjerne eventuelle organiske forurensninger. Diglene ble fylt på til ca. 80 volum%.

Tabell 6: Podeslam, substrater og substratblandinger benyttet under TS, VS og Wv analysen i hver analyseserie

Analyseserie	1	2	3
Prøve	<ol style="list-style-type: none">1. PS2. HS3. FS T4. HS + FS T 10 VS%5. HS + FS T 25 VS%6. Cellulose	<ol style="list-style-type: none">1. PS2. HS3. FS V4. HS + FS V 10 masse%5. HS + FS V 25 masse%6. Cellulose	<ol style="list-style-type: none">1. PS2. HS3. FS T4. HS + FS T 15 VS%5. HS + FS T 35 VS%6. Cellulose

Så ble alle diglene med prøver veid igjen på analysevekten og vektene ble notert. Alle prøvene ble satt til tørking i varmeskap ved 105°C. Etter 20 timer ble prøvene tatt ut og satt i en eksikator for avkjøling. Deretter ble de veid igjen, vektene ble notert og prøvene ble satt i muffelovn ved 550 °C. Etter to timer ble de tatt ut, avkjølt i eksikatoren og veid igjen på analysevekten. Det ble noterte alle vektene, og TS, VS og Wv ble bestemt for alle prøvene.

BMP-analyse

I denne analysen ble det brukt analyseprøver vist i tabell 4. Beregnede gjennomsnittsverdier av %VS i alle prøvene ble lagt inn i programvaren på PC-en (enhet D i figur 3). Der ble det også ført inn totalvolum av reaktorene på 600 mL og I:S-forholdet ble satt til 3. Da ble ønskede mengder av både podeslam og substrater som skulle overføres til reaktorene beregnet.

Reaktorene ble fylt opp med beregnede mengder av podeslam og ko-substrater. Mengdene ble veid inn ved hjelp av en bordvekt, bortsatt fra cellulose, som ble veid opp ved hjelp av en analysevekt. Flaskene ble korket og en omrøringsenhet ble satt på hver av dem. Så ble flaskene satt inn i et vannbad (54°C under hele prosessen) i prøveinkuberingsenheten (enhet A) og koblet sammen i serie ved hjelp av strømledninger.

15 100 mL glassflasker ble fylt til ca. 80 volum% med indikatorløsningen som består av 3M NaOH tilsatt thymolftalein, etanol og destillert vann. Løsningen ble laget på forhånd av ekstern veileder og tillagingsprosedyren finnes i 'Operation og Maintance Manual for AMPTS II og AMPTS II Light' (16). Glassflaskene ble satt på CO₂- fikseringsenheten (enhet B). Gassvolum-måleenheten (enhet C) ble fylt med destillert vann opp til merket.

Alle reaktorene fra enheten A ble koblet ved hjelp av silikonslanger med tilsvarende flasker med indikatorløsningen i enhet B som ble videre koblet til hver sin flowcelle i enhet C. Hver reaktor i enheten A ble koblet til en kort slange for å spyle hele systemet med nitrogengass for å skape anaerobe forhold i systemet. Prosedyren ble gjennomført for alle 15 prøvene på en lik måte. Gassbeholderen med nitrogen ble koblet til den korte slangen på reaktorflasken. Slangen som ble koblet til enheten C ble koblet av og dens ende ble ført inn i et begerglass fylt med ionebyttet vann for å kunne observere bobledannelse. Så ble gass-strømmen slått på, og spylingen varte i ca. 1 minutt. Deretter ble den korte slangen strammet godt med en klype og slangen som ble tidligere dypt i vann, ble koblet tilbake til gassvolum-måleenheten. For å sjekke om gassvolum-måleenheten fungerte riktig, ble alle flowcellene løftet manuelt. Til slutt ble alle røringseenhetene slått på, og forsøket ble startet.

Forsøksserie 1 ble avsluttet etter 26 dager, forsøksserie 2 ble avsluttet etter 23 dager mens forsøksserie 3 ble avsluttet etter 29 dager. Eksperimentelle data og resultater ble lagret, og AMPTS II instrumentet ble slått av og til slutt rengjort. Det ble gjennomført TS og VS måling etter utråtning på alle prøvene vist i tabell 4. Videre ble det bestemt BMP med tilhørende konfidensintervall til hver prøve. Statistiske tester ble brukt for å bestemme om det var en signifikant forskjell i BMP mellom prøvene.

Måling av pH og ledningsevne på substrater, substratblandinger og analyseprøver før og etter utråtning

Den første dagen av hver analyseserie ble det målt pH og ledningsevne av podeslam, substrater og substratblandinger. De neste målingene ble gjennomført på analyseprøver før og etter utråtning. Tabell 7 inneholder oversikt av prøver som ble analysert (de var like i hver forsøksserie).

Tabell 7: Prøver brukt til pH og ledningsevne målinger

Hva som ble analysert?	Podeslam, substrater og substratblandinger	Analyseprøver før utråtning	Analyseprøver etter utråtning
Hvordan ble analysen gjennomført?	Elektroder ble satt inn direkte i beholdere som inneholdte slamtyper/ substratblandinger	Elektroder ble satt inn direkte i beholdere som inneholdte prøver	pH og ledningsevne ble målt etter å ha blandet triplikater av hver prøve
Hvilke prøver ble analysert?	<ol style="list-style-type: none"> 1. PS 2. HS 3. FS^b 4. HS + FS 10%^a (15 %^a for forsøk 3) 5. HS + FS 25 %^a (35 %^a for forsøk 3) 	<ol style="list-style-type: none"> 1. PS + HS 2. PS + HS + FS 10%^a (15 %^a for forsøk 3) 3. PS + HS + FS 25 %^a (35 %^a for forsøk 3) 4. PS + cellulose 	<ol style="list-style-type: none"> 1. PS 2. PS + HS 3. PS + HS + FS 10%^a (15 %^a for forsøk 3) 4. PS + HS + FS 25 %^a (35 %^a for forsøk 3) 5. PS + cellulose

a- VS% i forsøksserie 1 og 3, masse% i forsøksserie 2

b- Tørt fiskeslam i forsøksserie 1 og 3, vått fiskeslam i forsøksserie 2

Ammoniumanalyse

Analysen ble utrørt to ganger for hver analyseserie: før og etter utråtning. Prøver brukt under analysen er vist i tabell 8.

Tabell 8: Prøver brukt under ammoniumanalyse

Analyseserie	1	2	3
Analyseprøver analyserte før og etter utråtning og destillert vann	1. PS + HS	1. PS + HS	1. PS + HS
	2. PS + HS + FS T 10 VS%	2. PS + HS + FS V 10 masse%	2. PS + HS + FS T 15 VS%
	3. PS + HS + FS T 25 VS%	3. PS + HS + FS V 25 masse%	3. PS + HS + FS T 35 VS%
	4. PS + cellulose	4. PS + cellulose	4. PS + cellulose
	5. Destillert vannprøve	5. Destillert vannprøve	5. Destillert vannprøve

Ca. 20 mL av prøvene 1-5 ble satt inn i et sentrifugerør og sentrifugert ved 40 RPM i 20 minutter. Så ble sentrifugat filtrert gjennom et Whatman filterpapir over hver sitt begerglass. Det ble laget to paralleller av hver prøve ved å utpipettere 0,5 mL av filtratet over i hver sin 100 mL målekolbe. Deretter ble prøvene fortynnet med ionebyttet vann opp til merket.

0,5 mL av hver fortynnet prøve og destillert vann ble pipettert over i hver sin kyvette. Kyvetten ble lukket godt og blandet på voretex i ca. 5 sekunder. 1 dose med Reagens 1K ble tilsatt hver kyvette og satt på voretex igjen for 5 sekunder. Kyvettene ble stående i 15 minutter. Etter denne tiden ble hver kyvette tørket godt med lo-fritt papir for å fjerne eventuelle forurensninger og hver av dem ble plassert i spektrofotometeret. Resultatene ble avlest og ammoniumkonsentrasjon i opprinnelige prøver ble bestemt ved hjelp av fortynningsloven (formel 2).

Prøver til videre analyse på HVL og i et eksternt laboratorium

Syrevaskede 250 mL plastflasker ble fylt opp til ca. 80 volum% med prøver som ble vist i tabell 9, og alle flaskene ble lagret i fryseren. Det var kun prøver fra forsøksserie 1 og 2 som ble tatt med til videre analyse på HVL. Siste dag av hver forsøksserie ble prøvene tatt ut av fryseren, satt i en isopor beholder med fryseinnlegg og transportert så fort som mulig til HVL sitt laboratorium der de igjen ble lagret i frysen.

Samme prøver (som vist i tabell 9) ble også overført til 1 L plastbeholdere til ca. 50 volum% og lagret i fryseren til videre analyse i et eksternt laboratorium. Ekstern veileder var ansvarlig for videre behandling og forsendelse av disse prøvene til Hardanger Miljøsententer.

Tabell 9: Oversikt på prøver til videre analyse på HVL og i et eksternt laboratorium

Typer av prøver	Prøver til HVL	Antall paralleller av hver prøve	Prøver til eksternt analyse	Antall paralleller av hver prøve
Rene substrater	1. PS 2. HS 3. FS ^b	1	6. PS 7. HS 8. FS ^b	1
Før utråtning	4. PS + HS 5. PS + HS + 10 % ^a FS 6. PS + HS + 25 % ^a FS	1	9. PS + HS 10. PS + HS + FS 10 % ^a 11. PS + HS + FS 25 % ^a	1
Etter utråtning	7. PS 8. PS + HS 9. PS + HS + FS 10% ^a 10. PS + HS + FS 25 % ^a	3	12. PS 13. PS + HS 14. PS + HS + FS 10% ^a (15 % ^a for forsøk 3) 15. PS + HS + FS 25 % ^a (35 % ^a for forsøk 3)	1

a- VS% i forsøksserie 1 og 3, masse% i forsøksserie 2

b- Tørt fiskeslam i forsøksserie 1 og 3, vått fiskeslam i forsøksserie 2

2.5.2 Fremgangsmåte for grunnstoffanalyse av slamprøver ved Hardanger Miljøsententer

Grunnstoffanalyse av prøvene i AMPTS-forsøkene ble utført av et eksternt analyselaboratorium. Prøvene ble sendt til Hardanger Miljøsententer som utførte både opparbeiding og analyser ved bruk av ICP-MS. Prøver som ble sendt til miljøsententeret kom fra forsøksserie 1, 2 og 3. Substratene tilsvarte både før blanding med pøde og etter blanding med pøde, før og etter utråtning. Det ble målt TS, VS, pH, ledningsevne og KOF. Det ble også analysert for tungmetaller, næringsstoff og andre grunnstoff som Na, Ka, Mg og Ca på Hardanger Miljøsententer.

Prøveopparbeiding

Første steg i prøveopparbeidingen var å tørke prøvene ved frysetørking ved $-55\text{ }^{\circ}\text{C}$ for å fjerne fuktighet. Etter tørking ble prøvene homogenisert før uttak av syreoppløsning. Homogenisering ble gjort ved å blande godt med en spatel. Nøyaktig 0,2 gram av den homogeniserte prøven ble tilsatt 10 mL suprapure kvalitet konsentrert salpetersyre og prøven sluttet opp i en lukket beholder i autoklav (23). Prøvene plassert i autoklav ble utsatt for høyt trykk og høy temperatur. Dette ble gjort for å løse opp prøvene og få tilgang på analytt. Prøvene ble til slutt fortynnet opp til merket med ionebyttetvann i 100 mL målekolbe.

Grunnstoffanalyse

Prøvene ble analysert med ICP-MS med analysemetodikk NS-EN ISO 17294-2. Under analysen ble ekstern kalibrering av instrumentet og kontinuerlig tilsatt av intern standard benyttet. Analysen ble utført med et Agilent 7900 ICP-MS analyseinstrument. Resultatene ble beregnet direkte av analyseinstrumentet og rapportert som mg/kg tørr prøve. Analysen ble gjennomført akkreditert under akkrediteringsnummer Test-052. Det ble benyttet intern kloakkslam kontrollprøver som kontroll av analysen, som ble oppsluttet sammen med de andre prøvene. Analyse av kvikksølv ble oppsluttet på lik metode som de andre stoffene, men analysen ble utført med analyseinstrumentet Millenium Merlin Hg Analysator med Atomfluorescense spektroskopi. Det ble benyttet ekstern kalibreringskurve, og resultatene ble igjen rapportert ut som mg/kg tørr prøve direkte fra instrumentet.

2.5.3 Fremgangsmåte tungmetallanalyse utført på HVL

Substrater og analyseprøver

Det ble planlagt tungmetallanalyser for to forsøksserier: forsøksserie 1 med bruk av tørt fiskeslam og forsøksserie 2 med bruk av vått fiskeslam. For begge serier ble det utført analyser både før og etter utråtning (tabell 10). Triplikater av alle prøver ble analysert under begge analyser.

Tabell 10: Prøver brukt til tungmetallanalyser på HVL

Forsøks- serie	Samplingstid	Prøvenr.	Prøvetype	Tilhørende spikeprøve
1	Før utråtning	1-3	PS	
		4-6	HS	
		7-9	FS T	
		11-13	PS + HS	
		14-16	PS + HS + FS T 10 VS%	
		17-19	PS + HS + FS T 25 VS%	
2	Før utråtning	1-3	PS	1. Lav spike
		4-6	HS	5. Lav spike
		7-9	FS V	8. Lav spike
		11-13	PS + HS	
		14-16	PS + HS + FS V 10 masse%	
		17-19	PS + HS + FS V 25 masse%	
1	Etter utråtning	1-3	PS	
		4-6	PS +HS	
		7-9	PS + HS + FS T 10 VS%	
		11-13	PS + HS + PS T 25 VS%	
2	Etter utråtning	1-3	PS	
		4-6	PS + HS	
		11-13	PS + HS + FS T 10 masse%	
		14-16	PS + HS + FS T 25 masse%	

Nummer 10 i hver analyse: metodeblank

Førebuedende arbeid

Det ble forberedt et syrebad med 10 volum% salpetersyre løsnings og alt utstyr som skulle ha kontakt med prøver eller standarder ble vasket i dette badet på forhånd i minst et døgn. Så ble det skylt med ionebyttet vann i 3 omganger.

Alle standarder og prøver ble laget i målekolber av glass og deretter overført til autosamlerrør i plast som på forhånd ble godt skylt innvendig med prøven eller standardløsningen. Alle løsninger inkludert prøver ble lagret i kjøleskap.

Alt utpipetert volum ble beregnet ved hjelp av fortynningsloven gitt ved formel 2.

Mellomstandard og kalibreringsstandarder

Først ble det laget en mellomstandard med konsentrasjon 100 mg Y/L. 5,00 ml av 1000 mg yttrium/L standard (N9303810) ble pipettert over en 50,0 mL målekolbe. Så ble det tilsatt ca. 10 mL av ionebyttet vann og 1,00 mL konsentrert salpetersyre slik at syrekonsentrasjon var fremdeles 2% som i opprinnelig standardløsning. Målekolben ble fylt med ionebyttet vann opp til merket, innholdet ble blandet godt og overført til autosamlerrør.

Kalibreringsblank ble forberedt ved å pipettere ut 1,00 mL av yttrium mellomstandard over i en 100 mL målekolbe. Så ble det tilsatt litt ionebyttet vann, 2,00 mL saltsyre og 8,00 mL salpetersyre. Målekolben ble fylt med ionebyttet vann opp til merket, løsningen ble blandet godt og overført til autosamlerrør.

Kalibreringsstandard 1 ble forberedt igjen ved å pipettere ut 1,00 mL av yttrium mellomstandard og 0,0250 mL av en multielement standard (25,0 mg Cd/L og 100 mg As, Zn, Cu, Ni, Pb, Cr/L; standardnummer: N9303946) over i en 100 mL målekolbe. Så ble det tilsatt litt ionebyttet vann, 2,00 mL saltsyre og 8,00 mL salpetersyre. Den nye konsentrasjonen i standarden var lik $6,25 \times 10^{-3}$ mg Cd/L og 0,0250 mg As, Zn, Cu, Ni, Pb, Cr/L. Målekolben ble fylt med ionebyttet vann opp til merket, løsningen ble blandet godt og overført til autosamlerrør.

Kalibreringsstandarder 2-5 ble laget på lik måte. Utpipetert volum og de nye konsentrasjonene ble samlet opp i tabell 11.

Tabell 11: Konsentrasjoner og utpipettert volum i kalibreringsstandarder

Kalibrerings- standard	Utpipettert volum av multielement standard (mL)	Den nye konsentrasjon av As, Zn, Cu, Ni, Pb og Cr (mg/L)	Den nye konsentrasjon av Cd (mg/L)	Konsentrasjon av Y (mg/L)
Kalibreringsblank	0,00	0,00	0,00	1,00
1	$25,0 \times 10^{-3}$	0,0250	$6,25 \times 10^{-3}$	1,00
2	$50,0 \times 10^{-3}$	0,0500	$1,25 \times 10^{-2}$	1,00
3	0,250	0,250	$6,25 \times 10^{-2}$	1,00
4	1,00	1,00	0,250	1,00
5	2,50	2,50	0,625	1,00

Kvalitetskontrollprøver

Det ble forberedt en lav og en høy kvalitetskontrollprøve med konsentrasjon av Cd, As, Zn, Cu, Ni, Pb, Cr lik henholdsvis 0,0500 mg/L og 0,500 mg/L. For å forberede den lave kontrollen ble det pipettert ut 0,500 mL av en multielement standard med konsentrasjon 10 mg Cd, As, Zn, Cu, Ni, Pb, Cr/L (standardnummer: N9301720) over i en 100 mL målekolbe. For å forberede den høye kontrollen ble det pipettert ut 5,00 mL av en multielement standard med konsentrasjon 25,0 mg Cd/L og 100 mg As, Zn, Cu, Ni, Pb, Cr/L (standardnummer: N9303946) over i en 100 mL målekolbe.

Så ble hver kolbe tilsatt litt ionebyttet vann, 2,00 mL saltsyre og 8,00 mL salpetersyre. Målekolbene ble fylt med ionebyttet vann opp til merket, løsningene ble blandet godt og overført til autosamplerrør.

Prøveopparbeiding

Prøver som ble brukt ble vist i tabell 10. TS innhold i prøvene ble målt på nytt på samme måte som på biogassanlegget for å undersøke om frakt og lagring kunne påvirke resultatene.

Ca. 0,25g av hver tørket parallell til hver prøve ble veid på analysevekt og overført til hver sin teflonbeholder, der det ble tilsatt 2,00 mL saltsyre og 8,00 mL salpetersyre. Deretter ble beholderne lukket, satt inni bomber og plassert inni mikrobølgeovn på posisjonsrotorer.

Bombe 1 inneholdte alltid størst innveid masse av prøve og dermed mest sannsynlig størst innhold av organisk materialet. Derfor ble den brukt som referanseprøve med temperatursensoren inni prøven.

Metoden som ble brukt var basert på metoden gitt av leverandøren av mikrobølgeovn for mikrobølgeassistert syreoppslutning av slam (24). Bombene ble oppvarmet til 200 °C i 20 minutter, i neste 20 minutter var temperaturen på 200 °C holdt tilnærmet konstant og etter det ble prøvene nedkjølt i 30 minutter. Når bombene var avkjølt, ble de plassert i avtrekkskap og demontert.

Videre prosedyre for opparbeiding av prøver var annerledes for prøvene lagret før etter utråkning. Alle prøvene som ble analysert før utråkningsprosessen (tabell 10) ble overført kvantitativt over i hver sin 100 mL målekolbe som ble på forhånd tilsatt 1,00 mL av 100 mg/L mellomstandard og litt ionebyttet vann. Så ble hver kolbe tilsatt 2,00 mL saltsyre og 8,00 mL salpetersyre. Målekolbene ble fylt med ionebyttet vann opp til merket og løsningene ble blandet godt. Deretter ble alle prøvene overført til hver sitt autosamplerrør og lagret.

Alle prøvene som ble analysert etter utråkningsprosessen (tabell 10) ble overført kvantitativt over i hver sin 100 mL målekolbe som ble på forhånd tilsatt litt ionebyttet vann. Hver kolbe ble kolbe tilsatt 2,00 mL saltsyre og 8,00 mL salpetersyre. Målekolbene ble fylt med ionebyttet vann opp til merket, løsningene ble blandet godt og overført til hver sitt autosamplerrør. Siden mellomstandard dessverre ikke ble tilsatt prøvene, var det nødvendig med en ny fortykning der ønskede konsentrasjon av yttrium var lik 1,00 mg /L. Ved bruk av fortykningsloven ble det bestemt at det måtte bli pipettert ut 9,90 mL av hver prøve og 100 µL av yttrium mellomstandard over i et autosamplerrør. Prøvene ble blandet godt og lagret.

Spike-prøver

Alle prøver som ble brukt til å lage spike-prøver ble vist i tabell 10. Det ble laget to typer spike-prøver: lav og høy.

Lav spike-prøve ble forberedt ved å pipettere ut 100 µL av multielement standard (N903810) med konsentrasjon på 10,0 mg Cd, Zn, Cu, Ni, Pb, Cr, As/L over i en 25 mL målekolbe som på forhånd ble skylt med den tilhørende slamprøven i 3 omganger. Deretter ble kolben fylt på med slamprøven opp til merket. Spike-prøven ble blandet godt, overført til autosamplerrør og lagret. Tilsatt konsentrasjon av alle tungmetallene listet oppover i lav spike-prøve var lik 0,0400 mg/L.

Høy spike-prøve ble forberedt ved å pipettere ut 100 µL av multielement standard (N9303946) med konsentrasjon på 25,0 mg Cd/L og 100 mg Zn, Cu, Ni, Pb, Cr, As/L over i en 25 mL målekolbe. Deretter ble kolben fylt på med slamprøven opp til merket. Spike-prøven ble blandet godt, overført til autosamplerrør. Tilsatt konsentrasjon av alle tungmetallene nevnt over unntatt kadmium i høy spike-prøve var lik 0,500 mg/L og for kadmium var den lik 0,125 mg/L.

ICP-analyse

Til sammen ble det utført 3 analyser: substrater og analyseprøver før utråtning med tørt fiskeslam (analyse 1) og vått fiskeslam (analyse 2) og analyseprøver etter utråtning (analyse 3). Analyse 1 og 2 ble utført 16.03.21, mens analyse 3 ble utført 26.04.2021.

Før analysen ble satt i gang, ble to av silikonslangene byttet og pumpen og autosampleren ble kontrollert. Analysen ble gjennomført i henhold til brukerveiledning "Induktiv koplet plasma optisk emisjonsspektrometri, ICP-OES. Brukerveiledning for Avio 200, Perkin Elmer. (Torun Skøld, november 2019)". En ny metode ble laget basert på innstillinger brukt ved tidligere bacheloroppgaver. Innstillingene brukt i metoden er listet opp i tabell 12.

Tabell 12: Innstillinger benyttet under ICP-analysen

Plasmastrøm	8 L/min
Hjelpegass	0,2 L/min
Forstøvingsgass	0,7 L/min
Maksimal effekt	1500 W
Tid fra pumping til måling skjer; «delay time»	40 s
Vasketid mellom prøver	40 s
Automatisk integrasjonstid	0,5-2,0 s
Bakgrunns punkter	2

Informasjoner som prøvenavn, innveid masse, fortynningsvolum, lokasjon i autosampler, og tilhørende spike-prøver for alle prøvene ble ført inn i «sample info file» i programvaren.

Bølgelengder som ble valgt til analyse samt antall analysepiksler er vist i tabell 13.

Tabell 13: Bølgelengder og analysepiksler brukt til analyse av tungmetallene

Grunnstoff	Antall analysepiksler	Bølgelengde (nm)
Y	7	371,029
As	1	228,812
Cd	1	228,802
Cr	7	267,716
Cu	6	327,393
Ni	4	231,604
Pb	5	220,353
Zn	7	206,201

Etter at automatisk kalibrering av instrumentet ble ferdig, ble prøvene analysert aksielt med yttrium som intern standard. Da analysen var ferdig, ble data som antall piksler på metallspektra kontrollert. Det ble laget to datasett for alle metallene: ett sett der skjæringspunkt med y -aksen ble utregnet av programmet og ett sett med skjæringspunktet med y aksen ble satt i origo. Spike-prøver, korrelasjonskoeffisienter til kalibreringskurver og kvalitetskontroller ble benyttet til å bestemme hvilket datasett skulle brukes for hvert av analyserte grunnstoffer. Videre ble det bestemt tungmetallkonsentrasjon med tilhørende konfidensintervall til hver prøve.

3. Resultater

Dette kapittelet inneholder alle del- og hovedresultater oppnådd under BMP- og tungmetallanalyser beskrevet i kapittel 2. Analysene ble utført ved biogassanlegget i Rådalen og ved HVL, men også eksternt ved Hardanger Miljøsender.

3.1 Bestemmelse av BMP i analyserte prøver

3.1.1 TS, VS og Wv i podeslamet, substrater og substratblandninger i alle 3 forsøksserier

Tomme digler, digler med våte prøver, med tørkede prøver og til slutt med prøver etter gløding ble veid og avleste masser for forsøksserie 1, 2 og 3 ble vist henholdsvis i tabell 14, 15 og 16 i appendiks B. Videre ble noterte masser benyttet til å beregne tørrstoff (TS), flyktige faste stoffer (VS) og glødetap (Wv) ved hjelp av formel 3, 4 og 5 og resultater er vist i tabell 17, 18 og 19 i appendiks C, og der finner man også en eksempelberegning. Gjennom hele rapporten ble det valgt å ikke beregne standardavvik for gjennomsnittlige verdier der det kun ble brukt to paralleller for hver måling.

Podeslammet i de forskjellige seriene inneholdt gjennomsnittlig 2,28-3,48 TS%, 1,84-2,26 VS% og 63,83-87,10 Wv%. Hygienisert slam inneholdt 4,93-5,89 TS%, 3,70-4,46% VS% og det hadde glødetap på 75,13-75,74 %. Tørt fiskeslam i forsøksserie 1 hadde 92,42 TS%, 64,73 VS% og 70,04 Wv%, mens i forsøksserie 3 var det 92,07 TS%, 59,48 VS% og 64,60 Wv%. Vått fiskeslam benyttet i forsøksserie 2 hadde 11,73 TS%, 8,97 VS% og 76,48 Wv%. Tørt fiskeslam i blanding med hygienisert slam inneholdt 6,28-7,66 TS%, 4,31-5,87 VS% og 75,69-76,60 Wv%, mens blanding med vått fiskeslam inneholdt 5,91-6,88 TS%, 4,46-5,22 VS% og 75,50-75,89 Wv%.

Resultater fra VS målinger før utråkning ble benyttet til å bestemme mengder av podeslam og substrater som skulle oppi reaktorflaskene. Masser som ble beregnet av programvaren og faktiske mengder av innveid podeslam og substrater er vist i tabell 20, 21 og 22 i appendiks D.

3.1.2 TS, VS og Wv i analyseprøver før og etter utråtning

Etter å ha blandet podeslam med substrater og substratblandinger, ble TS, VS og Wv bestemt for analyseprøver før utråtning på samme måte som beskrevet i kapittel 3.1.1. Avleste masser for forsøksserie 1, 2 og 3 er gitt henholdsvis i tabell 23, 24 og 25 i appendiks E. TS, VS og Wv ble bestemt ved bruk av formler 3, 4 og 5 og resultater ble vist i tabell 26, 27 og 28 i appendiks F.

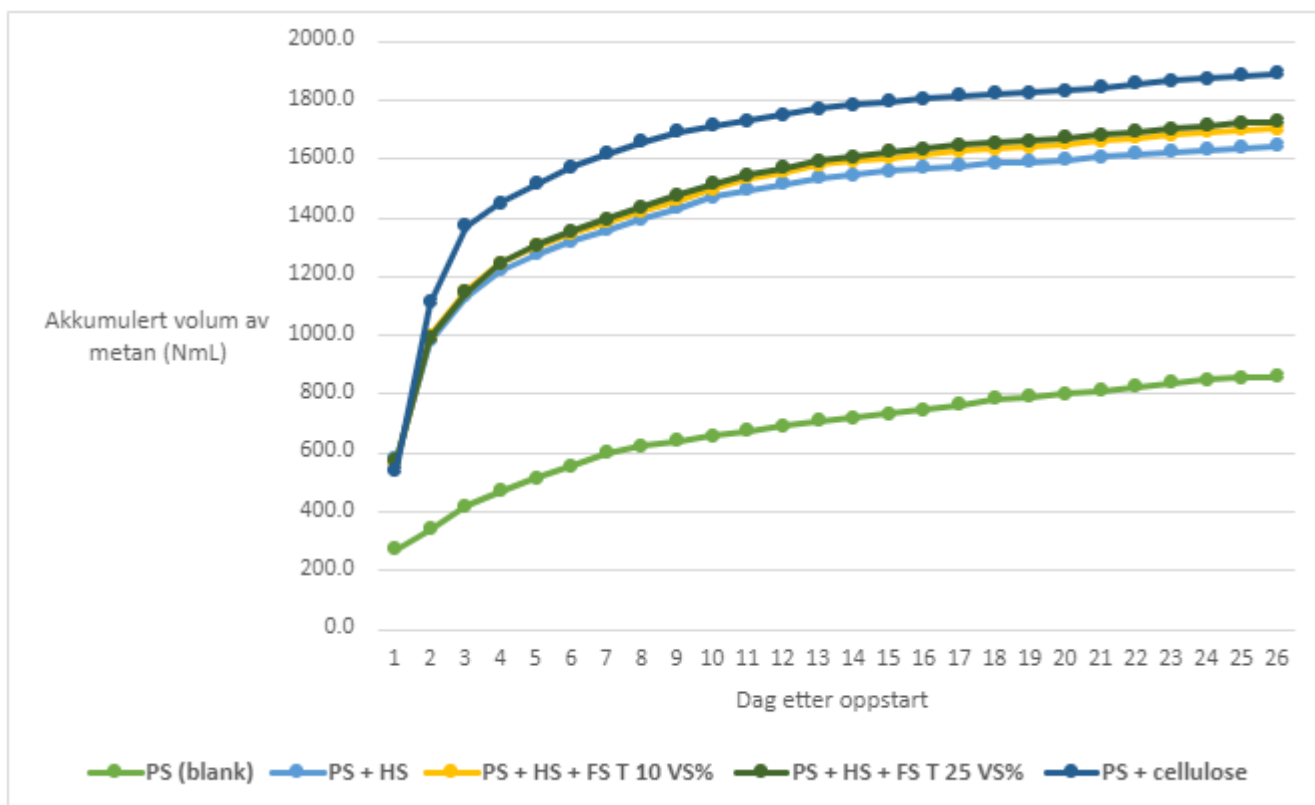
Podeslam blandet med hygienisert slam før utråtning hadde gjennomsnittlig 3,33-3,84 TS%, 2,11-2,56 VS% og 63,51-66,65 Wv%. Etter utråtning var det henholdsvis 2,79-3,19 TS%, 1,55-1,90 VS% og 55,56-59,69 Wv%. Prøvene blandet med tørt fiskeslam før utråtning hadde 3,40-4,02 TS%, 2,18-2,70 VS% og 63,84-67,24 Wv%, mens etter utråtning var det 2,80-3,23 TS%, 1,55-1,91 VS% og 55,26-59,27 Wv%. Prøvene blandet med vått fiskeslam før utråtning inneholdte 3,77-3,85 TS%, 2,49-2,54 VS% og 66,06-66,16 Wv% og etter utråtning var det 3,07-3,15 TS%, 1,80-1,83 VS% og 58,24-58,58 Wv%.

Når hvert AMPTS-forsøk ble avsluttet, ble det utført en ny analyse av TS, VS og Wv etter utråtning. Avleste masser for forsøksserie 1, 2 og 3 er vist henholdsvis i tabell 29, 30 og 31 i appendiks G. TS, VS og Wv ble bestemt ved bruk av formler 3, 4 og 5 og resultater er vist i tabell 32, 33 og 34 i appendiks H.

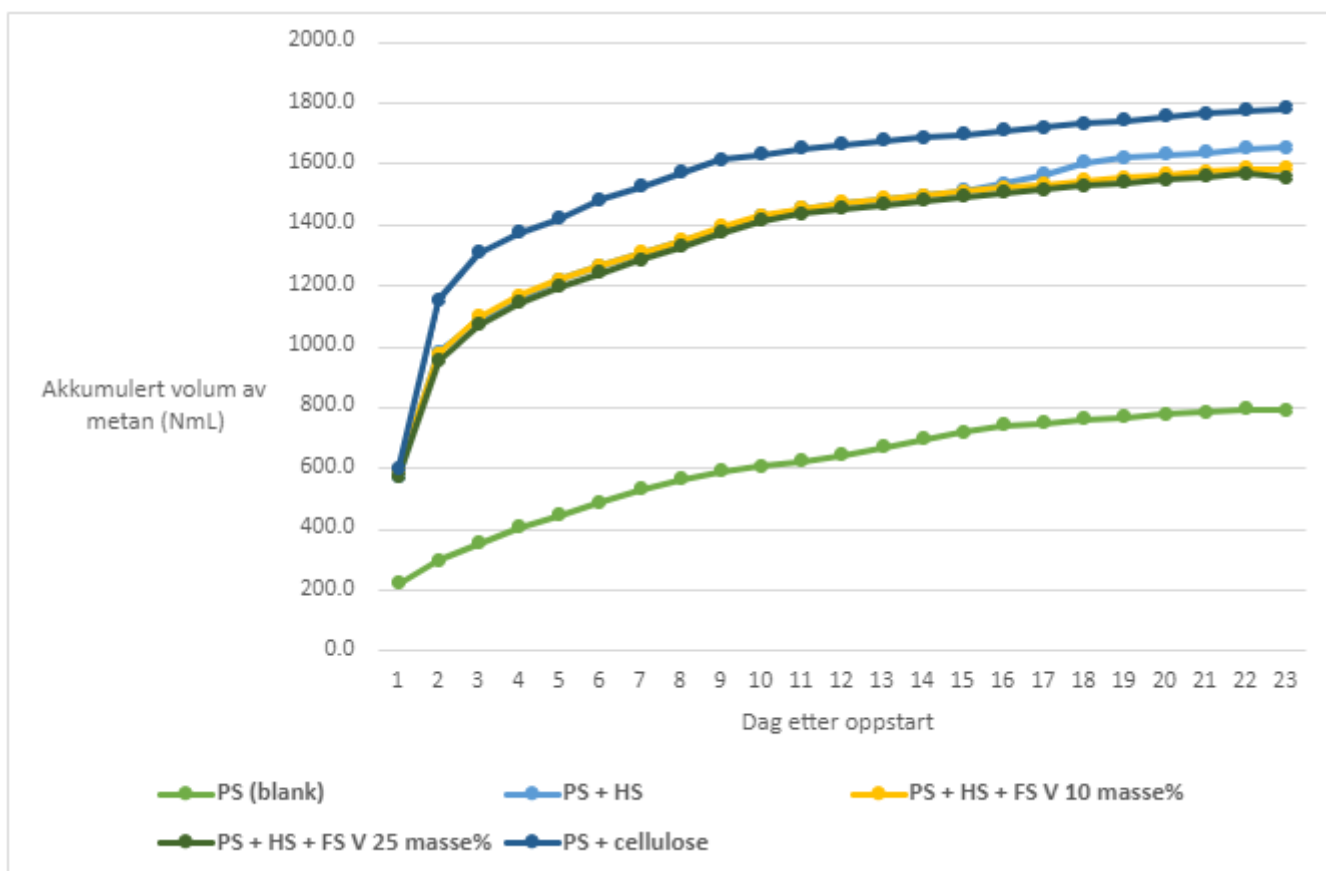
3.1.3 Akkumulert volum av metan

Rådata for akkumulert volum i AMPTS-forsøkene er vedlagt i appendiks I i tabell 35, 36 og 37. Akkumulert metanvolum (NmL) til og med dag 26 for serie 1, til og med 22 for serie 2 og til og med 28 for serie 3 ble brukt for å bestemme biokjemisk metanpotensial (BMP).

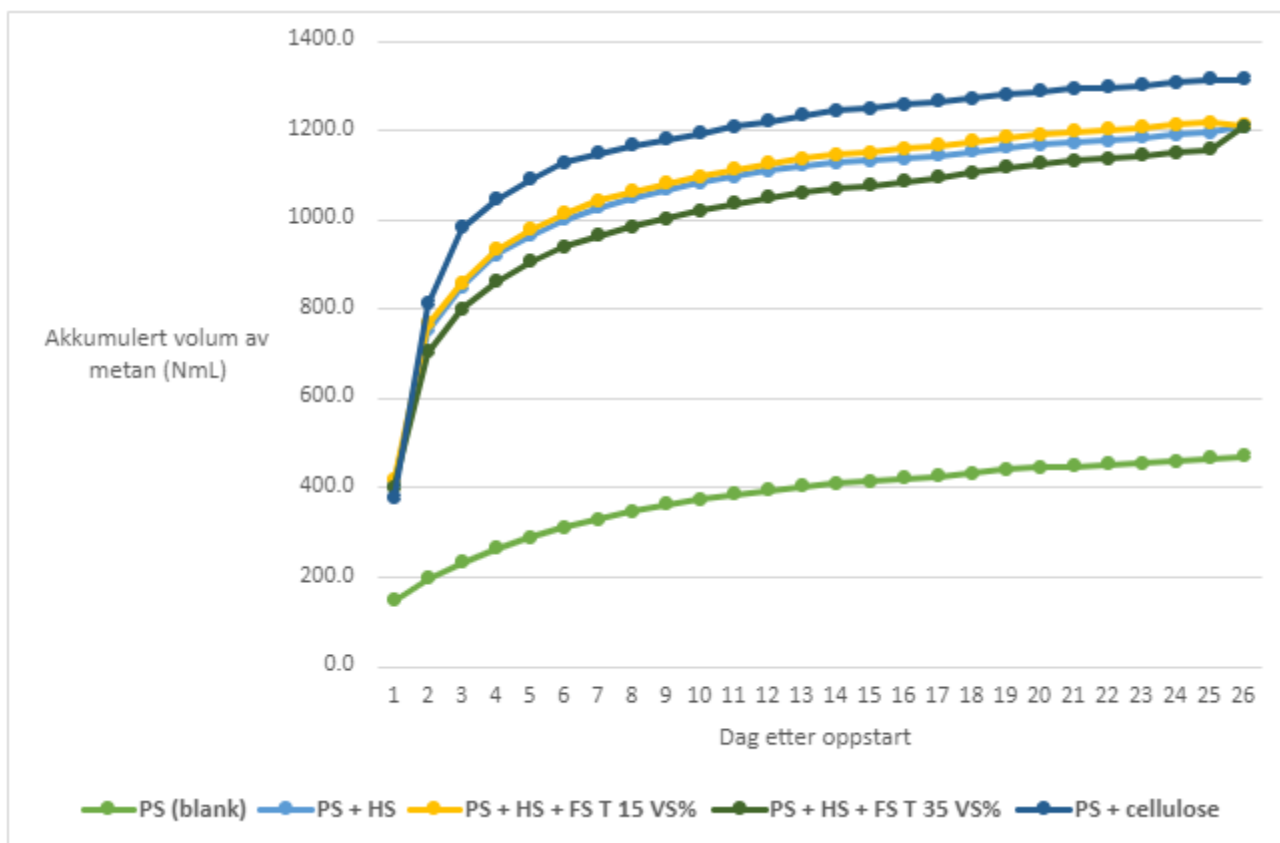
Et plot for akkumulert volum per dag fra forsøksserie 1 er plottet i figur 5. Det ble plottet gjennomsnittet av de tre parallellene. Akkumulert volum fra serie 2 er plottet i figur 6, og serie 3 i figur 7. Plottene viser at trendlinjen flater ut og biogassproduksjonen avtar de siste dagene for alle prøver i alle tre forsøksserier. En ser også at den gjennomsnittlige akkumulerte volum er lavere i forsøksserie 3 (med 15 VS% og 35 VS% tørt fiskeslam) sammenlignet med de to andre forsøksseriene. I figur 8 er det vist et eksempel for daglig metanproduksjon (i forsøksserie 1) der en ser at størst mengde av metan ble produsert de første dagene. Samme trend var synlig i forsøksserie 2 og 3.



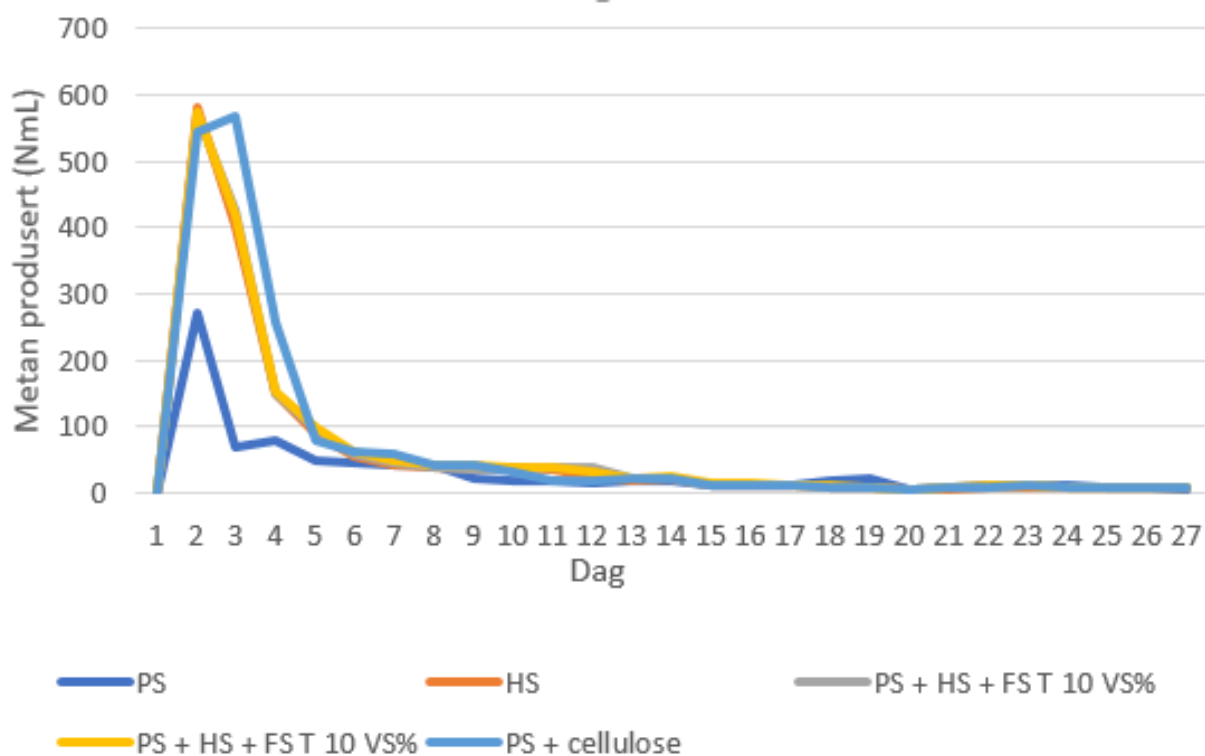
Figur 5: Akkumulert volum av metangass i forsøksserie 1



Figur 6: Akkumulert volum av metangass i forsøksserie 2



Figur 7: : Akkumulert volum av metangass i forsøksserie 3



Figur 8: Daglig metanproduksjon i forsøksserie 1

3.1.5 BMP i analyserte prøver

BMP-verdier for alle parallellene i alle tre forsøksseriene er vist i tabell 38. Disse ble beregnet ved formel 6 med akkumulerte volum fra dag 26 for forsøksserie 1, dag 22 for forsøksserie 2 og dag 24 for forsøksserie 3. Oversikt over gjennomsnittlige BMP-verdier fra forsøksserie 1, 2 og 3 med tilhørende standardavvik, konfidensintervall og prosentavvik mellom BMP for prøve og BMP fra referanseprøven PS + HS (disse ble beregnet i Excel ved bruk av flere signifikante siffer) er vist i tabell 39 og figur 7. t-verdien brukt til å bestemme 95 % konfidensintervallene er $t_{0.025,2} = 4,303$ (21). Et eksempel på BMP-beregning er vist i appendiks J.

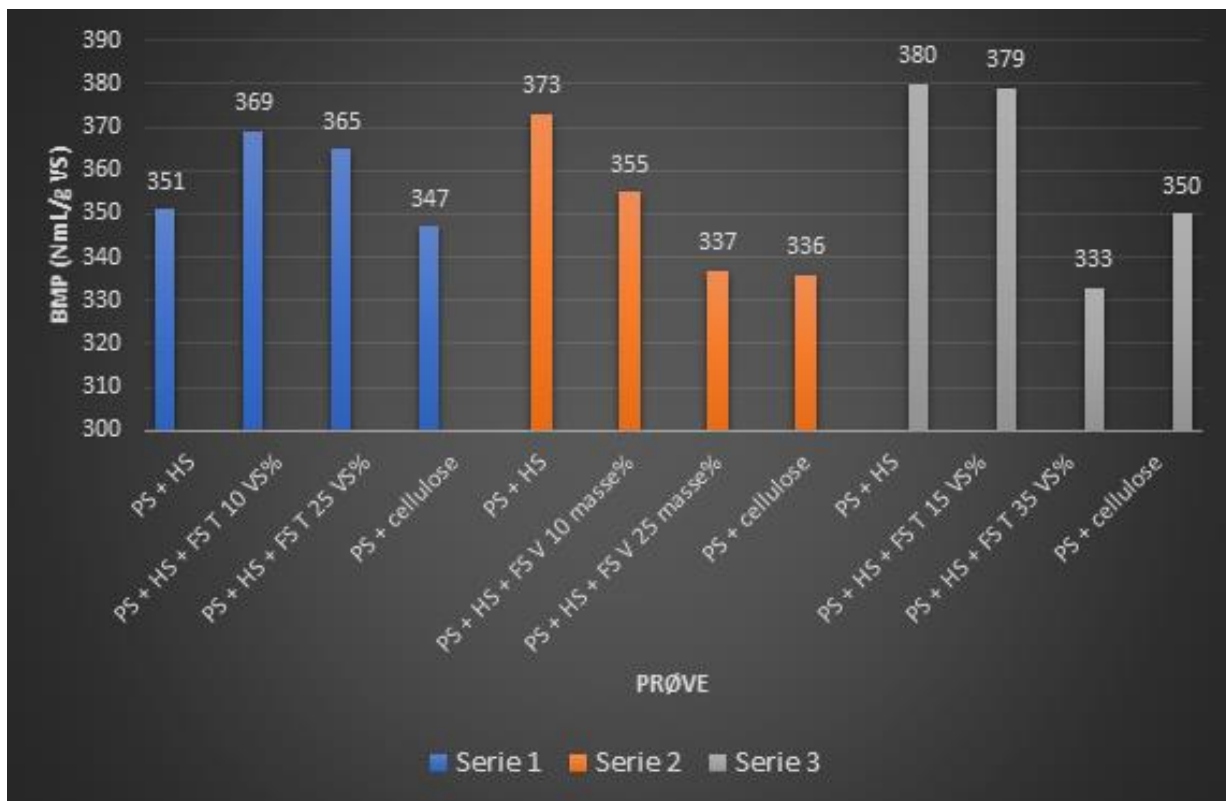
Analyseprøvene med 35 VS% fiskeslam fra prøveserie 3 gav lavest BMP i forhold til podeslam tilsatt hygienisert slam (PS + HS), med en gjennomsnittlig minking på 12,35 %, mens analyseprøvene med 10 VS % fiskeslam fra forsøksserie 1 gav høyest gjennomsnittlig økning på 5,02 %. Metanproduksjon for analyseprøvene tilsatt vått fiskeslam i forsøksserie 2 og tørt fiskeslam i forsøksserie 3 minket sammenlignet med tilhørende referanse. Alle kontrollprøvene av podeslam tilsatt cellulose gav BMP-verdier innenfor referanseverdien på 350 ± 29 NmL/g (16).

Tabell 38: BMP-verdier for parallellene i alle tre forsøksseriene (enhet: NmL/g VS)

Parallell	Forsøksserie 1			Forsøksserie 2			Forsøksserie 3		
	PS + HS	PS + HS + FS T 10 VS%	PS + HS + FS T 25 VS%	PS + HS	PS + HS + FS V 10 masse%	PS + HS + FS V 25 masse%	PS + HS	PS + HS + FS T 15 VS%	PS + HS + FS T 35 VS%
1	343	364	374	361	358	344	378	375	344
2	359	365	362	364	354	336	394	384	298
3	351	379	358	394	354	331	368	377	357
Gjennomsnitt	351	369	365	373	355	337	380	379	333

Tabell 39: Gjennomsnittlig BMP-verdier i alle tre forsøksseriene med tilhørende 95 % konfidensintervall og prosentavvik i forhold til referanseprøve

Forsøks- serie	Prøve	BMP med 95 % konf. int. (NmL/g	Standardavvik (NmL/g VS)	Prosentavvik ift. PS + HS (%)
1	PS + HS	351 ± 19	8,00	
	PS + HS + FS T 10 VS%	369 ± 20	8,39	5,02 %
	PS + HS + FS T 25 VS%	365 ± 20	8,33	3,70 %
	PS + cellulose	347 ± 1	1,43	-1,42 %
2	PS + HS	373 ± 45	18,25	
	PS + HS + FS V 10 masse%	355 ± 5	2,31	-4,64 %
	PS + HS + FS V 25 masse%	337 ± 16	6,56	-9,65 %
	PS + cellulose	336 ± 14	5,86	-9,81 %
3	PS + HS	380 ± 13	13,11	
	PS + HS + FS T 15 VS%	379 ± 11	4,73	-0,32 %
	PS + HS + FS T 35 VS%	333 ± 77	31,00	-12,35 %
	PS + cellulose	350 ± 5	2,08	-7,85 %



Figur 9: Gjennomsnittlig BMP i de tre forsøksseriene

3.1.6 Statistiske analyser av BMP-resultater

Før BMP-gjennomsnittene ble sammenlignet ved t-test ble det utført en F-test på PS + HS og PS + HS + FS T 35 VS% for BMP-verdiene fra forsøksserie 3 siden de to prøvene hadde størst differanse i gjennomsnitt. Nullhypotesen, H_0 , for testen, er at variansene er like, $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$, mens H_1 er at variansene er ulike, $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$. Man forkaster H_0 dersom $F_{obs} < F_{krit}$, og påstår H_1 dersom $F_{obs} > F_{krit}$. Det ble brukt en α -verdi på 0,05 (altså 5% signifikansnivå) for ensidig test, og F_{krit} ble $F_{ma,mb}$ der ma er antall frihetsgrader for PS + HS, og mb er antall frihetsgrader for PS + HS + FS T 35 VS%. Begge disse ble utregnet til å være $3 - 1 = 2$. Da får en en F_{krit} verdi på $F_{2,2} = 19$. Denne verdien stemmer overens med statistiske tabeller for F-verdier (21). F-testen (appendiks K) viser at variansen for disse to var signifikant forskjellig, siden $F_{obs} > F_{krit}$.

Svaret fra F-testen ble så brukt videre til en t-test, og det ble da valgt å utføre en t-test med antatt ulike varianser. Nullhypotesen, H_0 , for testen, var at forventingsverdiene var like, $\mu_1 - \mu_2 = 0$, mens H_1 var at forventingsverdiene ikke var like. Man forkaster H_0 dersom $F_{obs} < F_{krit}$, og påstår H_1 dersom $F_{obs} > F_{krit}$. Det ble brukt en α -verdi for tosidig test på 0,025, og t_{krit} ble $t_{\alpha,m} = t_{0,025,3} = 3,182$, der antall frihetsgrader, m , ble utregnet på måten beskrevet av formel 3.40 fra *Statistikk for kjemikere* (21). Man ser da at t-verdien stemmer overens med t-verdien utregnet av Excel. Det ble da konkludert med at BMP-gjennomsnittene for podeslam tilsatt hygienisert slam (PS + HS) og podeslam tilsatt hygienisert slam og 35 VS% tørt fiskeslam (PS + HS + FS T 35 VS%) ikke er signifikant ulike, siden $t_{obs} < t_{krit}$. Ettersom BMP-gjennomsnittene med størst differanse ble bestemt til å ikke være signifikant ulike, vil da resten av BMP-gjennomsnittene fra de tre forsøksseriene også være ikke signifikant ulike. I appendiks K er det vist et eksempel på Excel beregning av F-test og t-test.

3.1.7 pH og ledningsevne i substrater, substratblandinger og analyseprøver før og etter utråtning

Målte verdier for pH og ledningsevne før og etter utråtning fra alle forsøksseriene er vist i tabell 40, 41 og 42 i appendiks L.

Ledningsevne til hygienisert slam lå i området 4,57-6,57 mS/cm og pH var lik 5,98-6,30. Tørt fiskeslam hadde pulverform så det var umulig å måle dets konduktivitet og pH. Vått fiskeslam hadde ledningsevne lik 7,20 mS/cm og pH lik 5,37.

I analyseprøver før utråtning lå pH i området 7,50-8,22 (intervallene inkluderer ikke prøven PS + cellulose), mens etter utråtning ble det til 7,99-8,23. Ledningsevnen i analyseprøver før utråtning ble målt til å være i område 6,67-9,94 mS/cm. Etter utråtning lå ledningsevnen i område 9,86-16,82 mS/cm. Ledningsevne er klart høyere etter utråtning.

3.1.8 Ammoniumanalyse

Målte verdier for ammoniuminnhold før og etter utråtning fra alle forsøksseriene er vist under appendiks M i 43, 44 og 45. Før utråtning lå innholdet i området 1100-1640 mg/L, mens etter utråtning lå det i området 1480-1980 mg/L. Ammoniuminnholdet i forsøksserie 3 lå i et lavere området både før og etter utråtning i forhold til serie 1 og 2.

3.2 Resultater fra ICP-OES analyse

3.2.1 Tungmetallkonsentrasjoner i analyserte prøver

Tabell 46 i appendiks N inneholder alle regresjonslikninger og korrelasjonskoeffisienter til kalibreringskurver. Ved bruk av spike-prøver, kvalitetskontroller og korelasjonskoeffisienter til kalibreringskurver ble det bestemt at kun for kadmium skulle det brukes datasett der skjæringspunktet går gjennom origo. For krom, kobber, nikkel, bly, sink og arsen ble det benyttet datasettet med skjæringspunktet beregnet ved hjelp av programvaren. Det ble bestemt å fjerne As fra alle datasettene på grunn av interferens med Cd.

I appendiks N finnes også gjennomsnittlige korrigerede intensiteter for alle tungmetaller i rene substrater, substratsblandinger og analyseprøver før utråtning (tabell 47) og etter utråtning (tabell 48) for forsøksserie 1. Tilsvarende data for forsøksserie 2 finnes i tabell 49 og 50. Disse dataene ble benyttet til å bestemme metallkonsentrasjoner i prøvene fra begge analyseserier. Kalibreringsenheter mg/L ble regnet om til mg/kg TS ved hjelp av programvaren. I appendiks O er konsentrasjoner av Zn, Cu, Ni, Pb, Cd og Cr gitt for rene substrater, substratblandinger og analyseprøver før utråtning for forsøksserie 1 (tabell 51). I tabell 51-54 er det også vist 95 % konfidensintervall for tungmetallkonsentrasjon i hver prøve. t-verdien brukt til å bestemme 95 % konfidensintervallene er $t_{0,025,2} = 4,303$ (21). I disse tabellene er konsentrasjoner under kvantifiseringsgrensen og deteksjonsgrensen henholdsvis merket med en stjerne (*) og to stjerner (**). ICP-OES- analysen for prøver fra forsøksserie 2 ble utført kun på rene substrater og podeslam før utråtning (tabell 52). Analyseresultater for prøver etter utråtning er vist i tabell 53 for analyseserie 1 og i tabell 54 for analyseserie 2. På grunn av tidsmangel ble det ikke utført tungmetallanalyser internt ved HVL for forsøksserie 3. Prøver fra forsøksserie 3 er sendt inn til eksternt analyselaboratorie, men analyseresultatene er ikke mottatt enda og er derfor ikke med i denne rapporten.

Innholdet av Zn i substrater og analyseprøver før utråtning for forsøksserie 1 med tørt fiskeslam ligger i området 401-634 mg/kg TS. Innholdet av Cu ligger i området 39-177 mg/kg TS. Innholdet av Ni ligger i området 11-102 mg/kg TS. Innholdet av Pb ligger i området 1,8-18,5 mg/kg TS. Innholdet av Cd ligger i området 0,7-0,9 mg/kg TS. Innholdet av Cr ligger i området 18,7-31,6 mg/kg TS. Tungmetallkonsentrasjonene er gjennomsnittlige verdier.

Innholdet av Zn i substrater for forsøksserie 2 med vått fiskeslam ligger i området 332-674 mg/kg TS. Innholdet av Cu ligger i området 44-200 mg/kg TS. Innholdet av Ni ligger i området 10-18 mg/kg TS. Innholdet av Pb ligger i området 0,2-13,3 mg/kg TS. Innholdet av Cd ligger i området 0,3-0,9 mg/kg TS. Innholdet av Cr ligger i området 25-77 mg/kg TS.

Innholdet av Zn i analyseprøver etter utråtning for forsøksserie 1 med tørt fiskeslam ligger i området 544-564 mg/kg TS. Innholdet av Cu ligger i området 211-221 mg/kg TS. Innholdet av Ni ligger i området 15-21 mg/kg TS. Innholdet av Pb ligger i området 17-19 mg/kg TS. Innholdet av Cd ligger i området 0,8-1,0 mg/kg TS. Innholdet av Cr ligger i området 37-42 mg/kg TS.

Innholdet av Zn i analyseprøver etter utråtning for forsøksserie 2 med vått fiskeslam ligger i området 566-606 mg/kg TS. Innholdet av Cu ligger i området 211-219 mg/kg TS. Innholdet av Ni ligger i området 16-18 mg/kg TS. Innholdet av Pb ligger i området 21-23 mg/kg TS. Innholdet av Cd ligger i området 1,07-1,13 mg/kg TS. Innholdet av Cr ligger i området 40-49 mg/kg TS.

Innhold av analyserte tungmetaller (gjennomsnittsverdier) i alle prøver i forsøksserie 1 og 2 er vist i figur 10-21. Figurene er basert på konsentrasjoner (mg/kg TS) i tabell 51-54 i appendiks O. Forkortelse FU står for før utråtning og EU betyr etter utråtning.



Figur 10: Konsentrasjon av Zn i analyserte prøver i forsøksserie 1. Maksimumsgrense for kvalitetsklasse II i gjødselsvareforskriften (15) for Zn er 800 mg/kg TS.



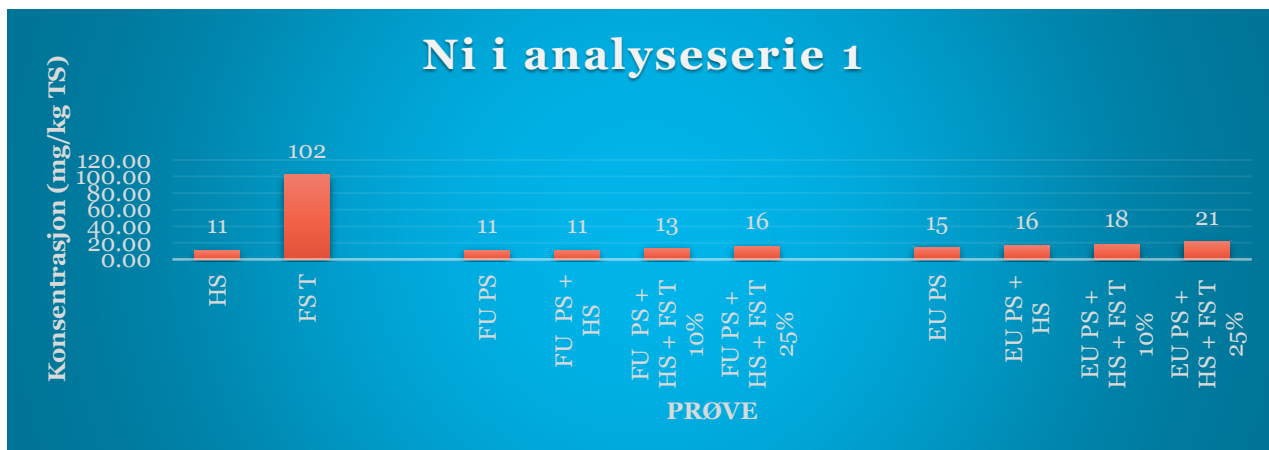
Figur 11: Konsentrasjon av Zn i analyserte prøver i forsøksserie 2. Maksimumsgrense for kvalitetsklasse II i gjødselsvareforskriften (15) for Zn er 800 mg/kg TS.



Figur 12: Konsentrasjon av Cu i analyserte prøver i forsøksserie 1. Maksimumsgrense for kvalitetsklasse II i gjødselsvareforskriften (15) for Cu er 650 mg/kg TS.



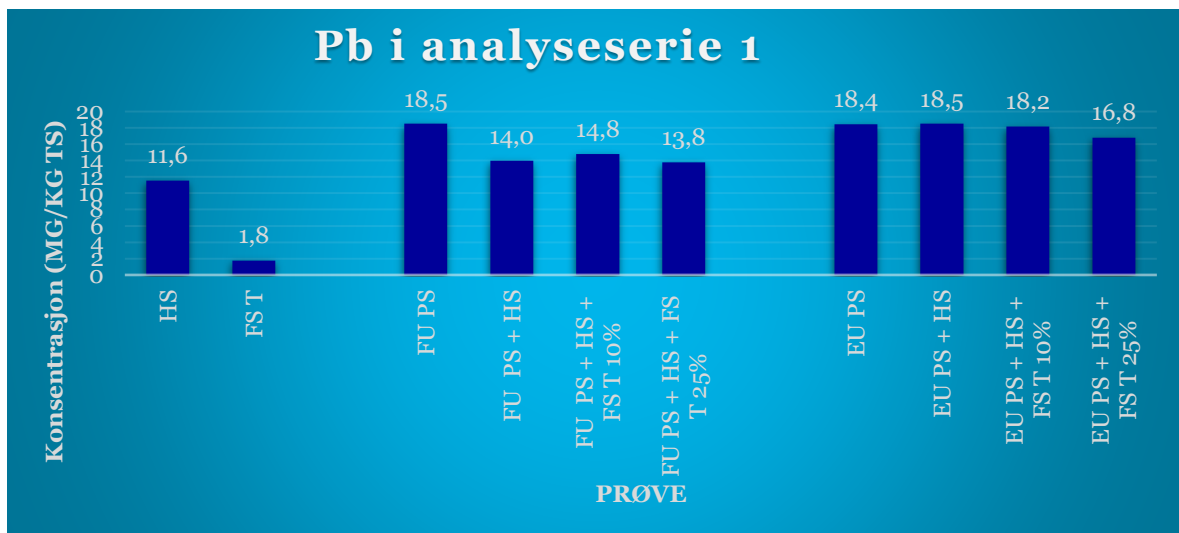
Figur 13: Konsentrasjon av Cu i analyserte prøver i forsøksserie 2. Maksimumsgrense for kvalitetsklasse II i gjødselsvareforskriften (15) for Cu er 650 mg/kg TS.



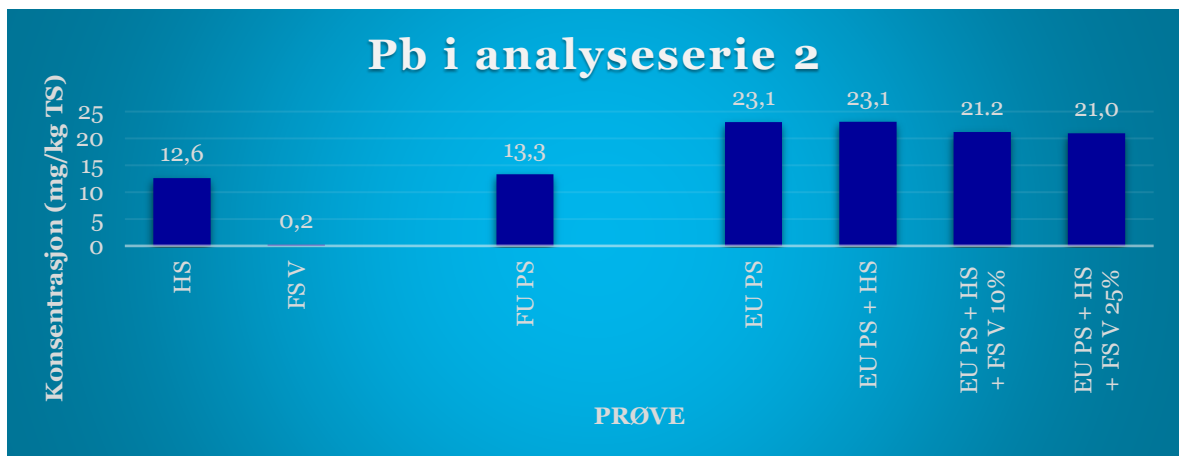
Figur 14: Konsentrasjon av Ni i analyserte prøver i forsøksserie 1. Maksimumsgrense for kvalitetsklasse I i gjødselsvareforskriften (15) for Ni er 30 mg/kg TS og maksimumsgrense for kvalitetsklasse III er 80 mg/kg TS.



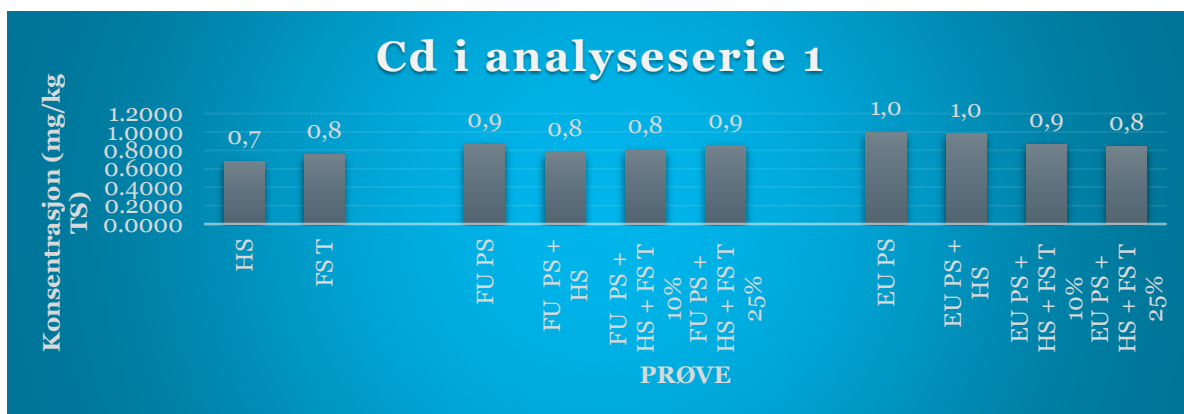
Figur 15: Konsentrasjon av Ni i analyserte prøver i forsøksserie 2. Maksimumsgrense for kvalitetsklasse 0 i gjødselsvareforskriften (15) for Ni er 20 mg/kg TS.



Figur 16: Konsentrasjon av Pb i analyserte prøver i forsøksserie 1. Maksimumsgrense for kvalitetsklasse 0 i gjødselsvareforskriften (15) for Pb er 40 mg/kg TS.



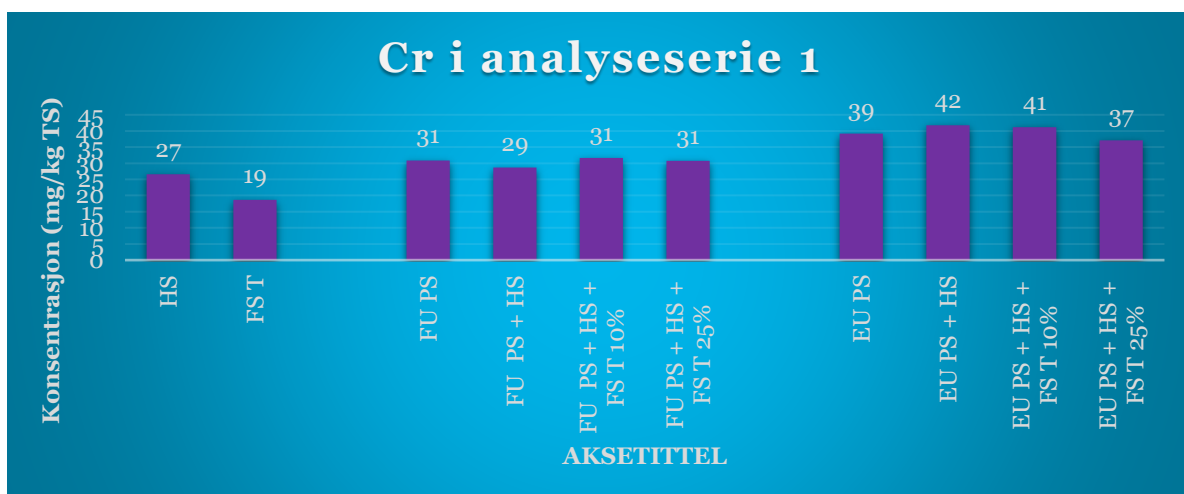
Figur 17: Konsentrasjon av Pb i analyserte prøver i forsøksserie 2. Maksimumsgrense for kvalitetsklasse 0 i gjødselsvareforskriften (15) for Pb er 40 mg/kg TS.



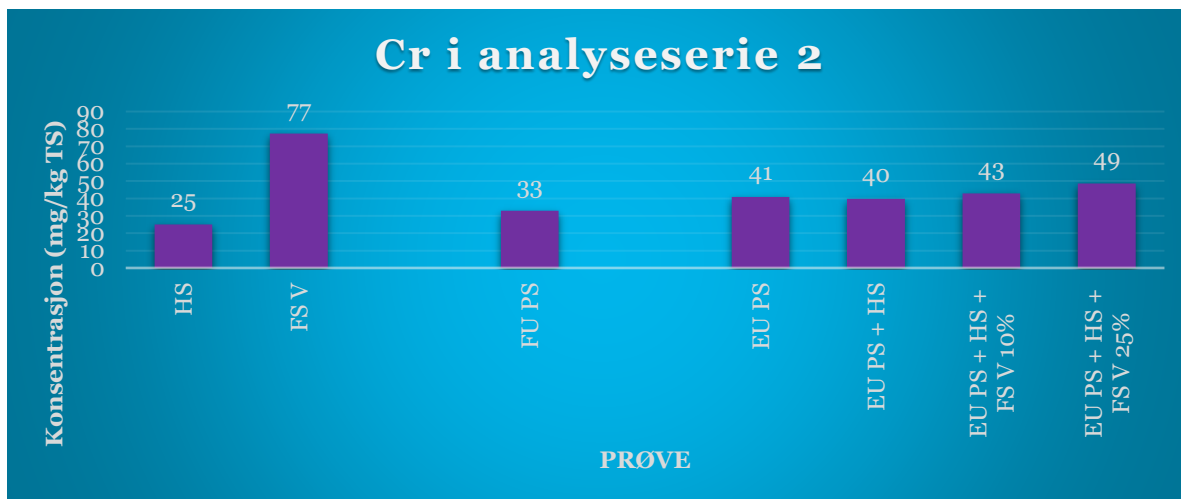
Figur 18: Konsentrasjon av Cd i analyserte prøver i forsøksserie 1. Maksimumsgrense for kvalitetsklasse II i gjødselsvareforskriften (15) for Cd er 2 mg/kg TS.



Figur 19: Konsentrasjon av Cd i analyserte prøver i forsøksserie 2. Maksimumsgrense for kvalitetsklasse II i gjødselsvareforskriften (15) for Cd er 2 mg/kg TS.



Figur 20: Konsentrasjon av Cr i analyserte prøver i forsøksserie 1. Maksimumsgrense for kvalitetsklasse 0 i gjødselsvareforskriften (15) for Cr er 50 mg/kg TS.



Figur 21: Konsentrasjon av Cr i analyserte prøver i forsøksserie 2. Maksimumsgrense for kvalitetsklasse II i gjødselsvareforskriften (15) for Cr er 100 mg/kg TS.

Konsentrasjon av Zn og Cu var mye høyere sammenlignet med andre metaller i rene substrater og analyseprøver før utråtning. Den høyeste konsentrasjon av sink ble funnet i substratet vått fiskeslam FS V (674 mg/kg TS), mens i alle analyseprøvene før utråtning i forsøksserie 1 er sinkkonsentrasjonene ganske like (461-495 mg/kg TS). Konsentrasjonen til kobber i både tørt og vått fiskeslam var ganske lav (39 mg/kg TS for tørt fiskeslam FS T og 44 mg/kg TS for vått fiskeslam FS V), mens den var litt høyere for hygienisert slam (122 mg/kg TS i forsøksserie 2 og 144 mg/kg TS i forsøksserie 1) og podeslam (175 mg/kg TS for forsøksserie 1 og 200 mg/kg TS for forsøksserie 2). Identisk som for Zn, var konsentrasjon av kopper ganske lik i alle analyseprøver før utråtning (169-200 mg/kg TS). Konsentrasjon av nikkell var mye høyere for substratet tørt fiskeslam FS T (102 mg/kg TS) sammenlignet med andre (10-18 mg/kg TS), og i analyseprøver ligger den i området 11-16 mg/kg TS.

Konsentrasjon av bly i både tørt og vått fiskeslam er lav (0,2 mg/kg TS for vått fiskeslam FS V og 1,8 mg/kg TS for tørt fiskeslam FS T) i forhold til hygienisert slam HS (11,6 mg/kg TS for forsøksserie 1 og 12,6 mg/kg TS for forsøksserie 2) og analyseprøver (13,3-18,5 mg/kg TS). Konsentrasjon av Cd i substratene er ganske lik (0,7-0,9 mg/kg TS). I analyseprøvene før utråtning er det en prøve som skiller seg ut: podeslam PS i forsøksserie 2 (0,3 mg/kg TS), mens i de resterende analyseprøvene ligger konsentrasjonen i området 0,77-0,86 mg/kg TS. Konsentrasjon av krom var mye høyere for fiskeslam vått FS V (77 mg/kg TS) i forhold til andre substrater (19-27 mg/kg TS). Igjen, var konsentrasjonen ganske lik i alle analyseprøver (29-33 mg/kg TS).

Det ble observert en høyere konsentrasjon av tungmetaller i prøver etter utråtning sammenlignet med før utråtning (unntatt Pb i podeslam PS i analyseserie 1 og Cd i PS + HS + FS T 25 %). Konsentrasjon av Zn i analyseprøvene etter utråtning for begge forsøksserie ligger i området 544-606 mg/kg TS. Konsentrasjon av Cu i analyseprøvene etter utråtning for begge forsøksserie ligger i området 211-221 mg/kg TS. Konsentrasjon av Ni i analyseprøvene etter utråtning for begge forsøksserie ligger i området 15-21 mg/kg TS. Konsentrasjon av i analyseprøvene etter utråtning for begge forsøksserie ligger i området 16,8-23,1 mg/kg TS. Konsentrasjon av i analyseprøvene etter utråtning for begge forsøksserie ligger i området 0,8-1,1 mg/kg TS. Konsentrasjon av Cr i analyseprøvene etter utråtning for begge forsøksserie ligger i området 39-49 mg/kg TS.

3.2.2 Kvalitetskontroller og spikeprøver

Det ble analysert på lav kvalitetskontrollprøver (KKL) og høy kvalitetskontrollprøver (KKH) før og etter ICP-analysene. Konsentrasjon og beregnet utbytteprosent kan sees i appendiks P i tabell 55 for forsøksserie 1 og 2. Utbytteprosent for de fleste kvalitetskontrollprøver ligger innenfor ± 5 %. Det høyeste prosentutbytte kom på 123 % for analyse 1 for bly. Prosentutbytte for sink ligger noe under forventet verdi på KKL for analyse 1 (84 %). Verdiene for kadmium ligger i et meget lavt område (26 %) for KKH i analyse 1 og 2. KKL for kobber i analyse 3 ligger verdiene i området 113 % -119 %.

Konsentrasjon og utbytteprosent av spikeprøver er vist i appendiks P i tabell 56 for forsøksserie 1 og tabell 57 for forsøksserie 2. Det ble laget en høy spikeprøve (HSP) og en lav spikeprøve (LSP) for prøvereplikatene vist i tabell 10. Utbytteprosenten for de fleste spikeprøver for forsøksserie 1 ligger innenfor ± 5 %. Prosentutbytte for sink i LSP hadde et stort avvik fra forventet verdi i alle prøver (fra -112 % til 159 %). Det er også noen prosentutbytter for kobber som ligger utenfor forventet området (144 % og 80 %). De fleste utbytteprosentene for rene substrater ligger også innenfor område på ± 5 %. For sink ligger utbytteprosenten for LSP og HSP (PS) i et lavt område (88 %). Lav spike (HS) for sink fikk den enda lavere verdi på 51 %. Utbytteprosenten for sink på LSP (FS V) fikk også en meget lav verdi (54 %). Utbytteprosent for kobber i LSP (PS) ligger langt over forventet verdi (142 %).

3.2.3 Eksterne analyseresultater

Rådata fra eksterne tungmetallanalyser er vist i tabell 58-61 i appendiks R. Der finner man også måleusikkerhet til analyseresultater (tabell 62).

I tabell 63 og 64 er konsentrasjoner av tungmetaller vist for rene substrater og analyseprøver før og etter utråtning i forsøksserie 1. Tilsvarende data for forsøksserie 2 finnes i tabell 65 og 66. Konsentrasjoner målt eksternt som ikke ligger i 95 % konfidensintervallet bestemt internt, samt de tilhørende interne intervallene ble merket med rød farge.

Tabell 63: Konsentrasjoner av tungmetaller i rene substrater og analyseprøver før utråtning i forsøksserie 1 (enhet: mg/kg TS)

	Prøve	PS	HS	FS T	PS + HS	PS + HS + FS T 10 VS%	PS + HS + FS T 25 VS%
Cr	Ekstern	18	14	11	16	17	17
	Intern	31±18	27±18	18,7±0,5	29±12	32±11	31±5
Zn	Ekstern	540	420	610	490	490	510
	Intern	469±264	401±278	634±12	461±65	465±59	495±43
Cu	Ekstern	210	150	41	190	180	190
	Intern	175±114	144±123	39±1	170±37	169±15	177±15
Ni	Ekstern	15	9.2	100	14	17	21
	Intern	11±5	11±4	102±9	11±3	13±5	16±1
Pb	Ekstern	8.5	11	1.5	7.8	7.6	7.7
	Intern	19±7	12±10	1,8±0,5	14±8	15±6	14±4
Cd	Ekstern	1.1	0.53	0.59	0.99	0.97	1
	Intern	0,9±0,6	0,7±0,6	0,8±0,1	0,8±0,6	0,8±0,4	0,9±0,4

Tabell 64: Konsentrasjoner av tungmetaller i analyseprøver etter utråtning fra forsøksserie 1 (enhet: mg/kg TS)

		PS	PS + HS	PS + HS + FS T 10 VS%	PS + HS + FS T 25 VS%
Cr	Ekstern	31	27	26	24
	Intern	39±3	41.76	41±10	37±3
Zn	Ekstern	900	820	780	730
	Intern	544±4	551±18	548±19	564±25
Cu	Ekstern	360	320	300	280
	Intern	221±8	216±7	211±13	212±20
Ni	Ekstern	25	23	26	29
	Intern	15±1	16±2	18±4	21±2
Pb	Ekstern	9.2	8.8	8.7	8
	Intern	18±3	19±3	18±4	17±1
Cd	Ekstern	2.1	1.7	1.6	1.4
	Intern	0,99±0,1	0,98±0,06	0,9±0,3	0,84±0,06

Tabell 65: Konsentrasjoner av tungmetaller i rene substrater og analyseprøver før utråtning i prøveserie 2 (enhet: mg/kg TS)

		PS	HS	FS V	PS + HS	PS + HS + TS V 10 masse%	PS + HS + TS V 25 masse%
Cr	Ekstern	22	14	57	18	23	27
	Intern	33±1	25±10	77 ±12			
Zn	Ekstern	610	440	580	480	570	550
	Intern	507 ±27	332 ±29	674 ±77			
Cu	Ekstern	230	150	38	180	210	190
	Intern	200±13	122 ±11	44±56			
Ni	Ekstern	19	10	9.5	15	18	18
	Intern	13 ±1	10 ±5	18 ±3			
Pb	Ekstern	11	14	2	9.6	9.6	9.3
	Intern	13 ±1	13 ±5	2,6±0,2			
Cd	Ekstern	1.3	0.67	0.66	1	1.2	1.1
	Intern	1,1±0,3	0,8 ±0,1	0,9 ±0,1			

Tabell 66: Konsentrasjoner av tungmetaller i analyseprøver etter utråtning fra forsøksserie 2 (enhet: mg/kg TS)

		PS	PS + HS	PS + HS + FS V 10 masse%	PS + HS + FS V 25 masse%
Cr	Ekstern	31	27	28	41
	Intern	40,8±0,8	40±2	43±3	49±7
Zn	Ekstern	890	770	710	920
	Intern	571±23	566±30	577±33	606±34
Cu	Ekstern	340	300	260	320
	Intern	218±13	219±35	212±20	211±19
Ni	Ekstern	27	23	21	27
	Intern	17±1	17±1	16±1	18±3
Pb	Ekstern	11	10	9.8	11
	Intern	23±3	23±6	21±4	21±8
Cd	Ekstern	2	1.8	1.6	2
	Intern	1,1±0,1	11,1±0,1	1,1±0,4	1,1±0,3

4. Diskusjon

Bacheloroppgaven ønsket å tilfredsstillere målet til sirkulær økonomi ved å bruke et typisk avfallsstoff, her fiskeslam, som ressurs. Resirkuleringsanlegg (RAS) produserer fiskeslam som i dag i for liten grad blir utnyttet på en bærekraftig måte. Det var ønskelig å se på potensialet for å benytte fiskeslam i samutråtning med hygienisert slam fra Bergen Biogassanlegg. Dette for å øke biokjemisk metanpotensial (BMP) til avløpsslammet. Hensikten var å undersøke den optimale sammensetningen av substratene som gir høyest BMP, og videre bestemme om resultatene kan egne seg til pilotskalaforsøk.

Konsentrasjonene av utvalgte tungmetaller ble bestemt i substrater og analyseprøver før og etter utråtning både internt ved HVL og eksternt ved Hardanger Miljøsenster.

Konsentrasjonene ble deretter sammenlignet med grenseverdiene gitt i gjødselsvareforskriften og bioresten fra alle analyseprøver ble kategorisert i kvalitetsklasser. Ut ifra bestemte kvalitetsklasser ble bruksområdene til bioresten avgjort.

4.1 AMPTS II-forsøkene

4.1.1 Karakterisering av tørt fiskeslam

Tørt fiskeslam i forsøksserie 1 hadde 92,42 TS%, 64,73 VS% og 70,04 Wv% (tabell 17), mens i forsøksserie 3 var det 92,07 TS%, 59,48 VS% og 64,60 Wv% (tabell 19). Man ser en liten reduksjon i mengde flyktige faste stoff (VS) og glødetap (Wv). Dette kan forklares med at det tørre fiskeslammet var ferskt for forsøksserie 1, men for forsøksserie 3 ble det oppbevart i kjøleskap i ca. 3 uker.

4.1.2 BMP og statistiske tester

Forsøksserie 1 ble avsluttet etter 26 dager, forsøksserie 2 ble avsluttet etter 23 dager mens forsøksserie 3 ble avsluttet etter 28 dager. Loggføring av akkumulert metanvolum i forsøksserie 2 og 3 stoppet automatisk to dager før (figur 6 og 7) av ukjent årsak, dette er også observert i tidligere bacheloroppgaver (3). Ifølge manualen bør AMPTS II (16) forsøk pågå i 30-60 dager. Alle tre AMPTS II forsøkene ble avsluttet noen dager tidligere slik at man fikk gjennomført tre forsøksserier, noe som var utfordrende på grunn av COVID-situasjonen samt utfordringer med programvare og AMPTS II apparatur. I den nevnte manualen anbefales det at forsøkene kan stoppes når metanproduksjonen er mindre enn 5 NmL/dag i alle analyserte prøver. På slutten av de tre forsøksseriene varierte metanproduksjonen fra 3,1 til 10,9 NmL/dag. Som vist i figur 5, 6, 7 og 8 ser man at biogassproduksjonen flater ut for alle prøver i alle tre serier. En litt tidligere avslutning av forsøkene har sannsynligvis i liten grad påvirket BMP-resultatene som er beregnet basert på akkumulert metanvolum.

I forsøksserie 1 og 3 ble ulike samutråtningsforhold av podeslam tilsatt hygienisert slam og tørt fiskeslam studert. I forsøksserie 2 ble tørt fiskeslam erstattet med vått fiskeslam.

For forsøksserie 1 ble det bestemt å benytte 10 og 25 VS% tilsatt tørt fiskeslam. For forsøksserie 2 ble det bestemt å benytte 10 og 25 masse% tilsatt vått fiskeslam. Disse valgene ble gjort ettersom disse samutråtningsforholdene er forsket på i tidligere bachelorprosjekter og RFF-prosjektet, mens både vått og tørt fiskeslam brukt i årets prosjekt er fra en annen leverandør. Valg av samutråtningsforhold for forsøksserie 3 er basert på målingene av VS% som kom fra fiskeslam i substratblandinger (tabell 5) og BMP-verdier oppnådd etter forsøksserie 1 og 2. For forsøksserie 1 hadde 10 VS% tilsatt tørt fiskeslam høyest BMP og dermed størst prosentvis økning i forhold til podeslam tilsatt hygienisert slam (5,02 %). 25 VS% tilsatt tørt fiskeslam ga en mindre prosentøkning (3,70 %).

For forsøksserie 2 hadde både 10 masse% (20,2 VS%) og 25 masse% (38,7 VS%) tilsatt vått fiskeslam lavere BMP enn podeslam tilsatt hygienisert slam, på henholdsvis -4,64 % og -9,65 %. Denne minkingen kan skyldes at VS% i vått fiskeslam er for høy. Hvis man sammenligner VS% for tørt og vått fiskeslam (tabell 5) opp mot BMP-resultater er det ingen logisk trend. 25 VS% tilsatt tørt fiskeslam har en økning i BMP sammenlignet med referanseprøven (PS + HS), mens 20,2 VS% tilsatt vått fiskeslam har en reduksjon i BMP. Ut ifra disse resultatene ble det valgt å ikke fortsette med videre forsøk med vått fiskeslam.

Det ble derfor forventet at det høyeste BMP ligger i intervallet 10-25 VS% for tørt fiskeslam. Det var ikke ønskelig å teste ut en tilsetning mindre enn 10 VS% ettersom det hadde vært vanskelig å detektere en mulig forskjell i BMP sammenlignet med podeslam tilsatt hygienisert slam. I tillegg er det ønskelig å bruke litt større mengder fiskeslam i biogassanlegget ved biogassproduksjon. I forsøksserie 3 ble det derfor valgt et samutråtningsforhold på 15 VS% og 35 VS% tilsatt tørt fiskeslam. Det ble forventet at en høyere økning for tilsatt fiskeslam (over 25 VS%) ville føre til en reduksjon i BMP. Dette er basert på resultater fra RFF-prosjektet (figur 1). For forsøksserie 3 hadde 15 VS% tilsatt tørt fiskeslam en reduksjon i BMP på -0,32 %, mens 35 VS% tilsatt tørt fiskeslam hadde en reduksjon på -12,35 % i forhold til referanseprøven. En mulig forklaring på BMP-reduksjonene i forsøksserie 3 kan være glødetapsreduksjonen fra forsøksserie 1 til forsøksserie 3.

t-testen (appendiks K) som ble utført på BMP-resultatene (333-380 NmL/g VS i tabell 38) viser at det verken er signifikant forskjell mellom vått og tørt fiskeslam eller ved forskjellige mengder tilsats av fiskeslam. I tillegg viser t-testen at disse ikke er signifikant forskjellige på 5 % signifikansnivå, dermed kan man påstå at forskjellen i BMP-verdiene kommer fra tilfeldige faktorer i slammet og tilfeldige analysefeil. Her er det viktig å nevne at det forekommer naturlige variasjoner i sammensetning av slam fra de forskjellige renseanleggene i bergensområdet (for eksempel fettinnhold). Dette kommer godt til syne ved sammenligning av forsøksserie 1 og 3. Det ble benyttet samme type fiskeslam, men pøde og hygienisert slam ble hentet på et annet tidspunkt, og en kan se en tydelig variasjon i TS- og VS-innhold, samt ammoniumkonsentrasjonen i dem (1640 mg/L i PS før utråtning i serie 1 og 1250 mg/L i serie 3). Dessuten var alle slamtyper brukt i forsøkene ganske heterogene og det var umulig å homogenisere de fullstendig.

Det som er karakteristisk for fiskerester er et høyt protein- og fettinnhold og en lav pH-verdi (målt pH på 5,37 for vått fiskeslam). Dette fører til et mulig høyt biogasspotensial, men samtidig innebærer det et lavt C/N-forhold og en mulig dannelse av langkjedete fettsyrer som inhiberer prosessen (13). Lavt C/N-forhold betyr at det er et overskudd av nitrogen som fører til ammoniumakkumulering og forhøyet pH. Dette stemmer ganske godt med resultater ettersom pH etter utråtning steg fra et område på 7,50-8,22 til et område rundt 7,99-8,23 i alle forsøksserier, noe som er litt over det optimale området (9). Minking i pH fører til forskyving av ammoniumlikevekten (reaksjonslikning a) mot ammoniakksiden som er hemmende for biogassproduserende mikroorganismer. Ammoniuminnholdet i analyseprøvene etter utråtning bør ligge under 1700 mg/L (25). Ammoniumkonsentrasjonen i prøvene etter utråtning i forsøksserie 1 og 2 lå over denne grensen (1480-1980 mg/L), noe som kan bety at ammoniumkonsentrasjonen kan ha virket inhiberende for biogassproduksjonen, og dermed på BMP-verdiene. Den høye ammoniumkonsentrasjonen i forsøksserie 1 og 2 (tabell 43 og 44 i appendiks M) kommer fra podeslammet, og ikke fra fiskeslammet, ettersom det ble observert høyt ammoniuminnhold i podeslamprøvene.

Ledningsevnen for rene substrater før utråtning ble målt til å være i område 4,57-6,57 mS/cm, mens for analyseprøver lå det i området 7,99-8,23 mS/cm. Etter utråtning lå ledningsevnen i området 9,86-16,82 mS/cm. Ledningsevnen etter utråtning er høyere enn før utråtning fordi det dannes salter i den anaerobe nedbrytningsprosessen (9). Saltene kan virke hemmende for biogassproduksjonen og dermed BMP. For innhold av Ca, K, Mg og Na i rene substrat og analyseprøver, se tabell 58-61 i appendiks R.

Tidligere funn (bacheloroppgave 2017) viste at bruk av 25 volum% vått fiskeslam gav høyest produksjon av biogass (495 NmL/g VS) som er en økning på 40% i forhold til tilhørende referanseprøve. Ved bachelorprosjektet fra 2018 fikk man høyest % endring i BMP sammelignet med podeslam tilsatt hygienisert slam ved bruk av tørket fiskeslam (25 VS%) på 24 %. I den samme bacheloroppgaven observerte de også en 10 % reduksjon i BMP for vått fiskeslam (25 masse%). Dette kan tilsi at fiskeslam kan positivt påvirke BMP. Fiskeslammet benyttet i årets prosjekt hadde derimot ikke den samme positive effekten på BMP. BMP-resultatene for tørt fiskeslam viser en økning i BMP, men t-test viser at det ikke er en signifikant økning. BMP-resultatene for vått fiskeslam viser en reduksjon i BMP, men t-test viser at det ikke er en signifikant reduksjon.

I RFF-prosjektet ble det også funnet både økende og minkende prosentavvik for BMP sammenlignet med podeslam tilsatt hygienisert slam. Dette kan være grunnet ulik sammensetning av fiskeslam fra forskjellige leverandører på Vestlandet. Denne påstanden kommer godt til syne i figur 1 hentet fra RFF-sluttrapporten (1), der det ble sammenlignet fiskeslam fra forskjellige leverandører, hvor en kan se både positiv og negativ BMP-påvirkning avhengig av hvor slammet kom fra.

I tillegg viser dette prosjektet at produksjonen av biogass er hovedsakelig avhengig av podeslam og hygienisert slam, og i mindre grad av fiskeslam. Det er også viktig å nevne at fiskeslam kan være en ekstra ressurs når andre substrater mangler og biogassproduksjonen skal holdes stabil (1).

4.1.4 Forslag til videre arbeid

Det kan være gunstig å forske på andre type fiskeslam fra andre leverandører, siden årets bachelorprosjekt ikke viste signifikant forskjell i BMP for podeslam tilsatt hygienisert avløpslam og forskjellige mengder av tørt og vått fiskeslam. I tidligere bachelorprosjekter ble det vist signifikant endring i BMP med tilsatt både tørt og vått fiskeslam. I tillegg kan det være interessant å undersøke forskjellene mellom vått og tørt fiskeslam med samme VS% tilsatt.

Siden statistiske tester viser ingen signifikante forskjeller i BMP-gjennomsnitt, kan ikke optimal samutråtningsforhold bestemmes for hverken tørt eller vått fiskeslam. Dersom man likevel skal oppgi optimalt samutråtningsforhold, så må det være 10 VS% for tørt fiskeslam og 0 masse% for vått fiskeslam.

Forslaget til videre arbeid er å gjennomføre flere (to) AMPTS-forsøk samtidig for tørt fiskeslam for å få samme podeslam og hygienisert slam i begge forsøksseriene. Et annet forslag kan være å gjennomføre AMPTS-forsøkene på både tørt og vått fiskeslam med samme VS% tilsatt.

Ved planlagte framtidige pilotskala forsøk i NFR-prosjektet anbefales det å ikke bruke fiskeslam fra leverandøren i denne bacheloroppgaven. Det vil være bedre å benytte fiskeslam fra en av leverandørene i RFF-prosjektet der fiskeslammet hadde en positiv økning i biogassproduksjon.

4.2 Tungmetallanalyser

4.2.1 Feil og utfordringer under prøveopparbeiding

Alle substrater, substratblandinger og analyseprøver ble oppsluttet ved mikrobølgeovn for å få løst opp det tørkede slammet. Dette ble gjort i en konsentrert syreblanding av salpetersyre og saltsyre for å få og holde løsningen på ioneform. Under mikrobølgeovnoppslutning før utråtning av alle substrater, substratblandinger og analyseprøver ble det observert at mikrobølgeoppslutningen stanset midlertidig fordi utvendig temperatur, målt med IR-sensor, ble høyere enn den forhåndsinnstilte temperaturgrensen i temperaturprogrammet. Dette kan ha ført til noe lavere oppslutning av prøvene, men sannsynligvis i neglisjerbar grad siden mikrobølgeoppslutningen startet automatisk igjen med en gang utvendig temperatur i bombene var under temperaturgrensen. Etter mikrobølgeovnoppslutning av parallellene av prøvene podeslam tilsatt hygienisert slam (PS + HS) og podeslam tilsatt hygienisert slam og tørt fiskeslam 10 VS% (PS + HS + FS T 10 VS%) før utråtning, kan det ha vært litt prøvetap (noen dråper) på grunn av sterk gassutvikling ved åpning av bombene. Resultatene viser derimot ingen indikasjon på prøvetap i tungmetallkonsentrasjonene (tabell 51, appendiks O).

Det oppsto en pipetteringsfeil ved tillaging av mellomstandard som ble brukt til tillaging av analyseprøver før utråtning for forsøksserie 2. Det førte til at disse prøvene ikke ble analysert internt ved HVL. En parallell av analyseprøvene er derimot analysert eksternt ved Hardanger Miljøsententer.

Det ekstra fortytningstrinnet i prøveopparbeidingen for analyseprøvene etter utråtning ser ikke ut til å ha påvirket tungmetallkonsentrasjonene sammenlignet med analyseprøvene før utråtning uten det ekstra fortytningstrinnet (se kapittel 2.5.3).

Da prøvene til forsøksserie 1 skulle bli laget ble det dessverre ikke tillaget spike-prøver. Det var ikke nok av de opprinnelige prøvene etter utråtning i serie 1 og 2 til å lage spike-prøver på grunn av det ekstra fortytningstrinnet. Dette er årsaken til få spike-prøver under analysene.

4.2.2 Tungmetallkonsentrasjoner og bioresten

For å måle tungmetallkonsentrasjoner ble det brukt ICP-OES med aksiell måling. Aksiell måling benyttes til spormetallanalyser siden denne gir høyere intensitet, og reduserer deteksjonsgrensen sammenlignet med radiell måling. Siden det ble brukt aksiell måling, var det nødvendig å bruke intern standard for å kompensere for mulige interferenser. Her ble det bestemt å bruke yttrium.

Det ble målt på metodeblank som ble oppsluttet sammen med prøvene. Konsentrasjonen av denne ble subtrahert fra alle substrater, substratblandinger og analyseprøver i de tilfeller der metodeblanken hadde høyere konsentrasjon enn kalibreringsblanken. Det ble dermed besluttet å benytte metodeblank i analyse etter utråtning fordi metodeblanken hadde høyere tungmetallkonsentrasjoner enn kalibreringsblanken. Det viste seg derimot at i flere analyser hadde kalibreringsblanken høyere konsentrasjon enn metodeblanken, og da ble metodeblanken ikke benyttet. Dette gjaldt hovedsakelig prøvene før utråtning. Dersom man hadde brukt metodeblanken kunne det ført til feilaktige for høye analyttkonsentrasjoner.

Ved analyse av arsen var det mulig å velge to bølgelengder: en lav (193,696 nm) og en høy (278,812 nm) der det ble observert interferens med kadmium. Interferensen ble bekreftet ved bruk av kvalitetskontroller, 391,8 prosentutbytte ved lav kvalitetskontroll i første ICP-analyse, og derfor ble arsen fjernet fra datasettet og videre analyser. Arsen ble derimot analysert ved bruk av ICP-MS ved eksternt analyselaboratorium.

Konsentrasjon av Zn og Cu var mye høyere sammenlignet med andre metaller i rene substrater og analyseprøver. Dette ble også observert i tidligere bacheloroppgaver og forskningsprosjekter (1), (3), (4). Økningen i tungmetallkonsentrasjonen etter oppslutning skyldes oppkonsentrering av metaller i bioresten som følge av reduksjon i tørrstoffinnhold. Dette var som sagt synlig for alle metaller unntatt Pb i podeslamprøven i analyseserie 1 og Cd i podeslam tilsatt hygienisert slam og tørt fiskeslam 25 VS%. Årsaken til manglende observasjon for oppkonsentrering av disse elementene skyldes nok konsentrasjoner ned mot deteksjonsgrensen (tabell 51-54).

Det ble kontrollert om de ulike metallkonsentrasjonene ligger over deteksjons- eller kvantifiseringsgrensene som ble bestemt i bachelorprosjektet fra 2020 (22). Alle tungmetallkonsentrasjoner ligger over kvantifiseringsgrensen, med unntak av Cd og Pb. Cd ligger mellom kvantifiseringsgrensen (ca. 3,2 mg/kg TS) og deteksjonsgrensen (ca. 0,4 mg/kg TS) for alle analyserte prøver, unntatt i podeslam (PS) i forsøksserie 2 hvor den ligger under deteksjonsgrensen. I de fleste prøvene ligger Pb mellom kvantifiseringsgrensen (ca. 19,6 mg/kg TS) og deteksjonsgrensen (ca. 5,6 mg/kg TS). Analyseprøver etter utråtning i analyseserie 2 ligger konsentrasjonen for Pb over kvantifiseringsgrensen.

Analysen ved eksternt laboratorium ble utført ved hjelp av ICP-MS som er et mer avansert instrument. Dette instrumentet kan brukes til å måle mye lavere konsentrasjoner av tungmetaller enn ved bruk av ICP-OES. For Cd og Pb skal analyseresultatene fra eksternt analyselaboratorium dermed være sikrere ettersom de er analysert ved bruk av ICP-MS, som har ca. 1000 ganger lavere deteksjonsgrense enn ICP-OES. Det er viktig å nevne at eksterne analyser baserer seg på kun en parallell, mens analysene utført internt har tre paralleller.

Ved å sammenligne interne og eksterne analyseresultater ser en at en stor del av konsentrasjonene for rene substrater og analyseprøver før utråtning bestemt eksternt ligger i 95 % konfidensintervallet bestemt ved HVL (tabell 63 og 65). Dette er ikke et tilfelle etter utråtning (tabell 64 og 66), der konsentrasjonene bestemte internt er lavere (unntak: høyere for krom) enn de bestemte eksternt. Det kan nevnes at tørt fiskeslam hadde høyere konsentrasjoner av Zn og Ni enn podeslam og hygienisert slam. Det betyr at tilsats av tørt fiskeslam som ko-substrat gir en økning av disse konsentrasjonene i analyseprøvene (tabell 63). Dette gjelder ikke for vått fiskeslam (tabell 65). I den videre diskusjonen vil det fokuseres på metallkonsentrasjonene etter utråtning siden det er de som kan klassifiseres i kvalitetsklasser i samsvar med gjødselsvareforskriften (15).

Metallkonsentrasjonene for analyseprøver etter utråtning målt internt i forsøksserie 1 og 2 for Zn ligger i området 544-606 mg Zn/kg TS. For Cu, Ni, Cr, Pb og Cd ligger konsentrasjonene henholdsvis i området 211-221 mg Cu/kg TS, 15-21 mg Ni/kg TS, 37-49 mg Cr/kg TS, 17-23 mg Pb/kg TS og 0,8-1,1 mg Cd/kg TS. Metallkonsentrasjonene for analyseprøver etter utråtning målt eksternt i forsøksserie 1 og 2 for Zn ligger i området 730-920 mg Zn/kg TS. For Cu, Ni, Cr, Pb og Cd ligger konsentrasjonene henholdsvis i området 260-360 mg Cu/kg TS, 21-29 mg Ni/kg TS, 24-41 mg Cr/kg TS, 8-11 mg Pb/kg TS og 1,4-2,1 mg Cd/kg TS. Konsentrasjonene av Cd, Pb og Cr i de lave områdene stemmer overraskende godt overens med hverandre. Konsentrasjonene av Zn, Cu og Ni målt ved eksternt analyselaboratorium er høyere enn de målte internt. Resultatene målt internt i årets bacheloroppgave ligger prosentvis nærmere tungmetallkonsentrasjonene utført i bacheloroppgave 2018 (tabell 2) enn resultatene målt eksternt. Dette gjelder også når man sammenligner årets resultater opp mot tungmetallkonsentrasjonene i RFF-prosjektet (tabell 8.1, ref. 1).

Maksimumsgrenser for innhold av tungmetaller i bioresten for de ulike kvalitetsklassene er gitt i gjødselsvareforskriften (15) og er gjengitt i tabell 3 i teorikapittelet. Resultatene fra interne målinger etter utråtning (EU) i figur 10 og 11 viser at Zn ligger i kvalitetsklasse II (800 mg/kg TS). Cu (figur 12 og 13) ligger i kvalitetsklasse II (650 mg/kg TS). Ni (figur 14 og 15) ligger i kvalitetsklasse I (30 mg/kg TS). Cr (figur 20 og 21) ligger i kvalitetsklasse 0 (50 mg/kg TS). Pb (figur 16 og 17) ligger i kvalitetsklasse 0 (40 mg/kg TS). Cd (figur 18 og 19) ligger i kvalitetsklasse II (2 mg/kg TS). Dette betyr at bioresten totalt sett tilhører kvalitetsklasse II basert på interne målinger. Dette betyr at bioresten kan bli brukt til jordbruksarealer, parker og private hager i mengde inntil to tonn TS per dekar i løpet av 10 år (15).

Resultatene fra eksterne målinger (tabell 64 og 66) etter utråtning (EU) for Zn ligger i kvalitetsklasse III (1500 mg/kg TS). Cu ligger i kvalitetsklasse II (650 mg/kg TS). Ni ligger i kvalitetsklasse I (30 mg/kg TS). Cr ligger i kvalitetsklasse 0 (50 mg/kg TS). Pb ligger i kvalitetsklasse 0 (40 mg/kg TS). Cd ligger i kvalitetsklasse III (5 mg/kg TS). Dette betyr at bioresten totalt sett tilhører kvalitetsklasse III basert på eksterne målinger. Dette betyr at bioresten kan bli brukt til grøntarealer/ lignende der det ikke skal dyrkes mat/ fôr på maks. fem cm tykt lag og bioresten skal blandes godt med jorden på brukstedet (15).

I bacheloroppgavene fra 2017 og 2018 ble det bestemt at bioresten fra alle analyseprøver tilhører kvalitetsklasse II på grunn av høyt Zn og Cd innhold. Dette stemmer overens med interne analyseresultater i årets bacheloroppgave. Enkelte metallkonsentrasjoner tilfredstiller kravene for lavere kvalitetsklasser, men man må ta hensyn til metallet med høyest kvalitetsklasse når man bestemmer kvalitetsklassen til bioresten. Konsentrasjon av Zn og Cd målt eksternt er høyere i årets bacheloroppgave som fører til at bioresten tilhører kvalitetsklasse III. Høye konsentrasjoner av Zn var også observert ved andre forsøk utført i RFF-prosjektet (tabell 8.1, ref. 1).

Det konkluderes da med Bergen kommune har utfordringer med for høye konsentrasjoner av Zn og Cd, og burde se på hvordan konsentrasjonen av disse to tungmetallene kan reduseres for å få bioresten i en lavere kvalitetsklasse.

4.3 Nytteverdi av dette prosjektet

Resultatene oppnådd ved dette prosjektet er først og fremst interessant for investorer og aktører involvert i prosjektet RAS-EN. Det er svært nyttig for Bergen kommune å ha kunnskap om at fiskeslam fra leverandøren benyttet i dette prosjektet ikke gir noe signifikant økning i biogassproduksjonen. Derimot kan fiskeslammet brukes som en ekstraressurs ved mangel av andre substrater. Ikke mindre viktig er kunnskap om kvalitetsklassen til bioresten og bruksområder for den. I tillegg kan resultatene være interessant for andre produsenter av biogass og personer ansvarlig for kollektivtransport der biometan brukes som drivstoff. Dette prosjektet kan også vekke oppmerksomheten til miljøaktivister og personer som er generelt interessert i miljøteknologiske fag. Fiskerier er en svært viktig del av industrien på Vestlandet og nye bruksområder for avfall som kommer fra denne bør videre undersøkes.

5. Konklusjon

I denne bacheloroppgaven ble det besvart spørsmål knyttet til biogassproduksjon ved anaerob nedbrytning av avløpslam tilsatt fiskeslam som ko-substrat og tilhørende tungmetallanalyser for klassifisering av bioresten.

Gjennomsnittsverdiene av biokjemisk metanpotensial (BMP) viser at 10 VS% tørt fiskeslam har en høyere prosentvis økning i BMP (5,02 %) enn for andre analyserte samutråtningsforhold. Den største reduksjonen i BMP (-12,35 %) er for podeslam og hygienisert slam tilsatt 35 VS% tørt fiskeslam. Tilsats av vått fiskeslam fører til reduksjon i BMP for alle analyserte samutråtningsforhold.

Utifra t-testen med et signifikansnivå på 5 % kan det ikke påstås signifikant forskjell mellom BMP-gjennomsnittene. Det kan derfor ikke bestemmes optimalt samutråtningsforhold for verken tørt eller vått fiskeslam. Dersom man likevel skal oppgi optimalt samutråtningsforhold, så må det være 10 VS% for tørt fiskeslam og 0 masse% for vått fiskeslam.

Siden resultatene ikke viste noe signifikant økning i BMP, er det ikke anbefalt å gjennomføre pilotskalaforsøk ved bruk av fiskeslammet fra leverandøren brukt i denne bacheloroppgaven.

Interne analyser av tungmetallkonsentrasjoner viser at bioresten tilfredstiller kravene til kvalitetsklasse II, og kan dermed brukes som gjødsel. De eksterne analysene derimot, plasserer bioresten i kvalitetsklasse III. Bergen kommune har utfordringer med for høye konsentrasjoner av Zn og Cd.

6. Bibliografi

1. Estevez MM, Tomczak-Wandzel R, Fossheim P, Wold A og Hatland H E. *Utnyttelse av avfall fra marin matproduksjon til regional fornybar energi. Oppsamling av resultater RenEner-Mar Rapport 2*. s.l. : RFF Vestlandet Prosjektet 259228. Aquateam COWI Rapport nr. 19-046, 2019.
2. Regjeringen Klima- og miljødepartementet. *regjeringen.no*. [Internett] 07 Ferbruar 2020. [Sitert: 10 02 2021.] <https://www.regjeringen.no/no/aktuelt/norge-forsterker-klimamaalet-for-2030-til-minst-50-prosent-og-opp-mot-55-prosent/id2689679/#:~:text=I%20dag%20har%20Norge%20meld.>
3. Frydenberg NL, Hatland HE, Haustveit G. *Bacheloroppgave: Biokjemisk metanpotensiale i avløsslam og fiskeslam med tilhørende analyse av tungmetaler i bioest*. 2017.
4. Risan Arnesen IE, Beyer Holm M. *Biokjemisk metanpotensial i avløsslam ved anaerob samutråtning med fiskeslam og matavfall som ko-substrater*. s.l. : HVL: Institutt for bio- og kjemiingeniørfa, 2018.
5. Hosfeld Diesen D, Kvamme K. *Profesjon; Prosjektbeskrivelse RAS s.1-10*. 2020.
6. *Fish Health Report 2018 (Fiskehelse rapporten 2018. 2019). Rapport 6a. Veterinærinstituttet, 1-132 (in norwegian)*.
7. Badiola, M., Basurko, O.C., Gabiña, G. & Mendiola, D. Integration of energy audits in the Life Cycle Assessment methodology to improve the environmental performance assessment of Recirculating Aquaculture Systems. *Journal of Cleaner Production* 157, 155-166., 2017.
8. Fakta om biogass. *Miljødirektoratet*. [Internett] 15 Februar 2019. [Sitert: 24 April 2021.] <https://www.miljodirektoratet.no/myndigheter/klimaarbeid/kutte-utslipp-av-klimagasser/klima-og-energitiltak/fornybar-energi/utrede-potensialet-for-biogass/hva-er-biogass/>.
9. Jarvis Å, Schnürer A. *Microbiological Handbook for Biogas Plants*. Malmö: Swedish. [Internett]

10. Hagen Ø., Hung C., Josefsen K.D., Pettersen J. *Forutsetninger for biogassproduksjon i Norge- En flerfaglig case-studie av Ørland og Frosta*. s.l. : SINTEF Teknologi og samfunn, 2011.
11. Lind V., Stensgård A., Lyng K.A., Bär A, Hansen I. Mulighetsstudie biogassanlegg Helgeland. *Regjeringen.no*. [Internett] 2018. [Sisert: 25 April 2021.]
<https://www.regjeringen.no/contentassets/9be2c690345d481c9e31b17e8947ddaa/mulighetsstudie-biogassanlegg-helgeland.pdf>.
12. Morken J., Briseid T., Hovland J., Lyng K.A, Kvande I. REALTEK Rapport 56 Veileder for biogassanlegg- mulighetsstudie, planlegging og drift. *Innovasjon Norge*. [Internett] 2017. [Sisert: 25 April 2021.]
<https://www.innovasjon Norge.no/globalassets/finansieringstjenester/bioenergiprogrammet/praktisk-veileder-for-biogassanlegg.pdf>. ISSN: 1503-9196.
13. Bioest. [Internett] 23 10 2017. [Sisert: 25 April 2021.]
<https://www.nibio.no/tema/jord/organisk-avfall-som-gjodsel/bioest>.
14. Kommune, Vann- og avløpsetaten. Bergen Biogassanlegg [Brosjyre]. Bergen: Bergen og 2016).
15. Gjødselforeforskriften. 2003. Forskrift om gjødselfarer mv. av organisk opphav av 2003-07-04 nr 951.
16. System., AB BCS. AMPTS II & AMPTS II Light. Automatic Methane Potential Test.
17. Harris DC. Quantitative Chemical Analysis, 8. utg. New York: Freeman and company;.
18. PerkinElmer. Atomic Spectroscopy. A Guide to Selecting the Appropriate Technique and System. 2018.
19. Norsk Standard NS-EN 15934:2012. Behandlet organisk avfall, jord og avfall. Beregning av tørrstoff ved bestemmelse av tørket rest eller vanninnhold. Lysaker: Standard Norge; 2012.
20. Norsk Standard NS-EN 12879:2000. Karakterisering av slam, bestemmelse av glødetap i tørrstoff. Lysaker: Standard Norge; 2000 .

21. M, Helbæk. *Statistikk for kjemikere*. s.l. : Fagbokforlaget, 2016.
22. Hjøllø M, Skjering T. *Biokjemisk metanpotensial i anaerob co-nedbrytning av avløpsslam og glykolbasert avfall, med tilhørende tungmetallanalyse*. s.l. : Fakultet for ingeniør- og naturvitskap/Institutt for sikkerhet,, 2020.
23. Pedersen B. Autoklav [Internett]. Store Norske Leksikon; 07.04.21. Hentet fra: <https://www.snl.no/autoklav> [01.11.18]). .
24. Milestone Srl. Application Note HPR-EN-11 Sludge I: Milestone Srl, Milestone Srl, redaktører. SK-10 High Pressure Rotor Application Book 2011.
25. Yenigün O, Demirel B. Process Biochemistry. *Ammonia inhibition in anaerobic digestion: A review*. s.l. : Process Biochemistry, 2013. 48(5):901-11.

7. Appendiks (vedlegg)

A: Eksempel på beregning av innveide masser av fiskeslam og podeslam basert på ønskede VS- innhold i substratblandingen og beregning av VS% fra fiskeslam i blandingen

Blanding av hygienisert slam og fiskeslam der 10 VS% i prøven kommer fra fiskeslam og 90 VS% kommer fra hygienisert slam. VS% i rene substrater ble hentet fra tabell 16 i appendiks C.

VS% i fiskeslam= 64,73 %

VS% i hygienisert slam= 4,46 %

Det ble bestemt at ved å veie inn 900 g av hygienisert slam, finnes det 40,14 g VS i denne mengden.

$$\text{Masse av VS fra hygienisertslam} = \frac{900 \text{ g} * 4,46 \%}{100 \%} = 40,14 \text{ g}$$

Det var ønskelig at 40,14 g VS skulle utgjøre 90 % av VS innhold i blandingen. Total masse av VS i blandingen var dermed lik 44,6 g.

$$\text{Total masses av VS i blandingen} = \frac{40,14 \text{ g} * 100 \%}{90 \%} = 44,6 \text{ g}$$

Masse av VS som kommer fra fiskeslam ble bestemt til å være lik 4,46 g.

$$\text{Masse av VS fra fiskeslam} = 44,6 \text{ g} - 40,14 \text{ g} = 4,46 \text{ g}$$

Dermed var massen av tørt fiskeslam som skulle veies inn lik 6,89 g.

$$\text{Masse tørt fiskeslam} = \frac{4,46 \text{ g} * 100 \%}{64,73 \%} = 6,89 \text{ g}$$

Beregning av VS% som kommer fra tørt fiskeslam i blandingen:

$$\%VS = \frac{4,46 \text{ g}}{44,6 \text{ g}} * 100 \% = 10,0 \text{ VS\%}$$

B: Masser av tomme digler, digler med vått substratsprøve, med tørket prøve og med prøve etter gløding i forsøksserie 1, 2 og 3

Tabell 14: Masser av tomme digler, digler med vått substratsprøve, med tørket prøve og med prøve etter gløding i forsøksserie 1. Analysen ble utført 23.02.21 og 24.02.21 (enhet: g).

Prøvenavn	Masse tom digel	Masse digel m/våt prøve	Masse digel m/tørket prøve	Masse digel m/glødet prøve
1 PS	18,6244	34,6255	19,1798	18,8180
2 PS	20,9520	38,0725	21,5479	21,1597
1 HS	18,2057	31,0725	18,9899	18,3948
2 HS	20,6672	33,5542	21,4005	20,8461
1 HS + FS T 10 VS%	18,1124	32,8679	19,0347	18,3365
2 HS + FS T 10 VS%	21,4002	36,0980	22,3271	21,6227
1 HS + FS T 25 VS%	19,4837	34,6554	20,5878	19,7449
2 HS + FS T 25 VS%	22,5908	39,4147	23,8426	22,8879
1 cellulose	19,2057	22,3857	22,2481	19,2061
2 cellulose	22,2582	26,7632	26,5637	22,2680
1 FS T	17,6013	25,8229	25,1951	19,8645
2 FS T	19,7253	31,0276	30,1761	22,8717

Tabell 15: Masser av tomme digler, digler med vått substratsprøve, med tørket prøve og med prøve etter gløding i forsøksserie 2. Analysen ble utført 01.03.21 og 02.03.21 (enhet: g).

Prøvenavn	Masse tom digel	Masse digel m/våt prøve	Masse digel m/tørket prøve	Masse digel m/glødet prøve
1 PS	20,6663	35,2588	21,1734	20,8509
2 PS	17,5977	30,0330	18,0287	17,7526
1 HS	19,2044	31,8956	19,8736	19,3713
2 HS	21,3986	35,3378	22,1265	21,5790
1 FS V	19,2479	33,7210	20,9479	19,6379
2 FS V	22,2572	36,5805	23,9337	22,6613
1 HS + FS V 10 masse%	18,1985	36,6103	19,2839	18,4648
2 HS + FS V 10 masse%	18,1113	32,9320	18,9891	18,3260
1 HS + FS V 25 masse%	19,7240	35,1232	20,7812	19,9787
2 HS + FS V 25 masse%	18,6177	33,9837	19,6774	18,8733
1 cellulose	20,9511	24,7074	24,5409	20,9511
2 cellulose	18,7515	22,9380	22,7507	18,7555

Tabell 16: Masser av tomme digler, digler med vått substratsprøve, med tørket prøve og med prøve etter gløding i forsøksserie 3. Analysen ble utført 13.04.21 og 14.04.21 (enhet: g).

Prøvenavn	Masse tom digel	Masse digel m/våt prøve	Masse digel m/tørket prøve	Masse digel m/glødet prøve
1 HS	34,0383	66,5514	35,6379	34,4353
2 HS	37,9540	68,5505	39,4625	38,3298
1 FS T	41,0890	65,4029	63,4695	49,0009
2 FS T	33,1395	58,4928	56,4878	41,4149
1 PS	22,4675	37,4847	22,7178	22,4404
2 PS	19,7442	32,8476	20,1232	19,8830
1 HS + FS T 15 VS%	19,2482	32,8167	20,0192	19,4364
2 HS + FS T 15 VS%	20,9501	34,8160	21,7430	21,1421
1 HS + FS T 35 VS%	19,2042	32,1169	20,1948	19,4363
2 HS + FS T 35 VS%	19,0637	33,9593	20,2038	19,3302
1 cellulose	18,1110	22,3059	22,1148	18,1443
2 cellulose	17,4383	22,1148	21,9034	17,4920

C: TS, VS og Wv i analyserte substratsprøver i forsøksserie 1, 2 og 3 før utråtning med en eksempelberegning

Tabell 17: TS, VS og Wv av podeslammet og substratsprøver i forsøksserie 1 (enhet: %)

Prøvenavn	TS	VS	Wv	TS snitt	VS snitt	Wv snitt
1 PS	3,47	2,26	65,14	3,48	2,26	65,14
2 PS	3,48	2,27	65,15			
1 HS	6,09	4,63	75,89	5,89	4,46	75,74
2 HS	5,69	4,30	75,60			
1 HS + FS T 10 VS%	6,25	4,73	75,70	6,28	4,76	75,85
2 HS + FS T 10 VS%	6,31	4,79	76,00			
1 HS + FS T 25 VS%	7,28	5,56	76,34	7,36	5,62	76,30
2 HS + FS T 25 VS%	7,44	5,67	76,27			
1 cellulose	95,67	95,66	99,99	95,62	95,51	99,88
2 cellulose	95,57	95,35	99,77			
1 FS T	92,36	64,84	70,20	92,42	64,73	70,04
2 FS T	92,47	64,63	69,89			

Tabell 18: TS, VS og Wv av podeslammet og substratsprøver i forsøksserie 2 (enhet: %)

Prøvenavn	TS	VS	Wv	TS snitt	VS snitt	Wv snitt
1 PS	3,48	2,21	63,60	3,47	2,22	63,83
2 PS	3,47	2,22	64,06			
1 HS	5,27	3,96	75,06	5,25	3,94	75,14
2 HS	5,22	3,93	75,22			
1 FS V	11,75	9,05	77,06	11,73	8,97	76,48
2 FS V	11,70	8,88	75,90			
1 HS + FS V 10 masse%	5,90	4,45	75,47	5,91	4,46	75,50
2 HS + FS V 10 masse%	5,92	4,47	75,54			
1 HS + FS V 25 masse%	6,87	5,21	75,91	6,88	5,22	75,89
2 HS + FS V 25 masse%	6,90	5,23	75,88			
1 cellulose	95,57	95,57	100,00	95,55	95,50	99,95
2 cellulose	95,53	95,43	99,90			

Tabell 19: TS, VS og Wv av podeslammet og substratsprøver i forsøksserie 3 (enhet: %)

Prøvenavn	TS	VS	Wv	TS snitt	VS snitt	Wv snitt
1 HS	4,92	3,70	75,18	4,93	3,70	75,13
2 HS	4,93	3,70	75,09			
1 FS T	92,05	59,51	64,65	92,07	59,48	64,60
2 FS T	92,09	59,45	64,56			
1 PS	1,67	1,85	110,83	2,28	1,84	87,10
2 PS	2,89	1,83	63,38			
1 HS + FS T 15 VS%	5,68	4,30	75,59	5,70	4,31	75,69
2 HS + FS T 15 VS%	5,72	4,33	75,79			
1 HS + FS T 35 VS%	7,67	5,87	76,57	7,66	5,87	76,60
2 HS + FS T 35 VS%	7,65	5,86	76,62			
1 cellulose	95,44	94,65	99,17	95,46	94,49	98,98
2 cellulose	95,48	94,33	98,80			

Eksempel beregning på TS, VS og Wv for prøven '1 PS' fra forsøksserie 1 ved bruk av formler 3, 4 og 5. Massene ble hentet fra tabell 14.

$$TS\% = \frac{19,1798g - 18,6244g}{34,6255g - 18,6244g} * 100\% = 3,48\%$$

$$VS\% = \frac{19,1798g - 18,8180g}{34,6255g - 18,6244g} * 100\% = 2,26\%$$

$$Wv\% = \frac{19,1798g - 18,8180g}{19,1798g - 18,6244g} * 100\% = 65,14\%$$

D: Innveide masser av podeslam og substrater

Tabell 20: Masser av podeslam og substrater beregnet av programvaren (ønsket mengde) og faktisk innveid mengde i forsøksserie 1 (enhet: g)

Prøvenavn	Ønsket mengde		Faktisk mengde	
	Pode	Substrat	Pode	Substrat
1 PS	400,0	0,0	399,9	0,0
2 PS	400,0	0,0	400,0	0,0
3 PS	400,0	0,0	400,0	0,0
1 PS + HS	342,2	57,8	342,3	57,9
2 PS + HS	342,2	57,8	342,2	57,8
3 PS + HS	342,2	57,8	342,2	57,8
1 PS + FS T 10 VS%	345,34	54,66	345,4	54,8
2 PS + FS T 10 VS%	345,34	54,66	345,3	54,7
3 PS + FS T 10 VS%	345,34	54,66	345,4	54,7
1 PS + FS T 25 VS%	352,72	47,28	352,6	47,4
2 PS + FS T 25 VS%	352,72	47,28	352,7	47,3
3 PS + FS T 25 VS%	352,72	47,28	352,7	47,3
1 PS + cellulose	396,87	3,13	396,8	3,1308
2 PS + cellulose	396,87	3,13	396,9	3,1306
3 PS + cellulose	396,87	3,13	396,8	3,1304

Tabell 21: Masser av podeslam og substrater beregnet av programvaren (ønsket mengde) og faktisk innveid mengde i forsøksserie 2 (enhet: g)

Prøvenavn	Ønsket mengde		Faktisk mengde	
	Pode	Substrat	Pode	Substrat
1 PS	400,0	0,0	400,0	0,0
2 PS	400,0	0,0	400,0	0,0
3 PS	400,0	0,0	400,1	0,0
1 PS + HS	336,75	63,25	336,8	63,3
2 PS + HS	336,75	63,25	336,7	63,3
3 PS + HS	336,75	63,25	336,7	63,2
1 PS + FS V 10 masse%	343,08	56,92	343,2	56,9
2 PS + FS V 10 masse%	343,08	56,92	343,1	56,8
3 PS + FS V 10 masse%	343,08	56,92	343,2	56,9
1 PS + FS V 25 masse%	350,34	49,66	350,3	49,7
2 PS + FS V 25 masse%	350,34	49,66	350,3	49,7
3 PS + FS V 25 masse%	350,34	49,66	350,3	49,7
1 PS + cellulose	396,92	3,08	397,0	3,0824
2 PS + cellulose	396,92	3,08	397,0	3,0826
3PS + cellulose	396,92	3,08	397,0	3,0829

Tabell 22: Masser av podeslam og substrater beregnet av programvaren (ønsket mengde) og faktisk innveid mengde i forsøksserie 3 (enhet: g)

Prøvenavn	Ønsket mengde		Faktisk mengde	
	Pode	Substrat	Pode	Substrat
1 PS	400,0	0,0	400,7	0,0
2 PS	400,0	0,0	400,1	0,0
3 PS	400,0	0,0	400,0	0,0
1 PS + HS	343,12	56,88	343,1	56,9
2 PS + HS	343,12	56,88	343,2	56,8
3 PS + HS	343,12	56,88	343,2	56,8
1 PS + FS T 15 VS%	350,17	49,83	350,2	50,0
2 PS + FS T 15 VS%	350,17	49,83	350,2	49,8
3 PS + FS T 15 VS%	350,17	49,83	350,2	49,9
1 PS + FS T 35 VS%	362,16	37,84	362,2	37,9
2 PS + FS T 35 VS%	362,16	37,84	362,2	37,8
3 PS + FS T 35 VS%	362,16	37,84	360,0	37,8
1 PS + cellulose	397,42	2,58	397,5	2,5850
2 PS + cellulose	397,42	2,58	397,4	2,5820
3 PS + cellulose	397,42	2,58	397,5	2,5847

E: Masser av tomme digler, digler med vått analyseprøve, med tørket prøve og med prøve etter gløding ved forsøksserie 1, 2 og 3 før utråtning

Tabell 23: Masser av tomme digler, digler med vått analyseprøve, med tørket prøve og med prøve etter gløding i forsøksserie 1 før utråtning. Analysen ble utført 26.02.21 (enhet: g)

Prøvenavn	Masse tom digel	Masse digel m/våt prøve	Masse digel m/tørket prøve	Masse digel m/glødet prøve
1 PS + HS	31,3916	56,2292	32,3434	31,709
2 PS + HS	36,8014	63,5708	37,8289	37,1442
1 PS + HS + FS T 10 VS%	39,6190	63,5841	40,5941	39,9712
2 PS + HS + FS T 10 VS%	33,1374	58,3930	34,1203	33,4631
1 PS + HS + FS T 25 VS%	19,4797	32,8292	20,0144	19,6541
2 PS + HS + FS T 25 VS%	19,3603	36,3901	20,0467	19,5862
1 PS + cellulose	37,4995	60,4896	38,4015	37,7461
2 PS + cellulose	33,1398	63,4634	34,3313	33,4647

Tabell 24: Masser av tomme digler, digler med vått analyseprøve, med tørket prøve og med prøve etter gløding i forsøksserie 2 før utråtning. Analysen ble utført 02.03.21 (enhet: g).

Prøvenavn	Masse tom digel	Masse digel m/våt prøve	Masse digel m/tørket prøve	Masse digel m/glødet prøve
1 PS + HS	37,5008	62,0576	38,4268	37,8105
2 PS + HS	41,0878	68,0125	42,0952	41,4295
1 PS + HS + FS V 10 masse%	34,0386	58,2191	34,9503	34,3476
2 PS + HS + FS V 10 masse%	37,9547	63,1692	38,9052	38,2759
1 PS + HS + FS V 25 masse%	40,9847	68,1288	42,0268	41,339
2 PS + HS + FS V 25 masse%	34,1394	61,657	35,2021	34,4995
1 PS + cellulose	19,0650	32,9768	19,644	19,2372
2 PS + cellulose	19,3706	34,4726	20,0011	19,5595

Tabell 25: Masser av tomme digler, digler med vått analyseprøve, med tørket prøve og med prøve etter gløding i forsøksserie 3 før utråtning. Analysen ble utført 13.04.21 (enhet: g).

Prøvenavn	Masse tom digel	Masse digel m/våt prøve	Masse digel m/tørket prøve	Masse digel m/glødet prøve
1 PS + HS	19,4777	33,8338	19,9559	19,6513
2 PS + HS	20,455	35,4998	20,955	20,6384
1 PS + HS + FS T 15 VS%	22,5904	35,7767	23,0411	22,752
2 PS + HS + FS T 15 VS%	18,1977	33,043	18,7001	18,3797
1 PS + HS + FS T 35 VS%	21,1326	34,7813	21,6103	21,3047
2 PS + HS + FS T 35 VS%	21,3973	35,9392	21,9044	21,5813
1 PS + cellulose	18,6189	33,046	19,1503	18,7937
2 PS + cellulose	20,6663	36,0099	21,2285	20,8525

F: TS, VS og Wv i analyseprøver ved forsøksserie 1, 2 og 3 før utråtning

Tabell 26: TS, VS og Wv av analyseprøver før utråtning i forsøksserie 1 (enhet: %)

Prøvenavn	TS	VS	Wv	TS snitt	VS snitt	Wv snitt
1 PS + HS	3,83	2,55	66,65	3,84	2,56	66,65
2 PS + HS	3,84	2,56	66,64			
1 PS + HS + FS T 10 VS %	4,07	2,60	63,88	3,98	2,60	65,37
2 PS + HS + FS T 10 VS %	3,89	2,60	66,86			
1 PS + HS + FS T 25 VS%	4,01	2,70	67,38	4,02	2,70	67,24
2 PS + HS + FS T 25 VS%	4,03	2,70	67,09			
1 PS + cellulose	3,92	2,85	72,66	3,93	2,85	72,70
2 PS + cellulose	3,93	2,86	72,73			

Tabell 27: TS, VS og Wv av analyseprøver før utråtning i forsøksserie 2 (enhet: %)

Prøvenavn	TS	VS	Wv	TS snitt	VS snitt	Wv snitt
1 PS + HS	3,77	2,51	66,56	3,76	2,49	66,32
2 PS + HS	3,74	2,47	66,08			
1 PS + HS + FS V 10 masse%	3,77	2,49	66,11	3,77	2,49	66,16
2 PS + HS + FS V 10 masse%	3,77	2,50	66,21			
1 PS + HS + FS V 25 masse%	3,84	2,53	66,00	3,85	2,54	66,06
2 PS + HS + FS V 25 masse%	3,86	2,55	66,11			
1 PS + cellulose	4,16	2,92	70,26	4,17	2,92	70,15
2 PS + cellulose	4,17	2,92	70,04			

Tabell 28: TS, VS og Wv av analyseprøver før utråtning i forsøksserie 3 (enhet: %)

Prøvenavn	TS	VS	Wv	TS snitt	VS snitt	Wv snitt
1 PS + HS	3,33	2,12	63,70	3,33	2,11	63,51
2 PS + HS	3,32	2,10	63,32			
1 PS + HS + FS T 15 VS%	3,42	2,19	64,14	3,40	2,18	63,96
2 PS + HS + FS T 15 VS%	3,38	2,16	63,77			
1 PS + HS + FS T 35 VS%	3,50	2,24	63,97	3,49	2,23	63,84
2 PS + HS + FS T 35 VS%	3,49	2,22	63,72			
1 PS + cellulose	3,68	2,47	67,11	3,67	2,46	66,99
2 PS + cellulose	3,66	2,45	66,88			

G: Masser av tomme digler, digler med vått analyseprøve, med tørket prøve og med prøve etter gløding ved forsøksserie 1, 2 og 3 etter utråtning

Tabell 29: Masser av tomme digler, digler med vått analyseprøve, med tørket prøve og med prøve etter gløding ved forsøksserie 1 etter utråtning. Analysen ble utført 24.03.21 (enhet: g).

Prøvenavn	Masse tom digel	Masse digel m/våt prøve	Masse digel m/tørket prøve	Masse digel m/glødet prøve
1 PS + HS	37,9557	50,3716	38,3534	38,115
2 PS + HS	34,0404	44,6413	34,3771	34,177
1 PS + HS + FS T 10 VS%	37,5025	58,3904	38,1772	37,7792
2 PS + HS + FS T 10 VS%	36,8086	54,4768	37,3786	37,0392
1 PS + HS + FS T 25 VS%	19,0650	35,6167	19,5984	19,2823
2 PS + HS + FS T 25 VS%	22,2579	38,334	22,7782	22,4702
1 PS + cellulose	40,9865	63,3754	41,7457	41,3012
2 PS + cellulose	41,0897	62,1595	41,8228	41,3888

Tabell 30: Masser av tomme digler, digler med vått analyseprøve, med tørket prøve og med prøve etter gløding ved forsøksserie 2 etter utråtning. Analysen ble utført 25.03.21 (enhet: g).

Prøvenavn	Masse tom digel	Masse digel m/våt prøve	Masse digel m/tørket prøve	Masse digel m/glødet prøve
1 PS + HS	22,5904	37,9941	23,0532	22,781
2 PS + HS	21,1337	36,76	21,6164	21,3325
1 PS + HS + FS V 10 masse%	19,4794	33,1866	19,8951	19,6514
2 PS + HS + FS V 10 masse%	20,6664	35,9138	21,1404	20,8629
1 PS + HS + FS V 25 masse%	19,3621	37,0308	19,9153	19,5919
2 PS + HS + FS V 25 masse%	19,3717	36,4123	19,9101	19,5977
1 PS + cellulose	21,3983	36,4289	21,8715	21,5964
2 PS + cellulose	18,6174	33,3158	19,0908	18,8174

Tabell 31: Masser av tomme digler, digler med vått analyseprøve, med tørket prøve og med prøve etter gløding i forsøksserie 3 etter utråtning. Analysen ble utført 11.05.21 (enhet: g).

Prøvenavn	Masse tom digel	Masse digel m/våt prøve	Masse digel m/tørket prøve	Masse digel m/glødet prøve
1 PS + HS	18,6189	36,2373	19,1102	18,8373
2 PS + HS	19,0747	36,1935	19,5522	19,2868
1 PS + HS + FS T 15 VS%	18,1111	37,6178	18,6557	18,3544
2 PS + HS + FS T 15 VS%	19,2061	38,3556	19,7430	19,4467
1 PS + HS + FS T 35 VS%	19,7242	39,8738	20,3023	19,9806
2 PS + HS + FS T 35 VS%	22,2581	39,9831	22,7663	22,4872
1 PS + cellulose	18,7525	34,6786	19,2197	18,9635
2 PS + cellulose	18,1998	36,0893	18,7209	18,4320

H: TS, VS og Wv i analyseprøver ved forsøksserie 1, 2 og 3 etter utråtning

Tabell 32: TS, VS og Wv av analyseprøver i forsøksserie 1 etter utråtning (enhet: %)

Prøvenavn	TS (%)	VS (%)	Wv (%)	TS snitt (%)	VS snitt (%)	Wv snitt (%)
1 PS + HS	3,20	1,92	59,94	3,19	1,90	59,69
2 PS + HS	3,18	1,89	59,43			
1 PS + HS + FS T 10 VS%	3,23	1,91	58,99	3,23	1,91	59,27
2 PS + HS + FS T 10 VS%	3,23	1,92	59,54			
1 PS + HS + FS T 25 VS%	3,22	1,91	59,26	3,23	1,91	59,23
2 PS + HS + FS T 25 VS%	3,24	1,92	59,20			
1 PS + cellulose	3,39	1,99	58,55	3,44	2,02	58,87
2 PS + cellulose	3,48	2,06	59,20			

Tabell 33: TS, VS og Wv av analyseprøver i forsøksserie 2 etter utråtning (enhet: %)

Prøvenavn	TS	VS	Wv	TS snitt	VS snitt	Wv snitt
1 PS + HS	3,00	1,77	58,82	3,05	1,79	58,82
2 PS + HS	3,09	1,82	58,81			
1 PS + HS + FS V 10 masse%	3,03	1,78	58,62	3,07	1,80	58,58
2 PS + HS + FS V 10 masse%	3,11	1,82	58,54			
1 PS + HS + FS V 25 masse%	3,13	1,83	58,46	3,15	1,83	58,24
2 PS + HS + FS V 25 masse%	3,16	1,83	58,02			
1 PS + cellulose	3,15	1,83	58,14	3,18	1,85	57,94
2 PS + cellulose	3,22	1,86	57,75			

Tabell 34: TS, VS og Wv av analyseprøver i forsøksserie 3 etter utråtning (enhet: %)

Prøvenavn	TS	VS	Wv	TS snitt	VS snitt	Wv snitt
1 PS + HS	2,79	1,55	55,55	2,79	1,55	55,56
2 PS + HS	2,79	1,55	55,58			
1 PS + HS + FS T 15 VS%	2,79	1,54	55,33	2,80	1,55	55,26
2 PS + HS + FS T 15 VS%	2,80	1,55	55,19			
1 PS + HS + FS T 35 VS%	2,87	1,60	55,65	2,87	1,59	55,28
2 PS + HS + FS T 35 VS%	2,87	1,57	54,92			
1 PS + cellulose	2,93	1,61	54,84	2,92	1,61	55,14
2 PS + cellulose	2,91	1,61	55,44			

I: Rådata for akkumulert volum av metan i forsøksserie 1, 2 og 3

Tabell 35: Rådata for akkumulert volum av metan i forsøksserie 1 (enhet: NmL)

Dag	1 PS	2 PS	3 PS	1 HS	2 HS	3 HS	1 PS + HS + FS T 10 VS%	2 PS + HS + FS T 10 VS%	3 PS + HS + FS T 10 VS%	1 PS + HS + FS T 25 VS%	2 PS + HS + FS T 25 VS%	3 PS + HS + FS T 25 VS%	1 PS+ cellulose	2 PS+ cellulose	3 PS+ cellulose
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1	270,7	271,7	268,9	581,1	584,7	574,3	570,6	567	573	569,2	572,7	578,4	539,8	549,6	539,4
2	335,3	343,8	338,8	978,3	993,6	977,8	997,8	995,2	999,1	986,6	995,4	995,2	1103,4	1129,8	1102,6
3	415,2	420,2	418,3	1129,5	1138,3	1131,3	1144,3	1140,1	1158,5	1145	1145,2	1143,9	1366,9	1377,3	1368,4
4	464,4	469,8	469,8	1214,9	1226,6	1222,5	1238,2	1235,3	1258,1	1245,6	1244,2	1243,2	1448,4	1453,9	1446,4
5	509,4	515	516	1269	1281,3	1275,9	1294,7	1292,3	1319,5	1308,5	1303,6	1303,5	1507,9	1508	1522,7
6	551,4	558	559,6	1312,4	1325,6	1317,2	1338,1	1336,9	1364,9	1357,1	1350,5	1352,3	1573,7	1575,5	1570
7	594,2	599,8	603,4	1351,5	1364,5	1353,8	1376	1375,4	1404	1398,1	1391,2	1395,4	1615,6	1618,7	1611,9
8	616,7	621,7	627	1390,4	1403,8	1388,6	1412,2	1412,6	1441,4	1437,7	1430,2	1438,6	1659,4	1661,7	1654,8
9	635,9	639,9	647	1430,4	1443,2	1423,3	1447,5	1448,8	1478,9	1476,4	1468,2	1481,4	1692	1693,2	1687,5
10	652,6	655,8	664,9	1466,2	1480,4	1461,3	1484,6	1487,1	1518,3	1515,3	1508	1517,5	1712,4	1712,8	1707,7
11	667,7	670,7	680,8	1484	1499,4	1495,4	1522,3	1522,9	1557,3	1554,8	1546	1538,3	1732,1	1731,6	1726,4
12	686,4	687	698,5	1503,6	1519,7	1515,3	1544	1544,1	1579	1578,5	1569,1	1560,6	1753,8	1751,5	1745,9
13	704,9	705,2	718,1	1524,9	1541,2	1537	1565,7	1566,7	1602,8	1603,5	1592,1	1584,7	1773,9	1772,1	1767,3
14	716,4	714,2	729,6	1535,6	1553,1	1548,6	1578,4	1580,1	1616,4	1619,2	1606,5	1597,6	1785,1	1784,8	1778,6
15	730,5	723,9	741,2	1546,8	1565,7	1560,5	1591,2	1593,7	1630,2	1634,9	1620,6	1611,4	1796,7	1797,1	1791,3
16	748	732	754,2	1556,3	1576,3	1571,2	1601,9	1606,4	1642,1	1649,7	1633,1	1624,2	1807,7	1808,9	1801,8
17	776,2	739,5	769,8	1564,7	1585,7	1579,5	1610,4	1616,3	1651,8	1660,9	1643,1	1634,5	1816,2	1817,3	1811,3
18	812,2	747,7	796	1572,3	1595,6	1587,6	1619	1626,2	1661,7	1671,1	1653,7	1642,8	1824,2	1825,9	1817,7
19	817,2	753,5	802,1	1576,4	1604,1	1592	1624,2	1631,1	1670,4	1676,8	1661,7	1647,4	1828,6	1830	1821,9
20	822,6	766,4	813,6	1580,8	1613,9	1597,1	1634,1	1638,5	1680,2	1688,3	1671,7	1655	1834,9	1834,5	1831,7
21	830,5	784,3	822,7	1589	1623,8	1606,8	1644,6	1648,3	1689,8	1699,9	1681,2	1664,8	1845,7	1844,8	1839,8
22	839,2	805,6	833	1598,6	1633,2	1617,4	1656,2	1659,5	1701,3	1712,3	1693,1	1675,7	1856,8	1857,4	1852,7
23	847,2	827,9	841,4	1606,6	1641,4	1625,5	1665,4	1668,8	1710,2	1723,5	1702,1	1684,8	1866,5	1866,3	1862,4
24	854,4	842,7	848,2	1613,9	1648,4	1632,7	1674,6	1677,8	1718,9	1733,9	1710,6	1693,8	1875,1	1876	1871,9
25	860,4	850	855,3	1619,9	1655,8	1640,8	1683,7	1686,8	1727,5	1743,8	1719	1703,9	1883,6	1883,5	1881
26	861,8	853,9	861,5	1621,4	1662,6	1645,1	1691,2	1691,6	1728,7	1752,1	1720,2	1707,5	1889,2	1891,4	1889,5

Tabell 36: Rådata for akkumulert volum av metan i forsøksserie 2 (enhet: NmL)

Dag	1 PS	2 PS	3 PS	1 HS	2 HS	3 HS	1 PS + HS + FS V 10 masse%	2 PS + HS + FS V 10 masse%	3 PS + HS + FS V 10 masse%	1 PS + HS + FS V 25 masse%	2 PS + HS + FS V 25 masse%	3 PS + HS + FS V 25 masse%	1 PS + cellulose	2 PS + cellulose	3 PS+ cellulose
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1	222,8	224,7	222,2	578,6	579	574,4	590,1	597,9	576,1	579	571,5	571,4	603,2	607,3	591
2	297,4	299,5	296,4	976,8	985	981,8	984,4	977,5	965,3	960,1	946,5	944,1	1154,6	1162,8	1138
3	354,3	356,5	353,2	1074,4	1083,1	1080,3	1106,9	1096,5	1083,9	1080,8	1065,4	1062,7	1305,8	1313,6	1298,2
4	402,7	405,1	402,3	1154,2	1155,6	1152,9	1176,8	1166,4	1155,7	1152	1137	1134,2	1370,7	1380	1363,3
5	444,5	446,8	443,4	1212,5	1221	1219,6	1227,9	1219,1	1208	1207	1191	1187	1418	1428	1410
6	486,8	489,8	486,2	1256,9	1264,6	1264,4	1272,5	1266,3	1253,5	1255	1238,7	1233,7	1483,1	1489,2	1473,9
7	531,5	534,6	530,8	1296,2	1304,1	1303,5	1312,3	1310	1294,6	1298,5	1282	1275,8	1524,7	1537,5	1516,5
8	563,6	566,5	563,5	1336,9	1345,5	1344,5	1354,3	1354,7	1336,2	1343,6	1325,6	1319	1569,1	1583,8	1560,7
9	588,7	592	587,8	1380,1	1389	1387,7	1398,3	1403,3	1379,1	1389,1	1370,5	1364,5	1610,1	1626	1603,2
10	606,9	608,4	605,2	1418,6	1427,4	1427,2	1436,7	1434,5	1416,3	1429	1409,3	1402	1629,1	1644,8	1622
11	625,3	624,4	621,6	1442,9	1452,9	1453,3	1465,3	1453,1	1445,3	1450,2	1433	1421,9	1645,8	1662,9	1637,9
12	651	639,2	639,8	1458,4	1469,5	1469,8	1481,5	1469,3	1461,9	1468,4	1450,3	1439	1661,3	1678,6	1652,5
13	688,5	652,3	662,1	1470,5	1479,7	1482,4	1493,9	1481,9	1473,8	1482,7	1463	1450,7	1671,8	1690,8	1663,3
14	718,2	671,4	701,3	1482,1	1491,3	1495,5	1505,9	1494	1487,2	1497,1	1476,4	1463,8	1683,1	1703,2	1671,6
15	727,5	700,2	729	1493,8	1503,2	1510,5	1518,2	1505,8	1498,7	1509	1488,4	1475,4	1694	1714,3	1678,8
16	737,7	740,2	739,4	1505,9	1515,6	1533,6	1532,2	1517,9	1512,1	1522,9	1502	1488,8	1706,5	1729	1691,2
17	747,3	752,4	749,4	1515,6	1525,5	1562,6	1542,1	1529,2	1523,5	1534,9	1513,8	1499,4	1717,8	1739,9	1701
18	758,5	762,6	760,9	1528,3	1536,7	1604	1554,5	1540,9	1536,5	1547,3	1525,6	1512,5	1729,3	1753,2	1712,4
19	765,1	771	768,6	1536,1	1545,8	1619,7	1564	1551,2	1546,7	1557,6	1535,9	1520,9	1739,5	1762,4	1722,3
20	773,6	779,6	778,1	1546,8	1555,2	1630,1	1573,8	1561,1	1558,5	1567,4	1545,9	1531,3	1750,7	1773,5	1739
21	781	786,8	784,9	1555,1	1564,5	1638,6	1581,8	1570,3	1568,8	1576,5	1555,8	1541,4	1760,3	1783,9	1751,9
22	790,4	793,6	792,9	1564,7	1573,2	1648,1	1590,1	1579,5	1578,6	1586,2	1564,3	1550,5	1768,1	1793,5	1763,3
23	791,2			1569,6	1576,1	1653,9			1584,4			1553,4		1794,7	1767,8

Tabell 37: Rådata for akkumulert volum av metan i forsøksserie 3 (enhet: NmL)

Dag	1 PS	2 PS	3 PS	1 HS	2 HS	3 HS	1 PS + HS + FS T 15 VS%	2 PS + HS + FS T 15 VS%	3 PS + HS + FS T 15 VS%	1 PS + HS + FS T 35 VS%	2 PS + HS + FS T 35 VS%	3 PS + HS + FS T 35 VS%	1 PS + cellulose	2 PS + cellulose	3 PS + cellulose
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1	146	146,1	147,8	402,8	410,6	400,2	412,2	419,7	415,5	435,7	337	432,8	379,5	387,5	361,9
2	195,5	194,6	198,7	750,8	763,8	747,6	765,2	778	758,4	740,3	635,5	738,6	817,6	827,7	787,4
3	232,4	230,4	237,2	849,9	857,6	844,7	858,5	871,9	848,2	838,1	732,2	833,1	989,1	991,7	967,1
4	262,5	259,3	267,2	917,7	930,9	913,3	931	946,1	920,5	897,4	793,1	894,2	1048,7	1051,2	1037,1
5	287,5	284,7	292,9	960,8	977,9	954,1	974,5	992,3	964,8	942,7	837	939,5	1087,1	1088,7	1093,2
6	310,5	306,3	314,3	996,5	1016,4	987,8	1010,4	1029,3	1001,1	975,6	869,7	972,3	1127,7	1129	1128,8
7	330,5	323,6	331,9	1022,9	1047,1	1013,6	1037,9	1059,1	1028,4	1000,8	894,4	996,6	1148,3	1150,2	1148
8	347,8	343,2	351,7	1042,9	1069,4	1033,5	1058	1082,1	1049,4	1021,7	915,7	1017,7	1165,7	1167,8	1165
9	359,5	358,8	368,6	1061	1089	1050,2	1075	1099,5	1067,7	1040,6	933,8	1035,7	1180,4	1181,9	1179,5
10	370,7	370,4	379,3	1076,1	1105,5	1064,8	1089,4	1115,8	1083,7	1056,3	949,5	1051,8	1193,4	1194,8	1192,6
11	382,1	382,6	390,2	1091,3	1121,6	1078,8	1104,1	1132,6	1099,6	1072	965,6	1067,8	1207,9	1209,2	1207,8
12	391,4	393,1	399,2	1103,8	1135,8	1091,2	1117,2	1147,2	1113,9	1086,6	979,6	1081,4	1219,8	1221,1	1221,3
13	399,5	402,8	407,1	1114,5	1147,9	1102,5	1128,7	1159,4	1126,1	1097,8	991,8	1094,1	1231,6	1231,1	1240,7
14	406,4	409,6	411	1121,6	1154,1	1107,5	1134,5	1166,4	1135,5	1105,8	1000,6	1103,6	1238,6	1239,5	1252,8
15	411,5	415	415,1	1125,8	1157,9	1111,3	1140,1	1170,3	1143,2	1110,4	1005,2	1112	1243,2	1245,5	1260
16	416,9	422,6	422,1	1131,2	1163,7	1116,7	1151,1	1175,5	1152,7	1118,1	1011,9	1124,8	1253,5	1254,5	1265,4
17	422,5	428,3	427,1	1137,8	1171	1123,1	1158,1	1182,4	1160,4	1126,1	1019,9	1137,7	1260,7	1261,6	1271,3
18	428,7	435,5	432,8	1145,4	1179,2	1130,4	1166,4	1190,3	1169	1134,9	1028,7	1154,1	1267,5	1269	1279
19	437,8	443,7	439,2	1154,6	1188,6	1139,6	1175,5	1199,3	1179,4	1145,9	1039,8	1167,2	1277,3	1279,3	1287,8
20	441,9	449,2	442,5	1161,5	1195,3	1146,4	1182,4	1206,5	1186,8	1153,6	1047,3	1174,6	1284,1	1286,7	1294,1
21	445,9	453,4	445,8	1166,8	1200,5	1151,6	1187,8	1211,8	1192,6	1159,5	1053,6	1181,2	1288,3	1292,5	1299,3
22	449,5	457,1	449	1172,2	1205,4	1156	1192,8	1216	1198,2	1165,8	1059,5	1186,8	1292,5	1297	1302,9
23	453,1	460,7	452	1178,3	1211,2	1160,2	1198,5	1220	1204,3	1172,2	1066,1	1191,7	1297,2	1301,2	1306,1
24	457,9	465	454,2	1186,3	1217,8	1166,9	1205,4	1227,3	1210,4	1179,2	1073,9	1199,8	1302,2	1309,7	1310,1
25	461,4	469,7		1192,4	1223,5	1169,3	1211,5	1228,7	1216	1184,1	1079,5	1206,9	1307,8	1317,3	1315,8
26		470		1192,6	1224,3		1212					1208,5	1308,3	1317,9	1316,3

J: Eksempelberegning på BMP

Til å beregne BMP-verdier ble formel 6 benyttet. Dette appendikset viser en eksempelberegning av BMP verdien for parallellen 1 PS + HS fra analyseserie 1. Akkumulert volum av metan for blankprøven (V_B) og for PS + HS 1 (V_S) er hentet fra tabell 35. Innveid masse av podeslam og substrat ble hentet fra tabell 20, mens VS% som kommer fra podeslam og substrat er hentet fra tabell 17.

$$BMP_{1 \text{ PS + HS}} = \frac{1621,4 \text{ Nml} - 859,1 \text{ Nml} * \frac{342,23 \text{ g} * 0,02265}{399,97 \text{ g} * 0,02265}}{57,9 \text{ g} * 0,0446} = 343 \frac{\text{Nml}}{\text{gVS}}$$

K: Statistiske tester: F-test og t-test

Et eksempel på F-test, sammenligning av varians for BMP-gjennomsnitt hentet fra serie 3:

F-Test: To utvalg for varianser		
	<i>PS + HS</i>	<i>PS + HS + FS T 35 VS%</i>
Gjennomsnitt	380	333
Varians	172	961
Observasjoner	3	3
fg	2	2
F	0.178980229	
P(F<=f) en side	0.151809356	
F-kritisk, en side	0.052631579	

Et eksempel på t-test, sammenligning av BMP-gjennomsnittsverdier:

t-Test: To utvalg med antatt ulike varianser		
	<i>PS + HS</i>	<i>PS + HS + FS T 35 VS%</i>
Gjennomsnitt	380	333
Varians	172	961
Observasjoner	3	3
Antatt avvik mellom gjennomsnittene	0	
fg	3	
t-Stat	2.41848574	
P(T<=t) ensidig	0.04714838	
T-kritisk, ensidig	2.35336343	
P(T<=t) tosidig	0.09429675	
T-kritisk, tosidig	3.18244631	

L: pH og ledningsevne før og etter utråtning

Tabell 40: Målt pH og ledningsevne med tilhørende temperatur for substrater, substratblandinger og analyseprøver før og etter utråtning i forsøksserie 1

Prøver	Temp. (°C)	pH	Lednings- evne (mS/c m)	Prøver	Temp. (°C)	pH	Lednings- evne (mS/cm)
Rene substrater, substratblandinger og analyseprøver før utråtning				Analyseprøver etter utråtning			
PS	17,1	8,20	8,56	1 PS (blank)	30,4	7,99	15,39
HS	17,9	6,30	6,49	2 PS (blank)	31,7	8,04	16,20
HS + FS T 10 VS%	18	6,12	5,85	3 PS (blank)	31,2	8,01	16,80
HS + FS T 25 VS%	17,9	6,09	5,41	1 PS + HS	31,3	8,11	16,49
PS + HS	20,1	7,87	8,35	2 PS + HS 2	31,2	8,07	16,25
PS + HS + FS T 10 VS%	19,1	7,95	8,46	3 PS + HS 3	30,0	8,07	16,22
PS + HS + FS T 25 VS%	19,1	7,93	8,59	1 PS + HS + FS T 10 VS%	30,5	8,09	16,65
				2 PS + HS + FS T 10 VS%	30,7	8,11	16,08
				3 PS + HS + FS T 10 VS%	29,7	8,11	16,22
				1 PS + HS + FS T 25 VS%	29,2	8,08	16,82
				2 PS + HS + FS T 25 VS%	30,0	8,16	16,78
				3 PS + HS + FS T 25 VS%	28,4	8,19	16,50
				1 PS + Cellulose	30,2	8,08	15,11
				2 PS + Cellulose	30,4	8,09	15,42
				3 PS+ Cellulose	28,8	8,03	15,18

Tabell 41: Målt pH og ledningsevne med tilhørende temperatur for substrater, substratblandinger og analyseprøver før og etter utråtning i forsøksserie 2

Prøver	Temp. (°C)	pH	Lednings- evne (mS/cm)	Prøver	Temp. (°C)	pH	Lednings- evne (mS/cm)
Rene substrater, substratblandinger og analyseprøver før utråtning				Analyseprøver etter utråtning			
PS	21,8	8,22	9,83	1 PS (blank) 1	27,4	8,23	11,72
HS	21,7	6,07	6,57	2 PS (blank) 2	28,3	8,16	12,55
FS V	16,4	5,37	7,20	3 PS (blank) 3	27,9	8,12	12,37
HS + FS V 10 masse%	22,1	5,83	7,02	1 PS + HS	28,0	8,10	12,13
HS + FS V 25 masse%	21,5	5,72	7,34	2 PS + HS	27,9	8,15	12,12
PS + HS	19,3	7,89	8,35	3 PS + HS	27,3	8,11	12,17
PS + HS + FS V 10 masse%	19,1	7,92	8,76	1 PS + HS + FS V 10 masse%	27,1	8,18	12,32
PS + HS + FS V 25 masse%	20,2	7,85	8,90	2 PS + HS + FS V 10 masse%	27,6	8,18	12,26
PS + Cellulose	20,0	8,14	8,98	3 PS + HS + FS V 10 masse%	26,4	8,17	12,27
				1 PS + HS + FS V 25 masse%	26,5	8,21	12,50
				2 PS + HS + FS V 25 masse%	26,9	8,20	12,89
				3 PS + HS + FS V 25 masse%	26,5	8,19	12,54
				1 PS + Cellulose	26,0	8,19	11,58
				2 PS + Cellulose	26,3	8,20	11,65
				3 PS + Cellulose	25,8	8,17	11,98

Tabell 42: Målt pH og ledningsevne med tilhørende temperatur for substrater, substratblandinger og analyseprøver før og etter utråtning i forsøksserie 3

Prøver	Temp. (°C)	pH	Lednings- evne (mS/cm)	Prøver	Temp. (°C)	pH	Lednings- evne (mS/cm)
Rene substrater, substratblandinger og analyseprøver før utråtning				Analyseprøver etter utråtning			
PS	26,0	7,86	9,94	1 PS (blank)	25,7	8,22	9,91
HS	15,1	5,98	4,57	2 PS (blank)	27,9	8,10	10,44
HS + FS V 15 VS%	16,8	5,83	4,92	3 PS (blank)	28,5	8,11	10,39
HS + FS V 35 VS%	15,7	5,64	4,70	1 PS + HS	26,6	8,15	10,11
PS + HS	18,9	7,50	6,67	2 PS + HS	28,1	8,11	10,52
PS + HS + FS V 15 VS%	18,7	7,99	7,10	3 PS + HS	27,9	8,12	10,34
PS + HS + FS V 35 VS%	18,7	7,80	7,15	1 PS + HS + FS V 15 VS%	25,1	8,21	9,86
PS + Cellulose	18,9	8,27	7,18	2 PS + HS + FS V 15 VS%	25,6	8,21	10,08
				3 PS + HS + FS V 15 VS%	26,0	8,19	10,23
				1 PS + HS + FS V 35 VS%	25,3	8,20	10,24
				2 PS + HS + FS V 35 VS%	25,9	8,19	10,38
				3 PS + HS + FS V 35 VS%	26,1	8,16	10,57
				1 PS + Cellulose	25,0	8,19	10,03
				2 PS + Cellulose	26,1	8,18	10,01
				3 PS + Cellulose	26,5	8,15	9,63

M: Ammoniuminnhold i analyseprøver før og etter utråtning

Tabell 43: Målt ammoniuminnhold i analyseprøver før og etter utråtning i forsøksserie 1

(enhet: mg/L)

Prøver	Parallell	Parallell	Gjennomsnitt	Parallell	Parallell	Gjennomsnitt
	1	2		1	2	
	Før utråtning			Etter utråtning		
PS	1640	1640	1640	1880	1920	1900
PS + HS	1520	1500	1510	1900	1880	1890
PS + HS + FS T 10 VS%	1540	1500	1520	1960	1940	1950
PS + HS + FS T 25 VS%	1540	1560	1550	1960	1980	1970
PS + Cellulose	1640	1680	1660	1920	1900	1910

Tabell 44: Målt ammoniuminnhold i analyseprøver før og etter utråtning i forsøksserie 2

(enhet: mg/L)

Prøver	Parallell	Parallell	Gjennomsnitt	Parallell	Parallell	Gjennomsnitt
	1	2		1	2	
	Før utråtning			Etter utråtning		
PS	1620	1580	1600	1800	1780	1790
PS + HS	1400	1460	1430	1820	1820	1820
PS + HS + FS V 10 masse%	1440	1480	1460	1880	1900	1890
PS + HS + FS V 25 masse%	1460	1480	1470	1880	1920	1900
PS + Cellulose	1580	1640	1610	1820	1820	1820

Tabell 45: Målt ammoniuminnhold i analyseprøver før og etter utråtning i forsøksserie 3

(enhet: mg/L)

Prøver	Parallell	Parallell	Gjennomsnitt	Parallell	Parallell	Gjennomsnitt
	1	2		1	2	
	Før utråtning			Etter utråtning		
PS	1260	1240	1250	1580	1560	1570
PS + HS	1180	1160	1170	1480	1560	1520
PS + HS + FS V 15 VS%	1100	1140	1120	1600	1540	1570
PS + HS + FS V 35 VS%	1180	1200	1190	1620	1620	1620
PS + Cellulose	1200	1220	1210	1480	1540	1510

N: Kalibreringskurver og intensiteter

Tabell 46: Regresjonslikninger og korrelasjonskoeffisienter til kalibreringskurver for analyserte tungmetaller

Analyse- serie	Grunn- stoff	Regresjonslikning	Korrelasjons- koeffisient	Regresjons- likning	Korrelasjons- koeffisient
		Før utråtning	Før utråtning	Etter	Etter
1	Cd	$y=387600x$	0,999800	$y=2715000x$	0,999998
	Cr	$y=1029000x+2493,24$	0,999955	$y=1042000x-3788,5$	0,999975
	Cu	$y=926600x+1274,4$	0,999868	$y=958200x-737,3$	0,999960
	Ni	$y=332300x+1866,9$	0,999896	$y=342000x-1481,8$	0,999954
	Pb	$y=51240x-44,8$	0,999987	$y=50620x-207,0$	0,999987
	Zn	$y=284400x+1056,9$	0,999732	$y=292400x-2260,0$	0,999956
	As	Fjernet fra datasettet	Fjernet fra datasettet	Fjernet fra datasettet	Fjernet fra datasettet
2	Cd	$395800x$	0,999904	$y=2715000x$	0,999998
	Cr	$y=1032000x+5323,28$	0,999909	$y=1042000x-3788,5$	0,999975
	Cu	$y=906000x+1901,1$	0,999971	$y=958200x-737,3$	0,999960
	Ni	$y=329900x+1443,5$	0,999932	$y=342000x-1481,8$	0,999954
	Pb	$y=49940x+77,3$	0,999980	$y=50620x-207,0$	0,999987
	Zn	$y=297900x-3373,8$	0,999749	$y=292400x-2260,0$	0,999956
	As	Fjernet fra datasettet	Fjernet fra datasettet	Fjernet fra datasettet	Fjernet fra datasettet

Tabell 47: Gjennomsnittlige korrigerte intensiteter for rene substrater, substratsblandinger og analyseprøver før utråkning i forsøksserie 1 (enhet: counts per second)

Prøve	Y	Zn	Cu	Ni	Pb	Cd	Cr
PS 1	11035256,47	369203,3023	464954,7683	11567,69492	2064,506982	823,3612862	89279,54547
PS 2	11222813,46	247965,89	285407,7466	9408,369675	2745,999161	627,3644442	61427,17933
PS 3	10299886,21	386864,2987	474505,976	12808,51954	2147,389615	1064,070945	95592,68023
HS 1	10765034,34	378332,8168	467527,2693	12289,7475	2005,032388	919,7241559	93019,02034
HS 2	11208955,74	234186,5375	256607,158	9946,899352	1255,514816	488,0636082	61648,91749
HS 3	11374919,82	246835,4948	282397,9973	9803,853299	1045,28721	568,0104715	58428,467
FS T 1	10843623,91	450016,2993	92436,15409	85338,77718	155,3903531	757,1473995	50081,86042
FS T 2	10982458,3	455534,8514	90054,3656	90209,07892	200,7449495	715,877714	50994,84865
FS T 3	11029562,81	448886,3638	90556,06324	84687,73178	186,0861846	710,2918441	50506,67523
PS + HS 1	11168502,68	336383,8277	402434,3188	11157,94148	1741,971973	597,3541629	80482,27365
PS + HS 2	11083050,8	307124,1492	357305,438	9573,577831	1318,445006	629,2105103	62622,44283
PS + HS 3	10032632,17	343318,3152	426590,6355	11229,35132	2180,028449	1016,95691	85469,68448
PS + HS + FS T 10 VS% 1	11228486,97	312634,2121	377753,5627	11132,60209	1563,233856	593,2872417	71171,3134
PS + HS + FS T 10 VS% 2	10417349,37	344162,0713	402431,6774	13569,16967	1800,731347	853,7744724	86086,61276
PS + HS + FS T 10 VS% 3	10075769,99	336313,1971	398784,0583	14021,09227	2176,295646	886,828483	94070,82729
PS + HS + FS T 25 VS% 1	10217756,51	365111,0335	425667,2781	15423,62452	1925,727021	1005,835851	81656,02557
PS + HS + FS T 25 VS% 2	11238550,1	341002,419	407529,0148	14901,41815	1573,782177	775,2987546	76505,36653
PS + HS + FS T 25 VS% 3	11216174,24	353677,0576	399155,1861	15347,04465	1651,452678	699,052619	86968,03704

Tabell 48: Gjennomsnittlige korrigerte intensiteter for analyseprøver etter utråkning i forsøksserie 1 (enhet: cps)

Prøve	Y	Zn	Cu	Ni	Pb	Cd	Cr
PS 1	10404148,54	394639,18	517795,3161	13152,89652	2252,842792	746,8480272	105439,8415
PS 2	11014204,53	393410,9948	527180,7111	12725,34092	2538,059479	682,6303921	98995,33369
PS 3	10914685,94	398102,7904	534931,9808	12439,21632	2366,070759	694,843022	100966,5838
PS + HS1	10909530,42	404843,5793	515562,1009	15030,25954	2415,465197	715,4219007	111520,1558
PS + HS2	10920943,78	398884,2617	510375,8222	13982,52604	2526,000935	694,0140859	109474,5456
PS + HS3	11134880,01	396028,7106	515680,6465	13492,96504	2243,858346	685,4129712	104425,834
PS + HS + FS T 10 VS% 1	11059629,27	401609,7366	516122,4973	17511,83832	2494,199756	646,0309227	117698,3924
PS + HS + FS T 10 VS% 2	11286749,22	389343,6553	486557,2896	14473,2628	2114,069034	536,0193452	96817,7646

PS + HS + FS T 10 VS% 3	11002986,98	404814,8998	507507,4127	15444,462	2475,310983	682,6478469	106828,7957
PS + HS + FS T 25 VS% 1	11156424,88	403644,6549	485052,1949	18807,50283	2151,826623	600,5841874	96242,08547
PS + HS + FS T 25 VS% 2	10912644,73	409310,1325	505361,6807	18094,70142	2250,647748	624,6549626	99637,49873
PS + HS + FS T 25 VS% 3	10957859,67	415536,9361	520936,5399	17787,02971	2143,204553	586,6394792	93325,26705

Tabell 49: Gjennomsnittlige korrigerte intensiteter for rene substrater, substratsblandinger og analyseprøver før uträttning i forsøksserie 2 (enhet: cps)

Prøve	Y	Zn	Cu	Ni	Pb	Cd	Cr
PS 1	11065043,77	369897,8687	443769,9038	12917,05613	1789,729991	737,0589225	89321,40676
PS 2	11385226,48	383591,1826	463980,9122	12273,9381	1761,897878	776,911641	90201,72225
PS 3	11462849,9	379336,6023	456114,8447	12390,28393	1664,881878	713,9896298	90849,73805
HS 1	9900702,864	251895,8381	283630,8956	11647,05071	1803,884715	822,0967903	82028,8319
HS 2	9878321,485	237637,9272	267779,4478	8817,870534	1354,362878	750,742827	63413,93472
HS 3	9992373,81	251485,266	285510,4564	8839,093115	1801,249777	752,6559388	64016,08362
FS V 1	10701798,88	484123,3278	96763,73134	15811,02782	114,7176431	841,7346502	190287,2989
FS V 2	10809894,63	524359,592	106740,1659	15978,44122	231,7410652	875,9825727	210960,6125
FS V 3	11111306,32	492260,5694	100566,1992	17751,58223	-24,80683123	781,0357209	210700,806

Tabell 50: Gjennomsnittlige korrigerte intensiteter for analyseprøver etter uträttning i forsøksserie 2 (enhet: cps)

Prøve	Y	Zn	Cu	Ni	Pb	Cd	Cr
PS 1	10007037,89	420400,1228	518929,2374	14469,08095	3116,213866	822,1905791	107269,9643
PS 2	10114432,84	415960,6891	529115,5389	14141,5757	2946,142383	789,0713772	106028,314
PS 3	10047116,91	403874,9828	503199,157	14836,64109	2923,208569	775,0045539	104508,7975
PS + HS 1	10096337,17	419476,5761	556745,1348	14421,24197	3274,340683	770,7496952	103575,9374
PS + HS 2	10404585,47	403902,7871	492033,3946	14732,24412	2660,563992	759,4751801	104485,3657
PS + HS 3	10475073,43	405061,4272	507806,8698	13946,29576	2965,23748	736,3020581	101139,857
PS + HS + FS V 10 masse% 1	10322194,17	411148,0145	513675,5993	13474,77905	2903,873017	874,8575646	111418,9032
PS + HS + FS V 10 masse% 2	10337123,26	426435,9034	516171,1899	13501,33598	2751,539195	728,4543508	114246,048
PS + HS + FS V 10 masse% 3	10836284,42	418993,05	486967,4322	14208,35051	2548,559712	671,1186508	108998,2504
PS + HS + FS V 25 masse% 1	9976271,979	442721,2046	517569,9673	16729,78667	3119,061529	889,4702055	133884,6556

PS + HS + FS V 25 masse% 2	10911376,79	430168,2941	485414,1042	15915,59846	2456,731791	737,0853079	120913,5367
PS + HS + FS V 25 masse% 3	10937202,18	446031,0985	503173,1201	15076,58299	2526,122145	746,3627318	123136,6774

O: Beregnede metallkonsentrasjoner i rene substrater, substratblandinger og analyseprøver

Oversikt over spesielle symboler brukt i tabeller i appendiks O:

*-under kvantifiseringsgrense

** -under deteksjonsgrense

Tabell 51: Beregnede metallkonsentrasjoner i rene substrater og analyseprøver før utråtning i forsøksserie 1 (enhet: mg/kg TS)

Prøve	Zn	Cu	Ni	Pb	Cd	Cr
PS 1	515,1	199,1	11,62	16,38	0,84520	33,55
PS 2	346,8	122,5	9,067	21,76	0,6466	22,88
PS 3	543,5	204,6	13,19	17,40	1,1000	36,24
Gjennomsnitt PS	468,5	175,4	11,29	18,51*	0,8639*	30,89
Konfidensintervall	469±264	175±114	11±5	19±7	0,9±0,6	31±18
HS 1	530,2	201,0	12,53	15,98	0,9469	35,14
HS 2	328,0	110,3	9,730	10,16	0,5038	23,00
HS 3	345,5	121,3	9,55	8,51	0,5859	21,73
Gjennomsnitt HS	401,2	144,2	10,60	11,55*	0,6789*	26,62
Konfidensintervall	401±278	144±123	11±4	12±10	0,7±0,6	27±18
FS T 1	631,4	39,35	100,5	1,563	0,7813	18,49
FS T 2	639,7	38,35	106,4	1,918	0,7393	18,86
FS T 3	631,6	38,65	99,97	1,807	0,7350	18,71
Gjennomsnitt FS T	634,2	38,78	102,3	1,763**	0,7519*	18,69
Konfidensintervall	634±12	39±1	102±9	1,8±0,5	0,8±0,1	19±0,5
PS + HS 1	470,5	172,8	11,16	13,92	0,6149	30,24
PS + HS 2	431,3	154,0	9,295	10,66	0,6506	23,41
PS + HS 3	481,2	183,5	11,27	17,36	1,0490	32,23
Gjennomsnitt PS + HS	461,0	170,1	10,58	13,98*	0,7715*	28,63
Konfidensintervall	461±65	170±37	11±3	14±8	0,8±0,6	29±12
PS + HS + FS T 10 VS% 1	437,9	162,4	11,14	12,54	0,6117	26,67
PS + HS + FS T 10 VS% 2	482,9	173,3	14,10	14,42	0,8817	32,51
PS + HS + FS T 10 VS% 3	473,6	172,4	14,69	17,42	0,9191	35,75
Gjennomsnitt PS + HS + FS T 10 VS%	464,8	169,4	13,31	14,79*	0,8042*	31,64
Konfidensintervall	465±59	169±15	13±5	15±6	0,8±0,4	32±11
PS + HS + FS T 25 VS% 1	512,8	183,5	16,34	15,41	1,0400	30,81
PS + HS + FS T 25 VS% 2	478,3	175,4	15,70	12,64	0,8003	28,77
PS + HS + FS T 25 VS% 3	495,2	171,5	16,20	13,22	0,7188	32,78
Gjennomsnitt PS + HS + FS T 25 VS%	495,4	176,8	16,08	13,76*	0,8530*	30,79
Konfidensintervall	495±43	177±15	16,1±0,8	14±4	0,9±0,4	31±5

Tabell 52: Beregnede metallkonsentrasjoner i rene substrater i forsøksserie 2 (enhet: mg/kg TS)

Prøve	Zn	Cu	Ni	Cr	Cd	Pb
PS 1	495,0	194,5	13,87	32,45	0,0019	13,67
PS 2	516,4	204,6	13,17	32,99	0,0020	13,53
PS 3	509,3	200,5	13,27	33,15	0,7501	12,72
Gjennomsnitt PS	506,9	199,9	13,44	32,86	0,2513**	13,31*
Konfidensintervall	507±27	200±13	13±1	33±1	0,3±1,1	13 ±1
HS 1	339,1	124,70	12,41	29,82	0,8618	13,87
HS 2	318,2	117,1	8,92	22,46	0,7854	10,20
HS 3	338,0	125,4	8,98	22,78	0,7901	13,82
Gjennomsnitt HS	331,8	122,4	10,10	25,02	0,8124*	12,63*
Konfidensintervall	332±29	122±11	10±5	25±10	0,8±0,1	13±5
FS V 1	650,2	41,90	17,43	71,72	0,8795	0,30
FS V 2	708,5	46,58	17,74	80,22	0,9197	1,245
FS V 3	662,2	43,65	19,81	79,77	0,8195	-0,819
Gjennomsnitt FS V	673,6	44,04	18,33	77,24	0,8729*	0,2420**
Konfidensintervall	674±77	44±6	18±3	77±12	0,9±0,1	0,2±2,7

Tabell 53: Beregnede metallkonsentrasjoner i analyseprøver etter utråtning i forsøksserie 1 (enhet: mg/kg TS)

Prøve	Zn	Cu	Ni	Pb	Cd	Cr
PS 1	543,8	217,5	15,09	17,39	1,0520	40,61
PS 2	542,6	221,7	14,59	19,67	0,9579	38,15
PS 3	546,1	223,6	14,17	18,20	0,9696	38,69
Gjennomsnitt PS	544,2	220,9	14,62	18,42*	0,9932*	39,15
Konfidensintervall	544±4	221±8	15±1	18±3	1,0±0,1	39±3
PS + HS 1	558,8	216,9	17,32	18,71	1,0070	43,02
PS + HS 2	545,3	212,8	15,94	19,41	0,9668	41,83
PS + HS 3	548,6	217,8	15,57	17,41	0,9663	40,42
Gjennomsnitt PS + HS	550,9	215,8	16,28	18,51*	0,9800*	41,76
Konfidensintervall	551±18	216±7	16±2	19±3	1,0±0,1	42±3
PS + HS + FS T 10 VS% 1	551,5	216	20,14	19,16	0,8985	45,16
PS + HS + FS T 10 VS% 2	539,3	205,5	16,73	16,37	0,7436	37,47
PS + HS + FS T 10 VS% 3	553,3	210,1	17,61	18,97	0,9501	40,75
Gjennomsnitt PS + HS + FS T 10 VS%	548	210,5	18,16	18,17*	0,8641*	41,13
Konfidensintervall	548±19	211±13	18±4	18±4	0,9±0,3	41±10
PS + HS + FS T 25 VS% 1	555,5	203,5	21,72	16,56	0,8345	37,01
PS + HS + FS T 25 VS% 2	561,3	211,3	20,8	17,29	0,8654	38,17
PS + HS + FS T 25 VS% 3	574,9	219,7	20,62	16,58	0,8181	36,07
Gjennomsnitt PS + HS + FS T 25%	563,9	211,5	21,05	16,81*	0,8393*	37,08
Konfidensintervall	564±25	212±20	21±2	17±1	0,8±0,1	37±3

Tabell 54: Beregnede metallkonsentrasjoner i analyseprøver etter utråtning i forsøksserie 2**(enhet: mg/kg TS)**

Prøve	Zn	Cu	Ni	Pb	Cd	Cr
PS 1	576,5	216,9	16,55	24,13	1,158	41,11
PS 2	575,5	223,2	16,31	22,19	1,119	41
PS 3	560,3	212,8	17,18	22,87	1,102	40,52
Gjennomsnitt PS	570,8	217,6	16,68	23,06	1,1263*	40,88
Konfidensintervall	571±23	218±13	17±1	23±3	1,1±0,1	40,9±0,8
PS + HS 1	579,4	234,5	16,62	25,57	1,090	39,98
PS + HS 2	558,1	207,3	16,99	20,69	1,074	40,35
PS + HS 3	559,7	213,9	16,06	23,12	1,040	39,05
Gjennomsnitt PS + HS	565,7	218,6	16,56	23,13	1,068*	39,79
Konfidensintervall	566±30	219±35	17±1	23±6	1,1±0,1	39,8±1,7
PS + HS + FS V 10 masse% 1	565,6	215,5	15,44	22,53	1,24	42,85
PS + HS + FS V 10 masse% 2	591,1	218,2	15,59	21,48	1,031	44,27
PS + HS + FS V 10 masse% 3	572,7	203	16,2	19,58	0,9345	41,65
Gjennomsnitt PS + HS + FS V 10 masse%	576,5	212,2	15,74	21,2	1,0685*	42,92
Konfidensintervall	577±33	212±20	16±1	21±4	1,1±0,4	43±3
PS + HS + FS V 25 masse% 1	613,9	218,8	19,42	24,43	1,272	51,93
PS + HS + FS V 25 masse% 2	590,5	203,2	18,27	18,94	1,035	46,41
PS + HS + FS V 25 masse% 3	614,3	211,3	17,34	19,55	1,051	47,42
Gjennomsnitt PS + HS + FS V 25 masse%	606,2	211,1	18,34	20,97	1,1193*	48,59
Konfidensintervall	606±34	211±19	18±3	21±8	1,1±0,3	48,9±7

P: Spike- og kontrollprøver

Tabell 55: Konsentrasjon av tungmetaller i kvalitetskontroller med tilhørende prosentutbytte for forsøksserie 1 og 2 (enhet mg/L)

Analyse 1								
	Kvalitetskontroll	Zn	Cu	Ni	Pb	Cd	Cr	As
Før analyse	KKL	0,04184	0,04913	0,4724	0,05184	0,05121	0,05125	0,1959
	KKH	0,5315	0,5065	0,5124	0,5202	0,1309	0,5133	0,5188
Etter analyse	KKL	0,0425	0,05066	0,04713	0,06193	0,05022	0,05228	0,1991
	KKH	0,536	0,4965	0,5078	0,5136	0,1284	0,5155	0,5144
Utbytte (%)								
Før analyse	KKL	84	98	95	104	102	103	392
	KKH	106	101	103	104	26	103	104
Etter analyse	KKL	85	101	94	124	100	105	398
	KKH	107	99	102	103	26	103	103
Analyse 2								
	Kvalitetskontroll	Zn	Cu	Ni	Pb	Cd	Cr	
Før analyse	KKL	0,05876	0,04954	0,04732	0,04673	0,04824	0,04679	
	KKH	0,5224	0,5127	0,511	0,5239	0,1297	0,5005	
Etter analyse	KKL	0,05857	0,04666	0,04732	0,04549	0,04935	0,04723	
	KKH	0,5247	0,4764	0,5043	0,5029	0,1194	0,4893	
Utbytte (%)								
Før analyse	KKL	118	99	95	94	97	94	
	KKH	105	103	102	105	26	100	
Etter analyse	KKL	117	93	95	91	97	95	
	KKH	105	95	101	101	24	98	
Analyse 3								
	Prøve	Zn	Cu	Ni	Pb	Cd	Cr	
Før analyse	KKL	0,05172	0,05625	0,05194	0,04994	0,04653	0,05102	
	KKH	0,5019	0,5021	0,5133	0,505	0,1265	0,5015	
Etter analyse	KKL	0,05426	0,05947	0,05357	0,0492	0,04727	0,05375	
	KKH	0,5051	0,4893	0,5015	0,5052	0,1233	0,5001	
Utbytte (%)								
Før analyse	KKL	103	113	104	100	93	102	
	KKH	100	100	103	101	101	100	
Etter analyse	KKL	109	119	107	98	95	108	
	KKH	101	98	100	101	99	100	

Tabell 56: Konsentrasjon av tungmetaller i spikeprøver laget av analyseprøver før utråtning med tilhørende prosentutbytte for forsøksserie 1 (enhet mg/L)

Prøve	Zn	Cu	Ni	Pb	Cd	Cr
LSP (PS + HS)	1,031	0,4235	0,06134	0,0673	0,0417	0,1033
HSP (PS + HS)	1,674	0,9627	0,5258	0,5293	0,1223	0,5598
LSP (PS + HS + FS T 10 VS%)	1,258	0,4903	0,07292	0,07466	0,04406	0,1192
HSP (PS + HS + FS T 10 VS%)	1,745	0,949	0,5475	0,5460	0,1299	0,6200
LSP (PS + HS + FS T 25 VS%)	1,259	0,4706	0,07645	0,07074	0,04000	0,1074
HSP (PS + HS + FS T 25 VS%)	1,735	0,9533	0,5203	0,5291	0,1275	0,5825
Utbytte (%)						
LSP (PS + HS)	-112	98	95	102	100	112
HSP (PS + HS)	94	101	100	97	96	96
LSP (PS + HS + FS T 10 VS%)	128	144	94	97	105	95
HSP (PS + HS + FS T 10 VS%)	113	104	102	101	102	106
LSP (PS + HS + FS T 25 VS%)	159	80	93	98	95	89
HSP (PS + HS + FS T 25 VS%)	99	105	96	99	101	100

Tabell 57: Konsentrasjon av tungmetaller i spikeprøver laget av rene substrater med tilhørende prosentutbytte for forsøksserie 2 (enhet mg/L)

Prøve	Zn	Cu	Ni	Pb	Cd	Cr
LSP (PS)	1,323	0,5667	0,07622	0,07926	0,04129	0,1218
HSP (PS)	1,715	1,029	0,5229	0,5358	0,1213	0,5795
LSP (HS)	0,818	0,323	0,06384	0,0642	0,04009	0,09234
HSP (HS)	1,325	0,8455	0,5246	0,5237	0,1253	0,5529
LSP (FS V)	1,781	0,1567	0,08746	0,038	0,04266	0,2393
HSP (FS V)	2,16	0,6459	0,5494	0,4978	0,1258	0,6815
Utbytte (%)						
LSP (PS)	88	142	109	114	98	99
HSP (PS)	88	106	98	101	96	99
LSP (HS)	51	74	104	97	95	90
HSP (HS)	96	107	100	98	99	99
LSP (FS V)	54	102	109	87	101	100
HSP (FS V)	102	107	100	100	99	97

R: Analyseresultater fra eksternt laboratorium

Koder benyttet under analysen:

Kode	Prøvenavn	Samplingsdato
F1-1	Forsøk 1, PS	23.02.21
F1-2	Forsøk 1, HS	23.02.21
F1-3	Forsøk 1, FS T	23.02.21
F1-4	Forsøk 1, PS + HS	26.02.2021
F1-5	Forsøk 1, PS + HS + FS T 10 VS%	26.02.2021
F1-6	Forsøk 1, PS + HS + FS T 25 VS%	26.02.2021
F2-1	Forsøk 2, PS	01.03.2021
F2-2	Forsøk 2, HS	01.03.2021
F2-3	Forsøk 2, FS V	01.03.2021
F2-4	Forsøk 2, PS + HS	02.03.2021
F2-5	Forsøk 2, PS + HS + FS V 10 VS%	02.03.2021
F2-6	Forsøk 2, PS + HS + FS V 25 VS%	02.03.2021
F1-7	Forsøk 1, PS etter utråtning	24.03.21
F1-8	Forsøk 1, PS + HS etter utråtning	24.03.21
F1-9	Forsøk 1, PS + HS + FS T 10 masse% etter utråtning	24.03.21
F1-10	Forsøk 1, PS + HS + FS T 25 masse% etter utråtning	24.03.21
F2-7	Forsøk 2, PS etter utråtning	25.03.21
F2-8	Forsøk 2, PS + HS etter utråtning	25.03.21
F2-9	Forsøk 2, PS + HS + FS V 10 masse% etter utråtning	25.03.21
F2-10	Forsøk 2, PS + HS + FS V 25 masse% etter utråtning	25.03.21

Tabell 58: Esterne analyseresultater-substrater og analyseprøver før utråtning i forsøksserie 1

Analyse	Enhet	Resultat	Resultat	Resultat	Resultat	Resultat	Resultat	Standard
Prøveid		F1-1	F1-2	F1-3	F1-4	F1-5	F1-6	
Total-N i faststoff*	mg/kg TS	103000*			97300*	82500*	87700*	
Fosfat-P i faststoff*	mg/kg TS	8500*	900*	820*	7800*	7100*	7500*	
KOFC _r i faststoff*	mg/kg TS	1210000*	590*	940*	1190000*	1150000*	1290000*	
Tørrstoff i fast stoff	%	3.6	5.8	93	3.8	4.0	4.0	NS 4764
Glødetap i fast stoff	% TS	64	75	78	66	66	66	NS 4764
Kjeldahl-N i faststoff#	mg/kg TS		32800	37400				CSN EN 25663
Kvikksølv i faststoff	mg/kg TS	0.25	0.13	0.021	0.35	0.27	0.30	Intern metode (KJ-222)
Arsen i faststoff	mg/kg TS	4.0	3.0	4.8	3.8	3.9	4.0	Intern metode (KJ-240)
Kadmium i faststoff	mg/kg TS	1.1	0.53	0.59	0.99	0.97	1.0	Intern metode (KJ-240)
Krom i faststoff	mg/kg TS	18	14	11	16	17	17	Intern metode (KJ-240)
Kobber i faststoff	mg/kg TS	210	150	41	190	180	190	Intern metode (KJ-240)
Bly i faststoff	mg/kg TS	8.5	11	1.5	7.8	7.6	7.7	Intern metode (KJ-240)
Nikkel i faststoff	mg/kg TS	15	9.2	100	14	17	21	Intern metode (KJ-240)
Sink i faststoff	mg/kg TS	540	420	610	490	490	510	Intern metode (KJ-240)
Fosfor i faststoff	mg/kg TS	33000	12000	38000	28000	31000	31000	Intern metode (KJ-240)
Kalium i faststoff	mg/kg TS	5300	2300	1600	4500	4700	4600	Intern metode (KJ-240)
Kalsium i faststoff	mg/kg TS	25000	12000	11000	23000	24000	26000	Intern metode (KJ-240)
Magnesium i faststoff	mg/kg TS	6200	2900	6600	5600	5700	5800	Intern metode (KJ-240)
Natrium i faststoff*	mg/kg TS	7500*	2800*	69	6400*	6500*	6700*	Intern metode
Ammonium-N i faststoff*	mg/kg TS	44800*	18700*	15	45800*	39800*	42400*	NS-4746 / KCl ekstr.

Tabell 59: Esterne analyseresultater-substrater og analyseprøver før utråtning i forsøksserie 2

Analyse	Enhet	Resultat	Resultat	Resultat	Resultat	Resultat	Resultat	Standard
Prøveid		F2-1	F2-2	F2-3	F2-4	F2-5	F2-6	
Total-N i faststoff*	mg/kg TS	95000*			77000*	88600*	92900*	
Fosfat-P i faststoff*	mg/kg TS	7500*	830*	1700*	6800*	7300*	7900*	
KOFC _r i faststoff*	mg/kg TS	1170000*	460*	370*	1230000*	1270000*	1230000*	
Tørrstoff i fast stoff	%	3.5	5.4	12	3.8	3.8	3.9	NS 4764
Glødetap i fast stoff	% TS	62	75	75	65	65	66	NS 4764
Kjeldahl-N i faststoff#	mg/kg TS		31700	46600				CSN EN 25663
Kvikksølv i faststoff	mg/kg TS	0.30	0.15	0.059	0.36	0.29	0.32	Intern metode (KJ-222)
Arsen i faststoff	mg/kg TS	5.0	4.4	5.1	4.3	5.1	4.9	Intern metode (KJ-240)
Kadmium i faststoff	mg/kg TS	1.3	0.67	0.66	1.0	1.2	1.1	Intern metode (KJ-240)
Krom i faststoff	mg/kg TS	22	14	57	18	23	27	Intern metode (KJ-240)
Kobber i faststoff	mg/kg TS	230	150	38	180	210	190	Intern metode (KJ-240)
Bly i faststoff	mg/kg TS	11	14	2.0	9.6	9.6	9.3	Intern metode (KJ-240)
Nikkel i faststoff	mg/kg TS	19	10	9.5	15	18	18	Intern metode (KJ-240)
Sink i faststoff	mg/kg TS	610	440	580	480	570	550	Intern metode (KJ-240)
Fosfor i faststoff	mg/kg TS	34000	11000	35000	27000	32000	30000	Intern metode (KJ-240)
Kalium i faststoff	mg/kg TS	5600	2200	1400	4400	5000	4500	Intern metode (KJ-240)
Kalsium i faststoff	mg/kg TS	26000	11000	54000	20000	26000	27000	Intern metode (KJ-240)
Magnesium i faststoff	mg/kg TS	7000	2700	6100	5800	6600	6600	Intern metode (KJ-240)
Natrium i faststoff*	mg/kg TS	8000*	2200*	10300*	6300*	7600*	7700*	Intern metode
Ammonium-N i faststoff*	mg/kg TS	44400*	18500*	102	40800*	43400*	45500*	NS-4746 / KCl ekstr.

Tabell 60: Esterne analyseresultater- analyseprøver etter utråtning i forsøksserie 1

Analyse	Enhet	Resultat	Resultat	Resultat	Resultat	Standard
Prøveid		F1-7	F1-8	F1-9	F1-10	
Total-N i faststoff*	mg/kg TS	105000*	105000*	90100*	90000*	
Fosfat-P i faststoff*	mg/kg TS	14700*	14300*	15500*	14100*	
KOF _{Cr} i faststoff*	mg/kg TS	1050000*	1100000*	1200000*	1200000*	
Tørrstoff i fast stoff	%	3.1	3.2	3.1	3.3	NS 4764
Glødetap i fast stoff	% TS	60	60	59	59	NS 4764
Kvikksølv i faststoff	mg/kg TS	0.49	0.34	0.41	0.51	Intern metode (KJ-222)
Arsen i faststoff	mg/kg TS	6.5	6.0	5.6	5.2	Intern metode (KJ-240)
Kadmium i faststoff	mg/kg TS	2.1	1.7	1.6	1.4	Intern metode (KJ-240)
Krom i faststoff	mg/kg TS	31	27	26	24	Intern metode (KJ-240)
Kobber i faststoff	mg/kg TS	360	320	300	280	Intern metode (KJ-240)
Bly i faststoff	mg/kg TS	9.2	8.8	8.7	8.0	Intern metode (KJ-240)
Nikkel i faststoff	mg/kg TS	25	23	26	29	Intern metode (KJ-240)
Sink i faststoff	mg/kg TS	900	820	780	730	Intern metode (KJ-240)
Fosfor i faststoff	mg/kg TS	48000	41000	37000	33000	Intern metode (KJ-240)
Kalium i faststoff	mg/kg TS	8300	7500	6800	6400	Intern metode (KJ-240)
Kalsium i faststoff	mg/kg TS	41000	36000	35000	34000	Intern metode (KJ-240)
Magnesium i faststoff	mg/kg TS	10200	9000	8900	8600	Intern metode (KJ-240)
Natrium i faststoff*	mg/kg TS	12500*	11800*	11000*	10800*	Intern metode
Ammonium-N i faststoff*	mg/kg TS	54800*	62800*	58300*	55600*	NS-4746 / KCl ekstr.

Tabell 61: Esterne analyseresultater- analyseprøver etter utråtning i forsøksserie 2

Analyse	Enhet	Resultat	Resultat	Resultat	Resultat	Standard
Prøveid		F2-7	F2-8	F2-9	F2-10	
Total-N i faststoff*	mg/kg TS	96000*	85100*	98000*	93300*	
Fosfat-P i faststoff*	mg/kg TS	14200*	11600*	11700*	15000*	
KOF _{Cr} i faststoff*	mg/kg TS	990000*	1300000*	1200000*	1200000*	
Tørrstoff i fast stoff	%	3.0	3.1	3.1	3.2	NS 4764
Glødetap i fast stoff	% TS	59	59	58	59	NS 4764
Kvikksølv i faststoff	mg/kg TS	0.45	0.49	0.47	0.42	Intern metode (KJ-222)
Arsen i faststoff	mg/kg TS	5.5	5.2	4.8	6.1	Intern metode (KJ-240)
Kadmium i faststoff	mg/kg TS	2.0	1.8	1.6	2.0	Intern metode (KJ-240)
Krom i faststoff	mg/kg TS	31	27	28	41	Intern metode (KJ-240)
Kobber i faststoff	mg/kg TS	340	300	260	320	Intern metode (KJ-240)
Bly i faststoff	mg/kg TS	11	10	9.8	11	Intern metode (KJ-240)
Nikkel i faststoff	mg/kg TS	27	23	21	27	Intern metode (KJ-240)
Sink i faststoff	mg/kg TS	890	770	710	920	Intern metode (KJ-240)
Fosfor i faststoff	mg/kg TS	40000	34000	30000	41000	Intern metode (KJ-240)
Kalium i faststoff	mg/kg TS	8100	6400	5900	7400	Intern metode (KJ-240)
Kalsium i faststoff	mg/kg TS	37000	30000	29000	44000	Intern metode (KJ-240)
Magnesium i faststoff	mg/kg TS	10100	8900	8400	11000	Intern metode (KJ-240)
Natrium i faststoff*	mg/kg TS	12300*	10500*	11100*	14300*	Intern metode
Ammonium-N i faststoff*	mg/kg TS	60400*	56500*	53900*	52800*	NS-4746 / KCl ekstr.

Tabell 62: Måleussikkerhet for ekstern analyse

Parameter	Måleusikkerhet (%)
Tot-N	30
Fosfat-P	30
KOFCr	30
Tørrstoff	10
Glødetap	10
Kjeldahl-N	30
Kvikksølv	25
Arsen	30
Kadmium	20
Krom	20
Kobber	30
Bly	20
Nikkel	20
Sink	25
Fosfor	20
Kalium	25
Kalsium	25
Magnesium	25
Natrium	30
Ammonium	30