

NIVA – RAPPORT

Norsk institutt for vannforskning  NIVA

Norges Teknisk-Naturvitenskapelige Forskningsråd

Postadresse: Brekke 23 52 80
Postboks 333, Blindern Gaustadalleen 46 69 60
Oslo 3 Kjeller 71 47 59

Rapportnummer: 0-8101402
Undernummer: VII
Løpenummer: 1566
Begrenset distribusjon:

Rapportens tittel: MINIRINGTESTER FOR OVERVAKINGSFORMAL Miniringtest 8307: Nitrat, ammonium og totalnitrogen	Dato: 1983-11-30
	Prosjektnummer: 0-8101402
Forfatter(e): Røgeberg, Eirin J.S.	Faggruppe: ANADIV
	Geografisk område:
	Antall sider (inkl. bilag): 40

Oppdragsgiver: Statens forurensningstilsyn	Oppdragsg. ref. (evt. NTNF-nr.):
---	----------------------------------

Ekstrakt: Ved miniringtest 8307 bestemte 19 regionale laboratorier nitrat, ammonium og totalnitrogen i syntetiske og naturlige vannprøver. Færre tilfeldige feil blant deltakerne førte til resultatmessig fremgang, men fremfor alt bedre sammenlignbarhet (mindre spredning) mellom verdiene fra de forskjellige laboratorier.

4 emneord, norske:
1. Miniringtest 8307
2. Overvåking
3. Nitrat
4. Ammonium
5. Totalnitrogen

4 emneord, engelske:
1. Intercalibration
2. Monitoring
3. Nitrate
4. Ammonia
5. Total nitrogen

Prosjektleder:

Eirin J. S. Røgeberg

Divisjonssjef:

Rolf E. Amundsen

Før administrasjonen:

J. E. Amundsen

Lars O. Amundsen

ISBN 82-577-0715-5

NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING
Nasjonalt referanselaboratorium for vannanalyser
Oslo

0-8101402

MINIRINGTESTER FOR OVERVÅKINGSFORMÅL

Miniringtest 8307:

Nitrat, ammonium og totalnitrogen.

Oslo, 30. november 1983

Saksbehandler: Eirin J.S. Røgeberg

Leder for
referanseaktivitetene: Ingvar Dahl

For administra-
sjonen

: J.E. Samdal

Lars N. Overrein

0. SAMMENDRAG OG KONKLUSJON

Miniringtest 8307 ble gjennomført i oktober 1983, og omfattet bestemmelse av nitrat, ammonium og totalnitrogen i syntetiske vannprøver, samt naturlig ferskvann og sjøvann tilsatt kjente stoffmengder.

Av 20 innbudte laboratorier deltok 19 i miniringtesten. Analyseresultatene ble bearbeidet statistisk og vurdert ut fra hva som kan anses rimelig i overvåkingssammenheng.

Totalt ble 70 prosent av resultatene klassifisert som akseptable. Antall akseptable resultater lå prosentmessig på samme nivå som ved forrige miniringtest for de samme parametre, men det forekom denne gang langt færre sterkt avvikende resultater.

Hovedinntrykket fra miniringtesten er at analysekvaliteten av nitrogenbestemmelsene totalt sett var bedre enn ved tidligere miniringtester.

Flertallet av laboratoriene oppnådde tilfredsstillende resultater for nitrat og ammonium samt for totalnitrogen i naturlig ferskvann. Halvparten av deltakerne oppnådde tilfredsstillende resultater ved bestemmelse av totalnitrogen i syntetiske prøver og sjøvann.

Et flertall av laboratoriene hadde totalt sett resultatmessig fremgang i forhold til tidligere miniringtester.

Også denne gangen var det de systematiske feil som dominerte ved bestemmelsene. For å rette på dette bør laboratoriene være nøye med kalibrering av instrumenter, tillaging av kalibreringsløsninger og fornyelse av stamløsninger. Løpende, systematisk kvalitetskontroll bør gjennomføres.

Kontaminering og blindprøvekorreksjon bør vies spesiell oppmerksomhet. Disse problemene gjør seg mest gjeldende ved totalnitrogenbestemmelsene. Bruk av teflon oppslutningsrør ser ut til å redusere problemene betydelig.

Forøvrig vil referanselaboratoriet vurdere om det ved senere miniringtester bør benyttes konserverte prøver for å redusere lagringseffekter.

I N N H O L D

	Side
0. SAMMENDRAG OG KONKLUSJON	2
1. INNLEDNING	5
2. GJENNOMFØRING	5
2.1 Analyseparametre og metoder	5
2.2 Vannprøver og kontrollanalyser	6
2.3 Prøveutsendelse og resultatrapportering	8
3. RESULTATER	9
3.1 Nitrat	9
3.2 Ammonium	19
3.3 Totalnitrogen	20
4. VURDERING AV RESULTATENE	22
LITTERATUR	27
TILLEGG	28
Behandling av analysedata	
Deltakernes resultater	

FIGURER

1. Nitrat-nitrogen, prøvepar AB	11
2. Nitrat-nitrogen, prøvepar CD	12
3. Nitrat-nitrogen, prøvepar EF	13
4. Ammonium-nitrogen, prøvepar AB	14
5. Ammonium-nitrogen, prøvepar CD	15
6. Totalt nitrogeninnhold, prøvepar AB	16
7. Totalt nitrogeninnhold, prøvepar CD	17
8. Totalt nitrogeninnhold, prøvepar EF	18

TABELLER

1. Beregnede konsentrasjoner og konsentrasjonsdifferanser i prøvene	7
2. Oversikt over resultatene ved NIVAs kontrollanalyser	7
3. Oversikt over resultatene ved miniringtest 8307	10
4. Vurdering av resultatene ved miniringtest 8307	24

TABELLER forts. ...

	Side
5. Oversikt over resultatene ved de enkelte laboratorier ved miniringtest 8307	25
6. Sammenligning av laboratorienes resultater ved miniringtestene 8306 og 8307	26
7. De enkelte deltakeres analyseresultater	32
8. Statistikk, nitrat-nitrogen, prøvepar AB	33
9. Statistikk, nitrat-nitrogen, prøvepar CD	34
10. Statistikk, nitrat-nitrogen, prøvepar EF	35
11. Statistikk, ammonium-nitrogen, prøvepar AB	36
12. Statistikk, ammonium-nitrogen, prøvepar CD	37
13. Statistikk, totalt nitrogeninnhold, prøvepar AB	38
14. Statistikk, totalt nitrogeninnhold, prøvepar CD	39
15. Statistikk, totalt nitrogeninnhold, prøvepar EF	40

1. INNLEDNING

Det statlige program for forurensningsovervåking ble etablert i 1980 med Statens forurensningstilsyn (SFT) som ansvarlig for gjennomføringen. Norsk institutt for vannforskning (NIVA) er faglig koordinator for overvåkingen av vassdrag og fjorder, og virker som nasjonalt referanselaboratorium på vannanalyseområdet.

Som ledd i arbeidet med å sikre pålitelige og sammenlignbare overvåkingsdata organiserer referanselaboratoriet spesielle miniringtester hvor analyseparametre, konsentrasjonsnivåer og resultatbedømmelse er tilpasset formålet. Deltakere er regionale laboratorier som medvirker i overvåkingsprogrammet.

2. GJENNOMFØRING

2.1 Analyseparametre og metoder

Til nå er det gjennomført seks miniringtester, hvorav de tre første (8101, 8202 og 8203) samt den siste (8306) omfattet fosfor- og nitrogenparametre, mens nummer fire og fem (8204 og 8305) omhandlet metaller.

Den siste miniringtesten (8306) viste at flertallet av laboratoriene nå behersker fosforbestemmelsene, mens nitrogenbestemmelsene trenger større oppmerksomhet. Det ble derfor bestemt at miniringtest 8307 skulle begrenses til nitrogenvariable: nitrat ($\text{NO}_3\text{-N}$), ammonium ($\text{NH}_4\text{-N}$) og totalnitrogen (TOT-N). På samme måte som ved miniringtest 8306 ble det benyttet ufiltrert vann til fremstilling av de naturlige prøvene, men prøvene skulle denne gang ikke filtreres.

I forbindelse med gjennomføringen av denne ringtesten ble det utarbeidet et notat om erfaringer og praktiske tiltak vedrørende totalnitrogen- og ammoniumbestemmelsene. Notatet var ment som en foreløpig oppsummering og underlag for videre metodearbeid.

Deltakerne ble bedt om å følge Norsk Standard ved bestemmelse av nitrat, ammonium og totalnitrogen (1-3). Det var også anledning til å bruke automatiserte metoder ved analysene. For totalnitrogen blir prøvene i slike tilfeller oppsluttet manuelt etter Norsk Standard (3) før den fotometriske sluttbestemmelsen.

2.2 Vannprøver og kontrollanalyser

Til miniringtesten ble anvendt seks vannprøver. Prøvene A og B var syntetiske og ble fremstilt ved å løse nøyaktig innveide mengder av rene salter i destillert vann. Til prøvepar CD ble benyttet humusholdig ferskvann og til prøvepar EF sjøvann. Både ferskvannet og sjøvannet ble tilsatt kjente mengder av de aktuelle komponenter.

Tilsetning av nitrat og ammonium skjedde i form av løsninger av natriumnitrat og ammoniumklorid. Organisk bundet nitrogen ble tilsatt som en løsning av EDTA (dinatriumdihydrogenetylendiamintetraacetat-dihydrat).

Prøvene ble laget i store polyetylenbeholdere, og fordelt på 250 ml polyetylenflasker noen dager før utsendelse til deltakerne. Det ble benyttet ukonserverte prøver.

Beregnete konsentrasjoner av de enkelte parametre i prøvene A og B ("sanne verdier") og konsentrasjonsdifferansene for hvert prøvepar ("sanne differanser") er gjengitt i tabell 1. For prøveparene CD og EF er utgangskonsentrasjonene egentlig ukjente, men konsentrasjonsbidraget fra de tilsatte stoffer er oppført i tabellen og markert med et pluss-tegn.

Løsningene ble lagret en tid på polyetylenbeholderne. Både før og etter tidspunktet for utsendelse ble det plukket ut delprøver til kontrollanalyser ved NIVA. Etter overføringen til småflasker ble en serie på 6 paralleller av hver prøve lagret i kjølerom, mens en tilsvarende serie ble lagret ved romtemperatur. Det ble tatt ut delprøver til kontrollanalyser tre ganger i løpet av ringtestperioden. Resultatene av disse er sammenfattet i tabell 2.

Enkelte sterkt avvikende resultater er utelatt ved beregningene. Kontrollresultatene viser at bortsett fra totalnitrogen i prøvepar EF og muligens CD, var delprøvene stabile i ringtestperioden. Innholdet av totalnitrogen i sjøvannsprøvene (EF) avtok i løpet av perioden, og effekten var størst for prøvene som ble lagret ved romtemperatur. I de naturlige ferskvannsprøvene så det også ut til at totalnitrogenkonsentrasjonene avtok noe under lagringen, men lagringstemperaturen så ikke ut til å ha noen betydning.

Tabell 1. Beregnete konsentrasjoner og konsentrasjonsdifferanser i prøvene

Prøve	NO ₃ -N, µg/l kons. diff.		NH ₄ -N, µg/l kons. diff.		TOT-N, µg/l kons. diff.	
A	38		70		118	
B	50	12	100	30	165	47
C	+10		+100		+110	
D	+20	10	+150	50	+170	60
E	+30		+100		+130	
F	+15	15	+150	50	+165	35

Tabell 2. Oversikt over resultatene ved NIVAs kontrollanalyser
Middelverdi (\bar{x}) og standardavvik (s) er beregnet ut fra 6 enkeltresultater for hver parameter og prøve

Prøve	NO ₃ -N, µg/l				NH ₄ -N, µg/l				TOT-N, µg/l			
	Kjølerom		Romtemp.		Kjølerom		Romtemp.		Kjølerom		Romtemp.	
	\bar{x}	s	\bar{x}	s	\bar{x}	s	\bar{x}	s	\bar{x}	s	\bar{x}	s
A	33	2	35	2	75	3	75	4	119	12	124	11
B	47	2	46	2	106	4	105	4	159	8	167	12
C	96	1	96	1	109	4	109	7	298	10	299	21
D	106	1	106	2	157	6	152	5	364	15	362	22
E	24	1	22	2	10		<10		155	11	142	18
F	15	2	15	2	60		40		202	14	172	14

Kontrollanalyser før prøveutsendelsen viste sterke lagringseffekter for ammonium i sjøvannsprøvene. Det ble derfor besluttet at deltakerne denne gang ikke skulle bestemme ammonium i prøvepar EF.

En sammenligning av tabell 1 og 2 viser at det er visse uoverensstemmelser mellom de konsentrasjonsbidrag som kan beregnes ut fra tilsatte stoffmengder, og de konsentrasjoner som ble funnet ved kontrollanalyserne.

Som sanne verdier for de syntetiske prøvene (AB) ble beregnede verdier fortrinnsvis benyttet. Et unntak er ammonium, hvor både NIVAs kontrollresultater og medianverdiene lå noe høyere enn de beregnede verdier. Da det ikke kan utelukkes at de høye verdiene skyldes kontaminering, ble NIVAs kontrollresultater (for prøver lagret i kjølerom) lagt til grunn for de sanne verdier. Disse stemte godt overens med medianverdiene.

NIVAs kontrollresultater ble også benyttet som sanne verdier for ammonium i prøvepar CD.

Ved bestemmelse av nitrat ble medianverdiene av de innsendte resultater valgt som sanne verdier, selv om de avviker lite fra NIVAs kontrollresultater.

Totalnitrogen så ut til å være utsatt for lagringseffekter i de naturlige vannprøvene, spesielt i sjøvann. Medianverdiene ble derfor valgt som sanne verdier i disse prøvene.

Ved fastsettelse av sanne verdier blir det lagt større vekt på at laboratorienes resultater skal være sammenlignbare enn at verdiene skal være "riktige". I tilfeller hvor medianverdiene avviker betydelig fra NIVAs kontrollresultater eller beregnede verdier, blir derfor medianverdiene vanligvis lagt til grunn for de sanne verdier.

2.3 Prøveutsendelse og resultatrapportering

Prøvene ble sendt ut fra NIVA mandag 3. oktober og nådde frem til adressatene i løpet av uken. Tidsfristen for rapportering av analysere-

sultatene var satt til fredag 14. oktober. Det ble sendt innbydelse til ialt 20 laboratorier, hvorav 19 deltok.

3. RESULTATER

Deltakernes analyseresultater er bearbeidet statistisk og illustrert grafisk ved hjelp av EDB-programmer utarbeidet av NIVA. Fremgangsmåten ved behandlingen av tallmaterialet er nærmere omtalt i tillegget til rapporten.

En oversikt over resultatene, fordelt på forskjellige analysemetoder, er gjengitt i tabell 3. For hver parameter og metode er oppført sann verdi og noen utvalgte statistiske størrelser.

Analyseresultatene er illustrert i figurene 1-8, der hvert laboratorium er representert med et kors og identifikasjonsnummer. Noen resultater som avviker betydelig fra de sanne verdier er ikke kommet med i diagrammene. De enkelte laboratoriers resultater - ordnet etter identifikasjonsnummer - fremgår av tabell 3, se tillegget.

Et mer fullstendig statistisk materiale er samlet i de øvrige tabellene i tillegget. Enkeltresultater som er utelatt ved beregningene er merket med bokstaven U.

3.1 Nitrat

Resultatene er vist i figurene 1-3 og tabellene 8-10.

For alle tre prøvesett ble det oppnådd tilfredsstillende resultater. De systematiske feil dominerte. På samme måte som ved forrige miniringtest ga autoanalytormetoden større spredning av resultatene enn den manuelle metoden.

Laboratorium nr. 12 har store tilfeldige avvik i alle prøvesett. Kontaminering er sannsynligvis årsaken til de avvikende resultatene. Dette laboratoriet bør forsøke å bedre presisjonen ved nitratbestemmelsene. For å kontrollere at metoden gir tilstrekkelig god presisjon må løpende, systematiske kvalitetskontroll gjennomføres.

TABELL 3. OVERSIKT OVER RESULTATENE VED MINIRINGTEST 8307

PARAMETER METODE	PRØVE- PAR	SAMME VERDIER		ANTALL	MEDIAN		GJENNOMSNITT/STANDARDAVVIK				RELATIVT ST. AVVIK		RELATIVT FEIL		
		1	2		TOT	U	1	2	1	2	1	2	1	2	
NITRAT-NITROGEN ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4745	AB	38.00	50.00	19	0	38.00	51.00	37.58	2.52	50.16	4.00	6.7	8.0	-1.1	0.3
				15	0	38.00	51.00	37.33	2.66	50.00	4.36	7.1	8.7	-1.8	0.0
				4	0	39.00	51.50	38.50	1.91	50.75	2.63	5.0	5.2	1.3	1.5
NITRAT-NITROGEN ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4745	CD	101.00	111.00	19	0	101.00	111.00	100.37	7.23	111.32	4.78	7.2	4.3	-0.6	0.3
				15	0	101.00	111.00	100.60	7.91	111.33	5.23	7.9	4.7	-0.4	0.3
				4	0	101.00	112.00	99.50	4.51	111.25	3.10	4.5	2.8	-1.5	0.2
NITRAT-NITROGEN ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4745	EF	25.50	14.50	15	1	25.50	14.50	25.36	2.79	15.21	2.89	11.0	19.0	-0.6	4.9
				13	1	25.00	14.00	25.17	2.98	15.17	3.13	11.8	20.6	-1.3	4.6
				2	0			26.50		15.50			3.9	6.9	
AMMONIUM-NITROGEN ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4746	AB	75.00	106.00	18	0	72.50	105.00	73.33	3.96	105.61	6.30	5.4	6.0	-2.2	-0.4
				6	0	72.50	103.50	72.50	0.55	103.67	1.86	0.8	1.8	-3.3	-2.2
				12	0	73.50	106.50	73.75	4.85	106.58	7.53	6.6	7.1	-1.7	0.6
AMMONIUM-NITROGEN ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4746	CD	109.00	157.00	18	0	107.00	156.00	107.28	5.88	157.44	10.99	5.5	7.0	-1.6	0.3
				6	0	107.00	156.50	107.50	3.27	159.50	7.40	3.0	4.6	-1.4	1.6
				12	0	107.00	155.00	107.17	6.97	156.42	12.59	6.5	8.1	-1.7	-0.4
TOTALT NITROGENINHOLD ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4743	AB	118.00	165.00	18	0	119.00	164.00	120.39	13.60	167.67	19.20	11.3	11.5	2.0	1.6
				15	0	120.00	164.00	121.60	14.25	170.33	19.61	11.7	11.5	3.1	3.2
				3	0	110.00	158.00	114.33	9.29	154.33	10.97	8.1	7.1	-3.1	-6.5
TOTALT NITROGENINHOLD ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4743	CD	316.00	371.00	18	0	315.50	371.00	312.33	22.12	372.39	25.23	7.1	6.8	-1.2	0.4
				15	0	313.00	372.00	312.27	23.64	374.60	26.91	7.6	7.2	-1.2	1.0
				3	0	318.00	362.00	312.67	15.70	361.33	11.02	5.0	3.1	-1.1	-2.6
TOTALT NITROGENINHOLD ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4743	EF	145.00	180.00	14	0	144.50	180.00	141.07	17.05	183.71	34.39	12.1	18.7	-2.7	2.1
				12	0	145.50	182.00	141.75	18.20	185.67	36.84	12.8	19.8	-2.2	3.2
				2	0			137.00		172.00			-5.5	-4.4	

U = UTELATTE RESULTATER

FIG. 1 NITRAT-NITROGEN
ALLE METODER

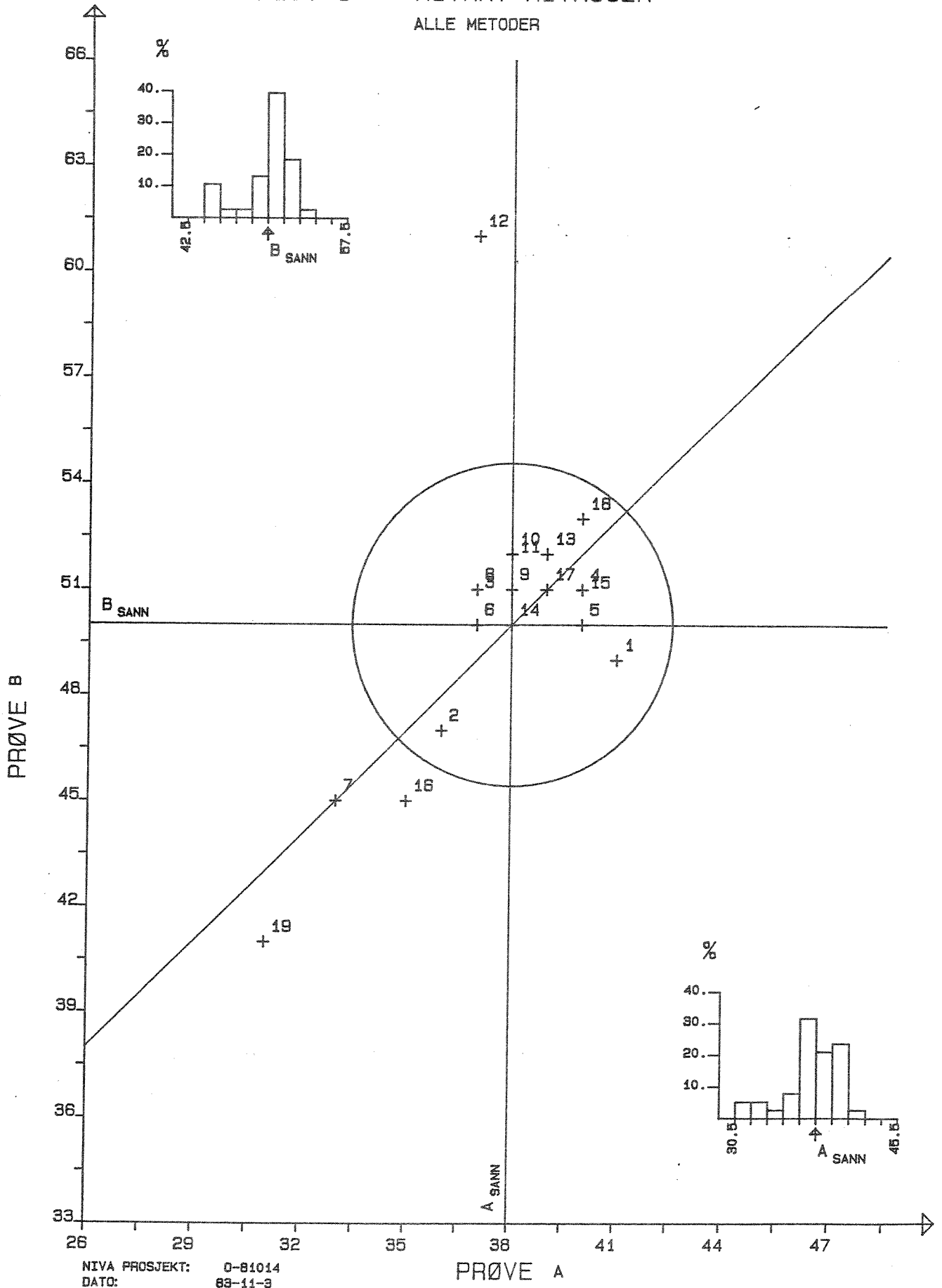


FIG. 2 NITRAT-NITROGEN
ALLE METODER

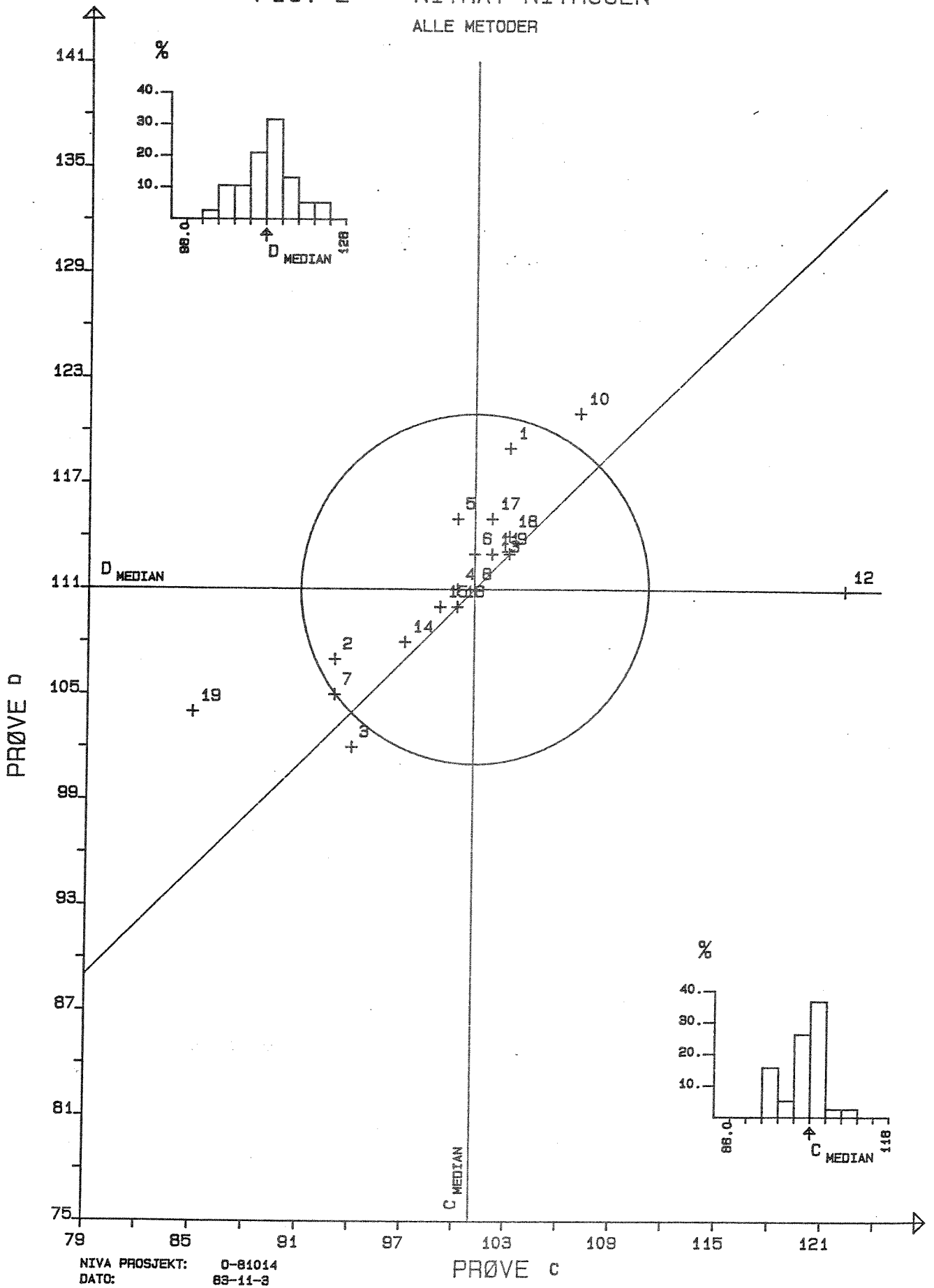


FIG. 3 NITRAT-NITROGEN
ALLE METODER

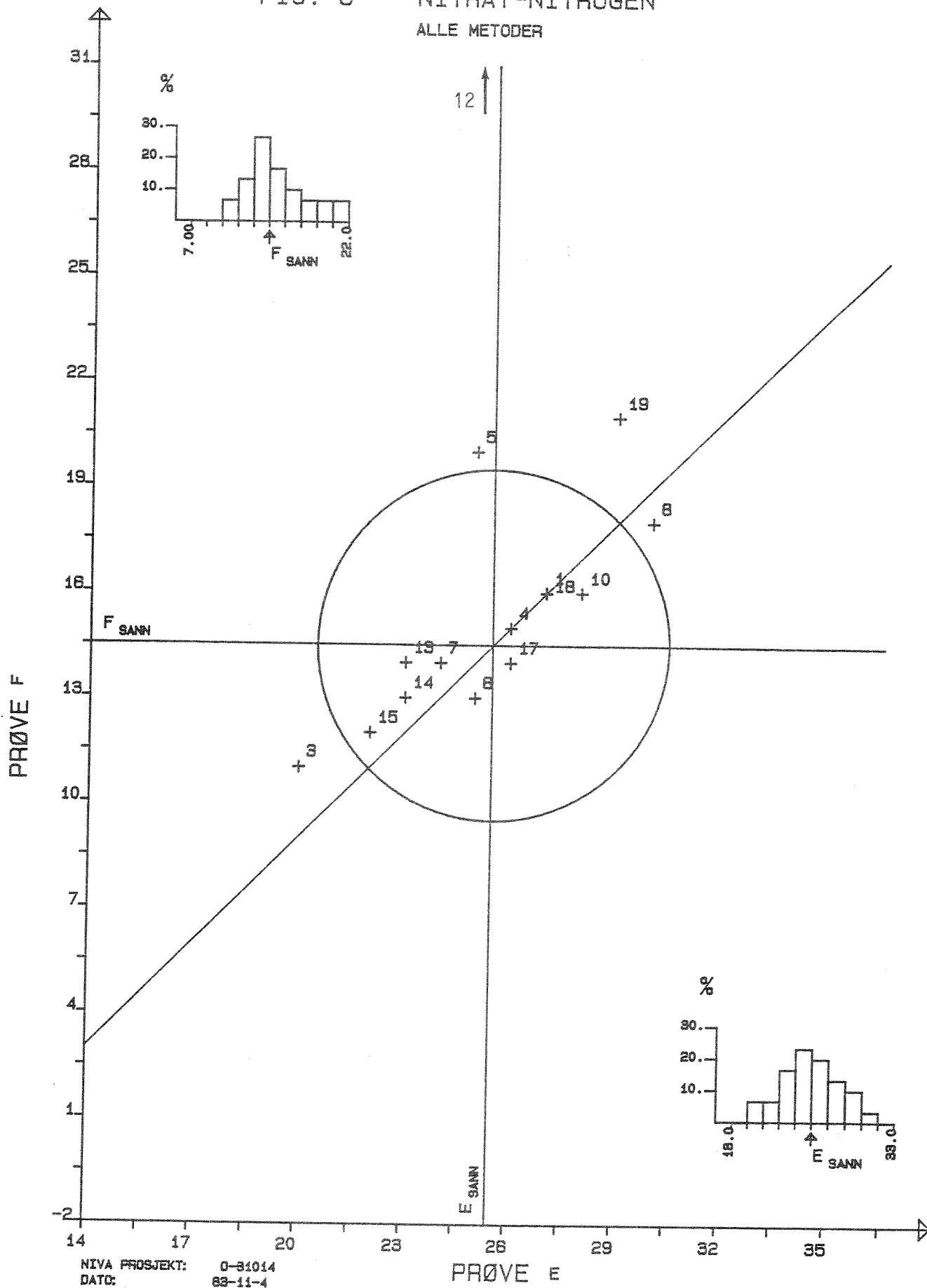


FIG. 4 AMMONIUM-NITROGEN
ALLE METODER

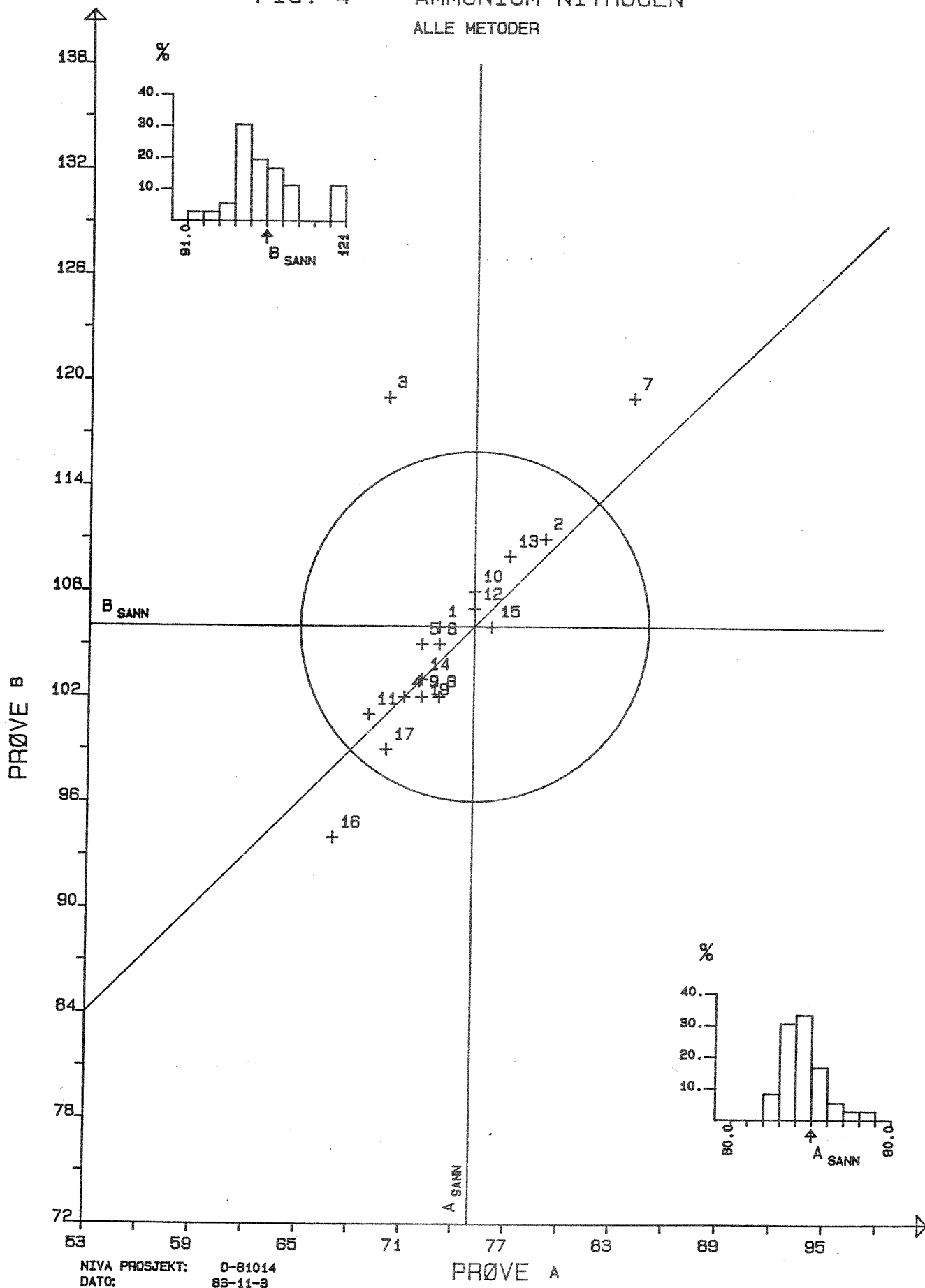


FIG. 5 AMMONIUM-NITROGEN
ALLE METODER

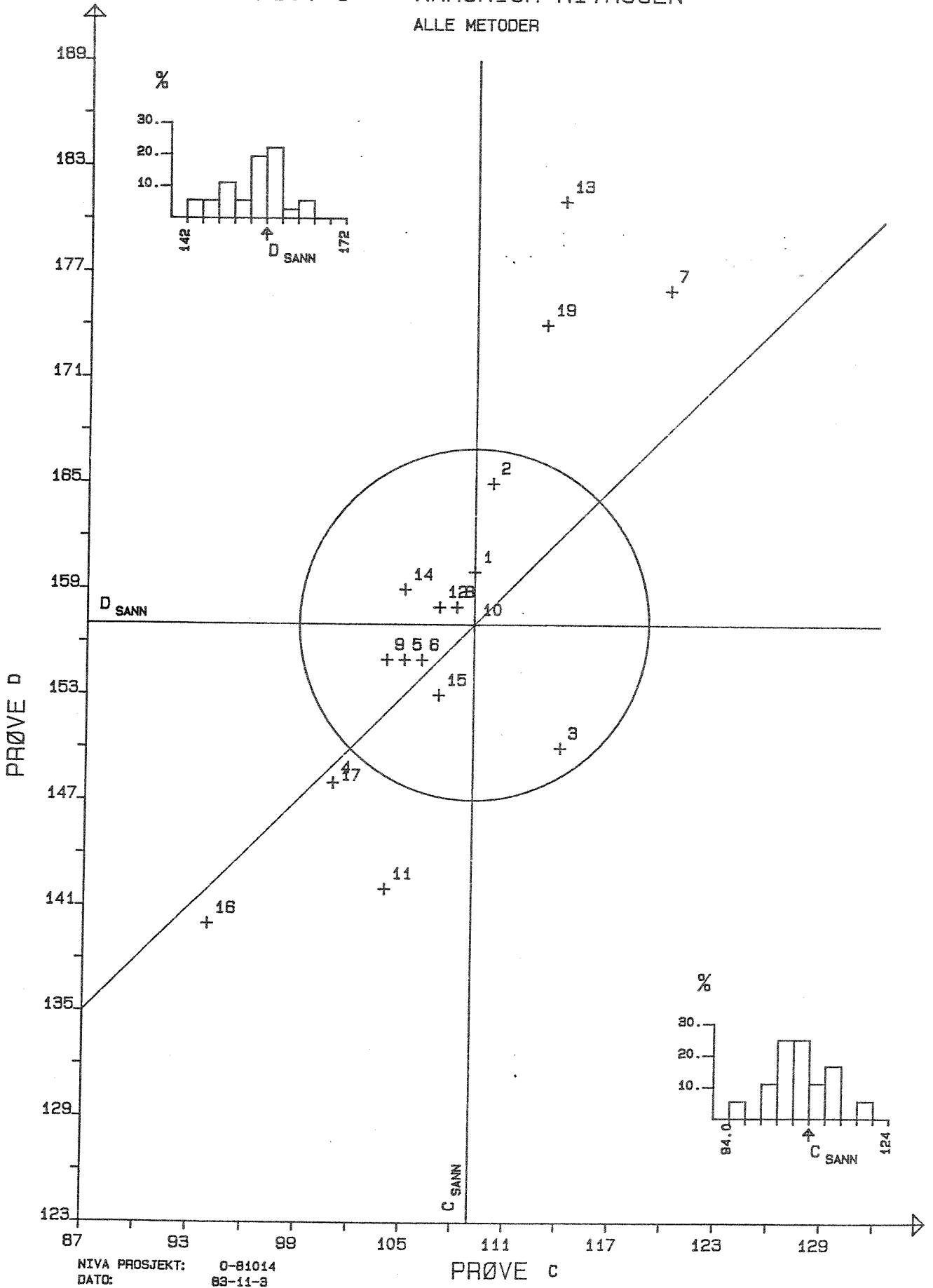


FIG. 6

TOTALT NITROGENINNHOOLD
ALLE METODER

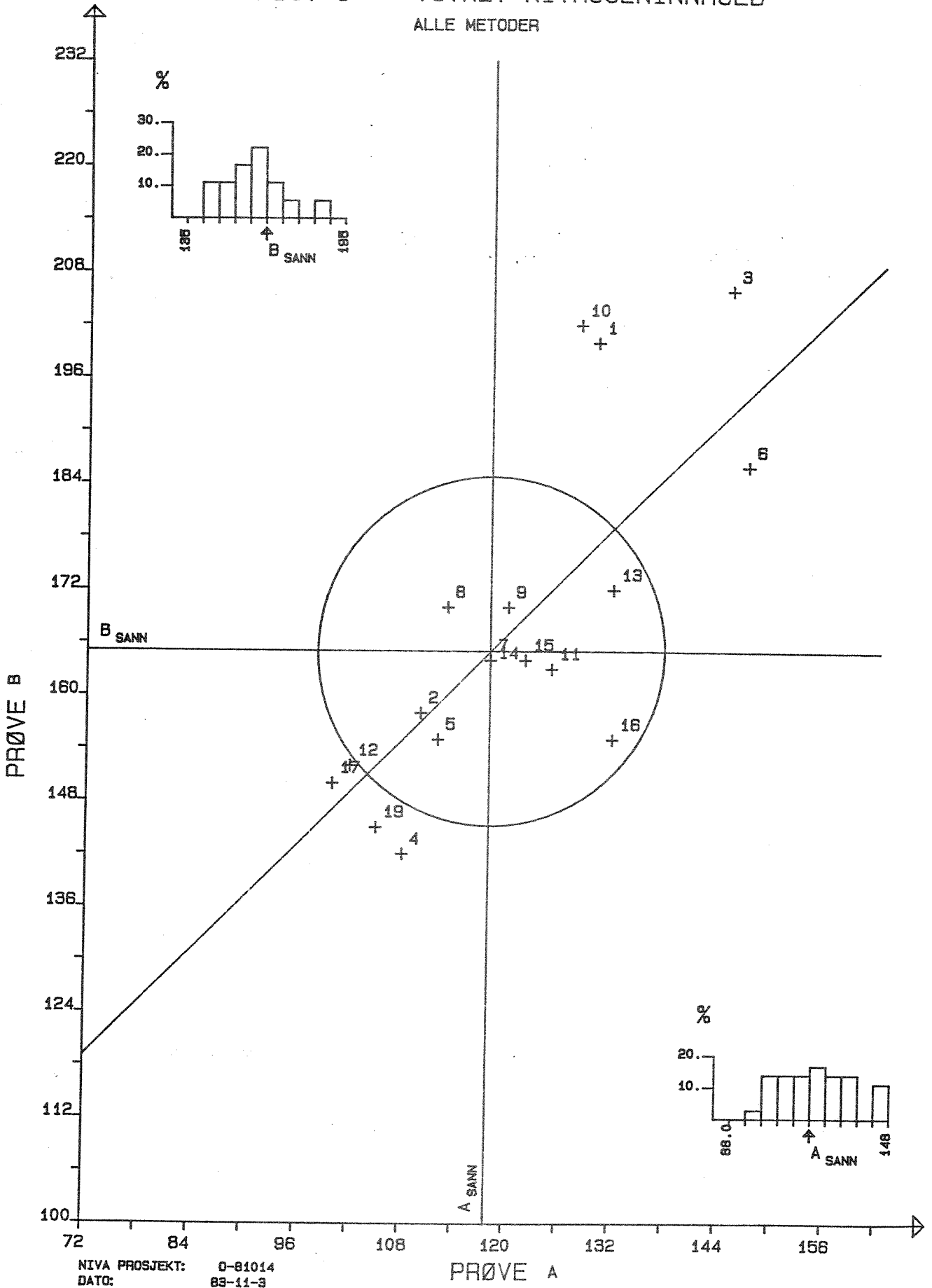


FIG. 7 TOTALT NITROGENINNHOLD
ALLE METODER

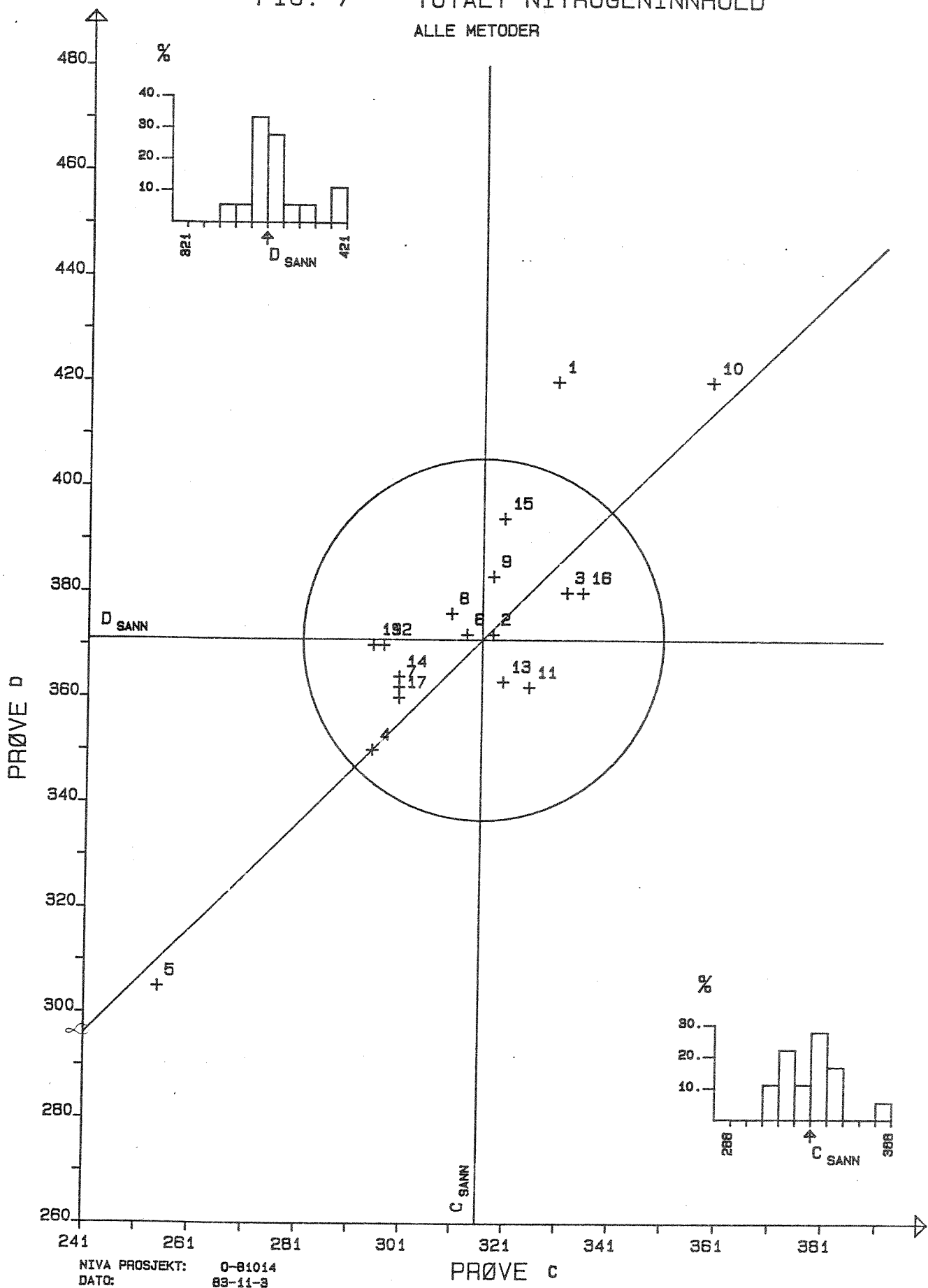
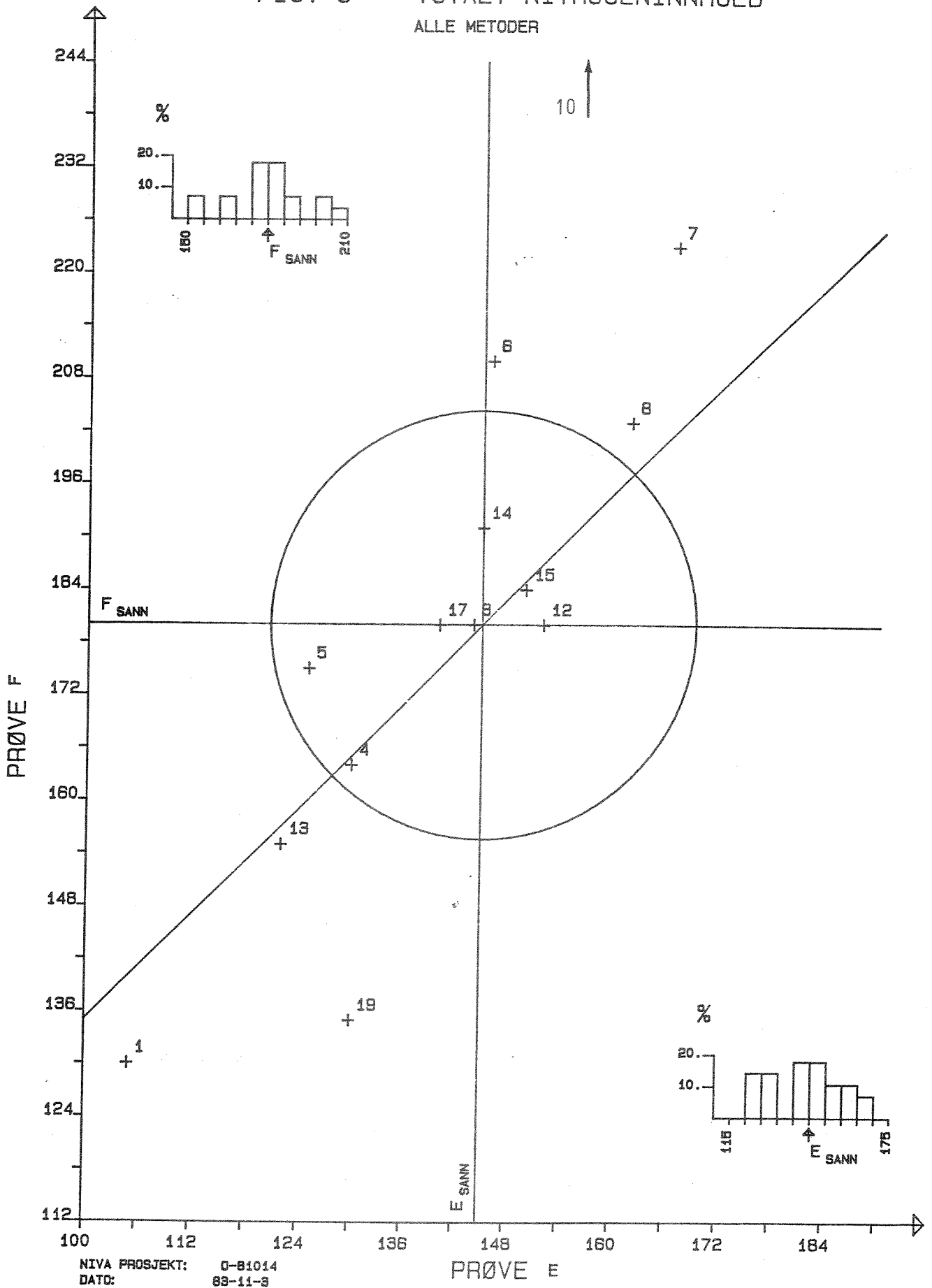


FIG. 8 TOTALT NITROGENINNHOOLD
ALLE METODER



NIVA PROSJEKT: 0-81014
DATO: 83-11-9

PRØVE E

Laboratoriene 7 og 19 har systematisk lave verdier i prøvesett AB og CD. Laboratorium nr. 19 har også ved tidligere miniringtster oppnådd systematisk lave resultater for nitrat, og har samme type feil ved totalnitrogenbestemmelsene. Dette laboratoriet bør undersøke om konsentrasjonen av nitrat i stamløsningen er for høy.

Generelt bør laboratorier med systematisk høye eller lave verdier kontrollere reagenser og instrumentinnstilling.

Det prosentvise antall akseptable resultater lå på samme nivå som ved forrige miniringtster. For prøvepar CD var antall akseptable resultater ved denne ringtsten noe lavere. Dette har antakelig sammenheng med at konsentrasjonene i disse prøvene denne gang var lavere, og akseptansegrensen tilsvarende satt ned fra ± 15 til ± 10 $\mu\text{g/l}$. For sjøvannsprøvene ble det oppnådd bedre resultater enn ved forrige miniringtster.

Denne gang var det færre sterkt avvikende resultater enn tidligere. Størstedelen av de uakseptable resultatene lå nå innenfor en radius på to ganger akseptansegrensen.

3.2 Ammonium

Resultatene er vist i figurene 4-5 og tabellene 11-12.

For prøvepar AB ble det oppnådd meget tilfredsstillende resultater, mens det var større spredning av resultatene for de naturlige prøvene. For sjøvannsprøvene fant NIVA sterke lagringseffekter, og det ble besluttet at ammonium ikke skulle bestemmes i disse prøvene.

Den manuelle metoden ga større spredning av resultatene enn autoanalytatormetoden. De systematiske feil var dominerende, og disse var både av positiv og negativ art.

Laboratorium 7 har oppnådd systematisk høye resultater i begge prøvesett. Samme laboratorium har også tilsvarende type feil ved bestemmelsen av totalnitrogen i prøvepar AB. Dette laboratoriet bør rette oppmerksomheten mot eventuell kontaminering. Laboratorium 16, som har systematisk lave verdier i begge prøvesett, bør kontrollere kalibreringen.

Det prosentvise antall akseptable resultater lå på samme nivå som ved miniringtest 8306.

Ved forrige miniringtest var akseptansegrensene for begge prøvepar satt opp til $\pm 15 \mu\text{g/l}$ på grunn av mulige lagringseffekter. Denne gang ble laboratoriene bedt om å foreta ammoniumbestemmelsene umiddelbart etter prøvemottak for å minske eventuelle lagringseffekter. Ved NIVAs kontrollanalyser ble det ikke funnet lagringseffekter i prøvepar AB og CD under ringtestperioden, verken for de prøvene som ble lagret i kjøle-rom eller for prøver lagret ved romtemperatur. Akseptansegrensene ble derfor satt til $\pm 10 \mu\text{g/l}$.

Også for ammonium var det færre sterkt avvikende resultater enn ved tidligere miniringtester.

3.3 Totalnitrogen

Resultatene er vist i figurene 6-8 og tabellene 13-15.

Som ved tidligere miniringtester var det større spredning av resultatene for totalnitrogen enn for de andre nitrogenparametrene. Avvikene var hovedsakelig av systematisk art, og var mest fremtredende i prøveparene AB og EF, hvor nitrogenkonsentrasjonene var lave. For prøvepar CD, hvor innholdet av nitrogen var relativt høyt, ble det oppnådd meget tilfredsstillende resultater.

Bruk av teflon oppslutningsrør ga markert bedre resultater enn andre typer oppslutningsrør. Med et par unntak ble alle disse resultatene bedømt som akseptable.

Laboratorium 10 har systematisk høye verdier i alle prøvesett. Samme type feil har laboratorium 1 i prøvepar AB og CD. Disse laboratoriene har også ved tidligere miniringtester vist tendenser til systematisk høye resultater. Eventuell kontaminering fra ammoniakk i lufta ville trolig gitt seg utslag også ved ammoniumbestemmelsene. Verken laboratorium 1 eller 10 har systematisk høye ammoniumverdier, og det er sannsynlig at de høye totalnitrogenverdiene skyldes kontaminering under oppslutningstrinnet.

Laboratoriene 4, 5 og 19 viser en tendens til systematisk lave verdier for totalnitrogen. Laboratorium 5 hadde også ved forrige miniringtest samme type feil. Laboratoriene 4 og 12 som har systematisk lave verdier i prøvepar AB, har oppnådd resultater for totalnitrogen som er lavere enn summen av nitrat og ammonium i disse prøvene.

Laboratorier som har oppnådd lave resultater for totalnitrogen, men tilfredsstillende resultater for nitrat, bør kontrollere reaksjonsutbyttet ved oppslutningen. Dette kan gjøres ved å oppslutte kjente mengder av en organisk forbindelse, f.eks. dinatriumsaltet av EDTA. Spesielt laboratorium 5 bør utføre denne kontrollen.

Systematisk høye verdier for totalnitrogen kan skyldes at det trekkes fra for høy blindprøveverdi.

I henhold til NS 4743 kalibreres nitrogenbestemmelsen mot en serie nitratløsninger som ikke oppsluttes. For å kunne foreta en korrekt blindprøvekorreksjon er det vesentlig å kjenne innholdet av nitrogen i det rensede vannet (destillert eller avionisert) som anvendes under analysen. Ved utregning av analyseresultatene skal det ikke korrigeres for vannets bidrag til reagensblindprøveverdien.

Feil blindprøvekorreksjon og kontaminering vil gi størst utslag i det laveste konsentrasjonsområdet. For å redusere disse problemene bør rengjøring av utstyr gis spesiell oppmerksomhet. Det kan være en fordel å øremerke utstyr som benyttes til de forskjellige formål. Oppslutningsrørene bør stå fylt med nyrenset vann mellom hver analyse. Alt utstyr må skylles omhyggelig før bruk.

Vannet som benyttes til fremstilling av løsninger og ellers under analysen må være nyrenset og mest mulig nitrogenfritt. Ved å avionisere destillert vann umiddelbart før bruk unngås at vannet blir kontaminert av nitrogenforbindelser fra omgivelsene under lagring i laboratoriet.

Totalt sett var resultatene for totalnitrogen bedre enn ved miniringtest 8306. Også for totalnitrogen var det færre sterkt avvikende resultater enn tidligere.

Ved forrige miniringtest ble akseptansegrensen i prøvepar CD satt til $\pm 15\%$ på grunn av mulige lagringseffekter i prøvene. Selv om disse prøvene også denne gang så ut til å være utsatt for lagringseffekter, lå resultatene såpass samlet at akseptansegrensen ble satt til $\pm 10\%$.

Til tross for lagringseffekter i sjøvannsprøvene (EF) lå resultatene såpass samlet at det ble valgt å bedømme disse med en akseptansegrense på $\pm 15\%$.

4. VURDERING AV RESULTATENE

En vurdering av om et analyseresultat er akseptabelt eller ikke, avhenger av hva resultatet skal brukes til. Formålet med miniringtestene er å bidra til pålitelige og fremfor alt sammenlignbare overvåkingsdata. De valgte akseptansegrenser bør betraktes mer som analysefaglige mål enn endelig fastsatte nøyaktighetskrav.

Kontrollanalyser utført ved NIVA før prøveutsendelse viste sterke lagringseffekter for ammonium i de ukonserverte sjøvannsprøvene. Det ble derfor besluttet at laboratoriene ikke skulle utføre ammoniumbestemmelser for prøvepar EF.

Konsentrasjonene av de forskjellige parametre ved denne ringtesten lå jevnt over på samme nivå som ved forrige miniringtest. I prøvepar CD var nitratinnholdet denne gang noe lavere, og akseptansegrensen ble tilsvarende satt ned fra ± 15 til $\pm 10 \mu\text{g/l}$. Ved miniringtest 8306 var akseptansegrensene for ammonium i prøveparene AB og CD $\pm 15 \mu\text{g/l}$ på grunn av mulige lagringseffekter i prøvene. Denne gang ble ammoniumbestemmelsene utført over et kortere tidsrom. Det ble ikke påvist lagringseffekter i dette tidsrommet, og akseptansegrensene ble satt til $\pm 10 \mu\text{g/l}$ i begge prøvepar. Akseptansegrensen for totalnitrogen i prøvepar CD var ved forrige miniringtest $\pm 15\%$ på grunn av mulige lagringseffekter. Selv om det også denne gang ble påvist slike effekter, lå resultatene såpass samlet at akseptansegrensen for totalnitrogen ble satt til $\pm 10\%$ for dette prøveparet.

I figurene er det avsatt en sirkel med radius som tilsvarer akseptansegrensen for vedkommende parameter. Analyseresultater som ligger innenfor denne sirkelen er regnet som akseptable.

Tabell 4 viser en samlet vurdering av resultatene fra miniringtest 8307. En mer detaljert oversikt over de enkelte laboratorier er gitt i tabell 5. Akseptable resultater er markert med en stjerne, mens resultater mellom de valgte grenser og det dobbelte av disse er symbolisert med en ring. Tegnet - markerer resultater med enda større avvik.

I alt ble 70% av resultatene bedømt som akseptable. Dette ligger prosentmessig på samme nivå som ved forrige miniringtest.

Denne gang er det imidlertid langt færre avvikende resultater enn tidligere (kfr. tabell 4). Antall resultater utenfor det dobbelte av akseptansegrensene er halvert, mens antall resultater mellom de valgte grenser og det dobbelte av disse har økt tilsvarende.

Som helhet betraktet representerer denne miniringtesten en kvalitetsmessig forbedring av nitrogenbestemmelsene.

Over halvparten av laboratoriene oppnådde totalt sett bedre resultater enn ved forrige miniringtest, og for flere laboratorier lå alle resultatene innenfor akseptansegrensene.

Spesielt har laboratorium 5 forbedret sine prestasjoner fra miniringtest 8306. Laboratorium 12 bør forbedre presisjonen ved nitratbestemmelsene. Laboratoriene 1 og 10 bør arbeide med totalnitrogenbestemmelsene. Kontamineringsproblemer under oppslutningen bør gis spesiell oppmerksomhet.

Denne ringtesten viser at bruk av teflon oppslutningsrør gir markert bedre resultater for totalnitrogen enn andre typer oppslutningsrør. 7 laboratorier har benyttet teflon oppslutningsrør. 15 (88%) av ialt 17 resultater for totalnitrogen var akseptable. For andre typer oppslutningsrør ble 17 (52%) av ialt 33 resultater bedømt som akseptable.

I likhet med tidligere miniringtester var det sjøvannsanalysene som bød på størst problemer. Dette skyldes dels at flere av laboratoriene ikke har innarbeidet disse metodene rutinemessig, og dels at de ukonserverte prøvene var utsatt for lagringseffekter. Disse effektene var mest markerte for ammonium, men ble også påvist for totalnitrogen.

Tabell 4. Vurdering av resultatene ved miniringtest 8307

Parameter	Prøvepar	Akseptanse- grense	Antall resultater	Akseptable resultater		Antall ^{b)}		Antall ^{c)}			
				Antall	% 8307	8307	% 8306	8307	8306	8307	8306
Nitrat	AB	5 µg N/l	19	15	79		80				
	CD	10 "	19	14	74	74	73	9	6	5	9
	EF	5 "	15	10	67		50				
Ammonium	AB	10 µg N/l	18	15	83		82				
	CD	10 "	18	11	61	72	74	7	3	3	6
Totalnitrogen	AB	20 µg N/l	18	10	56		47				
	CD	10 %	18	15	83	64	62	13 (9) ^{a)}	6	5 (2) ^{a)}	7
	EF	15 %	14	7	50		-				
Totalt bedømt			139	97	70 (72) ^{a)}		70	29 (25) ^{a)}	15	13 (10) ^{a)}	22

a) Resultatene for totalnitrogen i prøvepar EF er sett bort fra. Disse resultatene ble ikke bedømt ved miniringtest 8306.

b) Antall resultater mellom de valgte grenser og det doblelte av disse.

c) Antall resultater utenfor det doblelte av grenseverdiene.

Tabell 5. Oversikt over resultater ved de enkelte laboratorier ved miniringtest 8307

* akseptable resultater

o resultater mellom de valgte grenser og det dobbelte av disse

- resultater utenfor det dobbelte av grenseverdiene

Idént. nr.	Nitrat			Ammonium		Totalnitrogen			% akseptable resultater
	AB	CD	EF	AB	CD	AB	CD	EF	
1	*	*	*	*	*	o	o	-	63
2	*	*		*	*	*	*		100
3	*	o	o	o	*	-	*	*	50
4	*	*	*	*	o	o	*	*	75
5	*	*	o	*	*	*	-	*	75
6	*	*	*	*	*	o	*	o	75
7	o	o	*	o	-	*	*	o	38
8	*	*	-	*	*	*	*	o	75
9	*	*		*	*	*	*		100
10	*	o	*	*	*	o	o	-	50
11	*	*		*	o	*	*		83
12	-	-	-	*	*	o	*	*	50
13	*	*	*	*	-	*	*	o	75
14	*	*	*	*	*	*	*	*	100
15	*	*	*	*	*	*	*	*	100
16	o	*		o	-	*	*		50
17	*	*	*	*	o	o	*	*	75
18	*	*	*						100
19	-	o	o	*	o	o	*	-	25

Tabell 6. Sammenligning av laboratorienes resultater ved miniringtestene 8306 og 8307

* akseptable resultater

o resultater mellom de valgte grenser og det dobbelte av disse

- resultater utenfor det dobbelte av grenseverdiene

Ident. nr.	Ringtest nr.	Nitrat			Ammonium		Totalnitrogen			% akseptable resultater
		AB	CD	EF	AB	CD	AB	CD	EF	
1	8307	*	*	*	*	*	o	o	-	63 (71)a) 57
	8306	o	*	*	*	-	*	-	-	
2	07	*	*		*	*	*	*		100 (100) 67
	06	*	-		*	o	*	*		
3	07	*	o	o	o	*	-	*	*	50 (43) 57
	06	*	*	o	*	*	-	o		
4	07	*	*	*	*	o	o	*	*	75 (71) 100
	06	*	*	*	*	*	*	*		
5	07	*	*	o	*	*	*	-	*	75 (71) 29
	06	-	*	-	*	-	-	o		
6	07	*	*	*	*	*	o	*	o	75 (86) 57
	06	*	*	*	*	-	-	o		
7	07	o	o	*	o	-	*	*	o	38 (43) 86
	06	*	*	-	*	*	*	*		
8	07	*	*	-	*	*	*	*	o	75 (86) 71
	06	*	*	o	*	-	*	*		
9	07	*	*		*	*	*	*		100 (100) 86
	06	*	*	-	*	*	*	*		
10	07	*	o	*	*	*	o	o	-	50 (57) 43
	06	*	*	-	-	-	o	*		
11	07	*	*		*	o	*	*		83 (83) 83
	06	*	*		*	*	o	*		
12	07	-	-	-	*	*	o	*	*	50 (43) 71
	06	*	*	*	o	*	-	*		
13	07	*	*	*	*	-	*	*	o	75 (86) 86
	06	*	*	*	o	*	*	*		
14	07	*	*	*	*	*	*	*	*	100 (100) 86
	06	*	*	*	*	*	o	*		
15	07	*	*	*	*	*	*	*	*	100 (100) 71
	06	*	*	-	*	*	-	*		
16	07	o	*		o	-	*	*		50 (50) 50
	06	o	*							
17	07	*	*	*	*	o	o	*	*	75 (71) 71
	06	o	*	-	*	*	*	*		
18	07	*	*	*						100 (100) 67
	06	*	o	*		*	-	*		
19	07	-	o	o	*	o	o	*	-	25 (29) 75
	06	*	-		*	*				

a) For tallene i parentes er prøvepar EF for totalnitrogen sett bort fra. Disse resultatene ble ikke bedømt ved miniringtest 8306.

Ved NIVA er det gjort gode erfaringer med syrekonservering av sjøvannsprøver. Ved senere miniringtester vil det bli vurdert om sjøvannsprøvene skal konserveres.

Hovedinntrykket fra denne miniringtesten er at de fleste laboratoriene nå behersker nitrat- og ammoniumbestemmelsene, mens totalnitrogenbestemmelsene bør forbedres. Spesielt bør oppslutning og blindprøvekorreksjon gis større oppmerksomhet.

LITTERATUR

1. NORGES STANDARDISERINGSFORBUND: Norsk Standard, NS 4745 - Vannundersøkelse. Bestemmelse av summen av nitritt- og nitrat-nitrogen. 1. utg., august 1975.
2. NORGES STANDARDISERINGSFORBUND: Norsk Standard, NS 4746 - Vannundersøkelse. Bestemmelse av ammoniumnitrogen. 1. utg., august 1975.
3. NORGES STANDARDISERINGSFORBUND: Norsk Standard, NS 4743 - Vannundersøkelse. Bestemmelse av nitrogeninnhold etter oksydasjon med perokso-disulfat. 1. utg., august 1975.

T I L L E G G

Behandling av analysedata.
Deltakernes resultater

Behandling av analysedata

Ringtesten ble gjennomført etter Youdens metode. Metoden forutsetter at det analyseres 2 prøver pr. parameter, og at den enkelte deltaker bare oppgir ett analyseresultat pr. prøve. For hver parameter avsettes samtlige deltakers resultater i et rettvinklet koordinatsystem. Alle resultatparene markeres i diagrammet med et symbol, f.eks. et lite kors (jfr. figurene 1 - 8).

Den grafiske presentasjonen gjør det mulig å skjelne mellom systematiske og tilfeldige analysefeil hos deltakerne. De to linjene i diagrammet som representerer prøvenes sanne verdier, eventuelt medianverdiene av resultatene, deler dette i 4 kvadranter. I et tenkt tilfelle hvor analysen påvirkes av tilfeldige feil, vil resultatparene (korsene) fordele seg jevnt over de 4 kvadrantene. I praksis derimot har korsene en tendens til å samle seg i nedre venstre og øvre høyre kvadrant, og danner ofte et karakteristisk ellipseformet mønster langs 45° -linjen som angir konsentrasjonsdifferansen mellom prøvene. Dette gjenspeiler det forhold at et betydelig antall laboratorier - på grunn av systematiske feil - har fått for lave eller for høye verdier i begge prøver.

Grensen for akseptable resultater er angitt som en sirkel med sentrum i skjæringspunktet mellom linjene som markerer de sanne verdier. Avstanden fra sirkelens sentrum til de enkelte kors i diagrammet er et mål for laboratoriets totale analysefeil. Avstanden langs 45° -linjen gir et uttrykk for størrelsen av de systematiske feil, mens avstanden vinkelrett på denne linjen antyder bidraget fra de tilfeldige feil. Laboratoriets plassering i diagrammet gir altså direkte opplysninger om analysefeilenes art og størrelse, slik at man lettere kan finne frem til årsakene.

Systematiske feil kan f.eks. skyldes unøyaktige kalibreringsløsninger, dårlig instrumentkalibrering, feilaktig arbeidsteknikk eller mangler ved analysemetoden. Årsaken til de tilfeldige feil kan være ukontrollerbare variasjoner i analysebetingelsene - bl.a. som følge av ustabilitet hos instrumenter og forskjeller i mengden av tilsatte reagenser - eller menneskelig svikt (fortynningsfeil, avlesningsfeil, regne- og skrivefeil).

For hver enkelt prøve er dessuten analyseresultatene fremstilt i et histogram som er plassert langs den tilhørende akse i Youdendiagrammet. Det aktuelle måleområde er delt inn i to intervaller. Sann verdi, alternativt medianverdien, er markert mellom de to midtre stolpene i histogrammet. Prosentvis andel av resultatene i hvert intervall kan leses av på ordinaten.

De enkelte laboratoriers analyseresultater, ordnet etter stigende identifikasjonsnumre, er vist i tabell 6. Resultater angitt som mindre enn en grenseverdi er ikke tatt med i statistiske beregninger og figurene.

Den statistiske bearbeidelsen av analyseresultatene følger disse retningslinjer: Resultatpar hvor den ene eller begge verdier ligger utenfor sann verdi $\pm 50\%$ forkastes. Av de gjenstående resultater beregnes middelvei (\bar{x}) og standardavvik (s). Resultatpar hvor én eller begge verdier faller utenfor $\bar{x} \pm 3s$ utelates. Av de resterende resultater beregnes de forskjellige statistiske variable. Tallmaterialet fra den avsluttende beregningsomgangen er gjengitt i tabellene 8-15.

Fremgangsmåten over er beregnet på prøver med relativt høye konsentrasjoner i forhold til deteksjonsgrensen. I tilfeller hvor analyseresultatene er svært lave, er derfor de statistiske beregningene utført manuelt.

Følgende statistiske begreper er anvendt i tabellene og rapporten forøvrig:

Sann verdi	- Konsentrasjoner av vedkommende komponent (parameter) i prøven, beregnet ut fra tilsatte stoffmengder
Middelvei	- Det aritmetiske middel (gjennomsnitt) av enkeltresultatene
Median	- Den midterste verdi av enkeltresultatene når disse rangeres i stigende orden fra den laveste til den høyeste
Variasjonsbredde	- Differansen mellom høyeste og laveste enkeltresultat
Varians	- Kvadratet av standardavviket

- Standardavvik - Mål for spredning av enkeltresultatene rundt middelverdien
- Relativt standardavvik - Standardavviket uttrykt i prosent av middelverdien
- Relativ feil - Differanse (positiv eller negativ) mellom middelverdi og sann verdi, uttrykt i prosent av sann verdi

DE ENKELTE DELTAGERES ANALYSERESULTATER:

	NO3-N MIKG/L			NO3-N MIKG/L			NO3-N MIKG/L			NH4-N MIKG/L			TOT-N MIKG/L	
	A	B	C	D	E	F	A	B	C	D	A	B		
1	41.0	49.0	103.	119.	27.0	16.0	73.0	106.	109.	160.	130.	200.		
2	36.0	47.0	93.0	107.	20.0	11.0	79.0	111.	110.	165.	110.	158.		
3	37.0	51.0	94.0	102.	26.0	15.0	70.0	119.	114.	150.	145.	206.		
4	40.0	51.0	100.	111.	25.0	20.0	71.0	102.	101.	148.	108.	142.		
5	40.0	50.0	100.	115.	25.0	20.0	72.0	105.	105.	155.	112.	155.		
6	37.0	50.0	101.	113.	24.0	14.0	73.0	102.	106.	155.	147.	186.		
7	33.0	45.0	93.0	105.	30.0	18.0	84.0	119.	120.	176.	118.	164.		
8	37.0	51.0	101.	111.	28.0	16.0	73.0	105.	104.	158.	113.	170.		
9	38.0	51.0	103.	113.	25.0	36.0	72.0	102.	104.	155.	120.	170.		
10	38.0	52.0	107.	121.	23.0	14.0	75.0	108.	109.	157.	128.	202.		
11	38.0	52.0	102.	113.	22.0	12.0	69.0	101.	104.	142.	125.	163.		
12	37.0	61.0	122.	111.	25.0	36.0	75.0	107.	107.	158.	102.	152.		
13	39.0	52.0	102.	113.	23.0	13.0	77.0	110.	114.	181.	132.	172.		
14	38.0	50.0	97.0	108.	23.0	13.0	72.0	103.	105.	159.	118.	164.		
15	40.0	51.0	99.0	110.	22.0	12.0	76.0	106.	107.	153.	122.	164.		
16	35.0	45.0	100.	110.	26.0	14.0	67.0	94.0	94.0	140.	132.	155.		
17	39.0	51.0	102.	115.	27.0	16.0	70.0	99.0	101.	148.	100.	150.		
18	40.0	53.0	103.	114.	29.0	21.0	72.0	102.	113.	174.	105.	145.		
19	31.0	41.0	85.0	104.										

DE ENKELTE DELTAGERES ANALYSERESULTATER:

	TOT-N MIKG/L			TOT-N MIKG/L		
	C	D	E	F		
1	330.	420.	105.	130.		
2	318.	372.				
3	332.	380.	144.	180.		
4	295.	350.	130.	164.		
5	255.	305.	125.	175.		
6	313.	372.	146.	210.		
7	300.	362.	167.	223.		
8	310.	376.	162.	203.		
9	318.	383.				
10	359.	420.	157.	262.		
11	325.	362.				
12	297.	370.	152.	180.		
13	320.	363.	122.	155.		
14	300.	364.	145.	191.		
15	320.	394.	150.	184.		
16	335.	380.	140.	180.		
17	300.	360.				
18						
19	295.	370.	130.	135.		

TABELL 8.

=====
STATISTIKK, NITRAT-NITROGEN
=====

PRØVE A

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	19	VARIASJONSBREDDE:	10.0
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	6.37
SANN VERDI:	38.0	STANDARDVVIK:	2.52
MIDDELVERDI:	37.58	RELATIVT STANDARDVVIK:	6.72 %
MEDIAN:	38.0	RELATIV FEIL:	-1.11 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

19	31.0	:	3	37.0	:	13	39.0
7	33.0	:	9	38.0	:	4	40.0
16	35.0	:	14	38.0	:	5	40.0
2	36.0	:	10	38.0	:	18	40.0
8	37.0	:	11	38.0	:	15	40.0
12	37.0	:	17	39.0	:	1	41.0
6	37.0	:			:		

U = UTELATTE RESULTATER

=====
PRØVE B
=====

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	19	VARIASJONSBREDDE:	20.0
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	16.03
SANN VERDI:	50.0	STANDARDVVIK:	4.00
MIDDELVERDI:	50.16	RELATIVT STANDARDVVIK:	7.98 %
MEDIAN:	51.0	RELATIV FEIL:	0.32 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

19	41.0	:	5	50.0	:	8	51.0
16	45.0	:	9	51.0	:	13	52.0
7	45.0	:	4	51.0	:	10	52.0
2	47.0	:	15	51.0	:	11	52.0
1	49.0	:	3	51.0	:	18	53.0
14	50.0	:	17	51.0	:	12	61.0
6	50.0	:			:		

U = UTELATTE RESULTATER

TABELL 9.

=====

STATISTIKK, NITRAT-NITROGEN

PRØVE C

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	19	VARIASJONSBREDE:	37.0
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	52.25
SANN VERDI:	101.	STANDARDVAVIK:	7.23
MIDDELVERDI:	100.37	RELATIVT STANDARDVAVIK:	7.20 %
MEDIAN:	101.	RELATIV FEIL:	-0.63 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

19	85.0	:	16	100.	:	13	102.
2	93.0	:	5	100.	:	1	103.
7	93.0	:	8	101.	:	18	103.
3	94.0	:	6	101.	:	9	103.
14	97.0	:	11	102.	:	10	107.
15	99.0	:	17	102.	:	12	122.
4	100.	:			:		

U = UTELATTE RESULTATER

=====

STATISTIKK, NITRAT-NITROGEN

PRØVE D

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	19	VARIASJONSBREDE:	19.0
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	22.89
SANN VERDI:	111.	STANDARDVAVIK:	4.78
MIDDELVERDI:	111.32	RELATIVT STANDARDVAVIK:	4.30 %
MEDIAN:	111.	RELATIV FEIL:	0.28 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

3	102.	:	4	111.	:	13	113.
19	104.	:	12	111.	:	18	114.
7	105.	:	8	111.	:	5	115.
2	107.	:	9	113.	:	17	115.
14	108.	:	11	113.	:	1	119.
16	110.	:	6	113.	:	10	121.
15	110.	:			:		

U = UTELATTE RESULTATER

=====

TABELL 10.

=====

STATISTIKK, NITRAT-NITROGEN

PRØVE E

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	15	VARIASJONSBREDDE:	10.0
ANTALL UTELATTE RES.:	1	VARIANS:	7.79
SANN VERDI:	25.5	STANDARDVVIK:	2.79
MIDDELVERDI:	25.36	RELATIVT STANDARDVVIK:	11.0 %
MEDIAN:	25.5	RELATIV FEIL:	-0.56 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

3	20.0	:	5	25.0	:	1	27.0
15	22.0	:	6	25.0	:	18	27.0
14	23.0	:	12	25.0	U	10	28.0
13	23.0	:	4	26.0	:	19	29.0
7	24.0	:	17	26.0	:	8	30.0

U = UTELATTE RESULTATER

=====

STATISTIKK, NITRAT-NITROGEN

PRØVE F

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	15	VARIASJONSBREDDE:	10.0
ANTALL UTELATTE RES.:	1	VARIANS:	8.34
SANN VERDI:	14.5	STANDARDVVIK:	2.89
MIDDELVERDI:	15.21	RELATIVT STANDARDVVIK:	18.98 %
MEDIAN:	14.5	RELATIV FEIL:	4.93 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

3	11.0	:	13	14.0	:	18	16.0
15	12.0	:	17	14.0	:	8	18.0
14	13.0	:	4	15.0	:	5	20.0
6	13.0	:	1	16.0	:	19	21.0
7	14.0	:	10	16.0	:	12	36.0 U

U = UTELATTE RESULTATER

=====

NIVA PROSJEKT: 0-81014
DATO: 83-11-04

TABELL 11.

STATISTIKK, AMMONIUM-NITROGEN

PRØVE A

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	17.0
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	15.65
SANN VERDI:	75.0	STANDARDVVIK:	3.96
MIDDELVERDI:	73.33	RELATIVT STANDARDVVIK:	5.39 %
MEDIAN:	72.5	RELATIV FEIL:	-2.22 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

16	67.0	:	5	72.0	:	10	75.0
11	69.0	:	9	72.0	:	12	75.0
3	70.0	:	19	72.0	:	15	76.0
17	70.0	:	1	73.0	:	13	77.0
4	71.0	:	6	73.0	:	2	79.0
14	72.0	:	8	73.0	:	7	84.0

U = UTELATTE RESULTATER

PRØVE B

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	25.0
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	39.66
SANN VERDI:	106.	STANDARDVVIK:	6.30
MIDDELVERDI:	105.61	RELATIVT STANDARDVVIK:	5.96 %
MEDIAN:	105.	RELATIV FEIL:	-0.37 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

16	94.0	:	19	102.	:	12	107.
17	99.0	:	14	103.	:	10	108.
11	101.	:	8	105.	:	13	110.
9	102.	:	5	105.	:	2	111.
6	102.	:	15	106.	:	3	119.
4	102.	:	1	106.	:	7	119.

U = UTELATTE RESULTATER

NIVA PROSJEKT: 0-81014
DATO: 83-11-03

TABELL 12.

STATISTIKK, AMMONIUM-NITROGEN

PRØVE C

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	26.0
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	34.57
SANN VERDI:	109.	STANDARDVVIK:	5.88
MIDDELVERDI:	107.28	RELATIVT STANDARDVVIK:	5.48 %
MEDIAN:	107.	RELATIV FEIL:	-1.58 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

16	94.0	:	14	105.	:	10	109.
4	101.	:	6	106.	:	2	110.
17	101.	:	12	107.	:	19	113.
9	104.	:	15	107.	:	13	114.
11	104.	:	8	108.	:	3	114.
5	105.	:	1	109.	:	7	120.

U = UTELATTE RESULTATER

PRØVE D

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	41.0
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	120.85
SANN VERDI:	157.	STANDARDVVIK:	10.99
MIDDELVERDI:	157.44	RELATIVT STANDARDVVIK:	6.98 %
MEDIAN:	156.	RELATIV FEIL:	0.28 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

16	140.	:	9	155.	:	14	159.
11	142.	:	6	155.	:	1	160.
4	148.	:	5	155.	:	2	165.
17	148.	:	10	157.	:	19	174.
3	150.	:	12	158.	:	7	176.
15	153.	:	8	158.	:	13	181.

U = UTELATTE RESULTATER

NIVA PROSJEKT: 0-81014
DATO: 83-11-03

TABELL 13.

=====

STATISTIKK, TOTALT NITROGENINNHOLD

PRØVE A

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	47.0
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	185.08
SANN VERDI:	118.	STANDARDVVIK:	13.6
MIDDELVERDI:	120.39	RELATIVT STANDARDVVIK:	11.3 %
MEDIAN:	119.	RELATIV FEIL:	2.02 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

17	100.	:	8	113.	:	10	128.
12	102.	:	7	118.	:	1	130.
19	105.	:	14	118.	:	13	132.
4	108.	:	9	120.	:	16	132.
2	110.	:	15	122.	:	3	145.
5	112.	:	11	125.	:	6	147.

U = UTELATTE RESULTATER

=====

PRØVE B

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	64.0
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	368.59
SANN VERDI:	165.	STANDARDVVIK:	19.2
MIDDELVERDI:	167.67	RELATIVT STANDARDVVIK:	11.45 %
MEDIAN:	164.	RELATIV FEIL:	1.62 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

4	142.	:	2	158.	:	9	170.
19	145.	:	11	163.	:	13	172.
17	150.	:	7	164.	:	6	186.
12	152.	:	14	164.	:	1	200.
5	155.	:	15	164.	:	10	202.
16	155.	:	8	170.	:	3	206.

U = UTELATTE RESULTATER

=====

NIVA PROSJEKT: 0-81014
DATO: 83-11-03

TABELL 14.

STATISTIKK, TOTALT NITROGENINNHOLD

PRØVE C

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONS	BREDDE:	104.
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:		489.29
SANN VERDI:	316.	STANDARD	AVVIK:	22.12
MIDDELVERDI:	312.33	RELATIVT	STANDARD	AVVIK: 7.08 %
MEDIAN:	315.5	RELATIV	FEIL:	-1.16 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

5	255.	:	7	300.	:	15	320.
4	295.	:	8	310.	:	11	325.
19	295.	:	6	313.	:	1	330.
12	297.	:	9	318.	:	3	332.
14	300.	:	2	318.	:	16	335.
17	300.	:	13	320.	:	10	359.

U = UTELATTE RESULTATER

PRØVE D

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONS	BREDDE:	115.
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:		636.72
SANN VERDI:	371.	STANDARD	AVVIK:	25.23
MIDDELVERDI:	372.39	RELATIVT	STANDARD	AVVIK: 6.78 %
MEDIAN:	371.	RELATIV	FEIL:	0.37 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

5	305.	:	14	364.	:	3	380.
4	350.	:	12	370.	:	16	380.
17	360.	:	19	370.	:	9	383.
11	362.	:	6	372.	:	15	394.
7	362.	:	2	372.	:	1	420.
13	363.	:	8	376.	:	10	420.

U = UTELATTE RESULTATER

TABELL 15.

=====

STATISTIKK, TOTALT NITROGENINNHOLD

=====

PRØVE E

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	14	VARIASJONSBREDDE:	62.0
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	290.84
SANN VERDI:	145.	STANDARDVAVIK:	17.05
MIDDELVERDI:	141.07	RELATIVT STANDARDVAVIK:	12.09 %
MEDIAN:	144.5	RELATIV FEIL:	-2.71 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

1	105.	:	17	140.	:	12	152.
13	122.	:	3	144.	:	10	157.
5	125.	:	14	145.	:	8	162.
4	130.	:	6	146.	:	7	167.
19	130.	:	15	150.	:		

U = UTELATTE RESULTATER

=====

PRØVE F

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	14	VARIASJONSBREDDE:	132.
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	1182.84
SANN VERDI:	180.	STANDARDVAVIK:	34.39
MIDDELVERDI:	183.71	RELATIVT STANDARDVAVIK:	18.72 %
MEDIAN:	180.	RELATIV FEIL:	2.06 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

1	130.	:	3	180.	:	8	203.
19	135.	:	17	180.	:	6	210.
13	155.	:	12	180.	:	7	223.
4	164.	:	15	184.	:	10	262.
5	175.	:	14	191.	:		

U = UTELATTE RESULTATER

=====

NIVA PROSJEKT: 0-81014
DATO: 83-11-03



Nasjonalt referanselaboratorium for vannanalyser

Landsomfattende kontroll med forurensende utslipp og overvåking av vannressursene forutsetter analyselaboratorier med tilstrekkelig kompetanse og kapasitet. Miljøvern-departementet har derfor gitt tilskudd til etablering av regionale laboratorier for vann-analyser. Dette skaper behov for en sentral referanse- og rådgivningsinstans.

Norsk institutt for vannforskning (NIVA) fungerer fra 1981 som nasjonalt referanse-laboratorium for vannanalyser. Referanselaboratoriet har faglig ansvar for

- metodearbeid og utstyrsprøving
- løpende standardiseringsvirksomhet
- organisering av ringtester
- veiledning, informasjon og opplæring
- nasjonalt og internasjonalt samarbeid
- utførelse av analyser etter behov

Referanselaboratoriets arbeid blir koordinert med virksomheten innen det statlige program for forurensningsovervåking.

Det er opprettet et råd for referanselaboratoriet. Rådet skal være et kontaktorgan for brukerne av referanselaboratoriet og delta i planleggingen av arbeidet. Sekretariatet for rådet er lagt til Statens forurensningstilsyn (SFT), som har den overordnede styring av referanselaboratoriets virksomhet.

Fospørslser om retningslinjene for referanselaboratoriets arbeid kan rettes til Statens forurensningstilsyn, Postboks 8100 Dep, OSLO 1 - tlf. (02) 22 98 10.

Faglige spørsmål vedrørende de enkelte referanseaktiviteter kan tas opp med Norsk institutt for vannforskning, Postboks 333 Blindern, OSLO 3 - tlf. (02) 23 52 80.