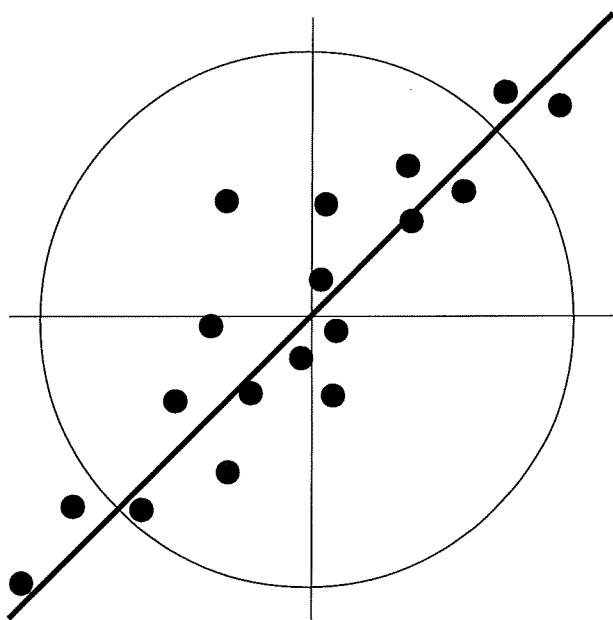


RAPPORT LNR 4267-2000

Ringtester -
Industriavløpsvann

Ringtest 0022



Norsk institutt for vannforskning

RAPPORT

Hovedkontor
 Postboks 173, Kjelsås
 0411 Oslo
 Telefon (47) 22 18 51 00
 Telefax (47) 22 18 52 00
 Internet: www.niva.no

Sørlandsavdelingen
 Televeien 3
 4879 Grimstad
 Telefon (47) 37 29 50 55
 Telefax (47) 37 04 45 13

Østlandsavdelingen
 Sandvikaveien 41
 2312 Ottestad
 Telefon (47) 62 57 64 00
 Telefax (47) 62 57 66 53

Vestlandsavdelingen
 Nordnesboder 5
 5008 Bergen
 Telefon (47) 55 30 22 50
 Telefax (47) 55 30 22 51

Akvaplan-niva
 9296 Tromsø
 Telefon (47) 77 75 03 00
 Telefax (47) 77 75 03 01

Tittel RINGTESTER - INDUSTRIAVLØPSVANN Ringtest 0022	Løpenr. (for bestilling) 4267-2000	Dato 2000.08.10
Forfatter(e) Sætre, Torgunn	Prosjektnr. O-89014 Undernr.	Sider 104 Pris
	Fagområde Analytisk kjemi	Distribusjon
	Geografisk område	Trykket NIVA

Oppdragsgiver(e) Norsk institutt for vannforskning (NIVA)	Oppdragsreferanse
--	-------------------

Sammendrag Ved en ringtest i mai 2000 bestemte 109 laboratorier pH, suspendert stoff (tørrstoff og gløderest), sum organisk stoff (kjemisk oksygenforbruk, totalt organisk karbon), totalfosfor, totalnitrogen og ni metaller i syntetiske vannprøver. Ved ringtesten, som tar utgangspunkt i SFTs kontroll med industriutslipp er 82% av resultatene bedømt som akseptable, omrent på samme nivå som ved de tre foregående ringtestene. Bestemmelse av metaller med plasmaeksitert atomemisjon benyttes av stadig flere laboratorier, men kvaliteten på analysene har gått noe ned ved denne ringtesten sammenliknet med den foregående. Bestemmelse av total nitrogen og total fosfor med forenklede metoder har nok en gang vist seg å gi en stor andel uakseptable resultater.
--

Fire norske emneord	Fire engelske emneord
1. Industriavløpsvann	1. Industrial waste water
2. Ringtest	2. Interlaboratory test comparsion
3. Prestasjonsprøving	3. Proficiency testing
4. Utslippskontroll	4. Effluent control

Torgunn Sætre
Torgunn Sætre

Prosjektleder

Rainer G. Lichtenhaller Georg Becher

Rainer G. Lichtenhaller

Forskningsleder

Georg Becher

Forskningsjef

ISBN 82-577-3895-6

Ringtester – Industriavløpsvann

Ringtest 0022

Forord

Som et ledd i kontrollen med industriutslipp har Statens forurensningstilsyn (SFT) pålagt en rekke bedrifter rapporteringsplikt. For utsipp til vann kan en slik egenrapportering blant annet inkludere resultater av utførte vannanalyser.

SFT forutsetter at bedriftene sørger for tilfredsstillende kvalitetssikring av analysene. For analyser foretatt i eget laboratorium kan dette skje ved at bedriftene deltar i et ringtestsysten som dekker de aktuelle variabler. Analyser foretatt av et eksternt laboratorium skal også være kvalitetssikret, for eksempel ved at laboratoriet er akkreditert.

Etter avtale med SFT arrangerer Norsk institutt for vannforskning (NIVA) ringtester for bedrifter og laboratorier som foretar analyser av industrielt avløpsvann. Den første ble arrangert sommeren 1989 og er senere videreført med to ringtester i året.

Ringtestene er åpne for alle interesserte og finansieres i sin helhet av deltagerne gjennom en avgift. Avgiften er kr. 4.000 pr. ringtest uavhengig av hvilke eller hvor mange analyser det enkelte laboratorium velger å utføre.

Oslo, 10. august 2000

Torgunn Sætre

Innhold

SAMMENDRAG.....	5
1. ORGANISERING	6
2. EVALUERING	7
3. RESULTATER	9
3.1 pH	9
3.2 Suspendert tørrstoff og gløderest.....	9
3.3 Kjemisk oksygenforbruk, COD _{Cr}	9
3.4 Totalt organisk karbon.....	10
3.5 Totalfosfor	10
3.6 Totalnitrogen	10
3.7 Metaller.....	11
3.7.1 Aluminium.....	11
3.7.2 Bly	11
3.7.3 Jern	11
3.7.4 Kadmium	11
3.7.5 Kobber	11
3.7.6 Krom.....	12
3.7.7 Mangan	12
3.7.8 Nikkel	12
3.7.9 Sink.....	12
4. LITTERATUR	49
Vedlegg A. Youdens metode.....	51
Vedlegg B. Gjennomføring	52
Vedlegg C. Datamateriale	59

Sammendrag

Som et ledd i kontrollen med industriutslipp har Statens forurensningstilsyn (SFT) pålagt en rekke bedrifter rapporteringsplikt. SFT forutsetter at bedriftene sørger for tilfredsstillende kvalitetssikring av utførte vannanalyser, f. eks. gjennom å delta i ringtester. Etter avtale med SFT arrangerer Norsk institutt for vannforskning (NIVA) ringtester to ganger i året. Disse er åpne for alle interesserte og finansieres av deltagerne.

Ringtestene omfatter de vanligste analysevariabler i SFTs kontrollprogram for bedrifter med utslipp til vann: pH, suspendert stoff (tørrstoff, gløderest), kjemisk oksygenforbruk, totalt organisk karbon, totalfosfor og totalnitrogen, samt metallene aluminium, bly, jern, kadmium, kobber, krom, mangan, nikkel og sink. Deltagerne analyserer stabile, syntetiske vannprøver med kjente stoffmengder. Hvert prøvesett består av fire prøver, gruppert parvis i to konsentrasjonsnivåer.

Ved evaluering av resultatene settes "sann" verdi som hovedregel lik beregnet stoffmengde i prøven. For prøvepar i "høyt", respektive "lavt" konsentrasjonsnivå fastlegges akseptansegrensen i utgangspunktet til ± 10 og $\pm 15\%$ av middelverdien for parets to sanne verdier. I enkelte tilfeller blir grensen justert på grunnlag av analysens vanskelighetsgrad eller de aktuelle metoders følsomhet (tabell 1).

For hver analysevariabel og hvert prøvepar blir resultatene fremstilt i et Youdendiagram (figur 1-32). Her er verdiene til det enkelte laboratorium representert med et punkt. Plasseringen av punktet i diagrammet gir et mål for analysefeilens art og størrelse (*Vedlegg A*). En sirkel med akseptansegrensen som radius er lagt inn i diagrammet. Resultatpar som faller innenfor sirkelen har totalfeil lavere enn grensen og regnes som akseptable.

Ringtest nr. 22 i rekken, betegnet 0022, foregikk i mai 2000 med 109 deltagere. En sammenstilling av antatte stoffkonsentrasjoner i prøvene ("sanne" verdier) ble distribuert i midten av juni samme år, slik at laboratorier med avvikende resultater kunne sette i gang feilsøking.

Den alt overveiende del av analysene blir utført etter gjeldende Norsk Standard eller med likeverdige metoder (tabell B1), men det er fortsatt to deltagere som bruker eldre utgaver av standardene og tre som benytter interne forskrifter ved bestemmelse av metaller. Ellevje bedriftslaboratorier bestemmer totalfosfor, eventuelt også totalnitrogen, med svært enkle metoder. Hos disse holder hverken fremgangsmåte eller måleutstyr tilsvarende nivå som standardene. Syv av de elleve bedrifter som mäter totalfosfor og tre av fire som mäter totalnitrogen med slike metoder har fått uakseptable verdier ved ringtest 0022. All erfaring fra ringtestene tilsier at metodene ikke kan forventes å gi pålitelige resultater under industriens egenkontroll av utslipp.

Med visse unntak har deltagernes prestasjoner endret seg lite siden forrige ringtest. Analysekvaliteten ved bestemmelse av metaller med plasmaeksitert atomemisjon (ICP/AES) har gått ned i forhold til den foregående ringtesten (83 % akseptable resultater mot 94 % akseptable i ringtest 9921). En gjenganger under ringtestene er feil oppstått ved dårlig sluttkontroll av data, f. eks. angivelse av svar i gal enhet, ombytting av måleverdier samt komma- og skriveau.

Totalt er 82% av resultatene ved ringtest 0022 bedømt som akseptable, omtrent som ved de tre foregående ringtestene. Blant årsakene til at kvalitetsmessig fremgang uteblir er bruk av uegnede metoder, sviktende resultatoppfølging og mangel på systematisk kvalitetssikring av hele analysevirksomheten. Gjennomføring av løpende kvalitetskontroll [Hovind 1986] danner forutsetningen for å kunne evaluere egne metoder og rutiner. Standard referansematerialer (SRM) anbefales ved kontroll av resultatenes nøyaktighet, men prøver fra tidligere ringtester kan være et godt alternativ.

1. Organisering

Ringtestene blir organisert etter en metode hvor deltagerne analyserer vannprøver som hører sammen parvis. Resultater for hver analysevariabel og hvert prøvepar avsettes i et Youdendiagram [Youden og Steiner 1975]. Her er verdiene til det enkelte laboratorium representert med et punkt, som merkes med laboratoriets identitetsnummer. Punktets plassering i diagrammet gir et direkte mål for analysefeilens art og størrelse. Metoden er beskrevet i *Vedlegg A*.

Ringtestene omfatter de vanligste analysevariabler i SFTs kontrollprogram for bedrifter med utslipp til vann: pH, suspendert stoff (tørrstoff, gløderest), sum organisk materiale (kjemisk oksygenforbruk, totalt organisk karbon), totalfosfor og totalnitrogen, samt metallene aluminium, bly, jern, kadmium, kobber, krom, mangan, nikkel og sink. Biokjemisk oksygenforbruk (BOD), som har vært inkludert i ringtestprogrammet tidligere, er sløyfet til fordel for aluminium.

Av praktiske grunner er ringtestene basert på analyse av syntetiske vannprøver. Hver analysevariabel inngår i et sett med fire prøver, gruppert parvis etter koncentrasjon ("høyt" og "lavt" nivå). Det kreves i utgangspunktet at laboratoriene følger analysemetoder utgitt som Norsk Standard (NS). Alternativt kan automatiserte varianter av standardmetodene eller avanserte instrumentelle teknikker benyttes.

Ringtest nr. 22 i rekken, betegnet 0022 foregikk i mai 2000 med 109 deltagere. En sammenstilling av antatte stoffkonsentrasjoner i prøvene ("sanne" verdier) ble distribuert i midten av juni samme år, slik at laboratorier med avvikende resultater kunne sette i gang feilsøking.

Den praktiske gjennomføring av ringtesten er nærmere omtalt i *Vedlegg B*, som dessuten inneholder en alfabetisk liste over deltagerne.

Deltagernes resultater og statistiske data er samlet i *Vedlegg C*.

2. Evaluering

Før en analyse settes igang er det vesentlig å ha klart for seg hva resultatene skal brukes til. Dette er grunnlag for å stille nødvendige krav til nøyaktighet og presisjon ved analysen (*Vedlegg A*). Bedømmelse av resultater kan foretas på basis av absolutte nøyaktighetskrav eller ved å anvende statistiske kriterier, oftest relatert til standardavviket ved analysen.

Formålet med ringtestene er å sikre kvaliteten av analysedata som inngår i industribedriftenes egenrapportering til SFT. Ettersom ringtestopplegget bygger på analyse av stabile, syntetiske vannprøver med kjente stoffmengder, er det funnet formålstjenlig å sette absolutte krav til deltagernes resultater. Kravene vil variere med analysevariabel, konsentrasjon og prøvenes sammensetning forøvrig.

Ved evaluering av resultatene settes "sann" verdi som hovedregel lik beregnet stoffmengde i prøven. For pH velges medianverdien av laboratoriene resultater som sann verdi. Beregnede konsentrasjoner, NIVAs kontrollresultater og deltagernes medianverdier ved ringtest 0022 er sammenstilt i tabell B4.

Middelverdi av prøveparets to sanne verdier danner basis for å fastlegge grense for akseptable resultater. For prøvepar i "høyt", respektive "lavt" konsentrasjonsnivå settes akseptansegrensen i utgangspunktet til ± 10 og $\pm 15\%$ av middelverdien. I tilfeller hvor konsentrasjonene er lave i forhold til metodens presisjon eller analysen har høy vanskelighetsgrad blir grensen oppjustert. Ved denne ringtesten gjelder det gløderest av suspendert stoff, totalnitrogen og bly. For totalt organisk karbon, totalfosfor, kobber, mangan og sink er $\pm 10\%$ valgt som grense uavhengig av konsentrasjon. Grenseverdi for pH settes alltid til $\pm 0,2$ pH enheter. Akseptansegrensene er oppført i tabell 1.

I figur 1-32 er det avsatt en sirkel med akseptansegrensen som radius. Resultatpar som faller innenfor sirkelen har totalfeil under grensen (*Vedlegg A*) og regnes som akseptable. Antall resultatpar totalt og andelen akseptable par er gjengitt i tabell 1. Tabellen viser også prosentvis akseptable resultater ved ringtest 0022 sammenlignet med motsvarende tall for de tre foregående ringtestene.

Den alt overveiende del av analysene blir utført etter gjeldende Norsk Standard eller med likeverdige metoder (tabell B1). Fem deltakere bruker eldre utgaver av standardene eller interne forskrifter ved bestemmelse av metaller. Ellevje bedriftslaboratorier bestemmer totalfosfor, eventuelt også totalnitrogen, med svært enkle metoder. Hos disse holder hverken fremgangsmåte eller måleutstyr tilsvarende nivå som standardene. Sju av de ellevje bedrifter som mäter totalfosfor og tre av fire som mäter totalnitrogen med slike metoder har fått uakseptable verdier på ett eller begge prøveparene ved ringtest 0022. All erfaring fra ringtestene tilsier at metodene ikke kan forventes å gi pålitelige resultater under industriens egenkontroll av utslipp.

Med visse unntak har deltakerne prestasjoner endret seg lite siden forrige ringtest. Bestemmelse av metaller med plasmaeksistert atomemisjon (ICP/AES) viser en lavere analysekvalitet ved denne ringtesten enn ved den foregående, med 83% akseptable resultater. Måling med atomabsorpsjon i flamme viser en bedret analysekvalitet ved denne ringtesten i forhold til den foregående, med 86 % akseptable resultater. En gjenganger under ringtestene er feil oppstått ved dårlig sluttkontroll av data, f. eks., beregningsfeil ved fortynninger, ombytting av måleverdier samt komma- og skrivefeil.

Totalt er 82% av resultatene ved ringtest 0022 bedømt som akseptable, omrent som ved de tre foregående ringtestene. Blant årsakene til at kvalitetsmessig fremgang uteblir er bruk av uegnede metoder, sviktende resultatoppfølging og mangl på systematisk kvalitetssikring av hele analysevirksomheten. Gjennomføring av løpende kvalitetskontroll [Hovind 1986] danner forutsetningen for å kunne evaluere egne metoder og rutiner. Standard referansematerialer (SRM) anbefales ved kontroll av resultatenes nøyaktighet, men prøver fra tidligere ringtester kan være et godt alternativ.

Tabell 1. Akseptansegrenser og evaluering

Analysevariabel og enhet	Prøve- par	Sann verdi		Akseptanse- grense, % *	Antall resultatpar talt	% akseptable res. ved ringtest				
		Prøve 1	Prøve 2			Akseptable	0022	9921	9920	9819
pH	AB	7.96	8.32	0.2 pH	102	84	89	89	93	92
	CD	6.32	6.07	0.2 pH	102	97				
Susp. stoff, tørrstoff, mg/l	AB	95	86	15	84	73	87	84	80	80
	CD	475	551	10	84	73				
Susp. stoff, gløderest, mg/l	AB	42	37	20	47	25	65	80	77	72
	CD	208	241	15	47	36				
Kjem. oks.forbr., COD _{Cr} , mg/l O	EF	585	648	10	72	62	85	83	87	81
	GH	171	185	15	71	60				
Totalt organisk karbon, mg/l C	EF	232	257	10	27	23	82	78	81	75
	GH	67.7	73.3	10	28	22				
Totalfosfor, mg/l P	EF	2.52	2.24	10	49	42	75	80	80	72
	GH	0.560	0.700	10	50	32				
Totalnitrogen, mg/l N	EF	18.6	16.5	15	30	22	68	72	70	64
	GH	4.13	5.16	15	30	19				
Aluminium, mg/l Al	IJ	0.660	0.770	15	33	23	68	74	-	69
	KL	1.87	2.09	10	33	22				
Bly, mg/l Pb	IJ	0.300	0.350	20	35	28	80	75	86	92
	KL	0.850	0.950	10	35	28				
Jern, mg/l Fe	IJ	0.665	0.760	15	47	42	89	83	78	84
	KL	1.71	1.52	10	47	42				
Kadmium, mg/l Cd	IJ	0.330	0.300	10	35	31	86	90	90	90
	KL	0.054	0.048	15	35	29				
Kobber, mg/l Cu	IJ	0.540	0.630	10	43	37	85	91	91	88
	KL	1.53	1.71	10	43	36				
Krom, mg/l Cr	IJ	2.09	1.90	10	40	30	81	76	85	80
	KL	0.342	0.304	15	40	35				
Mangan, mg/l Mn	IJ	3.08	2.80	10	42	36	87	92	85	88
	KL	0.504	0.448	10	42	37				
Nikkel, mg/l Ni	IJ	0.595	0.680	15	41	36	85	82	93	91
	KL	1.53	1.36	10	41	34				
Sink, mg/l Zn	IJ	0.490	0.560	10	42	35	85	87	81	86
	KL	1.26	1.12	10	42	36				
Totalt					1539	1267	82	83	[84]	83

* Akseptansegrenser (se side 7) gjelder ringtest 0022

3. Resultater

Alle analyseresultatene ved ringtest 0022 er fremstilt grafisk i figur 1-32. Det enkelte laboratorium representeres her med et punkt merket med tilhørende identitetsnummer. Dersom avviket overskriver det dobbelte av feilgrensen, vil punktet ofte ikke komme med i diagrammet.

Et statistisk sammendrag av resultatene fra ringtesten, sortert på analysevariabel og prøvepar, finnes i tabell 2. Gjennom en oppsplitting av materialet fremkommer også resultatene for hver metode.

Tabell B1 inneholder en oversikt over de metodene som ble brukt ved ringtesten. I tabell B4 er NIVAs kontrollresultater gjengitt. Deltagernes resultater etter stigende identitetsnummer er listet i tabell C1, mens statistisk materiale for hver variabel er oppført i tabell C2.

3.1 pH

Med unntak av to laboratorier oppga samtlige deltagerne at de målte pH i henhold til NS 4720, 2. utg. Resultatene er illustrert i figur 1-2.

Andelen akseptable verdier, 89%, er på samme nivå som ved den foregående ringtesten. For prøvepar AB har en rekke av deltakerne rapportert systematisk for lave verdier. I dette prøveparet lå pH i området 7,9-8,3. Svært mange laboratorier har oppgitt at de kalibrerer pH-meteret i området pH 4-7. Målingen av prøvepar AB er således utenfor det kalibrerte området. En slik uheldig praksis ble registrert også ved de to foregående ringtestene, 9920 og 9921. Standarden anbefaler å innstille instrumentet mot to bufre med pH-verdier på hver side av prøvens pH og nær denne, hvilket gjør at det er nødvendig med minst tre bufre for å kunne dekke måleområdet 4–10. For prøvepar CD, hvor pH ligger innenfor området 4-7, er resultatene langt bedre.

3.2 Suspendert tørrstoff og gløderest

De aller fleste deltagere bestemte suspendert stoff ifølge NS 4733, men syv av dem filtrerte prøvene i Büchnertrakt istedenfor den anbefalte filtreroppsats. Ett laboratorium brukte en annen typer filter enn det som er fastsatt i standarden og ett anvendte en uspesifisert metode. Tre deltagere utførte tørrstoffbestemmelsen etter NS-EN 872. Resultatene er fremstilt i figur 3-4 (tørrstoff) og figur 5-6 (gløderest).

Totalt sett er resultatene for tørrstoff tilfredsstillende og på samme nivå som prestasjonene ved tidligere ringtester. I begge prøveparene var spredningsbildet preget av systematiske feil, men også tilfeldige feil er fremtredende for prøveparet med lavest tørrstoffinnhold (fig. 3 og 4).

Resultatene for suspendert gløderest er preget av systematiske feil. Spesielt prøveparet med lavest stoffkonsentrasjon har mange betydelige avvik, og bare omkring halvparten av resultatene er tilfredsstillende. Noe av grunnen til avvikene kan være for lave filtreringsvolum. Filtreringsvolum på 50 ml gir stor usikkerhet når konsentrasjonene blir lave.

3.3 Kjemisk oksygenforbruk, COD_{Cr}

Kjemisk oksygenforbruk, COD_{Cr}, bestemmes ved oksidasjon med dikromat. Fremgangsmåten er rent empirisk og oksidasjonsbetingelsene er nøyne fastlagt i NS 4848, som ble fulgt av omkring halvparten av deltagerne. De øvrige brukte enklere "rørmetoder" basert på oksidasjon av prøvene i ampuller som

er tilslatt reagensene på forhånd. Etter Norsk Standard finnes det aktuelle oksygenforbruk ved titrering, mens rørmetodene har fotometrisk sluttbestemmelse. Resultatene er presentert i figur 7-8.

For begge prøveparene var resultatene bra, med hhv. 86% og 85% akseptable resultater. Prøveparet med lavest innhold av organisk stoff, GH, viste det største spredningsbildet. Avvikene synes å være uavhengig av metoden som er benyttet.

3.4 Totalt organisk karbon

Blant 28 deltagere som målte totalt organisk karbon fulgte 13 gjeldende standard, NS-EN 1484, og 11 den tidligere standard, NS-ISO 8245. Fire laboratorier har ikke oppgitt hvilken metode som følges. Av anvendte instrumenter er 17 basert på katalytisk forbrenning (Dohrmann DC-190, Shimadzu 500 og 5000, Astro 2100, Elementar highTOC, Skalar Formacs) og de øvrige på kombinert peroksdisulfat/UV-oksidasjon (Astro 2001, Dohrmann Phoenix 8000, Scalar CA20). Resultatene er gjengitt i figur 9-10

Andel akseptable verdier ligger høyere enn ved foregående ringtest. Den overveiende del av analysene er utført med fire instrumenttyper. Blant disse er det rapportert 92% akseptable resultater ved bruk av Astro 2001, mot 83 % for Shimadzu 5000 og 75 % for Dohrmann DC-190 og Astro 2100.

3.5 Totalfosfor

I alt 22 av 50 deltagere bestemte totalfosfor manuelt ifølge NS 4725, 3. utg., 2 fulgte NS-EN 1189, mens 13 anvendte autoanalysator eller FIA. Alle disse oksiderte prøvene med peroksdisulfat i surt miljø før selve analysen, som beskrevet i standarden. Ellevi deltagere foretok forenklet, fotometrisk analyse med måleutstyr fra WTW, Dr. Lange eller Hach. To laboratorier brukte plasmaeksitert atomemisjon (ICP/AES). Resultatene er presentert i figur 11-12.

Det er en del spredning i analyseresultatene og andelen akseptable verdier, 75%, er lavere enn ved de to foregående ringtestene. Ved de laboratoriene som utførte analysen etter Norsk Standard er resultatene tildels svært avvikende, spesielt for prøveparet med lavest stoffkonsentrasjon. Hele 9 av laboratoriene som har benyttet Norsk Standard har uakseptable resultater for ett eller begge prøvepar. Laboratorier som har brukt automatiserte metoder (FIA eller autoanalysator) har gjennomgående bedre kvalitet på sine resultater, med ca. 88% akseptable resultater. På den annen side har begge deltagere som bestemte fosfor med ICP/AES og syyv (av ellevi) som benyttet enkle målemetoder fått uakseptable resultater for minst ett prøvepar.

3.6 Totalnitrogen

Alle deltagerne unntatt tre startet nitrogenbestemmelsen ved å oksidere prøvene med peroksdisulfat i basisk oppløsning, som omtalt i NS 4743. Ved den etterfølgende analyse ble det brukt automatiserte metoder (autoanalysator, FIA); bare to deltagere gjennomførte manuell reduksjon og måling i henhold til standarden. Ett laboratorium bestemte Kjeldahl-nitrogen etter reduksjon med Devardas legering og fire laboratorier benyttet forenklede, fotometriske metoder med måleutstyr av fabrikat Dr. Lange eller Hach. Resultatene er illustrert i figur 13-14.

Sett i forhold til foregående ringtest er prestasjonene noe lavere ved denne ringtesten, med 68% akseptable resultater. Spredningsbildet for prøveparet med minst nitrogeninnhold, GH, er dominert av tilfeldige feil, mens resultatene for EF er påvirket av systematiske avvik. Hos deltagere som anvendte autoanalysator eller FIA ligger 78% av verdiene innenfor akseptansegrensen. Bare ett av fire

laboratorier som gjorde bruk av forenklede målemetoder har fått akseptable resultater for begge prøvepar.

3.7 Metaller

Anvendelse av plasmaeksistert atomemisjon, ICP/AES, er en mer og mer brukt teknikk, og under ringtest 0022 ble omlag 39% av metallbestemmelsene utført med denne teknikken. Atomabsorpsjon i flamme sto fortsatt for 56% av analysene, som med få unntak foregikk etter gjeldende standard (NS 4773, 2. utg.). Tidligere utgitte standarder var fortsatt i bruk hos to deltagere og tre fulgte egne metoder. ICP/MS ble benyttet av ett laboratorium. Ni laboratorier bestemte ett eller flere av elementene aluminium, jern, kobber og mangan med ulike fotometriske metoder. Resultatene er fremstilt i figur 15-32.

Andelen akseptable resultater bestemt med ICP/AES ligger noe lavere enn resultatene fra foregående ringtester. Andelen akseptable resultater med denne teknikken var på 83 % ved denne ringtesten. Hos 8 av 15 laboratorier ligger resultatene for samtlige elementer innenfor akseptansegrensen. Til sammenligning har deltagere som benyttet atomabsorpsjon i flamme oppnådd 86 % akseptable verdier ved ringtesten.

3.7.1 Aluminium

Hos aluminium (figur 15-16) er det en viss tilbakegang i resultatene i forhold til ringtest 9921. Resultatene er metodeavhengige og kvalitetsmessig ikke på nivå med øvrige metaller. Atomabsorpsjon med måling i grafittovn, ICP/AES og ICP/MS viser de beste resultatene med hhv. 75%, 75% og 100 % akseptable resultater.

3.7.2 Bly

For bly (figur 17-18) er det en markert bedring i resultatene i ringtest 0022 i forhold til ringtest 9921. Resultatene i ringtest 0022 er allikevel lavere enn ved tidligere ringtester. Det er en overvekt av uakseptable resultater blant de som har bestemt bly med flamme (78% akseptable resultater) i forhold til de som har benyttet ICP/AES (82% akseptable resultater).

3.7.3 Jern

Ved bestemmelse av jern (figur 19-20) har laboratoriene prestasjoner variert betydelig fra ringtest til ringtest. I ringtest 0022 ligger resultatene på et høyt nivå med 89% akseptable resultater. De avvikene som er, er tildels systematisk grove, og synes å være uavhengig av den teknikken som er benyttet.

3.7.4 Kadmium

Spredningsbildet for kadmium (figur 21-22), er ulikt for de to prøveparene. For prøveparet med høyest konsentrasjon (IJ) er spredningen dominert av systematiske avvik, mens det for det andre prøveparet er et større innslag av tilfeldige feil. Antall akseptable resultater ligger litt under det som har vært registrert ved de sene ringtestene (tabell 1). Bestemmelse etter gjeldende standard gir et meget bra resultat med 94 % akseptable resultater.

3.7.5 Kobber

For kobber (figur 23-24) er det en nedgang i antall akseptable resultater i forhold til de tre foregående ringtestene (tabell 1). For begge prøveparene er de fleste uakseptable resultatene for lave og feilen er systematisk. Resultatene synes å være uavhengige av den teknikken som er benyttet.

3.7.6 Krom

Andelen akseptable resultater for krom (figur 25-26) ligger på samme nivå som ved tidligere ringtester, dog noe høyere enn ved den foregående ringtesten. Ved ringtest 0022 er det relativt mange uakseptable resultater blant de laboratoriene som har benyttet ICP/AES (80% akseptable verdier). Andelen laboratorier med akseptable resultater blant de som har benyttet lystgass/luft er betydelig bedret i forhold til foregående ringtest (80% ved denne ringtesten sammenlignet med 71% ved ringtest 9921).

3.7.7 Mangan

Resultatene for mangan (figur 27-28) er bra for begge prøveparene, men med en viss påvirkning av systematiske feil i begge konsentrasjonsområdene. Bestemmelse med ICP/AES gir gjennomgående flere avvikende resultater (82% akseptable) enn bestemmelse med AAS/flamme etter gjeldende standard (95 % akseptable).

3.7.8 Nikkel

Resultatene for nikkel (figur 29-30) er av jevnt god kvalitet, og noe bedre enn ved ringtest 9921. Med noen få unntak er presisjon og nøyaktighet meget bra. Det er liten forskjell i spredningsbildet for de ulike teknikkene som er benyttet.

3.7.9 Sink

For sink (figur 31-32) er det også gjennomgående bra resultatene, men systematisk avvikende resultater forekommer ved enkelte laboratorier, for begge prøvepar. De ulike metodene som er benyttet gir likeverdig prosentvis akseptable resultater.

Tabell 2. Statistisk sammendrag

Analysevariable og metoder	Pr- par	Sann verdi		Antall lab. lalt U		Median		Middel/Std.avv.	Middel/Std.avv.	Rel. std.avv., %		Relativ feil, %	
		Pr. 1	Pr. 2	lalt	U	Pr. 1	Pr. 2	Prøve 1	Prøve 2	Pr. 1	Pr. 2	Pr. 1	Pr. 2
pH NS 4720, 2. utg. Annen metode	AB	7.96	8.32	102	3	7.96	8.32	7.94	0.09	8.30	0.09	1.1	1.0
100		100	3	7.96	8.32	7.94	0.09	8.30	0.09	1.1	1.1	-0.2	-0.3
2	CD	0				7.97		8.32		0.1		-0.3	-0.3
pH NS 4720, 2. utg. Annen metode		6.32	6.07	102	4	6.32	6.07	6.32	0.05	6.07	0.05	0.7	0.7
100		100	4	6.32	6.07	6.32	0.05	6.07	0.05	0.7	0.8	-0.1	-0.1
2		0				6.28		6.04		-0.6		-0.6	-0.6
Susp. stoff, tørrst., mg/l NS 4733, 2. utg. NS, Büchnertrakt NS-EN 872 Annen metode	AB	95	86	84	4	94	82	94	6	82	5	6.1	6.5
73		73	4	94	81	94	6	82	5	6.2	6.0	-0.8	-4.2
7	CD	0		95	82	98	5	83	6	5.3	7.5	-1.4	-4.7
3		0		96	85	96	1	84	2	1.0	2.5	3.0	-3.5
1		0				104		100		9.5		1.1	-1.9
Susp. stoff, tørrst., mg/l NS 4733, 2. utg. NS, Büchnertrakt NS-EN 872 Annen metode		475	551	84	5	473	555	474	21	553	25	4.4	4.6
73		73	4	473	555	474	20	551	24	4.3	4.4	-0.2	0.3
7		0		480	562	472	29	563	35	6.1	6.2	-0.2	0.0
3		0		467	552	474	15	562	27	3.1	4.9	-0.6	2.1
1		1				504		98		6.1		-82.2	
Susp. stoff, gl.rest, mg/l NS 4733, 2. utg. NS, Büchnertrakt Annen metode	AB	42	37	47	3	37	33	37	5	33	6	13.6	17.9
44		44	3	37	33	36	5	32	6	13.1	17.3	-12.3	-11.9
2	CD	0				42		39		0.0		-13.5	-13.4
1		0				47		45		11.9		4.1	21.6
Susp. stoff, gl.rest, mg/l NS 4733, 2. utg. NS, Büchnertrakt Annen metode	CD	208	241	47	2	213	245	215	18	249	23	8.4	9.4
44		44	2	212	245	214	18	247	23	8.4	9.5	3.4	3.2
2		0				224		266		7.7		2.8	2.7
1		0				247		267		18.8		10.2	10.8
Kjem. oks.forbr., mg/l O NS 4748, 2. utg. Rørmetode/fotometri	EF	585	648	72	4	567	635	569	23	637	27	4.0	4.3
36		36	2	563	629	562	21	627	25	3.8	3.9	-2.7	-1.7
36	GH	2		581	651	577	22	647	26	3.8	4.0	-4.0	-3.2
Kjem. oks.forbr., mg/l O NS 4748, 2. utg. Rørmetode/fotometri		171	185	71	4	171	183	170	13	184	13	7.7	7.0
36		2		169	182	169	11	183	14	6.7	7.5	-0.3	-0.8
35		2		172	184	172	15	184	12	8.6	6.7	-1.0	-1.2
Tot. org. karbon, mg/l C Astro 2001 Dohrmann DC-190 Shimadzu 5000 Astro 2100 Elementar highTOC Phoenix 8000 Shimadzu 500 Skalar CA20 Skalar Formacs	EF	232	257	27	2	232	260	232	9	259	11	4.0	4.3
6		0		230	259	228	6	257	6	2.7	2.4	-0.4	-0.1
6	GH	1		233	262	234	8	260	7	3.4	2.7	0.9	1.2
6		0		239	266	240	8	268	8	3.3	2.9	3.5	4.2
4		0		236	264	231	15	254	22	6.6	8.7	-1.3	-1.2
1		0				224		247		-3.4		-3.9	
1		0				230		260		0.0		-0.9	1.2
1		0				223		124		-3.9		-51.8	
1		1				224		253		-3.4		-3.4	-1.6
1		0				230		253		-0.9		-0.9	-1.6
Tot. org. karbon, mg/l C Astro 2001 Dohrmann DC-190 Shimadzu 5000 Astro 2100 Elementar highTOC Phoenix 8000 Shimadzu 500 Skalar CA20 Skalar Formacs	GH	67.7	73.3	28	0	70.3	74.5	69.4	3.8	74.6	3.8	5.4	5.1
7		0		71.0	73.7	69.3	4.2	74.1	2.6	6.0	3.6	2.5	1.7
6		0		70.3	76.1	70.7	2.8	77.7	4.0	3.9	5.2	2.4	1.1
6		0		70.6	76.1	70.9	2.2	74.9	3.0	3.1	4.0	4.8	5.9
4		0		70.5	74.0	68.0	6.2	72.2	5.3	9.1	7.4	0.4	-1.5
1		0				66.0		71.4		-2.5		-2.6	
1		0				68.0		75.0		0.4		0.4	2.3
1		0				64.0		69.0		-5.5		-5.5	-5.9
1		0				66.0		71.5		-2.5		-2.5	-2.5
1		0				73.0		78.0		7.8		6.4	

U = Resultatpar som er utelatt ved den statistiske behandlingen

Tabell 2. (forts.)

Analysevariable og metoder	Pr- par	Sann verdi		Antall lab. Ialt U		Median Pr. 1 Pr. 2		Middel/Std.avv. Prøve 1		Middel/Std.avv. Prøve 2		Rel. std.avv., % Pr. 1 Pr. 2		Relativ feil, % Pr. 1 Pr. 2	
		Pr. 1	Pr. 2	Ialt	U	Pr. 1	Pr. 2	Prøve 1	Prøve 2	Pr. 1	Pr. 2	Pr. 1	Pr. 2	Pr. 1	Pr. 2
Totalfosfor, mg/l P NS 4725, 3. utg.	EF	2.52	2.24	49	3	2.53	2.25	2.53	0.10	2.25	0.11	4.0	4.8	0.3	0.6
Enkel fotometri				22	2	2.51	2.23	2.51	0.09	2.24	0.11	3.6	4.8	-0.6	0.0
Autoanalysator				11	1	2.56	2.26	2.56	0.16	2.28	0.16	6.3	7.1	1.6	1.8
FIA/SnCl ₂				7	0	2.51	2.26	2.51	0.06	2.25	0.06	2.3	2.7	-0.4	0.5
NS-EN 1189				6	0	2.56	2.27	2.56	0.08	2.25	0.08	3.3	3.7	1.4	0.6
ICP/AES				2	0			2.54		2.21				0.6	-1.3
Totalfosfor, mg/l P NS 4725, 3. utg.				1	0			2.56		2.29				1.6	2.2
Totalfosfor, mg/l P NS 4725, 3. utg.	GH	0.560	0.700	50	5	0.562	0.703	0.576	0.049	0.715	0.039	8.6	5.4	2.9	2.1
Enkel fotometri				22	2	0.560	0.702	0.573	0.039	0.716	0.043	6.8	6.0	2.3	2.2
Autoanalysator				11	2	0.580	0.710	0.607	0.081	0.725	0.044	13.3	6.0	8.4	3.6
FIA/SnCl ₂				7	0	0.560	0.700	0.565	0.027	0.706	0.018	4.8	2.6	0.9	0.9
ICP/AES				6	0	0.557	0.709	0.566	0.029	0.711	0.039	5.2	5.5	1.0	1.6
NS-EN 1189				2	1			0.600		0.755				7.1	7.9
Totalnitrogen, mg/l N FIA				2	0			0.529		0.681				-5.5	-2.8
Totalnitrogen, mg/l N FIA	EF	18.6	16.5	30	1	18.8	16.5	18.6	1.7	16.5	1.5	9.2	9.3	0.3	-0.3
Autoanalysator				13	0	19.2	16.6	19.4	1.5	16.7	1.0	7.9	5.7	4.1	1.5
Enkel fotometri				10	1	18.3	16.5	18.5	0.8	16.8	1.6	4.5	9.3	-0.5	2.0
NS 4743, 2. utg.				4	0	18.3	16.1	18.1	2.3	16.2	2.1	12.6	13.0	-2.6	-1.8
Kjeldahl/Devarda				2	0			17.9		15.2				-3.8	-8.2
Kjeldahl/Devarda				1	0			14.3		12.9				-23.1	-21.8
Totalnitrogen, mg/l N FIA				30	2	4.22	5.16	4.34	0.64	5.09	0.61	14.7	11.9	5.1	-1.4
Autoanalysator	GH	4.13	5.16	13	1	4.24	5.28	4.41	0.47	5.26	0.29	10.7	5.5	6.7	2.0
Enkel fotometri				10	0	4.22	5.06	4.39	0.67	4.93	0.59	15.2	12.0	6.4	-4.4
NS 4743, 2. utg.				4	1	4.49	5.42	4.36	1.21	5.45	1.27	27.6	23.3	5.6	5.7
Kjeldahl/Devarda				2	0			4.08		4.82				-1.3	-6.7
Kjeldahl/Devarda				1	0			3.50		3.99				-15.3	-22.7
Aluminium, mg/l Al ICP/AES	IJ	0.660	0.770	33	4	0.652	0.761	0.646	0.045	0.754	0.051	7.0	6.7	-2.1	-2.0
AAS, NS 4773, 2. utg.				14	0	0.657	0.763	0.653	0.048	0.765	0.052	7.4	6.8	-1.1	-0.6
AAS, NS 4781				6	1	0.650	0.744	0.631	0.047	0.727	0.041	7.5	5.6	-4.4	-5.6
NS 4799				4	0	0.626	0.705	0.628	0.025	0.715	0.039	4.0	5.4	-4.9	-7.1
AAS, flamme, annen				4	2			0.680		0.823				3.0	6.8
Enkel fotometri				2	0			0.611		0.729				-7.4	-5.4
FIA				1	1			0.179		0.215				-72.9	-72.1
ICP/MS				1	0			0.660		0.776				0.0	0.8
Aluminium, mg/l Al ICP/AES	KL	1.87	2.09	33	2	1.85	2.06	1.84	0.14	2.05	0.15	7.5	7.2	-1.5	-2.0
AAS, NS 4773, 2. utg.				14	0	1.86	2.08	1.84	0.12	2.05	0.13	6.5	6.1	-1.6	-1.7
AAS, NS 4781				6	0	1.83	2.05	1.80	0.18	2.02	0.22	10.2	11.0	-3.7	-3.5
NS 4799				4	0	1.92	2.06	1.85	0.15	2.01	0.15	8.1	7.6	-0.9	-4.1
AAS, flamme, annen				2	0	1.80	2.06	1.84	0.10	2.08	0.09	5.5	4.4	-1.4	-0.5
Enkel fotometri				1	1			0.21		0.20				-7.0	-7.2
FIA				1	0			2.13		2.23				-88.6	-90.4
ICP/MS				1	0			1.96		2.26				13.9	6.7
Bly, mg/l Pb AAS, NS 4773, 2. utg.	IJ	0.300	0.350	35	1	0.300	0.349	0.299	0.030	0.350	0.039	10.0	11.2	-0.3	-0.1
ICP/AES				17	0	0.295	0.340	0.294	0.036	0.343	0.045	12.1	13.2	-2.0	-2.1
AAS, flamme, annen				14	1	0.300	0.350	0.301	0.016	0.348	0.013	5.4	3.9	0.3	-0.5
ICP/MS				3	0	0.317	0.426	0.319	0.047	0.392	0.069	14.6	17.5	6.2	12.0
Bly, mg/l Pb AAS, NS 4773, 2. utg.				1	0			0.309		0.358				3.0	2.3
ICP/AES	KL	0.850	0.950	35	3	0.850	0.943	0.848	0.039	0.946	0.042	4.7	4.4	-0.2	-0.5
AAS, NS 4773, 2. utg.				17	0	0.850	0.940	0.845	0.034	0.943	0.042	4.0	4.4	-0.6	-0.8
AAS, flamme, annen				14	2	0.853	0.949	0.849	0.047	0.942	0.039	5.5	4.1	-0.1	-0.8
ICP/MS				3	1			0.867		0.981				2.0	3.2
Bly, mg/l Pb AAS, NS 4773, 2. utg.				1	0			0.873		0.970				2.7	2.1

U = Resultatpar som er utelatt ved den statistiske behandlingen

Tabell 2. (forts.)

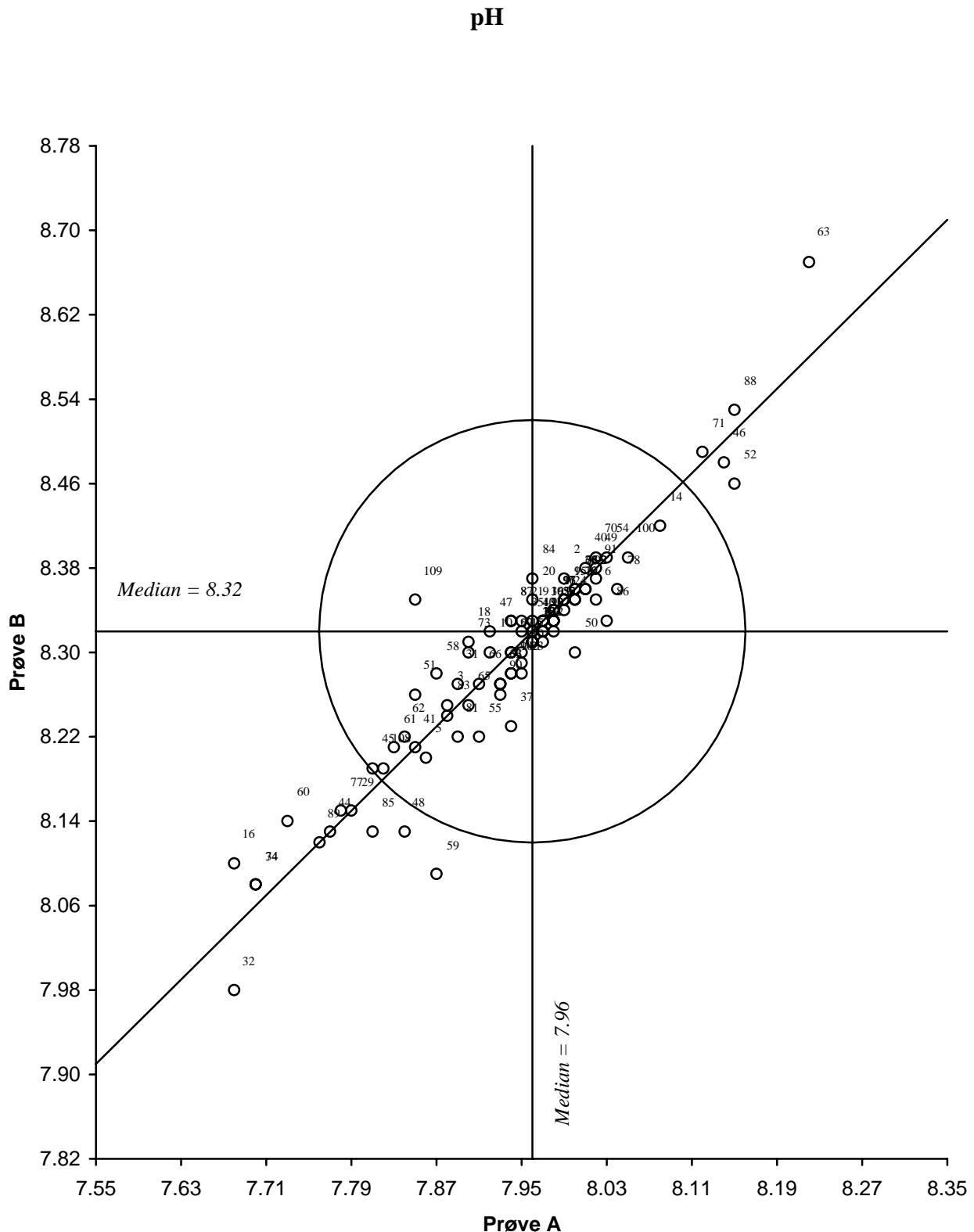
Analysevariable og metoder	Pr- par	Sann verdi		Antall lab. Ialt U		Median		Middel/Std.avv.	Middel/Std.avv.	Rel. std.avv., %		Relativ feil, %		
		Pr. 1	Pr. 2	Ialt	U	Pr. 1	Pr. 2	Prøve 1	Prøve 2	Pr. 1	Pr. 2	Pr. 1	Pr. 2	
Jern, mg/l Fe AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES	IJ	0.665 0.760	47	1	0.670	0.767	0.672	0.035	0.766	0.033	5.2	4.3	1.1	0.8
AAS, flamme, annen NS 4741			26	0	0.670	0.770	0.682	0.031	0.774	0.033	4.5	4.2	2.5	1.9
AAS, NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS			14	1	0.670	0.766	0.660	0.030	0.758	0.027	4.6	3.6	-0.8	-0.3
AAS, flamme, annen NS 4741			2	0			0.642		0.738				-3.5	-2.9
AAS, NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS			2	0			0.677		0.761				1.8	0.1
Jern, mg/l Fe AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES	KL	1.71 1.52	1	0			0.698		0.799				5.0	5.1
AAS, flamme, annen NS 4741			1	0			0.702		0.791				5.6	4.1
AAS, NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS			1	0			0.570		0.694				-14.3	-8.7
AAS, flamme, annen NS 4741			1	0			1.73	1.55	1.73	0.10	4.2	5.0	0.5	0.4
AAS, NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS			1	0			1.73	1.55	1.55	0.09	3.6	3.6	0.2	0.4
Kadmium, mg/l Cd AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES	IJ	0.330 0.300	35	1	0.331	0.301	0.330	0.014	0.301	0.012	4.3	4.1	-0.1	0.2
AAS, flamme, annen ICP/MS			17	0	0.330	0.300	0.329	0.011	0.300	0.012	3.5	3.9	-0.2	-0.1
AAS, NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS			14	0	0.337	0.306	0.330	0.019	0.302	0.014	5.7	4.8	0.1	0.8
Kadmium, mg/l Cd AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES	KL	0.054 0.048	35	1	0.054	0.048	0.054	0.003	0.048	0.004	5.9	8.1	0.0	-0.2
AAS, flamme, annen ICP/MS			17	0	0.054	0.048	0.054	0.003	0.048	0.004	6.2	7.8	0.8	0.2
AAS, NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS			14	0	0.054	0.048	0.054	0.003	0.048	0.002	5.8	4.6	-0.4	-0.7
AAS, flamme, annen ICP/MS			3	1			0.052		0.048				-4.6	0.0
Kobber, mg/l Cu AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES			1	0			0.055		0.048				1.9	0.0
AAS, flamme, annen NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS	IJ	0.540 0.630	43	0	0.538	0.625	0.533	0.022	0.622	0.025	4.2	4.0	-1.3	-1.3
AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES			23	0	0.536	0.620	0.533	0.022	0.623	0.026	4.2	4.2	-1.4	-1.1
AAS, flamme, annen NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS			14	0	0.541	0.634	0.536	0.025	0.626	0.027	4.6	4.3	-0.8	-0.7
AAS, NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS			3	0	0.525	0.610	0.532	0.032	0.601	0.016	5.9	2.6	-1.5	-4.6
AAS, NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS			1	0			0.529		0.619				-2.0	-1.7
Kobber, mg/l Cu AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES	KL	1.53 1.71	1	0			0.520		0.610				-3.7	-3.2
AAS, NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS			1	0			0.520		0.610				-3.7	-3.2
AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES			43	2	1.51	1.69	1.51	0.06	1.68	0.07	4.2	4.3	-1.4	-1.5
AAS, flamme, annen NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS			23	0	1.51	1.69	1.51	0.06	1.69	0.08	3.9	4.7	-1.2	-1.4
AAS, NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS			14	0	1.54	1.72	1.51	0.08	1.69	0.07	5.1	4.2	-1.2	-1.2
AAS, NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS	IJ	2.09 1.90	3	1			1.48		1.66				-3.2	-3.2
AAS, NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS			1	1			1.64		2.95				7.2	72.5
AAS, NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS			1	0			1.50		1.66				-2.0	-2.9
AAS, NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri ICP/MS			1	0			1.47		1.65				-3.9	-3.5
Krom, mg/l Cr AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES			40	0	2.09	1.89	2.02	0.17	1.85	0.15	8.4	8.3	-3.3	-2.9
AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES	KL	0.342 0.304	18	0	2.09	1.90	2.05	0.15	1.86	0.12	7.2	6.5	-2.0	-2.0
AAS, lystg./acetylen AAS, flamme, annen AAS, NS 4777 ICP/MS			15	0	2.08	1.89	2.02	0.17	1.85	0.15	8.2	8.4	-3.4	-2.8
AAS, NS 4777 ICP/MS			3	0	2.07	1.89	2.02	0.18	1.86	0.12	8.9	6.3	-3.3	-2.1
AAS, NS 4777 ICP/MS			2	0			1.89		1.77				-9.8	-7.1
AAS, NS 4777 ICP/MS			1	0			2.16		2.00				3.3	5.3
AAS, NS 4777 ICP/MS	IJ	2.09 1.90	1	0			1.71		1.46				-18.2	-23.2
AAS, NS 4777 ICP/MS			40	1	0.345	0.300	0.341	0.026	0.299	0.017	7.6	5.7	-0.4	-1.5
AAS, NS 4777 ICP/MS			18	0	0.350	0.301	0.345	0.028	0.300	0.018	8.0	5.8	0.8	-1.3
AAS, NS 4777 ICP/MS			15	1	0.343	0.302	0.339	0.018	0.299	0.015	5.2	5.1	-0.8	-1.5
AAS, NS 4777 ICP/MS			3	0	0.340	0.306	0.349	0.016	0.305	0.015	4.6	4.9	1.9	0.4
AAS, NS 4777 ICP/MS	KL	0.342 0.304	2	0			0.342		0.299				0.0	-1.8
AAS, NS 4777 ICP/MS			1	0			0.330		0.290				-3.5	-4.6
AAS, NS 4777 ICP/MS			1	0			0.268		0.281				-21.6	-7.6

U = Resultatpar som er utelatt ved den statistiske behandlingen

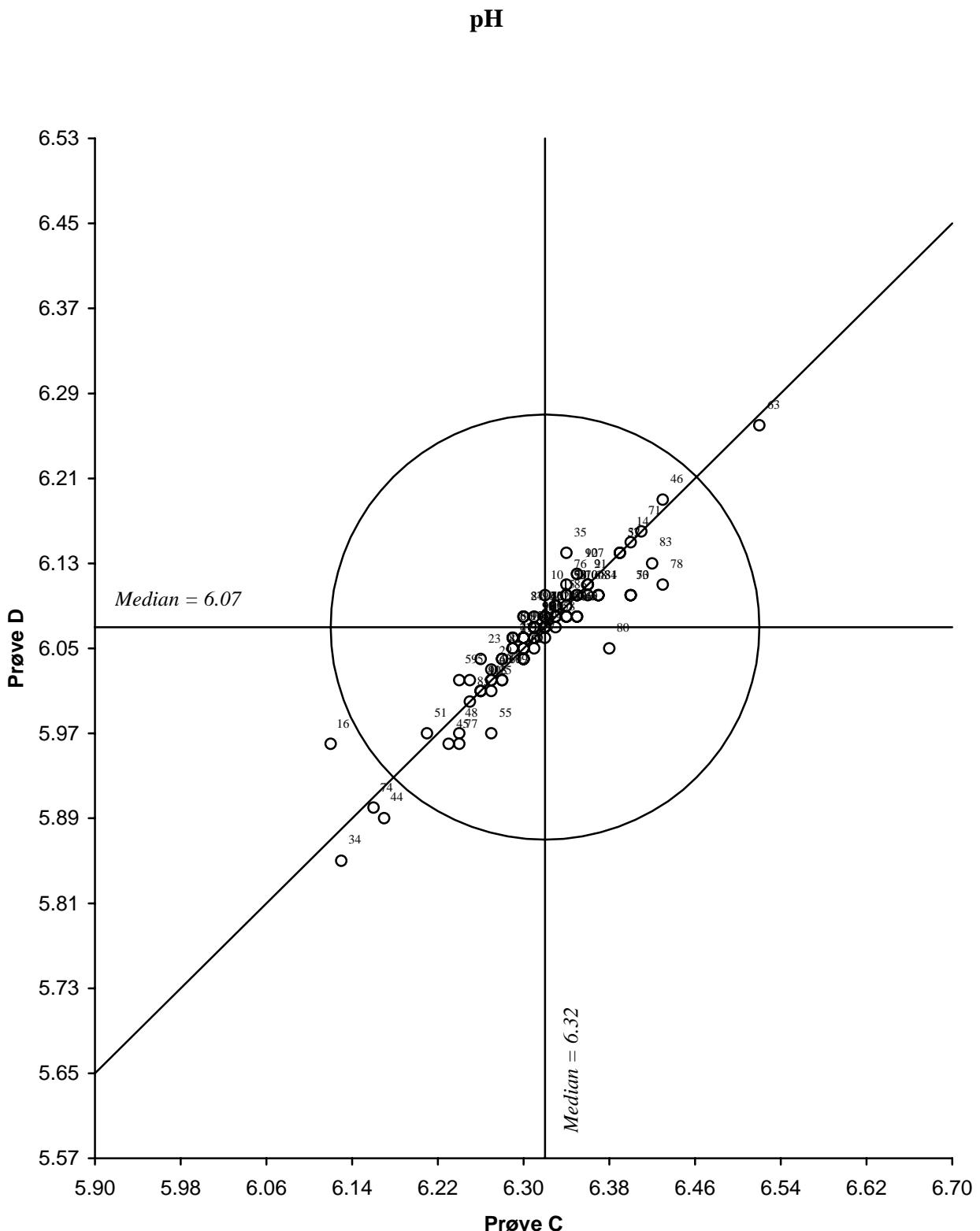
Tabell 2. (forts.)

Analysevariable og metoder	Pr.- par	Sann verdi		Antall lab.		Median		Middel/Std.avv.		Middel/Std.avv.		Rel. std.avv., %		Relativ feil, %	
		Pr. 1	Pr. 2	Ialt	U	Pr. 1	Pr. 2	Prøve 1	Prøve 2	Pr. 1	Pr. 2	Pr. 1	Pr. 2	Pr. 1	Pr. 2
Mangan, mg/l Mn AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES AAS, flamme, annen NS 4742 AAS, NS 4774 Enkel fotometri ICP/MS	IJ	3.08 2.80		42	1	3.09	2.81	3.06	0.13	2.78	0.13	4.1	4.5	-0.7	-0.6
				21	0	3.05	2.80	3.06	0.09	2.79	0.09	2.9	3.4	-0.6	-0.5
				14	0	3.14	2.84	3.08	0.15	2.80	0.16	4.8	5.7	0.0	0.1
				2	0			2.98		2.73				-3.4	-2.5
				2	0			3.17		2.83				2.8	0.9
				1	0			2.95		2.67				-4.2	-4.6
Mangan, mg/l Mn AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES AAS, flamme, annen NS 4742 AAS, NS 4774 Enkel fotometri ICP/MS	KL	0.504 0.448		42	1	0.507	0.449	0.504	0.024	0.448	0.020	4.7	4.4	0.0	-0.1
				21	0	0.500	0.442	0.503	0.025	0.446	0.021	4.9	4.6	-0.2	-0.4
				14	0	0.510	0.452	0.502	0.025	0.447	0.021	5.1	4.7	-0.4	-0.2
				2	0			0.497		0.445				-1.4	-0.8
				2	0			0.525		0.460				4.2	2.7
				1	0			0.502		0.443				-0.4	-1.1
Nikkel, mg/l Ni AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES AAS, flamme, annen AAS, NS 4773, 1. utg. ICP/MS	IJ	0.595 0.680		41	2	0.590	0.678	0.587	0.027	0.673	0.032	4.6	4.8	-1.4	-1.1
				22	2	0.594	0.678	0.591	0.022	0.676	0.032	3.7	4.8	-0.7	-0.6
				14	0	0.599	0.682	0.587	0.034	0.674	0.034	5.8	5.1	-1.3	-0.9
				3	0	0.560	0.647	0.564	0.017	0.643	0.015	3.1	2.4	-5.2	-5.4
				1	0			0.600		0.690				0.8	1.5
				1	0			0.559		0.654				-6.1	-3.8
Nikkel, mg/l Ni AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES AAS, flamme, annen AAS, NS 4773, 1. utg. ICP/MS	KL	1.53 1.36		41	1	1.53	1.36	1.51	0.07	1.34	0.06	4.6	4.7	-1.6	-1.3
				22	1	1.52	1.35	1.51	0.06	1.35	0.05	4.2	3.9	-1.2	-0.8
				14	0	1.55	1.38	1.51	0.09	1.35	0.07	5.8	5.2	-1.4	-0.6
				3	0	1.48	1.31	1.47	0.04	1.27	0.09	2.8	6.9	-4.1	-6.6
				1	0			1.53		1.35				0.0	-0.7
				1	0			1.46		1.30				-4.6	-4.4
Sink, mg/l Zn AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES AAS, flamme, annen AAS, NS 4773, 1. utg. ICP/MS	IJ	0.490 0.560		42	2	0.488	0.560	0.487	0.020	0.557	0.022	4.1	3.9	-0.7	-0.5
				22	0	0.480	0.550	0.481	0.019	0.551	0.020	4.0	3.6	-1.7	-1.6
				14	1	0.494	0.569	0.493	0.019	0.565	0.020	3.8	3.6	0.6	1.0
				3	1			0.484		0.555				-1.2	-0.9
				2	0			0.485		0.552				-1.0	-1.4
				1	0			0.532		0.610				8.6	8.9
Sink, mg/l Zn AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES AAS, flamme, annen AAS, NS 4773, 1. utg. ICP/MS	KL	1.26 1.12		42	2	1.26	1.12	1.25	0.05	1.12	0.04	4.0	3.6	-0.8	0.0
				22	0	1.24	1.10	1.24	0.05	1.11	0.04	4.0	3.3	-1.8	-0.7
				14	1	1.27	1.13	1.27	0.05	1.13	0.04	3.6	3.8	0.5	1.0
				3	1			1.25		1.12				-0.8	0.0
				2	0			1.24		1.10				-2.0	-1.8
				1	0			1.36		1.21				7.9	8.0

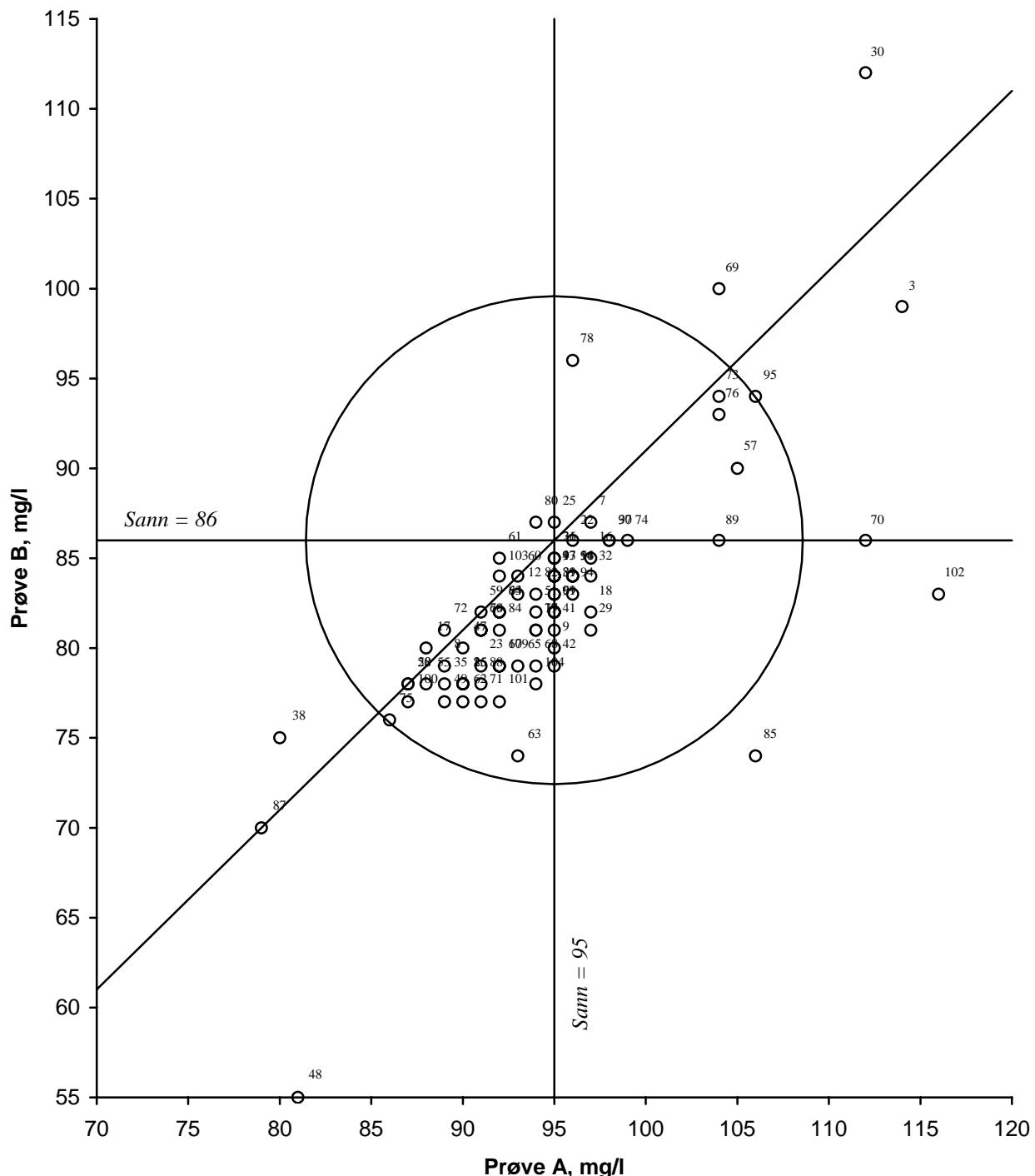
U = Resultatpar som er utelatt ved den statistiske behandlingen



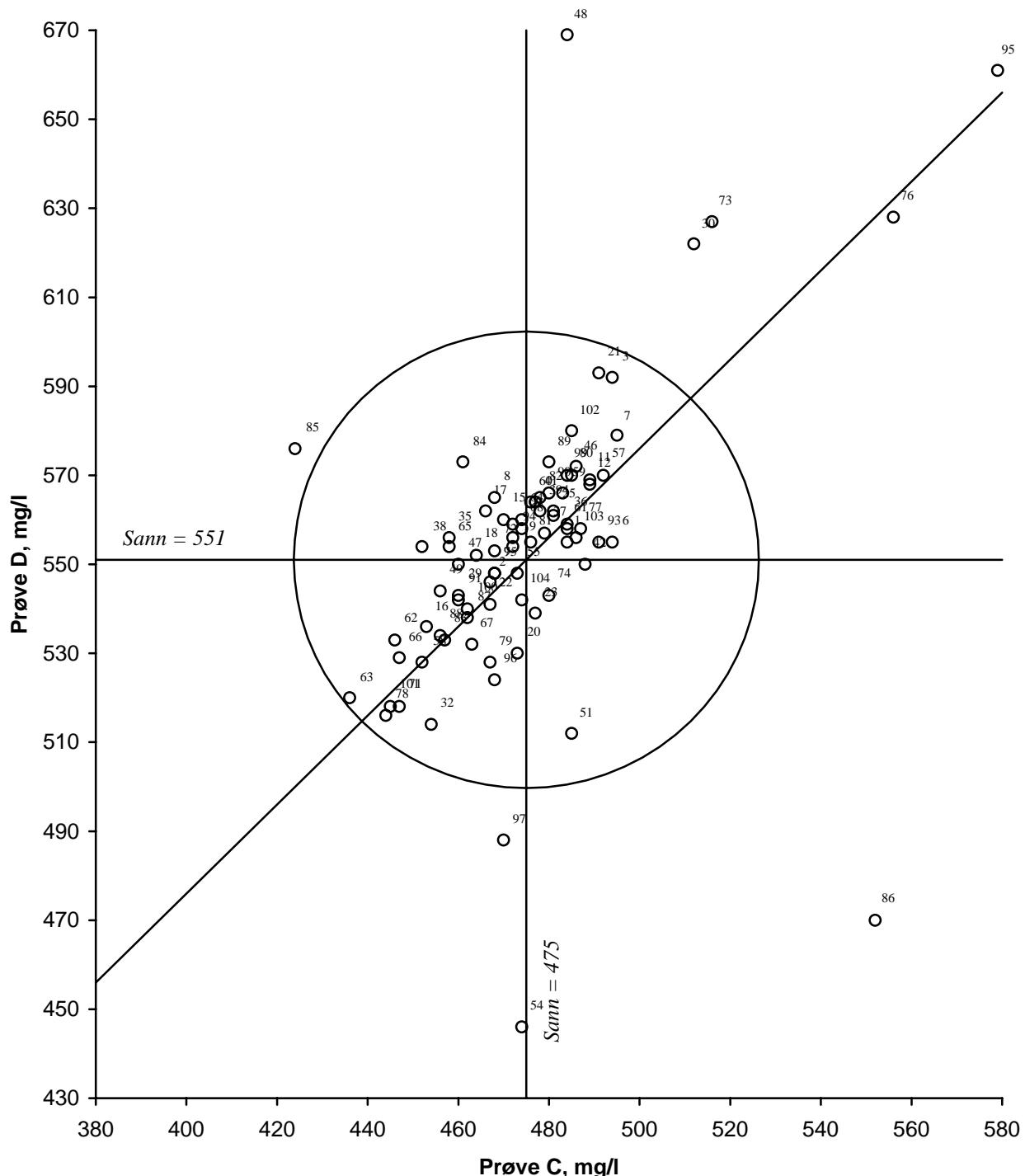
Figur 1. Youdendiagram for pH, prøvepar AB
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 0.2 pH enheter



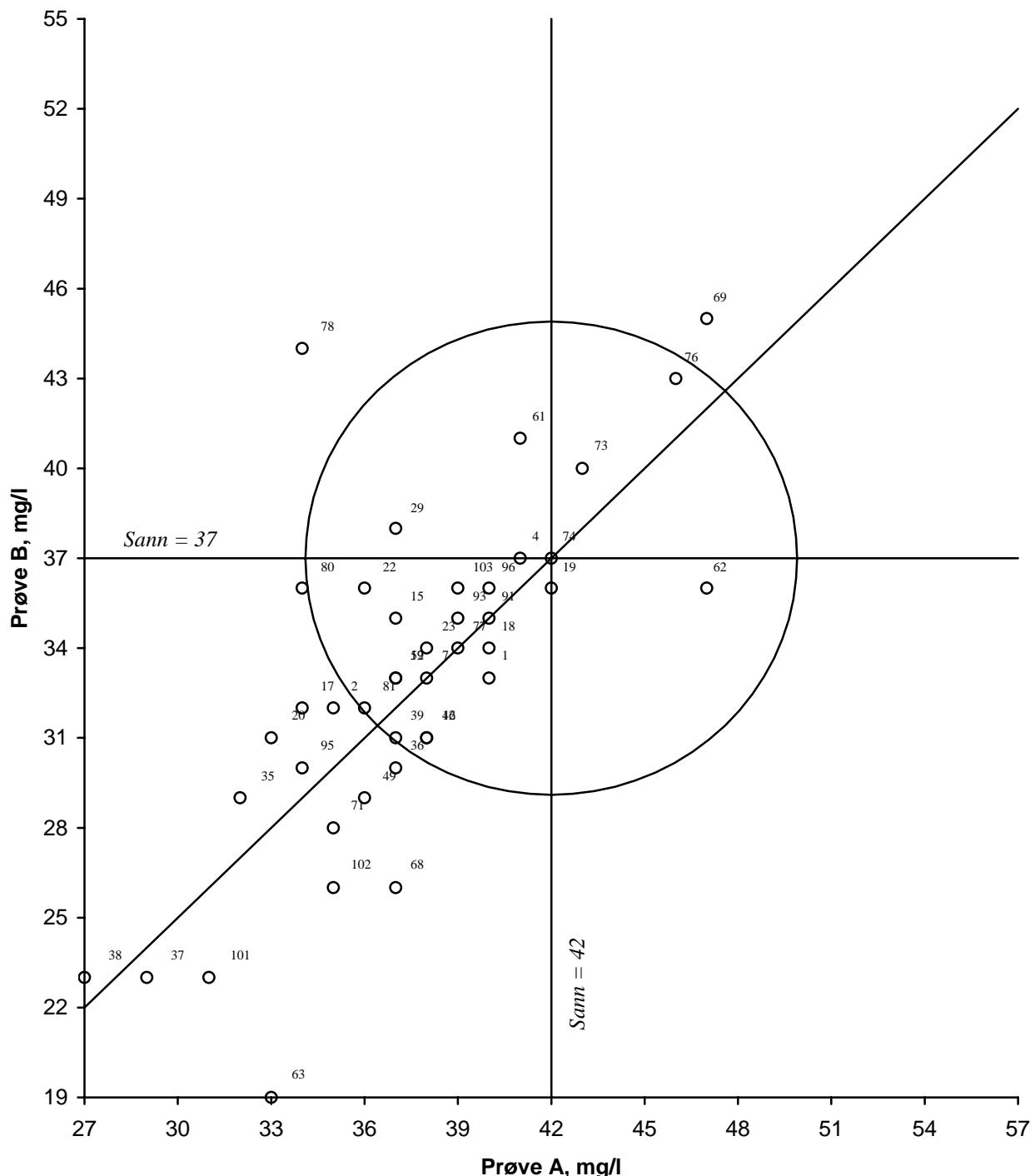
Figur 2. Youdendiagram for pH, prøvepar CD
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 0.2 pH enheter

Suspendert stoff, tørrstoff

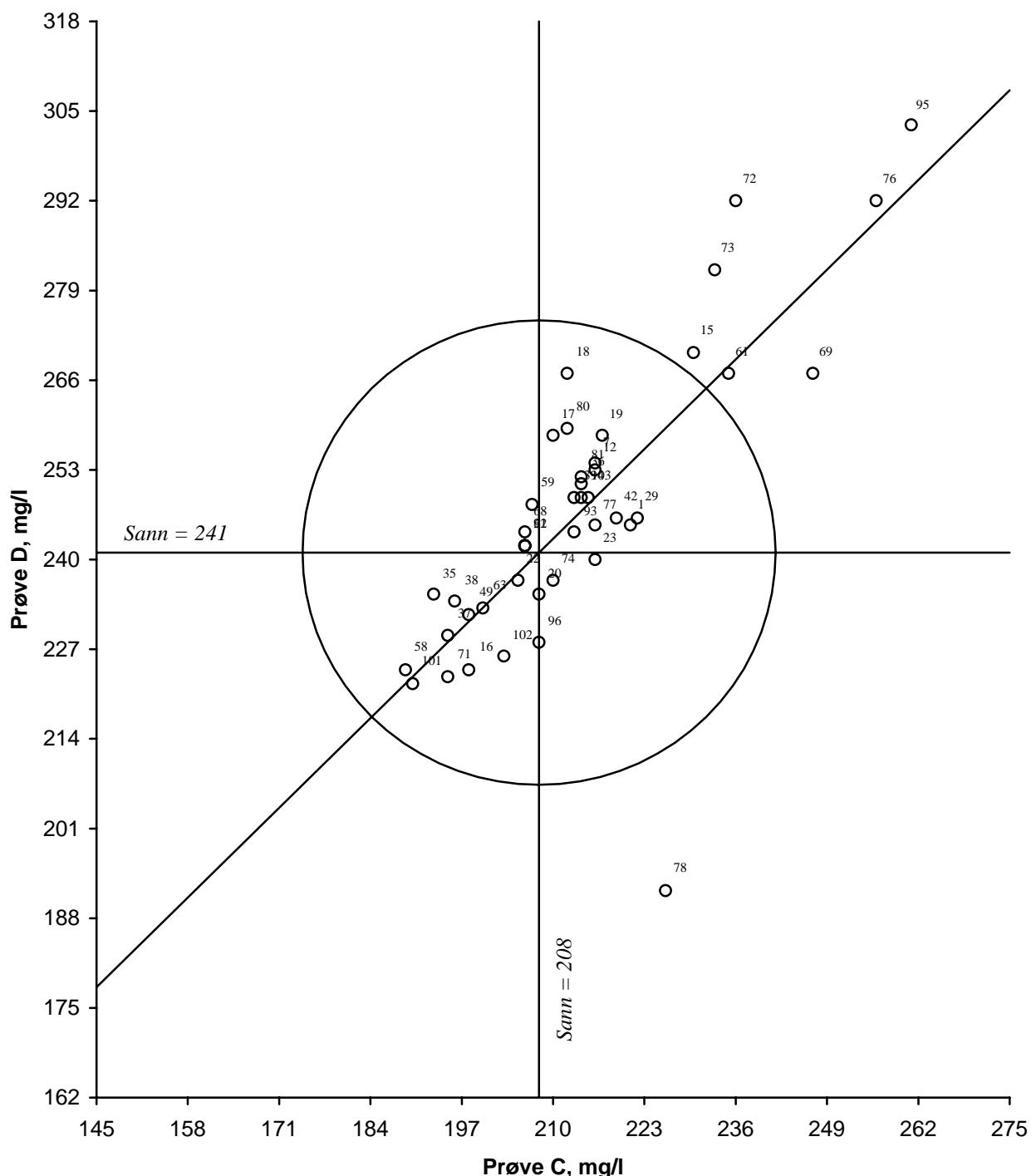
Suspendert stoff, tørrstoff



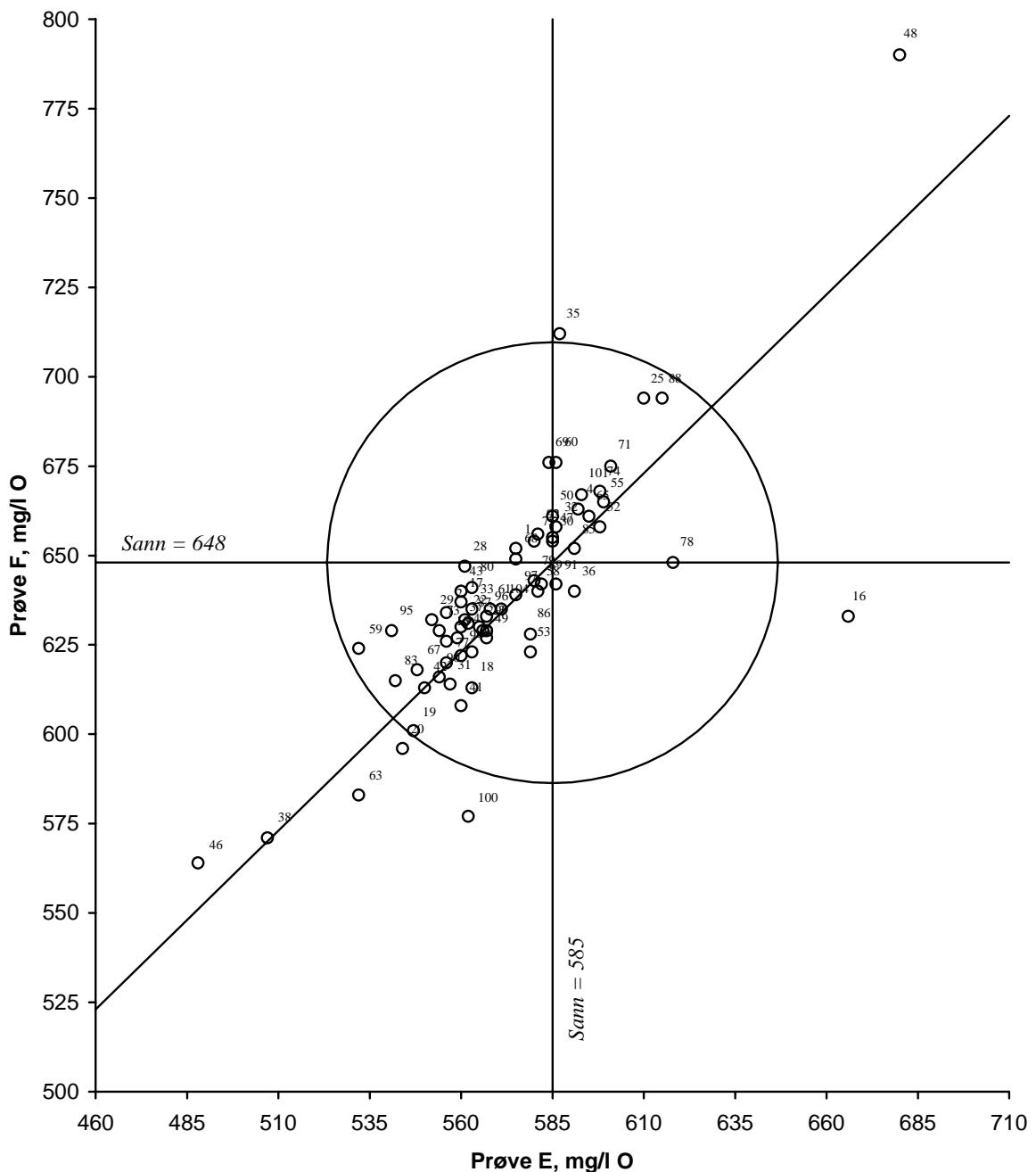
Figur 4. Youdendiagram for suspendert stoff, tørrstoff, prøvepar CD
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

Suspendert stoff, gløderest

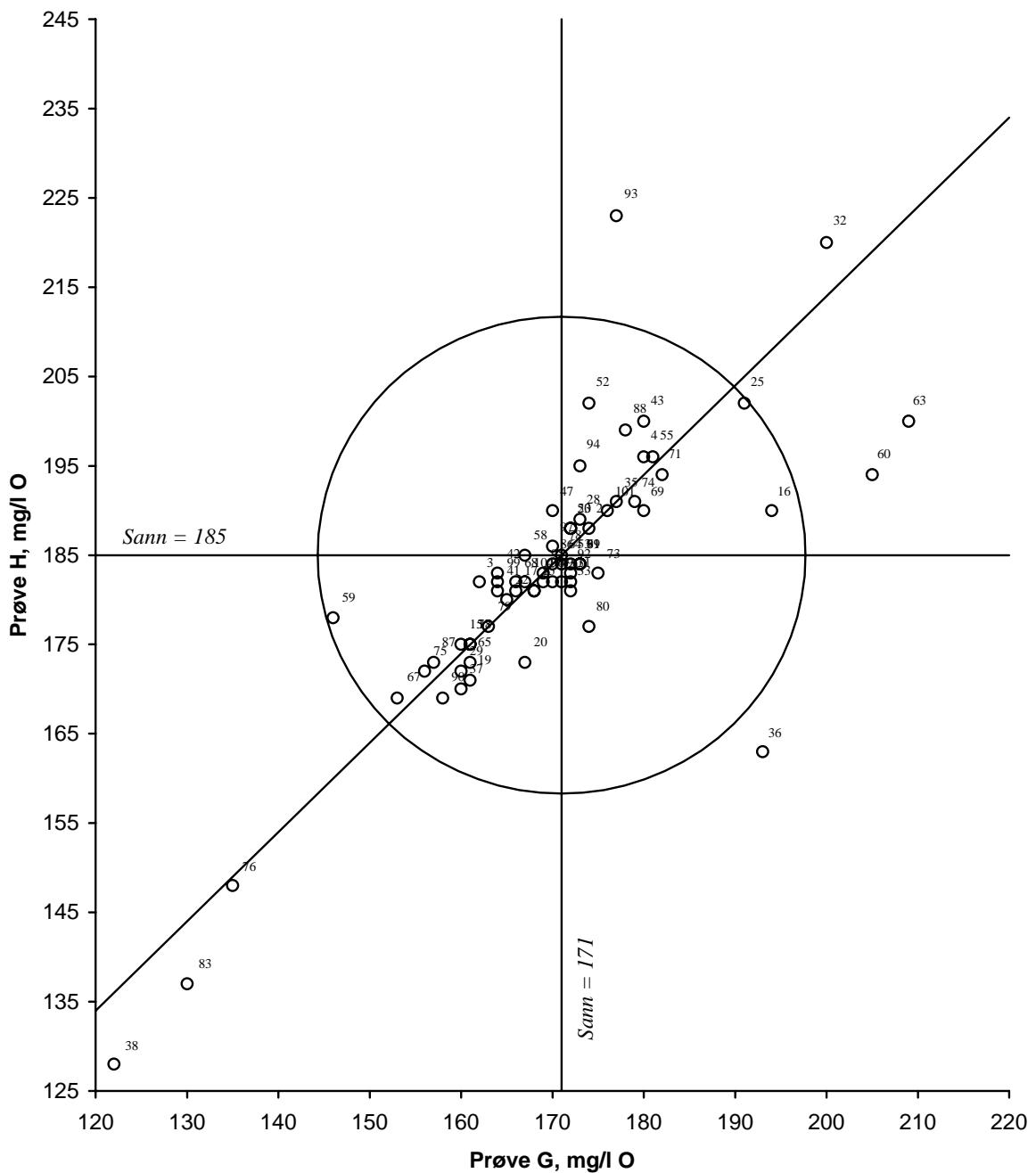
Figur 5. Youdendiagram for suspendert stoff, gløderest, prøvepar AB
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 20 %

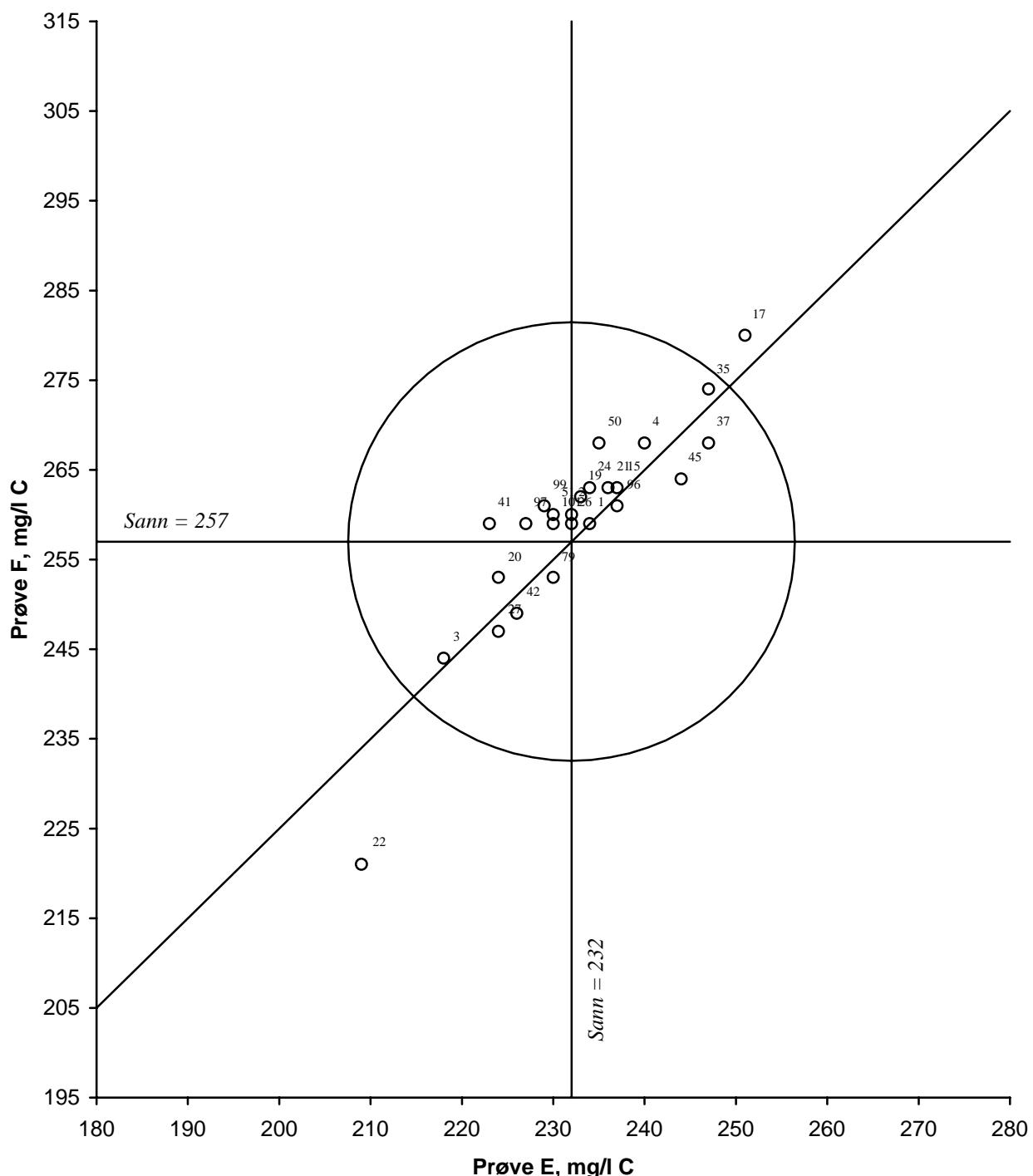
Suspendert stoff, gløderest

Figur 6. Youdendiagram for suspendert stoff, gløderest, prøvepar CD
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %

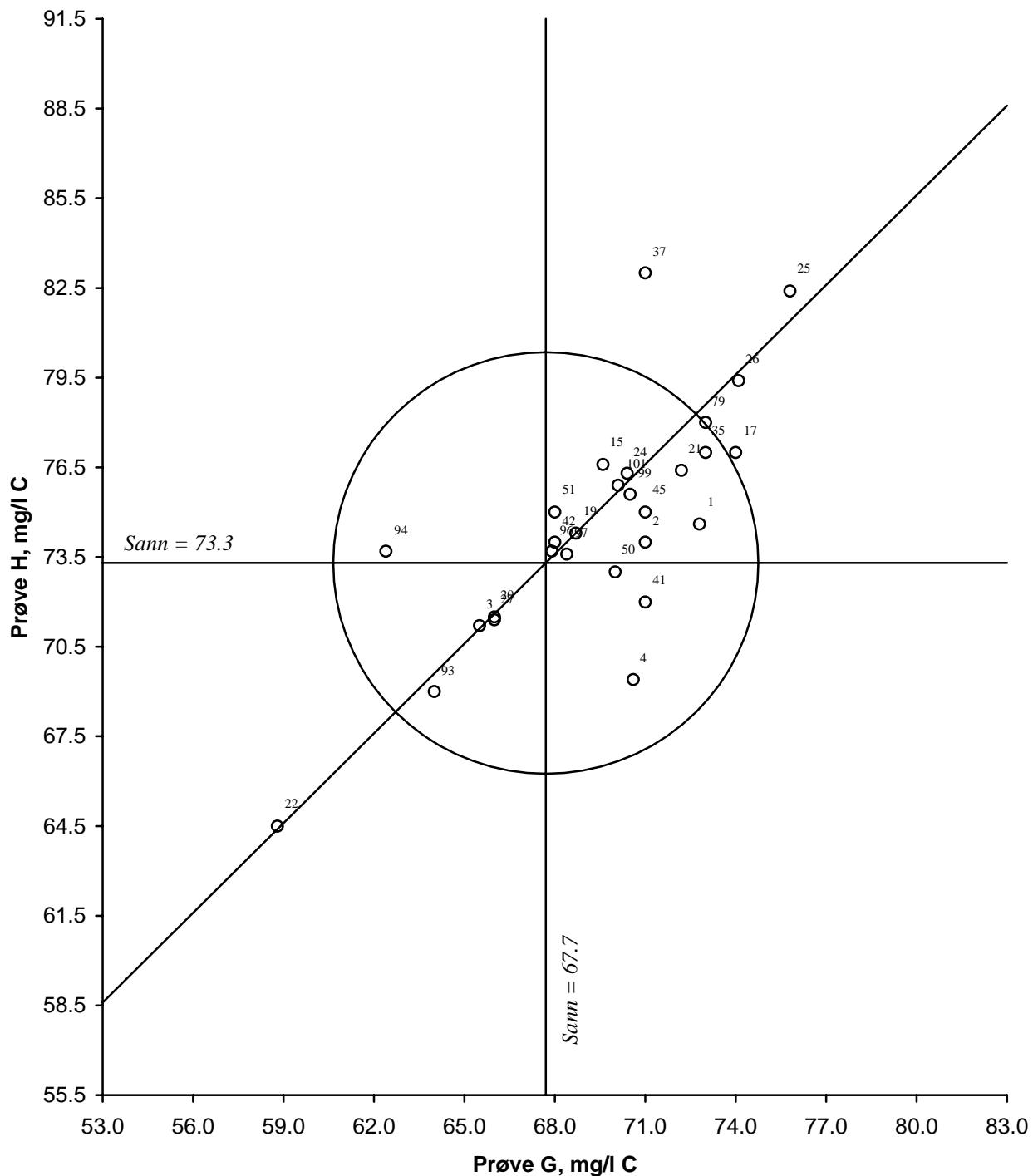
Kjemisk oksygenforbruk, COD_{Cr}

Figur 7. Youdendiagram for kjemisk oksygenforbruk, COD_{Cr}, prøvepar EF
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

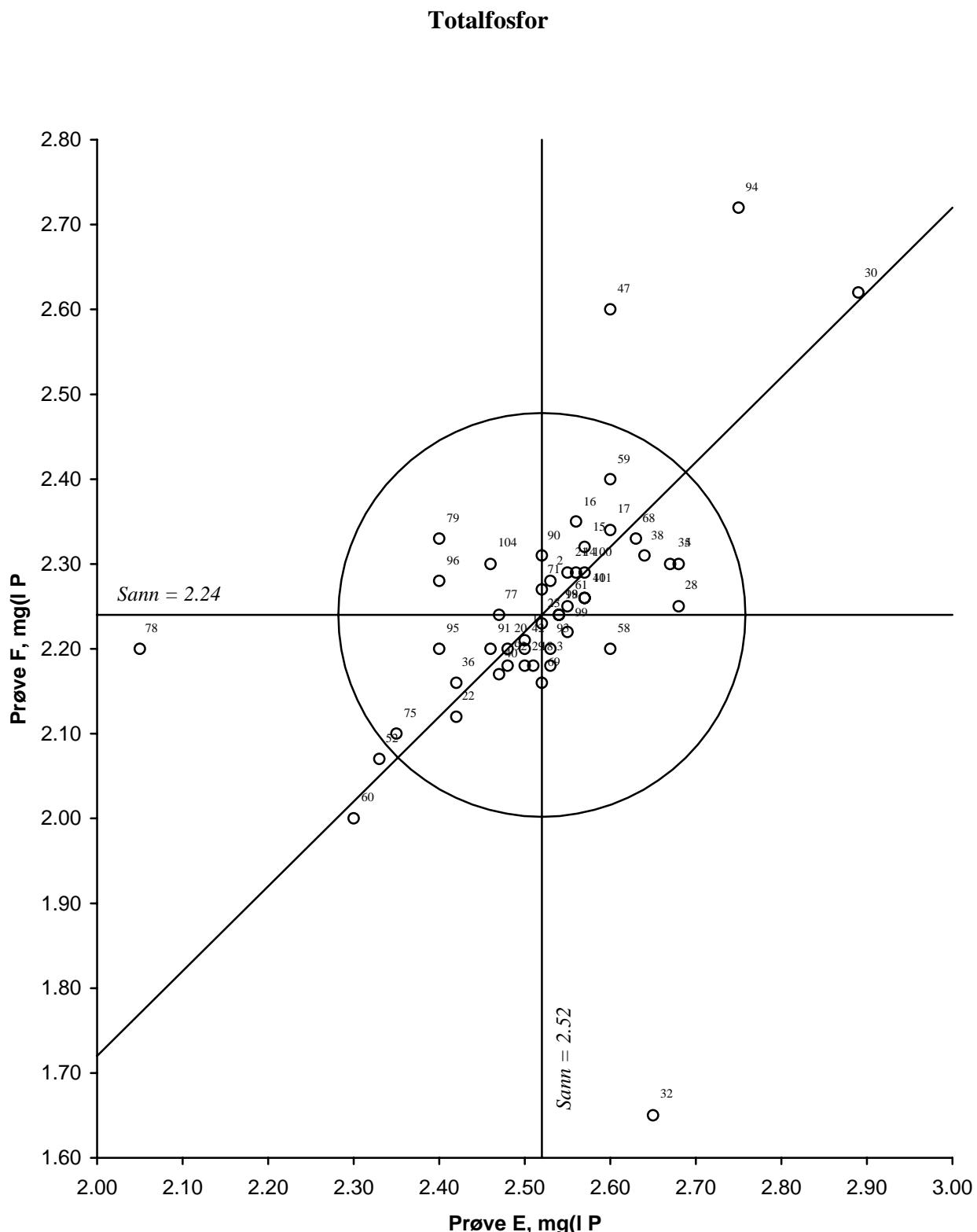
Kjemisk oksygenforbruk, COD_{Cr}

Totalt organisk karbon

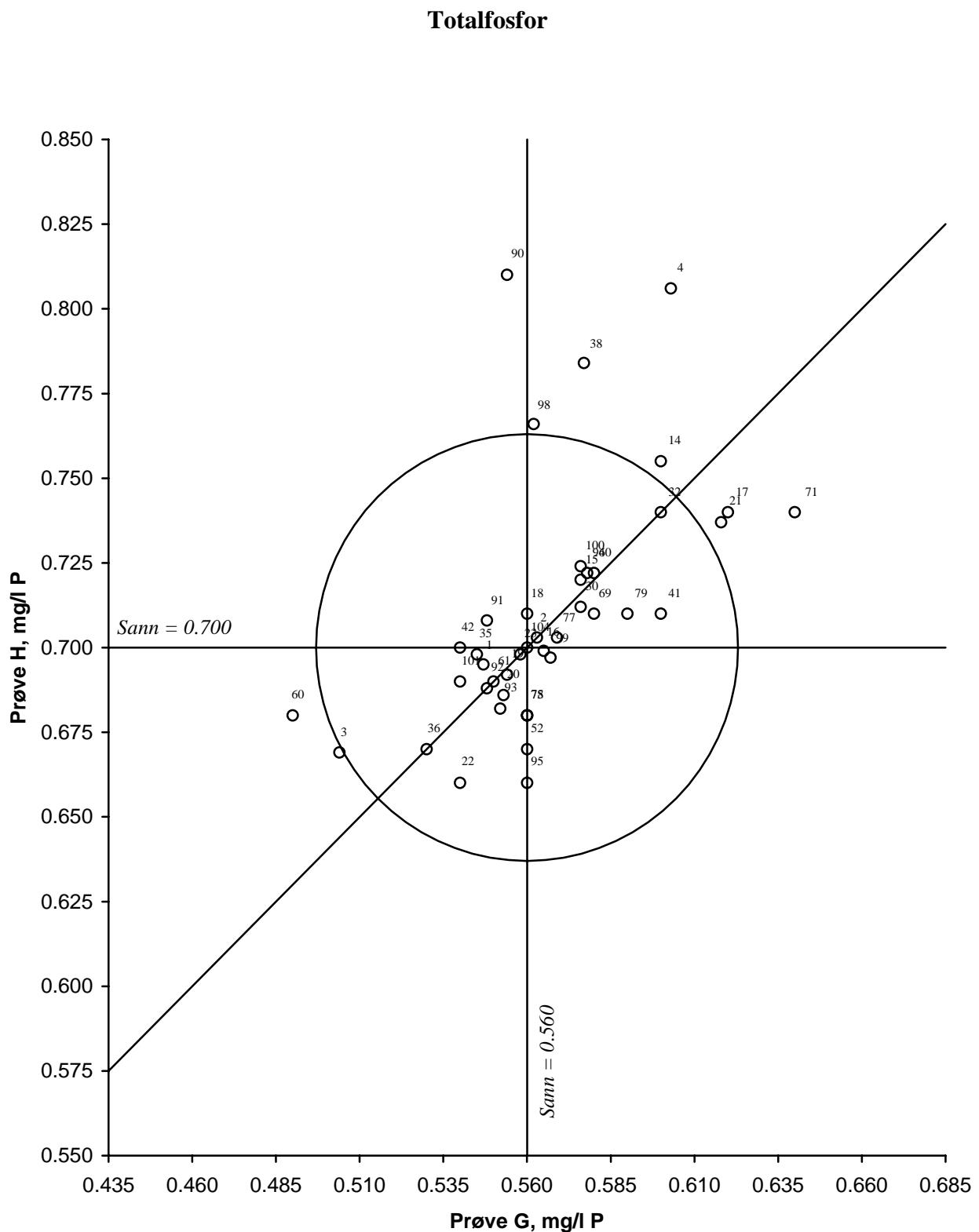
Figur 9. Youdendiagram for totalt organisk karbon, prøvepar EF
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

Totalt organisk karbon

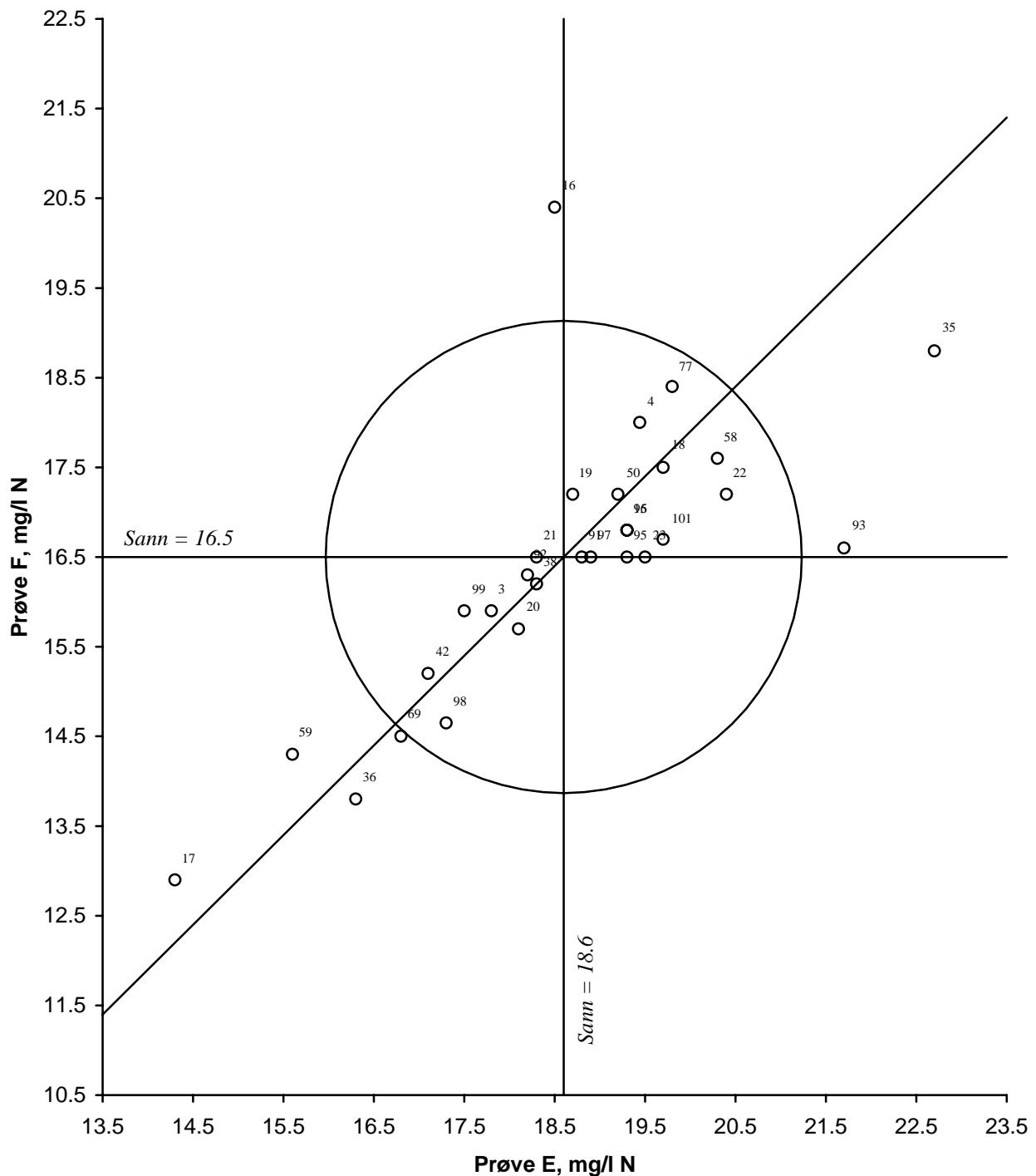
Figur 10. Youdendiagram for totalt organisk karbon, prøvepar GH
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %



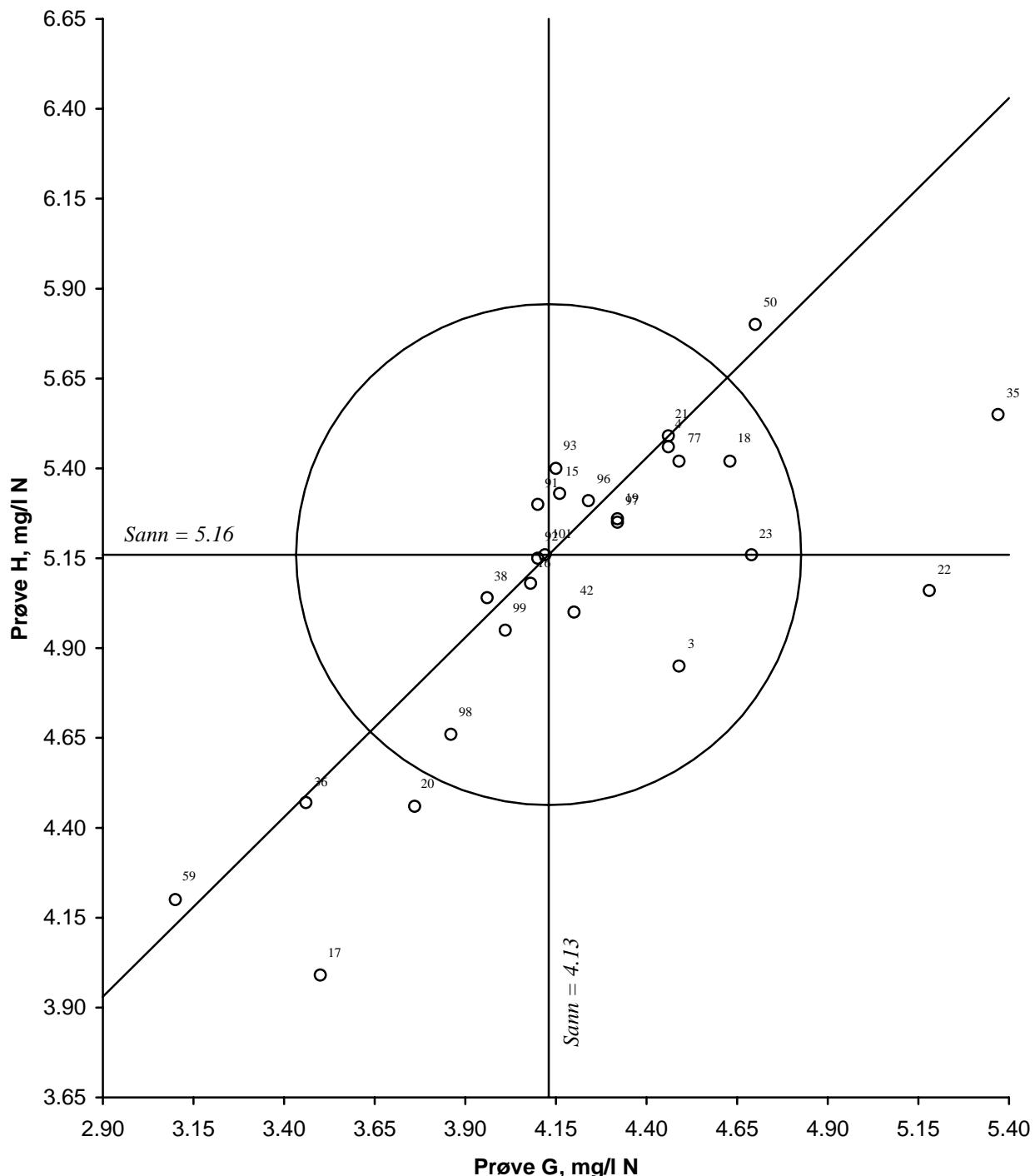
Figur 11. Youdendiagram for totalforsor, prøvepar EF
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %



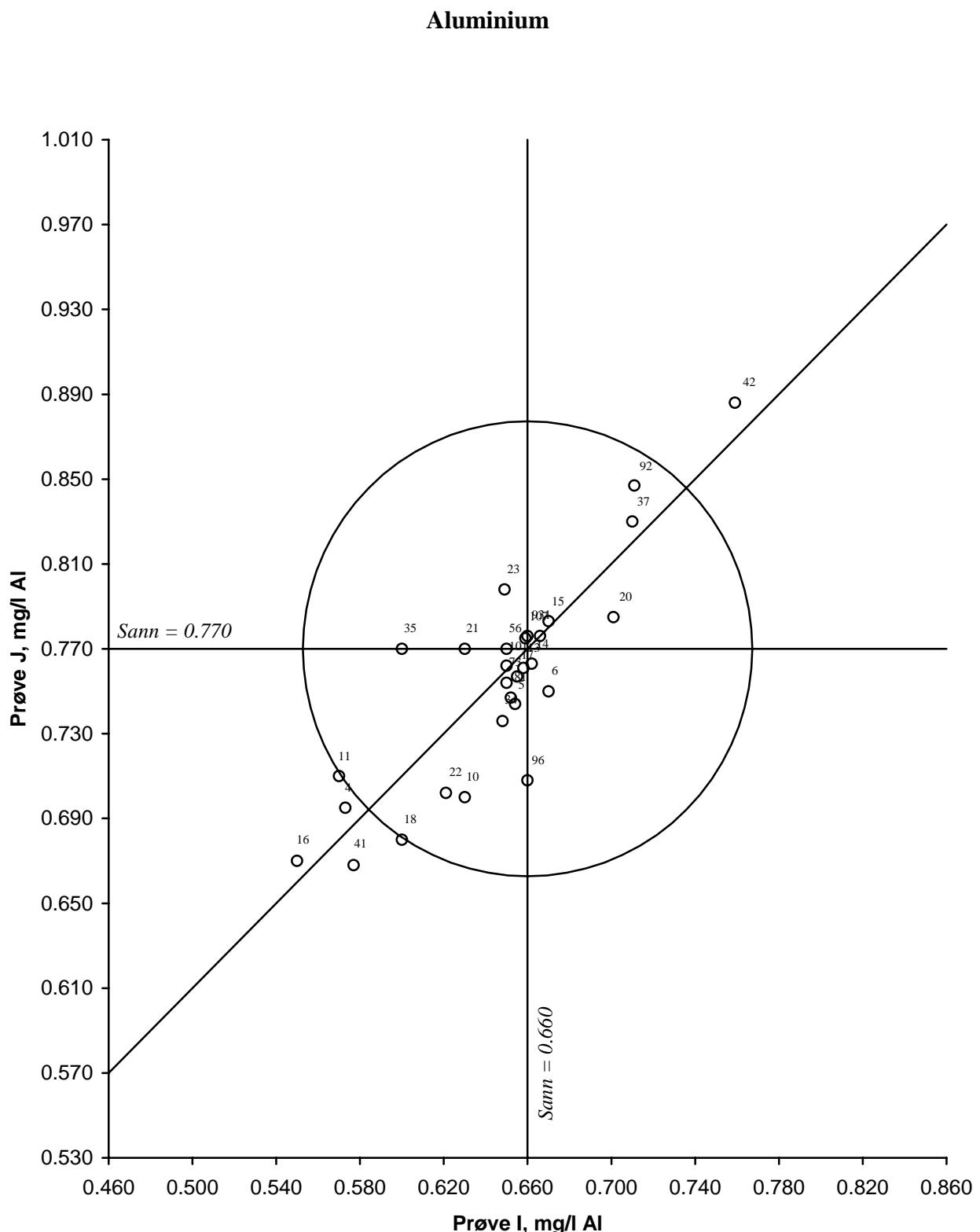
Figur 12. Youdendiagram for totalforsor, prøvepar GH
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

Totalnitrogen

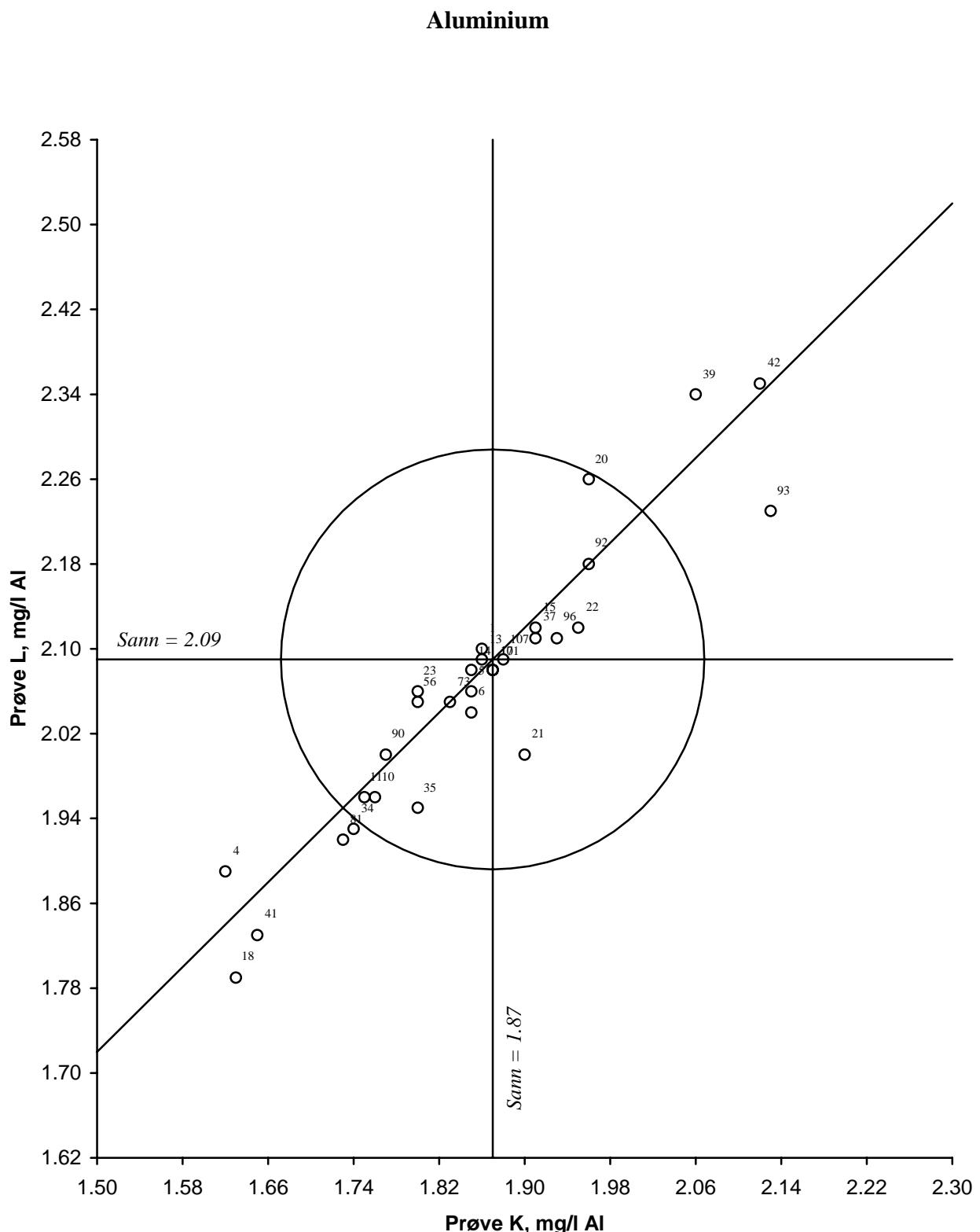
Figur 13. Youdendiagram for totalnitrogen, prøvepar EF
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %

Totalnitrogen

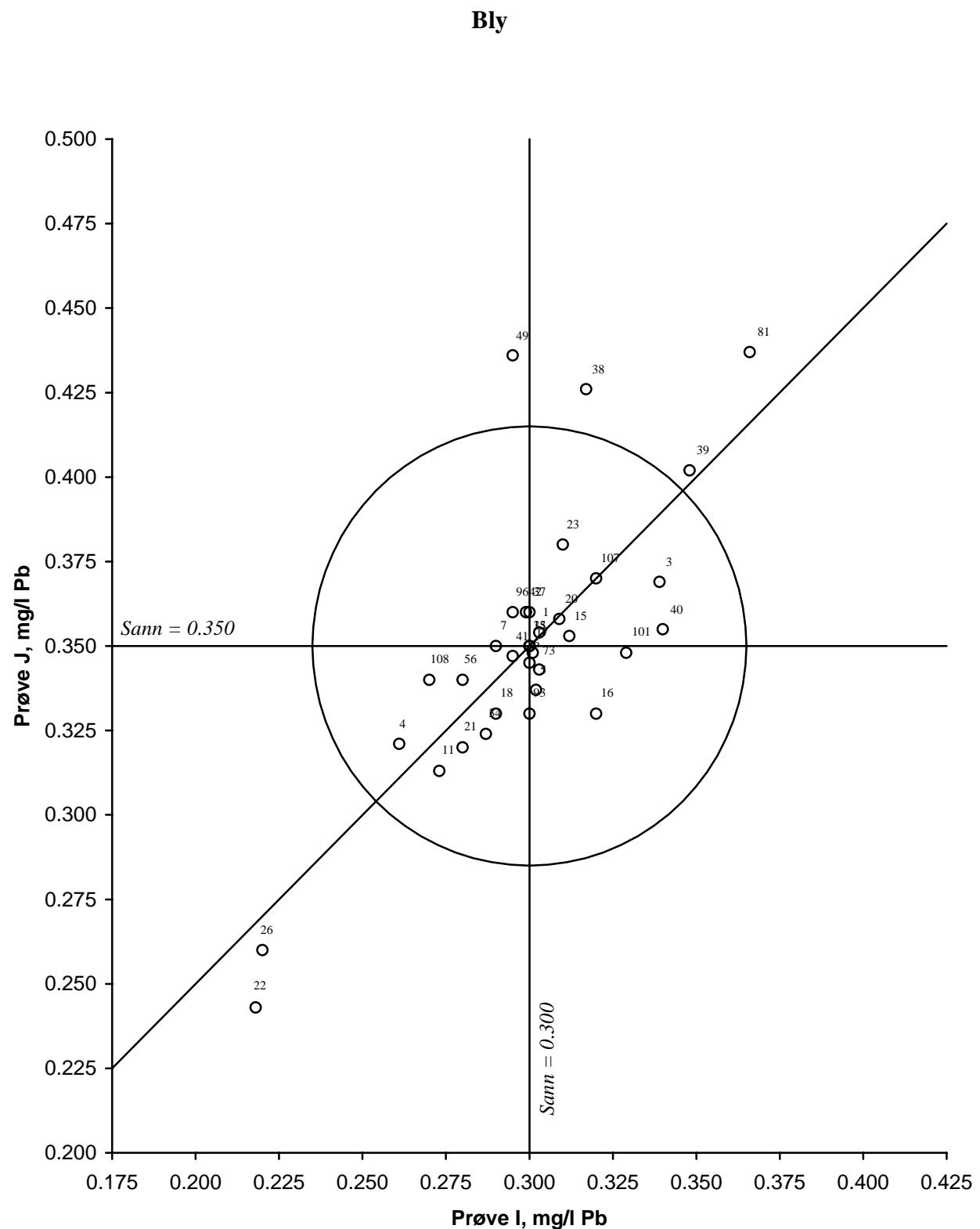
Figur 14. Youdendiagram for totalnitrogen, prøvepar GH
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %



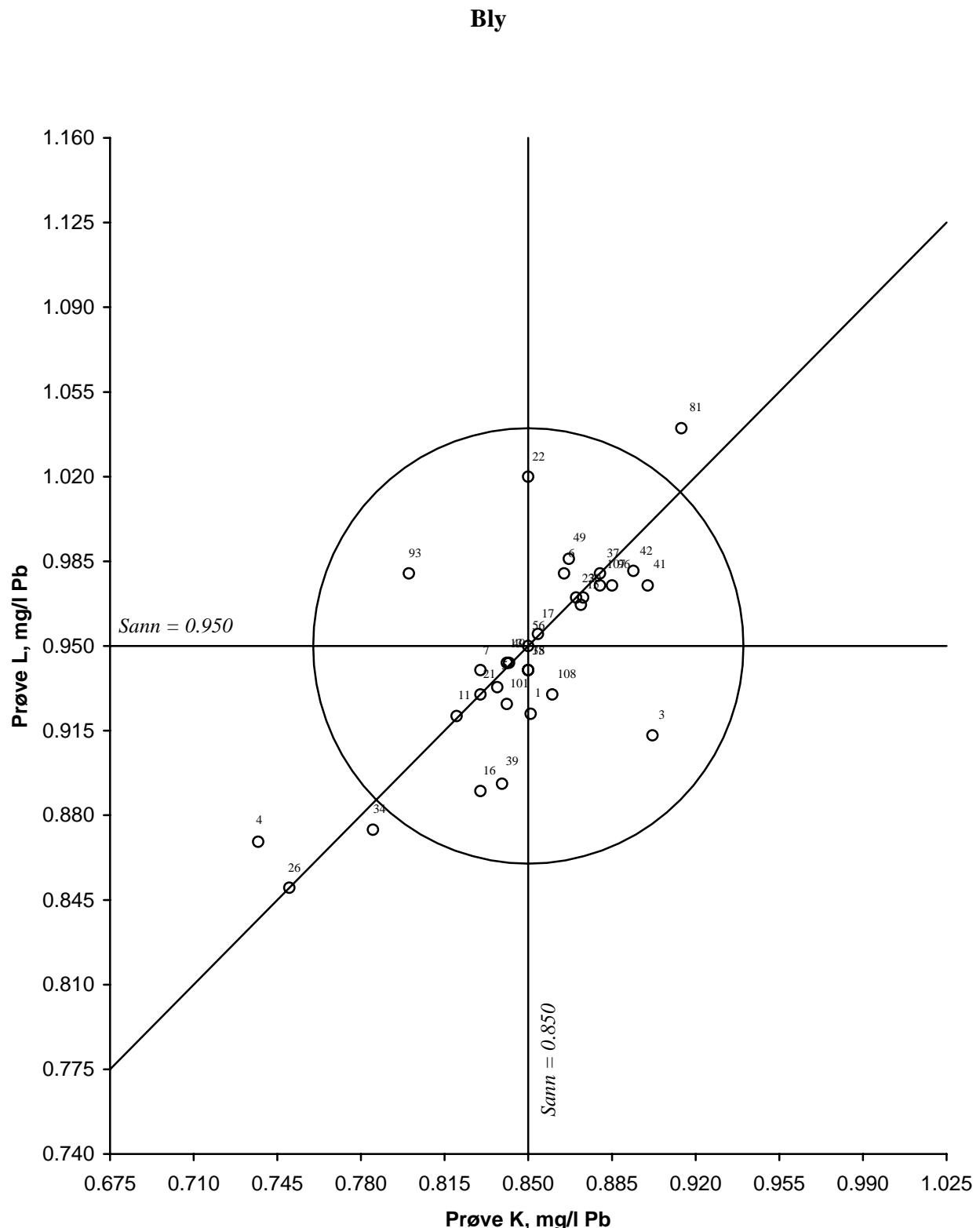
Figur 15. Youdendiagram for aluminium, prøvepar IJ
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %



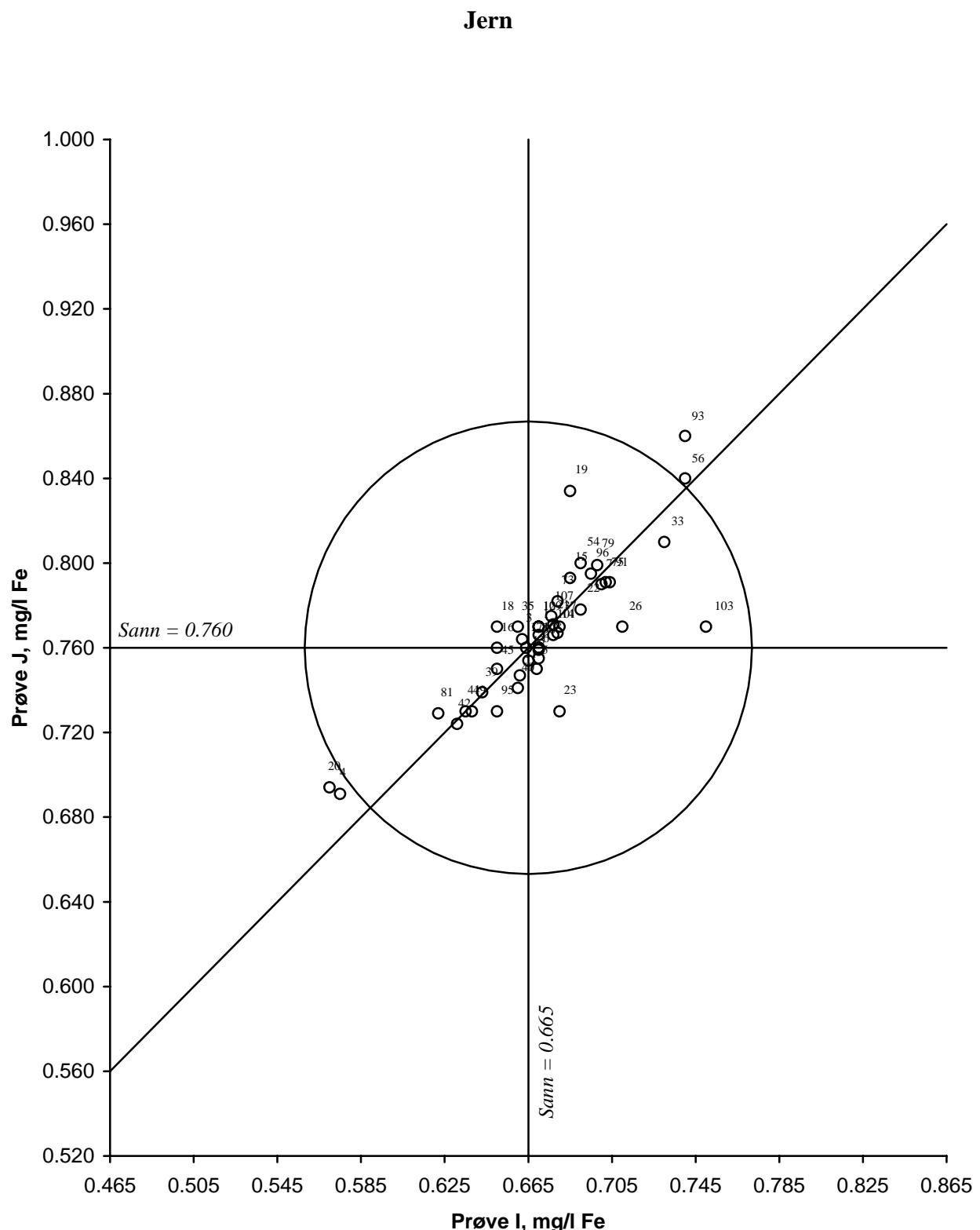
Figur 16. Youdendiagram for aluminium, prøvepar KL
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %



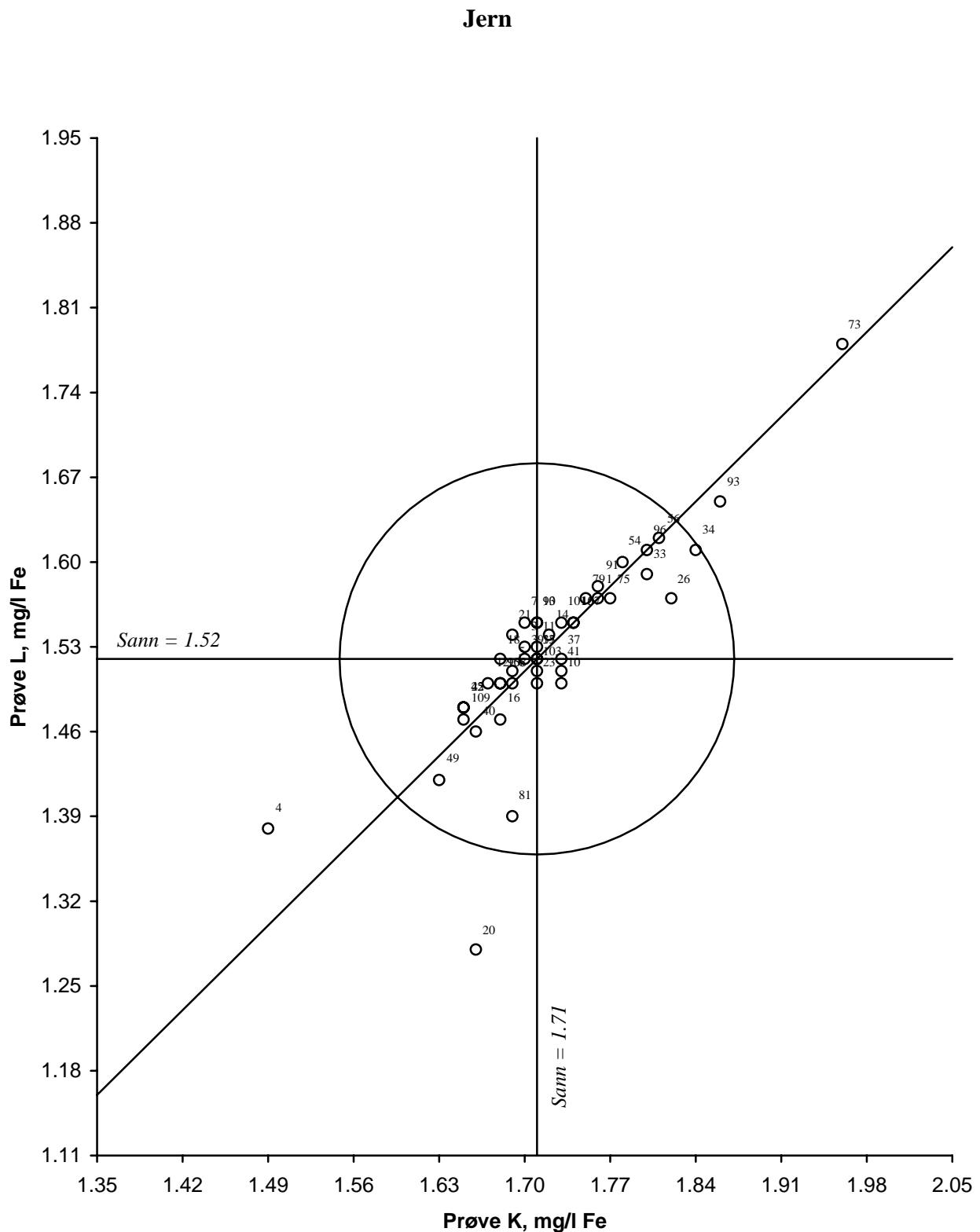
Figur 17. Youdendiagram for bly, prøvepar IJ
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 20 %



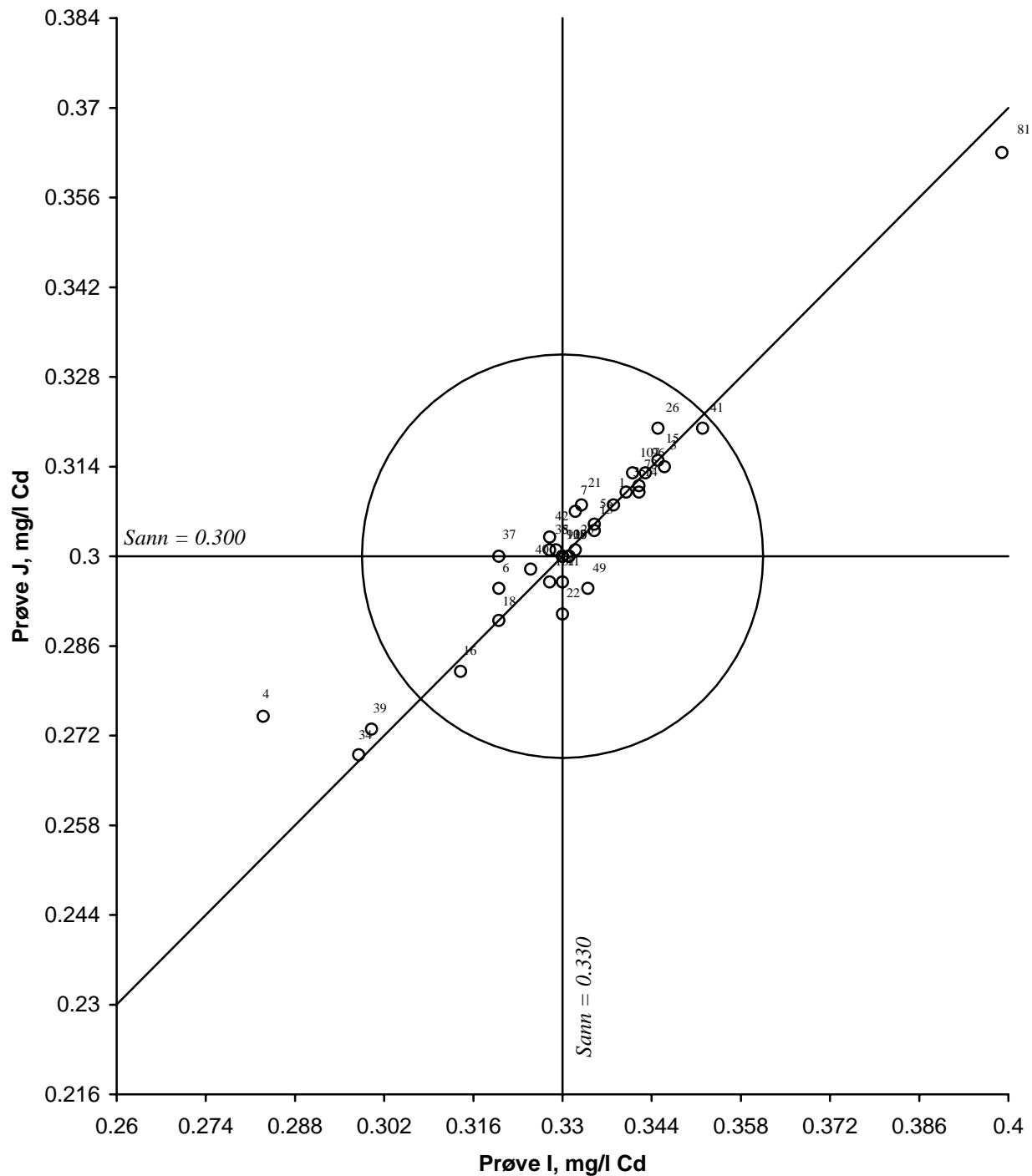
Figur 18. Youdendiagram for bly, prøvepar KL
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %



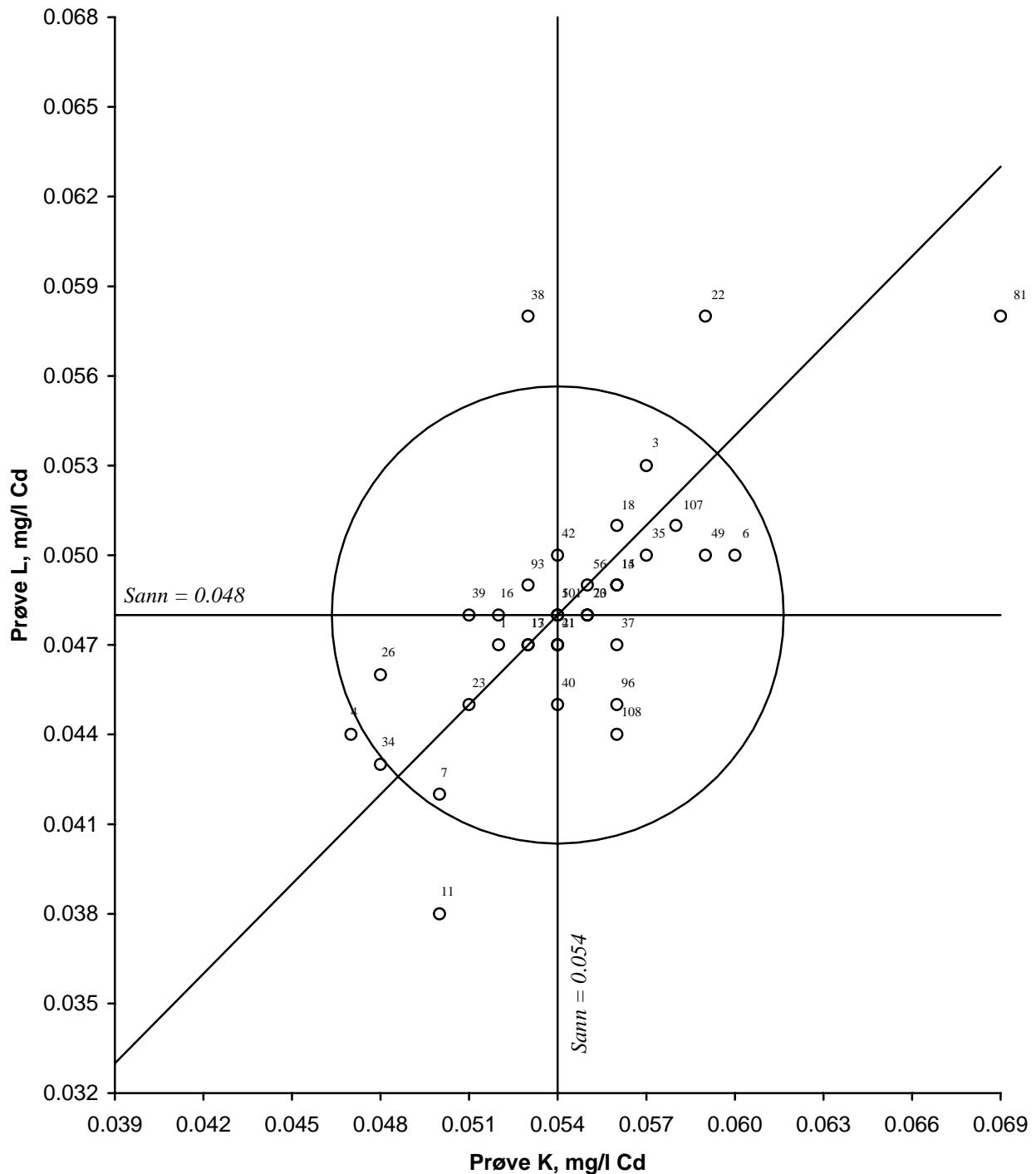
Figur 19. Youdendiagram for jern, prøvepar IJ
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %



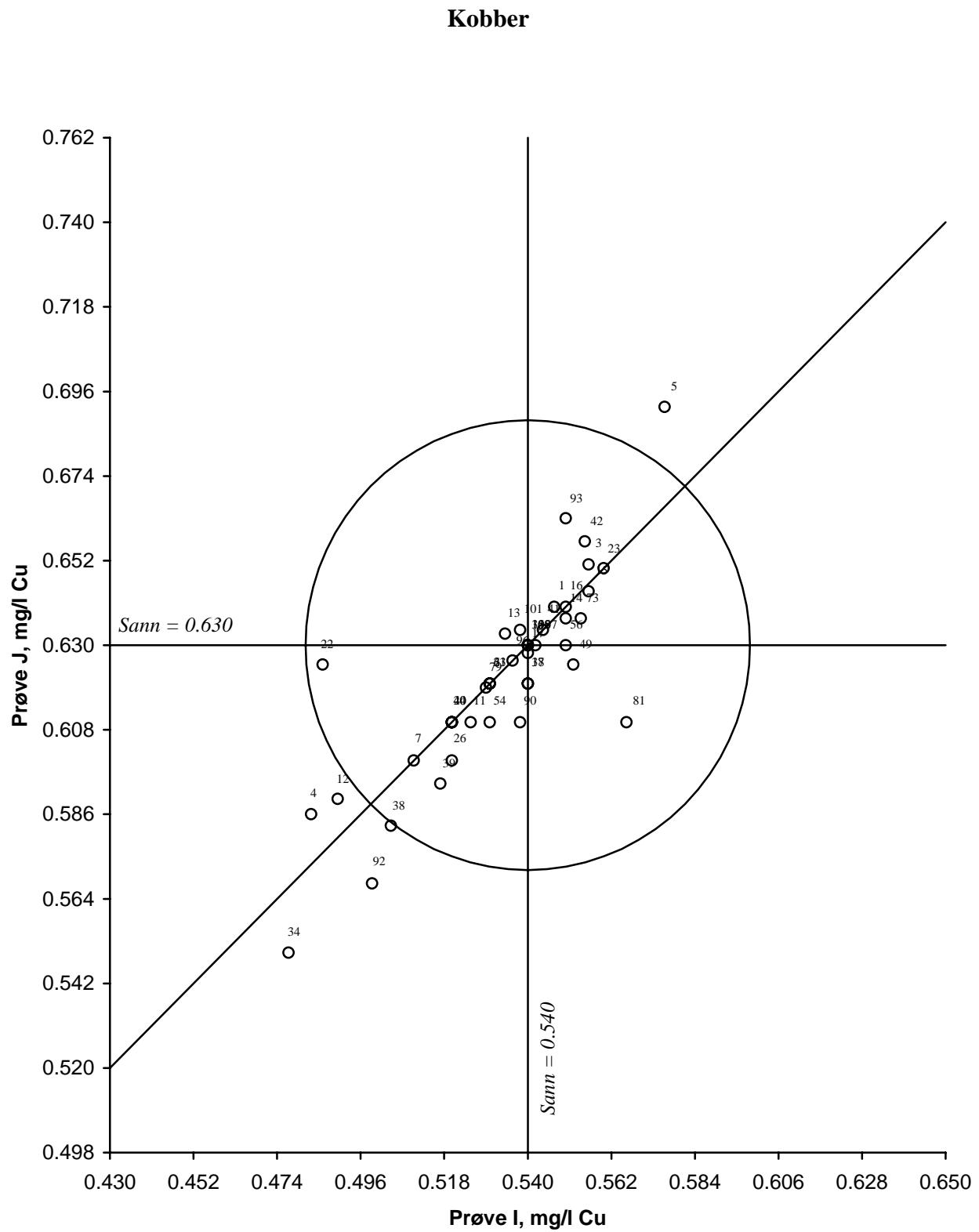
Figur 20. Youdendiagram for jern, prøvepar KL
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

Kadmium

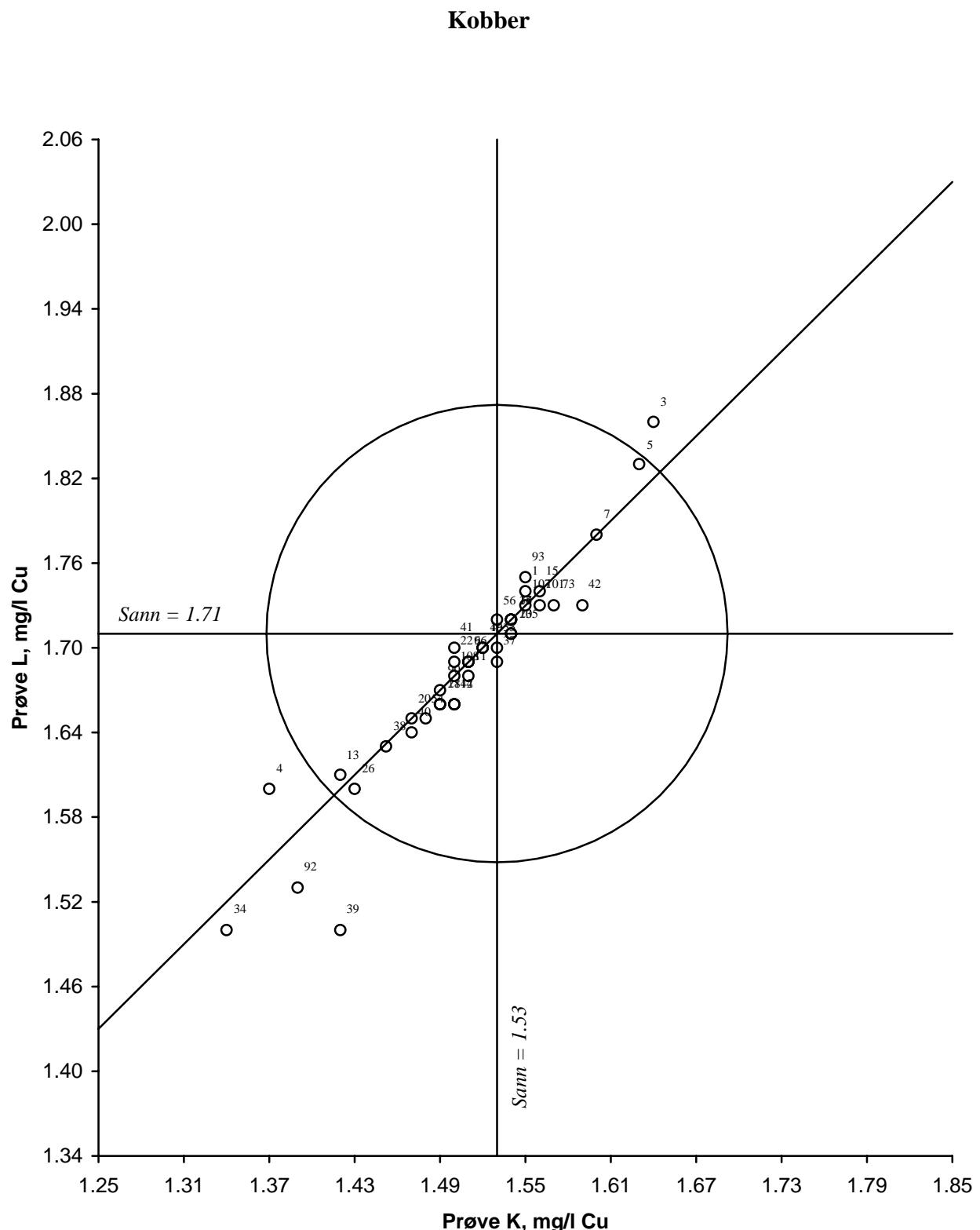
Figur 21. Youdendiagram for kadmium, prøvepar IJ
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

Kadmium

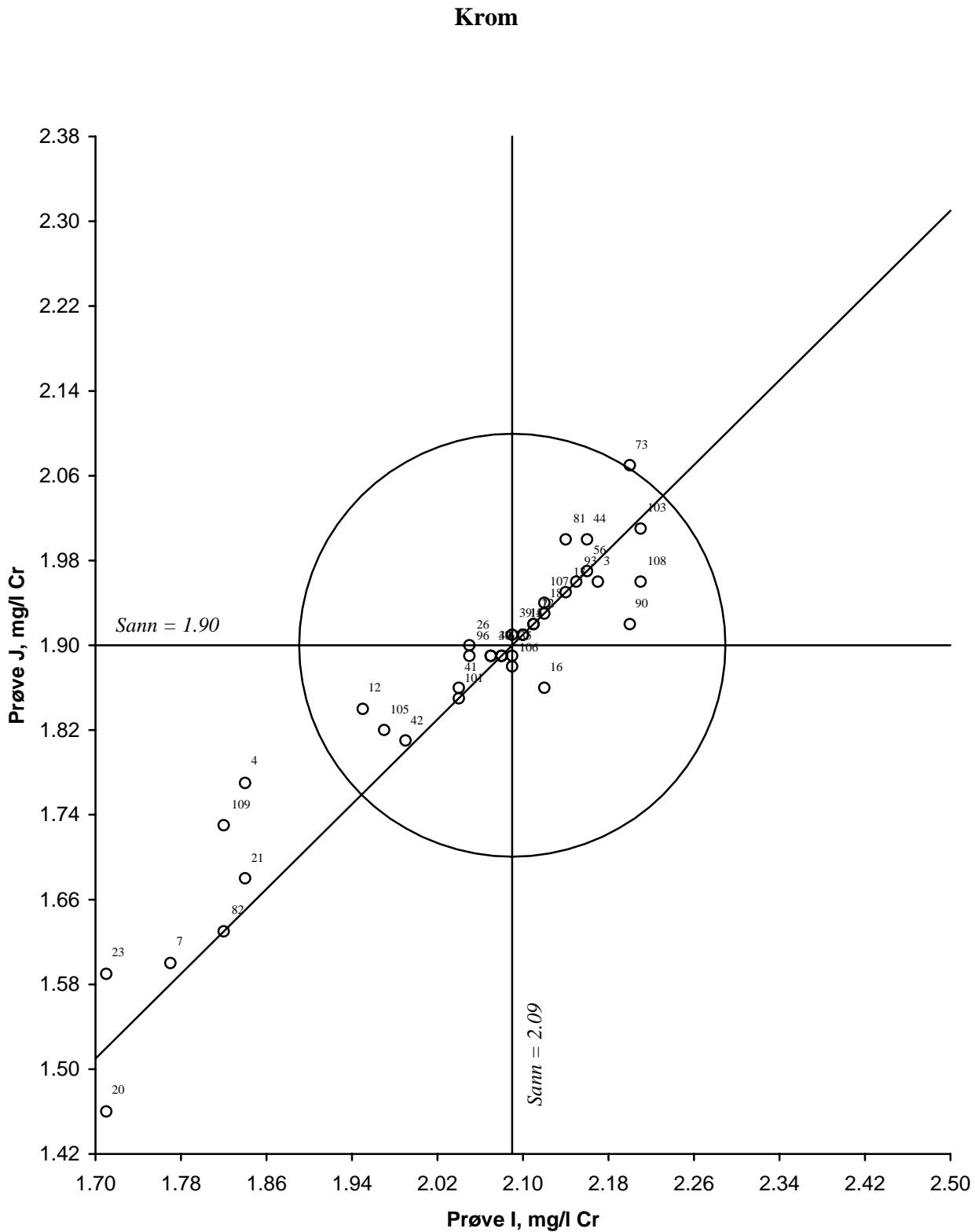
Figur 22. Youdendiagram for kadmium, prøvepar KL
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %



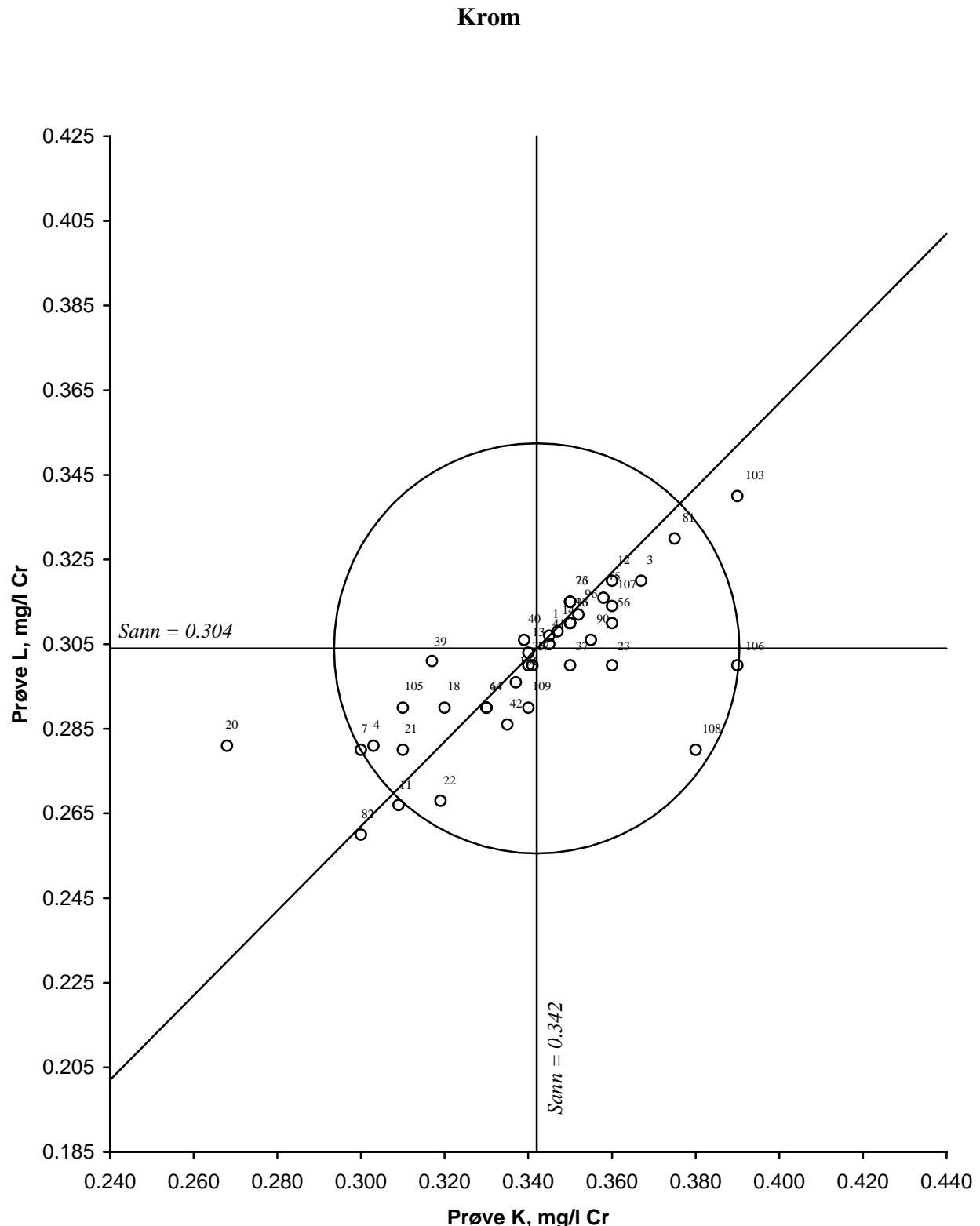
Figur 23. Youdendiagram for kobber, prøvepar IJ
Akseptansegrensene, angitt med en sirkel, er 10 %



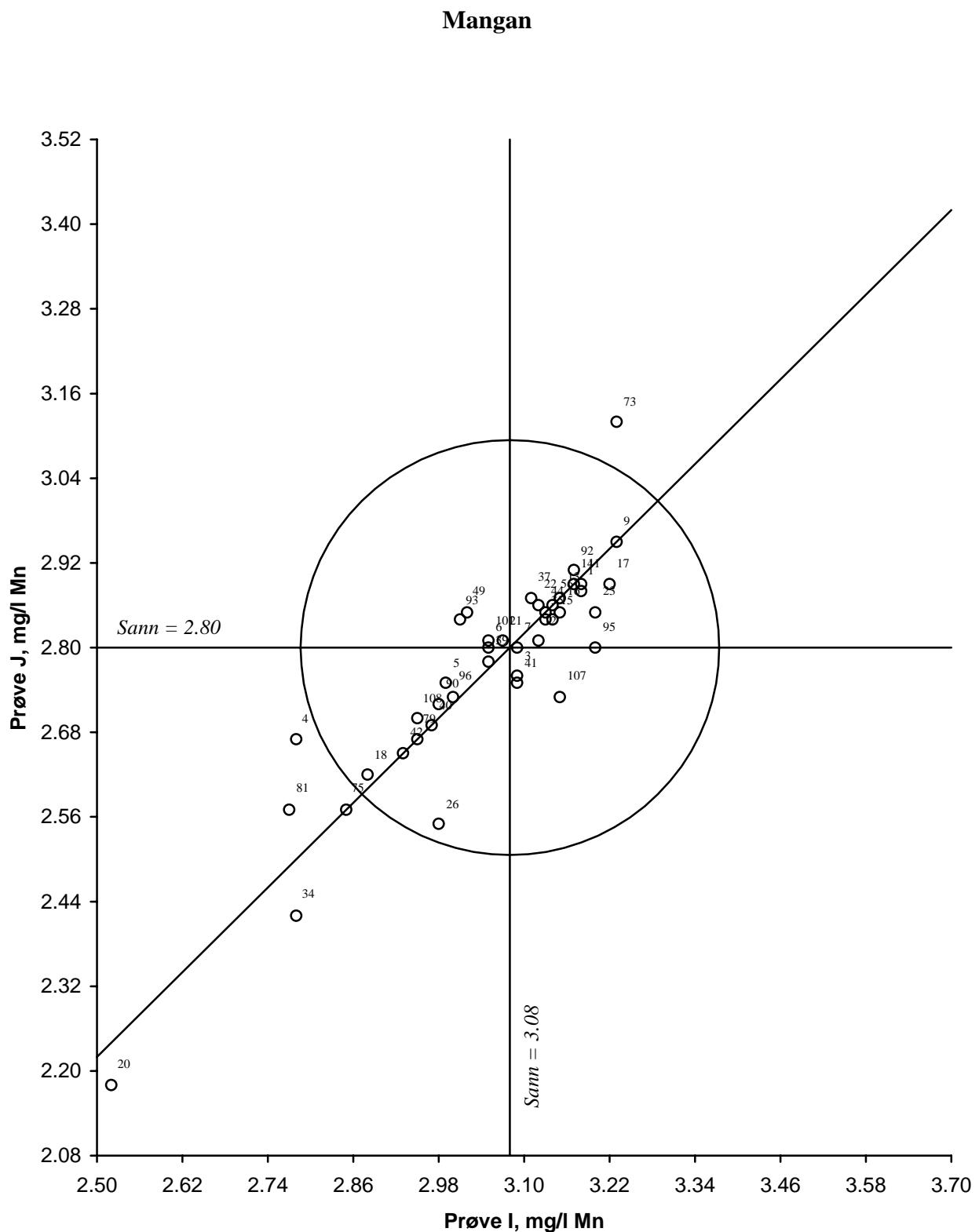
Figur 24. Youdendiagram for kobber, prøvepar KL
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %



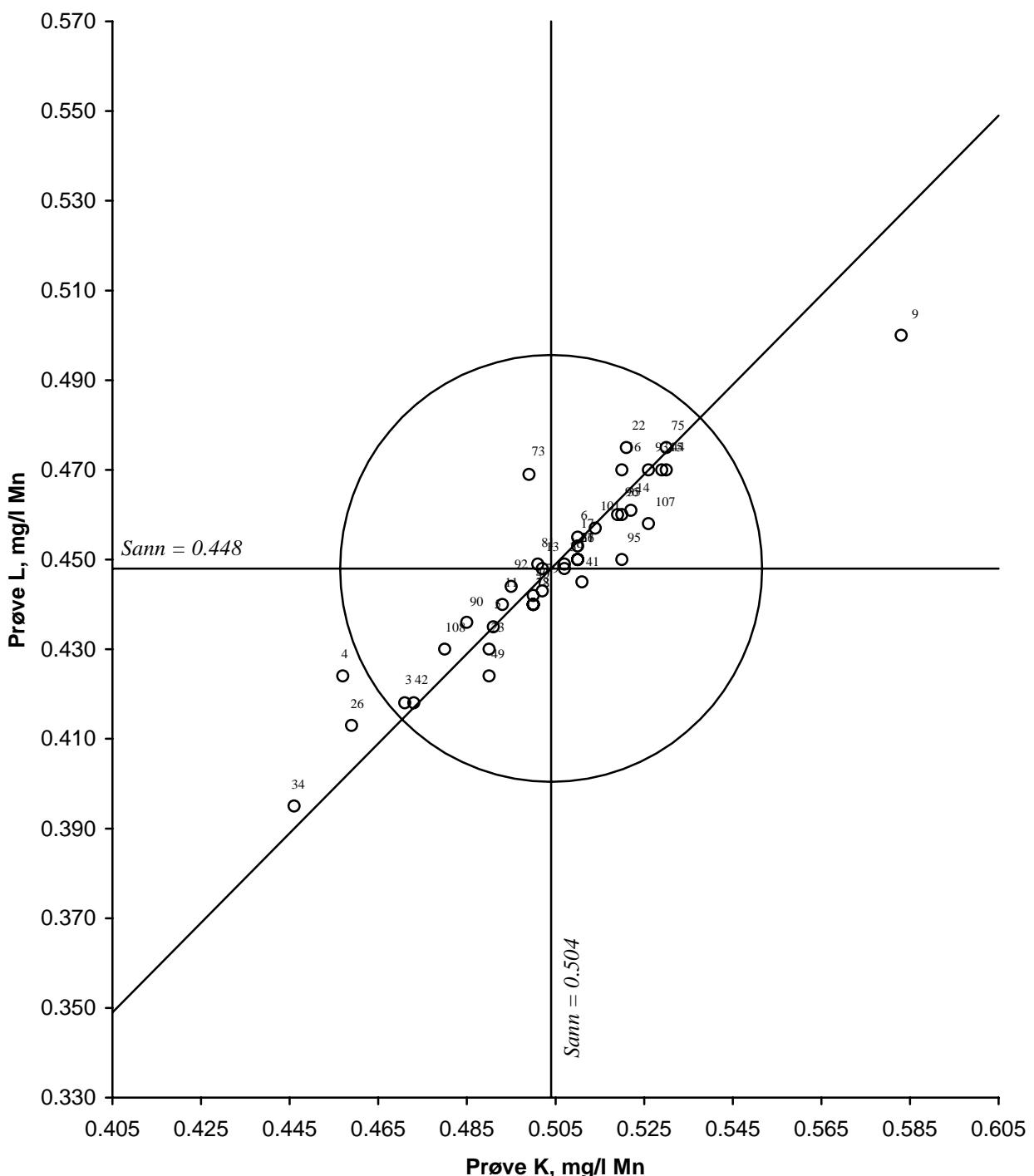
Figur 25. Youdendiagram for krom, prøvepar IJ
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %



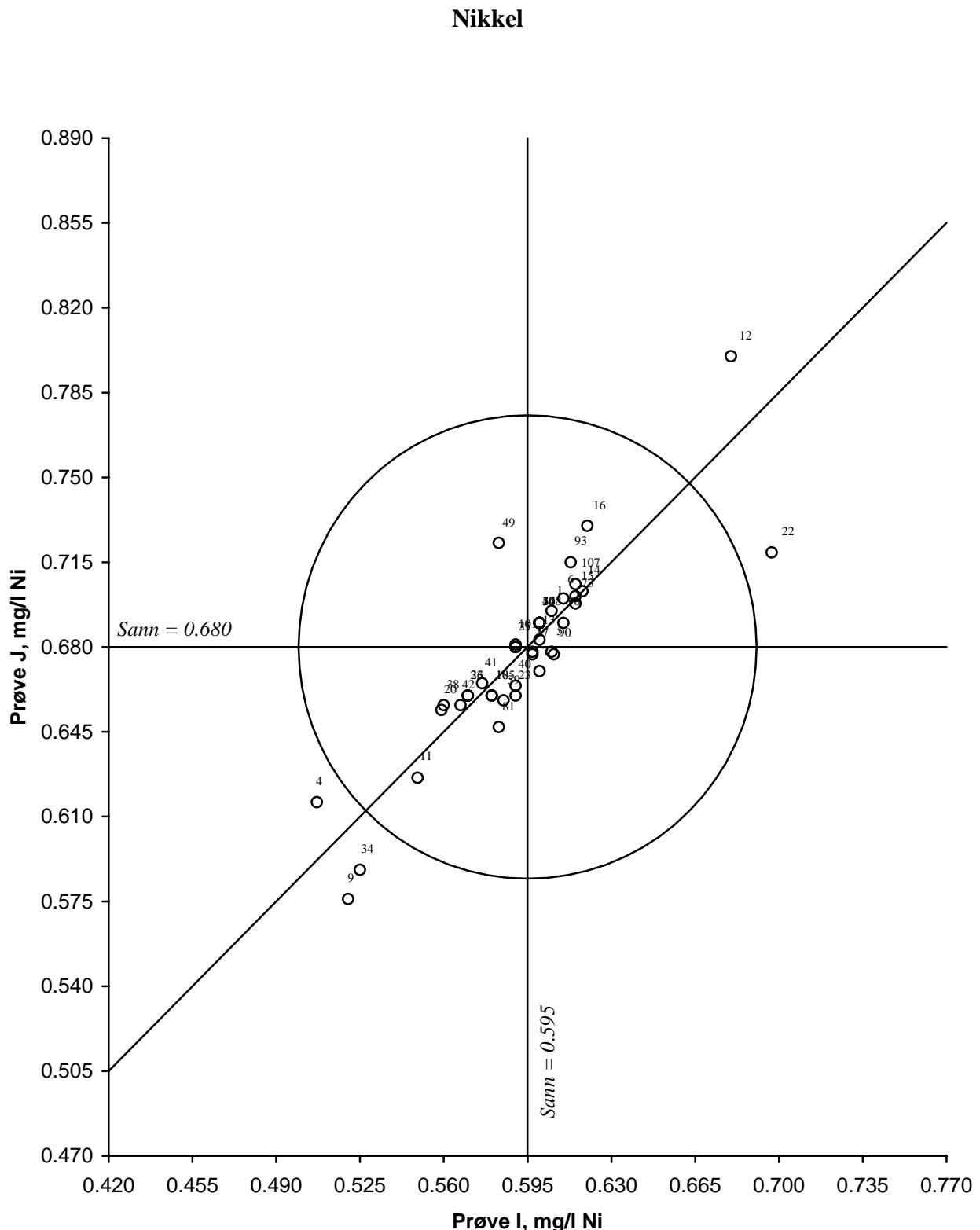
Figur 26. Youdendiagram for krom, prøvepar KL
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %



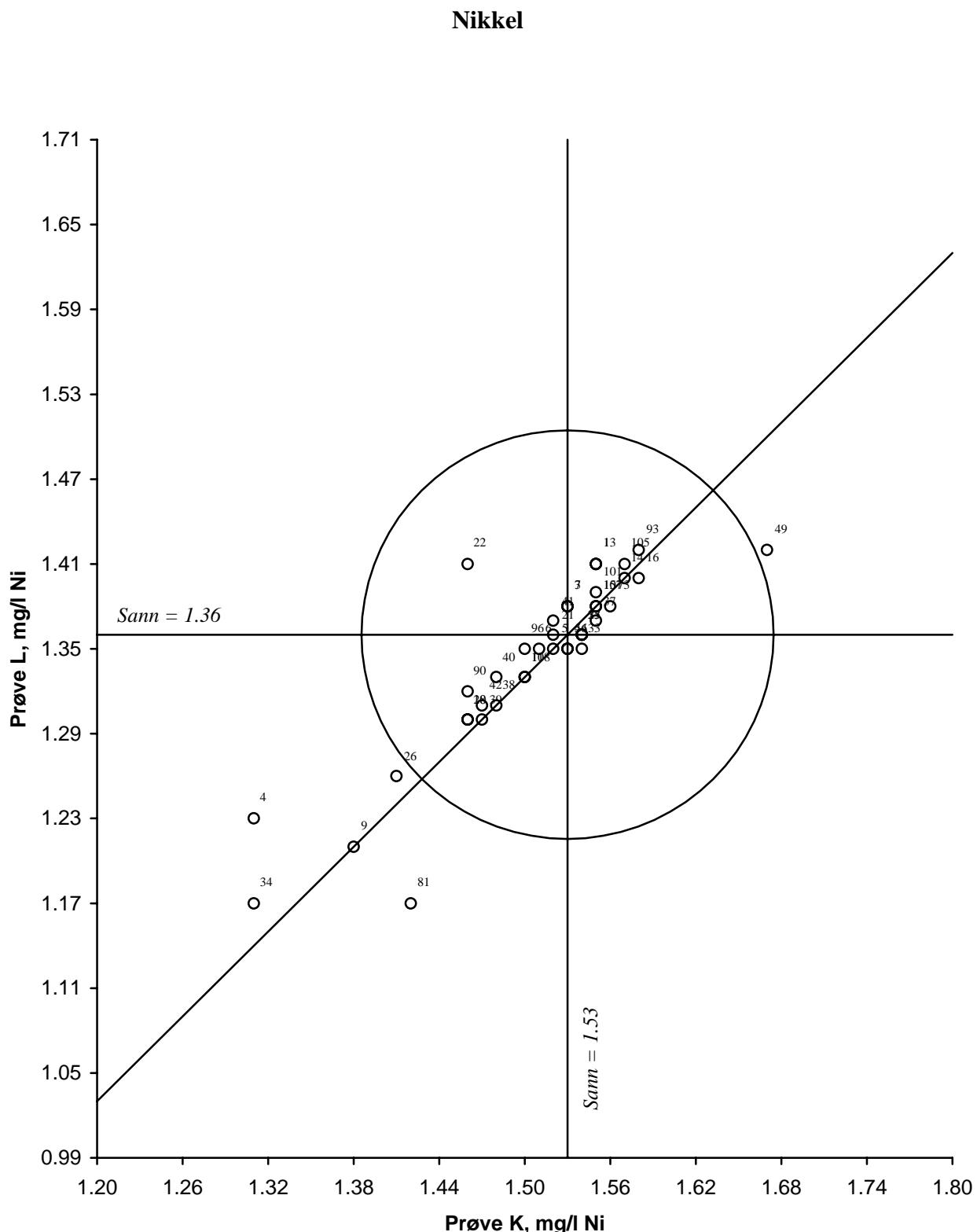
Figur 27. Youdendiagram for mangan, prøvepar IJ
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

Mangan

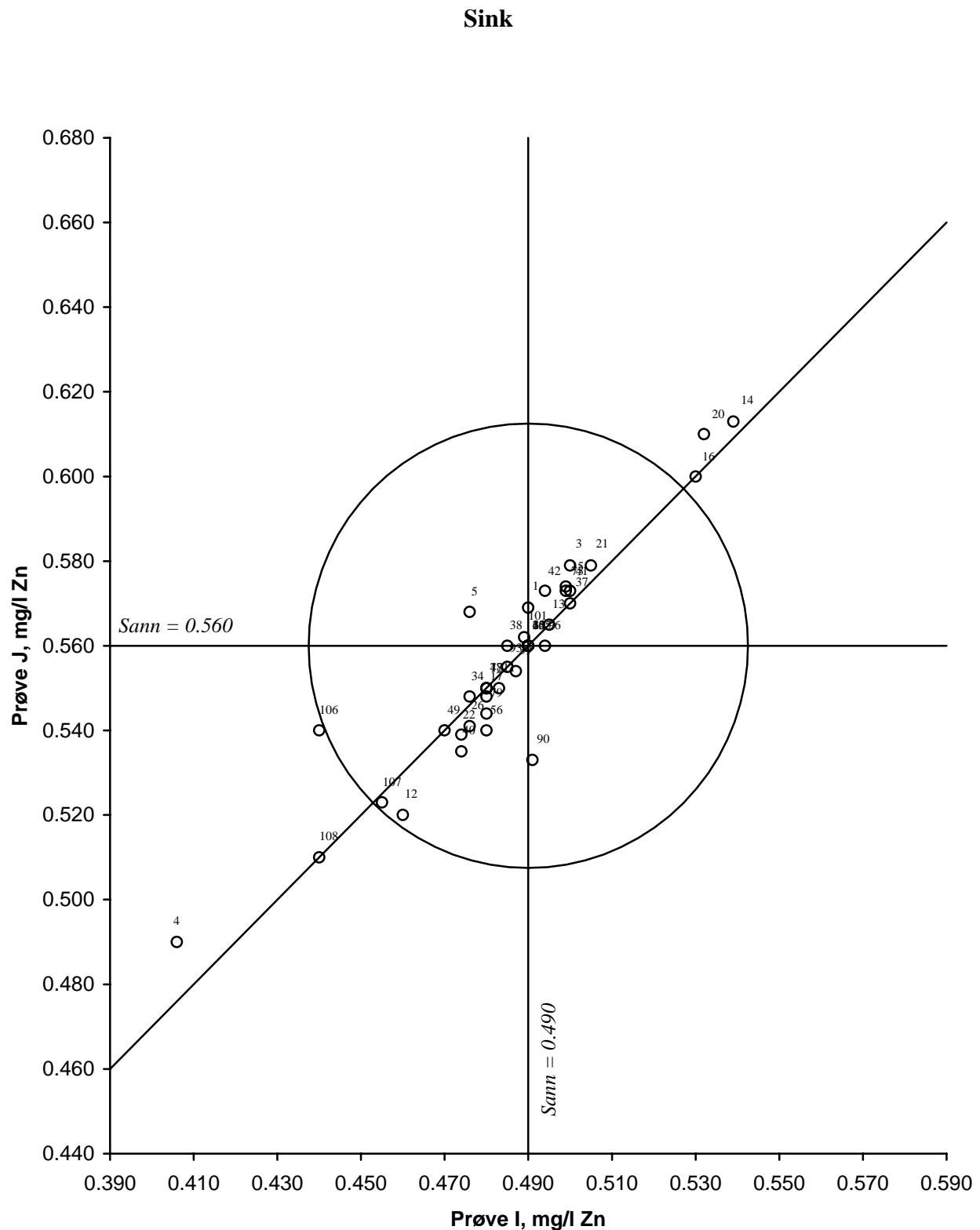
Figur 28. Youdendiagram for mangan, prøvepar KL
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %



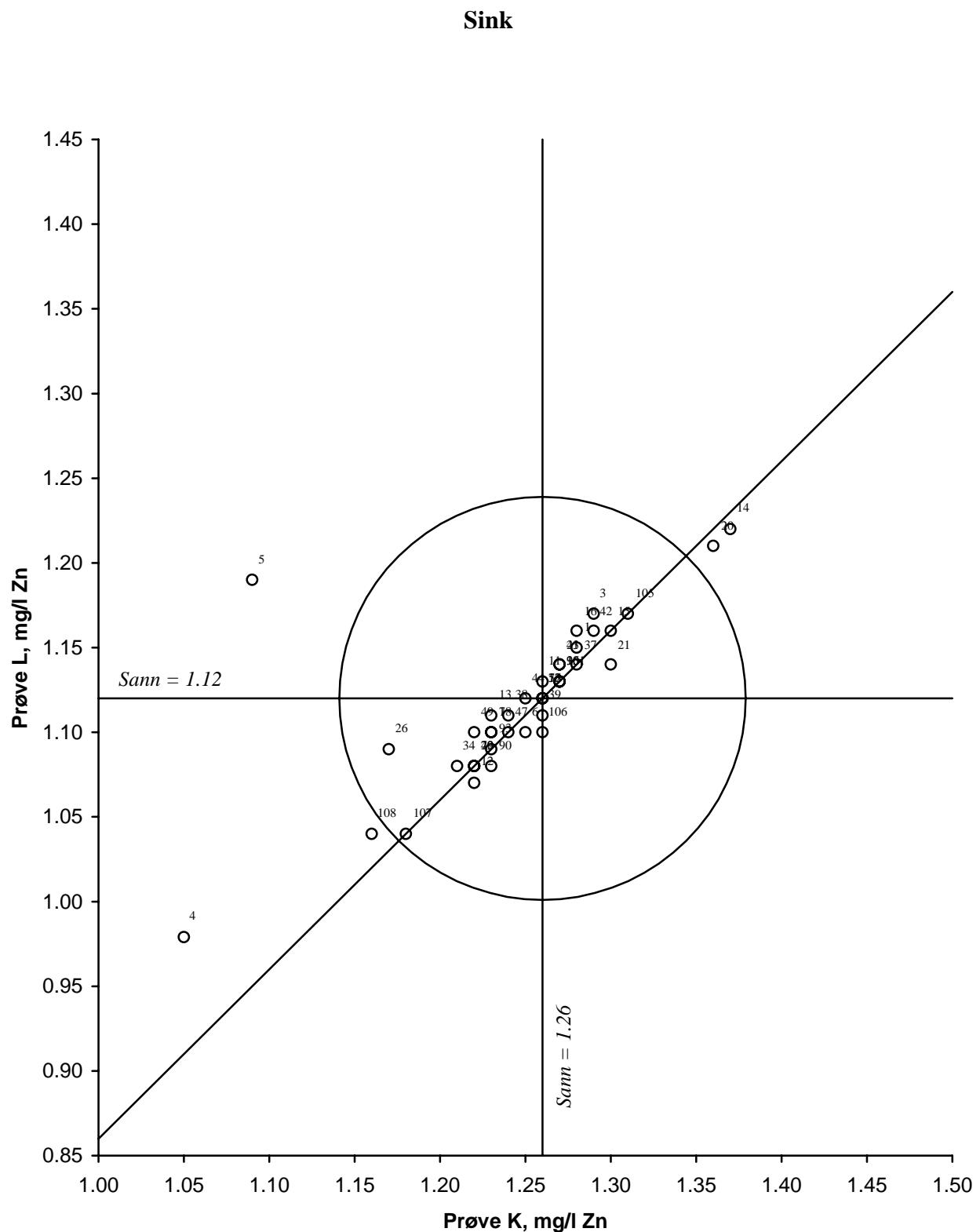
Figur 29. Youdendiagram for nikkel, prøvepar IJ
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %



Figur 30. Youdendiagram for nikkel, prøvepar KL
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %



Figur 31. Youdendiagram for sink, prøvepar IJ
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %



Figur 32. Youdendiagram for sink, prøvepar KL
Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

4. Litteratur

Dahl, I. 1989-2000: Ringtester - Industriavløpsvann. Ringtest 8901-9921. 21 NIVA rapporter

Hovind, H. 1986: Intern kvalitetskontroll. Håndbok for vannanalyselaboratorier. NIVA-rapport 1897. 2. opplag, 1992. 32 s.

Youden, W. J., Steiner, E. H. 1975: Statistical Manual of the Association of Official Analytical Chemists. AOAC-publication 75-8867. 88 s.

Vedlegg

A. Youdens metode

Prinsipp og presentasjon
Tolking av resultater
Årsaker til analysefeil

B. Gjennomføring

Analysevariabler og metoder
Fremstilling av vannprøver
Prøveutsendelse og rapportering
NIVAs kontrollanalyser
Behandling av ringtestdata
Deltagere i ringtest 0022

C. Datamateriale

Deltagernes analyseresultater
Statistikk, analysevariabler

Vedlegg A. Youdens metode

Prinsipp og presentasjon

Youdens metode bygger på at deltagerne analyserer parvise prøver med tilnærmet lik sammensetning [Youden og Steiner 1975]. Det foretas én bestemmelse pr. analysevariabel og prøve. Resultatene for hvert prøvepar fremstilles grafisk ved at det enkelte laboratoriums resultater blir avsatt i diagrammet som et punkt, merket med tilhørende identitetsnummer (figur 1-32).

Tolking av resultater

Presentasjonsformen gjør det mulig, på en grei måte, å skjelne mellom tilfeldige og systematiske feil hos deltagerne. De to linjer som viser prøvenes sanne verdier deler diagrammet i fire kvadranter. I et tenkt tilfelle der analysen utelukkende er påvirket av tilfeldige feil vil punktene fordele seg jevnt over kvadrantene. I praksis har de en tendens til å gruppere seg langs 45° -linjen som uttrykker differansen mellom de sanne verdier. Dette viser at deltagerne oftest gjør samme systematiske feil ved analyse av to nærliggende prøver.

Grensen for akseptable resultater angis som en sirkel med sentrum i skjæringspunktet mellom linjene som markerer sanne verdier. Avstanden fra det enkelte punkt til sirkelens sentrum er et mål for laboratoriets totale analysefeil. Avstanden parallelt med 45° -linjen viser bidraget fra de systematiske feil, mens avstanden vinkelrett på linjen uttrykker bidraget fra tilfeldige feil. Totalfeilens størrelse er gitt ved avvikene for de to enkeltresultater i paret:

$$\text{Totalfeil} = \sqrt{(Sann_1 - Res_1)^2 + (Sann_2 - Res_2)^2}$$

Årsaker til analysefeil

Analysefeil kan inndeles i to hovedtyper [Hovind 1986]: Tilfeldige feil innvirker primært på presisjonen ved analysene, mens systematiske feil avgjør resultatenes nøyaktighet. I praksis vil avvik mellom et resultat og den sanne verdi skyldes en kombinasjon av de to feiltypene.

Tilfeldige feil skyldes uregelmessige og ukontrollerbare variasjoner i de utallige enkeltfaktorer som påvirker analyseresultatet: små endringer i reagensvolum, ulik reaksjonstid, vekslende kontaminering av utstyr, ustabile måleinstrumenter, avlesningsusikkerhet m.v.

Systematiske feil henger oftest sammen med forhold knyttet til selve metoden. De inndeles gjerne i konstante (absolutte) feil, som ikke påvirkes av konsentrasjonen, og proporsjonale (relative) feil, som er konsentrationsavhengige. De viktigste årsaker til konstante feil er at andre stoffer forstyrrer under analysen, pipetterings- og fortynningsfeil samt uriktig eller manglende blindprøvekorreksjon. Proporsjonale feil oppstår særlig hvis kalibreringskurven regnes som lineær i et konsentrationsområde hvor dette ikke er tilfelle eller når de syntetiske løsninger metoden kalibreres mot gir en annen helning på kurven enn under analyse av reelle prøver.

Noen feil kan gi seg både tilfeldige og systematiske utslag, f. eks. slike som beror på uheldig arbeids-teknikk eller annen svikt hos analytikeren. En spesiell type feil kan forekomme under automatiserte analyser gjennom at én prøve påvirker den neste (smitteeffekt).

Vedlegg B. Gjennomføring

Analysevariabler og metoder

Ringtestene dekker de vanligste analysevariabler i SFTs kontrollprogram for industri med utslipp til vann: pH, suspendert stoff (tørrstoff og gløderest), kjemisk oksygenforbruk, totalt organisk karbon, totalfosfor, totalnitrogen, aluminium, bly, jern, kadmium, kobber, krom, mangan, nikkel og sink.

I utgangspunktet forutsettes at de deltagende laboratorier følger gjeldende Norsk Standard (NS) ved analysene. Alternativt kan automatiserte varianter av standardene eller nyere instrumentelle teknikker anvendes. Alle metoder som ble benyttet ved ringtest 0022 er oppført i tabell B1.

Tabell B1. Deltagernes analysemetoder

Analysevariabel	Metodebetegnelse	Analyseprinsipp
pH	NS 4720, 2. utg. Annen metode	Potensiometrisk måling, NS 4720, 2. utg. Udokumentert metode
Suspendert stoff, tørrstoff	NS 4733, 2. utg. NS, Büchnertrakt NS-EN 872 Annen metode	Glassfiberfilter/Filtreroppsats, NS 4733, 2. utg. Glassfiberfilter/Büchnertrakt, NS 4733, 2. utg. Glassfiberfiltrering, NS-EN 872 Udokumentert eller avvikende metode
Suspendert stoff, gløderest	NS 4733, 2. utg. NS, Büchnertrakt Annen metode	Glassfiberfilter/Filtreroppsats, NS 4733, 2. utg. Glassfiberfilter/Büchnertrakt, NS 4733, 2. utg. Udokumentert eller avvikende metode
Kjemisk oksygenforbruk, COD _{Cr}	NS 4748, 2. utg. Rørmetode/fotometri	Dikromat-oksidasjon, NS 4748, 2. utg. Dikromat-oks. i preparerte rør, fulgt av fotometri
Totalt organisk karbon	Astro 2001 Shimadzu 500 Shimadzu 5000 Dohrmann DC-190 Astro 2100 Elementar highTOC Phoenix 8000 Skalar Formacs Skalar CA20	UV/persulfat-oksidasjon (90°), Astro 2001 Katalytisk forbr. (680°), Shimadzu TOC-500 Katalytisk forbr. (680°), Shimadzu TOC-5000 Katalytisk forbr. (680°), Dohrmann DC-190 Katalytisk forbrenning (680°), Astro 2100 Katalyt. forbr. (900+1050°), Elementar highTOC UV/persulfat-oks., Dohrmann Phoenix 8000 Katalyt. forbr. (680-950°), Skalar Formacs TOC/TN UV/persulfat oksidasjon, Skalar Fromacs LT
Totalfosfor	NS 4725, 3. utg. Autoanalysator FIA/SnCl ₂ ICP/AES NS-EN 1189 Enkel fotometri	Persulfat-oks. i surt miljø, NS 4725, 3. utg. Persulfat-oks. (NS 4725), autoanalysator Persulfat-oks., tinnklorid-red., Flow Injection Plasmaeksitert atomemisjon Persulfat-oks. i surt miljø, NS-EN 1189 Forenklet fotometrisk metode
Totalnitrogen	NS 4743, 2. utg. Autoanalysator FIA Kjeldahl/Devarda Enkel fotometri	Persulfat-oks. i basisk miljø, NS 4743, 2. utg. Persulfat-oks. (NS 4743), autoanalysator Persulfat-oks. (NS 4743), Flow Injection Kjeldahl-best. etter red. med Devardas legering Forenklet fotometrisk metode
Aluminium	AAS, NS 4773, 2. utg. AAS, NS 4781 ICP/AES ICP/MS NS 4799 Enkel fotometri FIA AAS, flamme, annen	Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 2. utg. Atomabsorpsjon i grafittovn, NS 4781 Plasmaeksitert atomemisjon Plasmaeksitasjon/massespektrometri Syrebehandling, pyrokatekolfiolett, NS 4799 Forenklet fotometrisk metode Ingen oks., pyrokatekolfiolett, FIA Atomabsorpsjon i flamme, ustandardisert met.

Tabell B1. (forts.)

Analysevariabel	Metodebetegnelse	Analyseprinsipp
Bly	AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES ICP/MS AAS, flamme, annen	Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 2. utg. Plasmaeksitert atomemisjon Plasmaeksitert massespektrometri Atomabsorpsjon i flamme, ustandardisert met.
Jern	AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES ICP/MS AAS, flamme, annen NS 4741 AAS, NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri	Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 2. utg. Plasmaeksitert atomemisjon Plasmaeksitert massespektrometri Atomabsorpsjon i flamme, ustandardisert met. Persulfat-oks., TPTZ-reaksj., NS 4741 Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 1. utg. Forenklet fotometrisk metode
Kadmium	AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES ICP/MS AAS, flamme, annen	Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 2. utg. Plasmaeksitert atomemisjon Plasmaeksitert massespektrometri Atomabsorpsjon i flamme, ustandardisert met.
Kobber	AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES ICP/MS AAS, flamme, annen AAS, NS 4773, 1. utg. Enkel fotometri	Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 2. utg. Plasmaeksitert atomemisjon Plasmaeksitert massespektrometri Atomabsorpsjon i flamme, ustandardisert met. Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 1. utg. Forenklet fotometrisk metode
Krom	AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES ICP/MS AAS, flamme, annen AAS, lystg./acetylen AAS, NS 4777	Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 2. utg. Plasmaeksitert atomemisjon Plasmaeksitert massespektrometri Atomabsorpsjon i flamme, ustandardisert met. Atomabsorpsjon (NS 4773/4777), lystg./acetylen Atomabsorpsjon i flamme, NS 4777
Mangan	AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES ICP/MS AAS, flamme, annen NS 4742 AAS, NS 4774 Enkel fotometri	Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 2. utg. Plasmaeksitert atomemisjon Plasmaeksitert massespektrometri Atomabsorpsjon i flamme, ustandardisert met. Persulfat-oks., formaldoksim-reaksj., NS 4742 Atomabsorpsjon i flamme, NS 4774 Forenklet fotometrisk metode
Nikkel	AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES ICP/MS AAS, flamme, annen AAS, NS 4773, 1. utg.	Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 2. utg. Plasmaeksitert atomemisjon Plasmaeksitert massespektrometri Atomabsorpsjon i flamme, ustandardisert met. Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 1. utg.
Sink	AAS, NS 4773, 2. utg. ICP/AES ICP/MS AAS, flamme, annen AAS, NS 4773, 1. utg.	Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 2. utg. Plasmaeksitert atomemisjon Plasmaeksitert massespektrometri Atomabsorpsjon i flamme, ustandardisert met. Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 1. utg.

Fremstilling av vannprøver

Under ringtesten ble det fremstilt tolv syntetiske vannprøver ved å sette kjente stoffmengder til destilert vann. Hver analysevariabel inngikk i et sett med fire prøver, gruppert parvis etter konsentrasjon ("høyt" og "lavt" nivå). Som referansematerialer for prøvesettene A–D og E–H ble det benyttet faste stoffer av kvalitet *pro analysi*. Sett I–L ble laget ved å fortynde løsninger for spektroskopisk analyse, produsert av BDH Laboratory Supplies. Tabell B2 viser hvilke materialer prøvene inneholdt.

Prøvene ble fremstilt i kanner av polyetylen og lagret to til tre uker i disse. Mellom én og to uker før distribusjon til deltagerne i ringtesten ble det tappet et passende antall delprøver i 250 ml polyetylen-flasker. Prøvesett E–H ble oppbevart i kjølerom i hele perioden, de to øvrige sett ved romtemperatur.

Tabell B2. Vannprøver og referansematerialer

Prøver	Analysevariabel	Referansematerialer	Konservering
A – D	pH Suspendert stoff, tørrstoff Suspendert stoff, gløderest	Na ₂ B ₄ O ₇ · 10 H ₂ O, HCl (prøvepar AB) Na ₂ H ₂ PO ₄ · H ₂ O, K ₂ HPO ₄ (prøvepar CD) Kaolin, Mikrokristallinsk cellulose	Ingen
E – H	Kjemisk oks. forbr. (COD _{Cr}) Totalt organisk karbon Totalfosfor Totalnitrogen	Kaliumhydrogenftalat KH ₂ PO ₄ , Dinatrium-adenosin-5'-monofosfat KNO ₃ , Dinatrium-dihydrogen-etylendiaminetetraacetat-dihydrat (EDTA)	Ingen
I – L	Aluminium Bly Jern Kadmium Kobber Krom Mangan Nikkel Sink	Al(NO ₃) ₃ , 1000 mg/l Al Pb(NO ₃) ₂ , 1000 mg/l Pb Fe(NO ₃) ₃ , 1000 mg/l Fe Cd(NO ₃) ₂ , 1000 mg/l Cd Cu(NO ₃) ₂ , 1000 mg/l Cu Cr(NO ₃) ₃ , 1000 mg/l Cr Mn(NO ₃) ₂ , 1000 mg/l Mn Ni(NO ₃) ₂ , 1000 mg/l Ni Zn(NO ₃) ₂ , 1000 mg/l Zn	10 ml HNO ₃ , 7 mol/l, i 1 liter prøve

Prøveutsendelse og rapportering

Praktisk informasjon om gjennomføring av ringtesten ble distribuert 27. april 2000 og prøver sendt fem dager senere til 110 påmeldte laboratorier. Deltagerne ble bedt om å lagre prøvesett E–H kjølig i tidsrommet mellom mottak og analyse.

For suspendert stoff, kjemisk oksygenforbruk, totalfosfor og totalnitrogen oppga NIVA maksimale konsentrasjoner i prøvene, kfr. tabell B3. Hensikten var å sette deltagerne i stand til å velge gunstig fortynnning og/eller prøveuttak. Det ble videre opplyst at metallkonsentrasjonene i prøvesett I–L var tilpasset atomabsorpsjonsanalyse i flamme. Ved fotometrisk bestemmelse etter Norsk Standard av aluminium, jern og mangan ble laboratoriene anbefalt å (delvis) nøytralisere og eventuelt fortykke prøvene før selve analysen.

Svarfristen var 30. mai 2000. Med unntak av ett laboratorium returnerte samtlige deltagere analyseresultater. Ved NIVAs brev av 15. juni ble det gitt en oversikt over antatte stoffkonsentrasjoner i prøvene ("sanne" verdier), slik at laboratorier som hadde avvikende resultater kunne komme igang med nødvendig feilsøking.

Tabell B3. Oppgitte maksimalkonsentrasjoner

Analysevariabel	Enhet	Maksimale konsentrasjoner	
Suspendert stoff, tørrstoff	mg/l	AB: 150	CD: 700
Kjemisk oksygenforbruk, COD _{Cr}	mg/l O	EF: 700	GH: 250
Totalfosfor	mg/l P	EF: 5	GH: 2
Totalnitrogen	mg/l N	EF: 25	GH: 10

NIVAs kontrollanalyser

Før, under og etter gjennomføring av ringtesten ble delprøver kontrollanalysert ved NIVA. Det var stort sett meget godt samsvar mellom kontrollresultatene, beregnede verdier og deltagernes medianverdier. Resultatene er sammenstilt i tabell B4.

Tabell B4. Beregnede verdier, medianverdier og kontrollresultater

Analysevariabel og enhet	Prø- ve	Beregnet verdi	Median- Verdi	NIVAs kontrollresultater		
				Middelverdi	Std.avvik	Antall
pH	A	–	7,96	8,00	0,03	4
	B	–	8,32	8,35	0,03	4
	C	–	6,32	6,33	0,01	4
	D	–	6,07	6,09	0,01	4
Suspendert stoff, tørrstoff, mg/l	A	95	94	95	3	4
	B	86	82	85	4	4
	C	475	473	480	9	4
	D	551	555	552	14	4
Suspendert stoff, gløderest, mg/l	A	42	37	41	2	4
	B	37	33	37	3	4
	C	208	213	213	5	4
	D	241	245	247	5	4
Kjem. oks. forbr. (COD _{Cr}), mg/l O	E	585	567	572	10	4
	F	648	635	630	6	4
	G	171	171	174	3	4
	H	185	183	186	5	4
Totalt organisk karbon, mg/l C	E	232	232	233	8	4
	F	257	260	262	8	4
	G	67,7	70,3	66,1	1,9	4
	H	73,3	74,5	71,8	2,3	4
Totalfosfor, mg/l P	E	2,52	2,53	2,53	0,01	4
	F	2,24	2,25	2,25	0	4
	G	0,560	0,562	0,560	0	4
	H	0,700	0,703	0,700	0	4
Totalnitrogen, mg/l N	E	18,6	18,8	18,8	0,2	4
	F	16,5	16,5	16,9	0,3	4
	G	4,13	4,22	4,19	0,07	4
	H	5,16	5,16	5,18	0,09	4
Aluminium, mg/l Al	I	0,660	0,652	0,675	0,018	4
	J	0,770	0,761	0,777	0,026	4
	K	1,87	1,85	1,88	0,06	4
	L	2,09	2,06	2,11	0,04	4
Bly, mg/l Pb	I	0,300	0,300	0,287	0,007	4
	J	0,350	0,349	0,334	0,006	4
	K	0,850	0,850	0,833	0,026	4
	L	0,950	0,943	0,940	0,023	4
Jern, mg/l Fe	I	0,665	0,670	0,626	0,007	4
	J	0,760	0,767	0,726	0,008	4
	K	1,71	1,71	1,69	0,02	4
	L	1,52	1,52	1,52	0,04	4
Kadmium, mg/l Cd	I	0,330	0,331	0,328	0,005	4
	J	0,300	0,301	0,294	0,007	4
	K	0,054	0,054	0,054	0,003	4
	L	0,048	0,048	0,046	0,002	4

Tabell B4. (forts.)

Analysevariabel og enhet	Prø- ve	Beregnet verdi	Median- Verdi	NIVAs kontrollresultater		
				Middelverdi	Std.avvik	Antall
Kobber, mg/l Cu	I	0,540	0,538	0,541	0,016	4
	J	0,630	0,625	0,636	0,017	4
	K	1,53	1,51	1,53	0,02	4
	L	1,71	1,69	1,72	0,03	4
Krom, mg/l Cr	I	2,09	2,09	2,12	0,01	4
	J	1,90	1,89	1,91	0,01	4
	K	0,342	0,345	0,348	0,003	4
	L	0,304	0,300	0,312	0,003	4
Mangan, mg/l Mn	I	3,08	3,09	2,99	0,03	4
	J	2,80	2,81	2,71	0,04	4
	K	0,504	0,507	0,495	0,014	4
	L	0,448	0,449	0,439	0,012	4
Nikkel, mg/l Ni	I	0,595	0,590	0,575	0,014	4
	J	0,680	0,678	0,654	0,014	4
	K	1,53	1,53	1,48	0,05	4
	L	1,36	1,36	1,33	0,04	4
Sink, mg/l Zn	I	0,490	0,488	0,472	0,003	4
	J	0,560	0,560	0,540	0,003	4
	K	1,26	1,26	1,24	0,04	4
	L	1,12	1,12	1,11	0,02	4

NIVA bestemte metallene med ICP/AES (Thermo Jarrell Ash IRIS/AP)

Behandling av ringtestdata

Ved registrering og behandling av data fra ringtestene brukes følgende programvare:

Microsoft Access 97

Microsoft Excel 97

Microsoft Word 97

Administrativ informasjon om deltagerne og samtlige data fra de enkelte ringtester lagres i *Access*. Ved hjelp av makroer foretas statistiske beregninger og produseres grunnlag for figurer og tabeller. *Access* blir dessuten benyttet ved søking i databasen og til generering av adresselister. *Excel* brukes ved registrering av laboratoriene analyseresultater samt til fremstilling av Youndendiagrammer og rapporttabeller. Rapporter og brev skrives i *Word*.

Analyseresultater behandles etter disse reglene: Resultatpar hvor én eller begge verdier avviker mer enn 50% fra sann verdi forkastes. Av gjenværende data finnes middelverdi (x) og standardavvik (s). Resultatpar med én eller begge verdier utenfor $x \pm 3s$ utelates før endelig beregning av middelverdi, standardavvik og andre statistiske parametre.

Deltagernes resultater – ordnet etter stigende identitetsnummer – er sammenstilt i tabell C1. Verdier med mer enn tre signifikante sifre er avrundet av NIVA. Statistisk materiale fra den siste beregningsomgangen er oppført i tabell C2. Resultatene listes etter stigende verdier og utelatte enkeltresultater merkes med U.

Deltagere i ringtest 0022

Alex Stewart Environmental Services A/S	Nær.mid.tilsynet i Sør-Innherred
Alpharma A/S	Nær.middeltilsynet for N.Østerdal
AnalyCen A/S, Avdeling Miljø	Nær.middeltilsynet for Sandefjord
Analyselaboratoriet, Høgskolen i Agder	Næringsmiddelkontrollen I Trondheim
ANØ Miljøkompetanse	Næringsmiddeltilsynet for Gjøvik og Toten
Borealis A/S, Kvalitetskontrollen	Næringsmiddeltilsynet for Sogn
Borregaard Hellefos A/S	Næringsmiddeltilsynet i Fosen
Borregaard Industries Ltd. Kontrollavdelingen	Næringsmiddeltilsynet i Tønsberg
Borregaard Vafos A/S	Namdal Analysesenter
Chemlab Services A/S	Nammo Raufoss A/S
Corus Packaging Plus, Norway AS	NORCEM A/S
DeNoFa A/S	Norsk Avfallshandtering A/S
Dyno Ind. ASA - Lillestrøm Ind.sent.	Norsk Hydro Produksjon ASA, Stureterminalen
Dyno Nobel ASA - Forsvarsprodukter	Norsk Matanalyse
Dyno Nobel ASA - Kjemiavd. Engene	Norsk Wallboard A/S
Dyno Nobel Europe - Gullaug Fabrikker	Norske Skog Folla
Elkem Aluminium Mosjøen	Norske Skog Follum
Elkem ASA - Bremanger Smelteverk	Norske Skog Saugbrugs
Eramet Norway A/S - Porsgrunn	Norske Skog Skogn
Eramet Norway A/S - Sauda	Norske Skog Tofte
Esso Norge A/S, Laboratoriet, Slagen	Norske Skog Union
Falconbridge Nikkelverk A/S	Norzink A/S
FMC Biopolymer A/S	O. Mustad & Søn A/S
Glomma Papp A/S	Oslo kommune - Vann og avløpsetaten
Hansa Borg Bryggerier ASA	Papirindustriens forskningsinstitutt
Hunsfos Fabrikker A/S	Peterson Linerboard A/S - Moss
Hunton Fiber A/S	Peterson Linerboard A/S - Ranheim
Hurum Fabrikker A/S	Peterson Scanproof A/S
Hydro Aluminium Karmøy	Planteforsk - Holt forskingssenter
Hydro Magnesium Porsgrunn	Planteforsk - Svanhovd miljøsenter
Hydro Rafnes - Etylenlaboratoriet	Ringnes A/S - Avd. Gjelleråsen
Hydro Rafnes - Klor/VCM-laboratoriet	Ringnes A/S - E. C. Dahls Bryggeri
Idun Industri A/S	Ringnes A/S - Ringnes Bryggeri
Inter Consult Group ASA	Ringnes Arendals Bryggeri
IVAR	Ringnes Nordlandsbryggeriet
Jordforsk Lab	Ringnes Tou Bryggeri
Jotun A/S	Rogalandsforskning
K. A. Rasmussen A/S	Romsdal næringsmiddeltilsyn
Kongsberg Fimas A/S	Rygene-Smith & Thommesen A/S
Kronos Titan A/S	Sande Paper Mill A/S
Kvalitetskontrollen Petro	Sentrallaboratoriet for NRV og RA-2
LabNett Hamar A/S	Sildolje- og sildemelind. forskn.inst.
Larvik Cell A/S	A/S Skjærdalens Brug
A/S Maarud Avd. Miljø	Skolmar Jordlaboratorium
Miljølaboratoriet i Telemark	Stabburet A/S - Fredrikstad
Miljøteknikk terrateam A/S	STATOIL Kårstø
Molab A/S	STATOIL Kollsnes
A/S Nestlé Norge, Hamar fabrikker	STATOIL Mongstad
Nær.mid.tilsynet i Asker og Bærum	STATOIL Tjeldbergodden
Nær.mid.tilsynet i Larvik og Lardal	A/S Sunland-Eker Papirfabrikker

Deltagere (forts.)

Sunnfjord og Ytre Sogn kjøt-
The Chinet Company A/S
Tine Midt-Norge, avd. Tunga
Tinfos Jernverk A/S - Øye Smelteverk
Tinfos Titan & Iron KS

Titania A/S
Union Geithus A/S
Vestfjorden Avløpsselskap (VEAS)
Waardals Kjemiske Fabrikker A/S
West-Lab Services A/S

Vedlegg C. Datamateriale

Tabell C1. Deltagernes analyseresultater

Lab. nr.	pH				Susp. stoff, tørrstoff, mg/l				Susp. stoff, gløderest, mg/l				Kjemisk oks. forbr., mg/l O			
	A	B	C	D	A	B	C	D	A	B	C	D	E	F	G	H
1	7.99	8.35	6.33	6.09	95	84	484	555	40	33	221	245	575	652	168	181
2	7.99	8.37	6.36	6.11	90	78	467	546	35	32	206	242	556	634	174	188
3	7.88	8.25	6.30	6.05	114	99	494	592					565	630	162	182
4	7.96	8.32	6.31	6.06	95	84	481	562	41	37	215	249	592	663	180	196
5	7.86	8.20	6.25	6.02												
6	8.02	8.35	6.30	6.04	95	82	494	555								
7	7.98	8.32	6.29	6.05	97	87	495	579	38	33	216	254				
8	7.94	8.33	6.29	6.06	89	79	468	565								
9	7.96	8.33	6.26	6.01	95	80	468	548								
10	7.92	8.30	6.32	6.10												
11	7.98	8.34	6.31	6.06	96	84	489	569								
12	8.00	8.35	6.33	6.08	93	83	489	568	37	33	216	253				
13																
14	8.08	8.42	6.40	6.15												
15	7.95	8.30	6.33	6.09	90	78	470	560	37	35	230	270	556	626	160	175
16	7.68	8.10	6.12	5.96	97	85	453	536	38	31	198	224	666	633	194	190
17	7.96	8.31	6.31	6.07	88	80	466	562	34	32	210	258	560	637	166	181
18	7.90	8.31	6.33	6.08	97	82	464	552	40	34	212	267	563	613	161	175
19	7.97	8.33	6.31	6.07	94	81	472	554	42	36	217	258	547	601	161	171
20	7.96	8.35	6.31	6.07	87	78	473	530	33	31	208	235	544	596	167	173
21	7.95	8.33	6.29	6.05	95	85	491	593								
22	7.97	8.32	6.32	6.07	96	86	467	541	36	36	205	237	561	632	165	180
23	7.95	8.28	6.26	6.04	91	79	477	539	38	34	216	240	566	629	172	188
24	7.99	8.34	6.30	6.08												
25	7.98	8.33	6.27	6.01	95	87	481	561					610	694	191	202
26	8.00	8.36	6.32	6.08												
27	7.98	8.34	6.31	6.05									561	647	173	189
28	7.96	8.31	6.31	6.06									552	632	160	172
29	7.79	8.15	6.27	6.03	97	81	460	543	37	38	222	246	585	654	171	182
30	7.96	8.31	6.32	6.07	112	112	512	622					557	614	172	182
31	7.89	8.27	6.37	6.10									586	658	200	220
32	7.68	7.98	6.32	6.07	97	84	454	514								
33	7.93	8.27	6.30	6.05									563	635	172	181
34	7.70	8.08	6.13	5.85												
35	7.95	8.32	6.34	6.14	89	78	458	556	32	29	193	235	587	712	177	191
36	7.97	8.33	6.34	6.08	95	85	484	559	37	30	214	251	591	640	193	163
37	7.94	8.23	6.39	6.14	98	86	479	557	29	23	195	229	560	630	160	170
38	8.00	8.36	6.34	6.10	80	75	452	554	27	23	196	234	507	571	122	128
39	7.98	8.33	6.32	6.07	95	83	478	562	37	31	213	249				
40	8.01	8.38	6.32	6.08												
41	7.85	8.21	6.26	6.01	95	81	477	564					560	608	164	181
42	7.97	8.31	6.28	6.04	95	79	488	550	38	31	219	246	550	613	164	183
43	7.96	8.32	6.27	6.02									560	640	180	200
44	7.77	8.13	6.17	5.89									488	564	110	142
45	7.81	8.19	6.23	5.96									585	655	170	190
46	8.14	8.48	6.43	6.19	158	96	486	572					680	790	240	210
47	7.92	8.32	6.29	6.05	90	80	460	550								
48	7.84	8.13	6.24	5.97	81	55	484	669								
49	8.02	8.38	6.35	6.08	89	77	456	544	36	29	198	232	567	627	170	182
50	8.00	8.30	6.40	6.10									585	661	172	188
51	7.85	8.26	6.21	5.97	94	82	485	512					598	658	174	202
52	8.15	8.46	6.39	6.14									579	623	172	184
53	7.98	8.33	6.31	6.07												
54	8.03	8.39	6.34	6.10	96	84	474	446					599	665	181	196
55	7.91	8.22	6.27	5.97	88	78	473	548								
56																

Tabell C1. (forts.)

Lab. nr.	pH				Susp. stoff, tørrstoff, mg/l				Susp. stoff, gløderest, mg/l				Kjemisk oks. forbr., mg/l O			
	A	B	C	D	A	B	C	D	A	B	C	D	E	F	G	H
57					105	90	492	570								
58	7.87	8.28	6.33	6.07	87	78	452	528	24	20	189	224	581	640	167	185
59	7.87	8.09	6.24	6.02	91	82	483	566	37	33	207	248	532	624	146	178
60	7.73	8.14	6.27	6.02	93	84	476	564	88	71	278	330	586	676	205	194
61	7.83	8.21	6.28	6.02	92	85	484	558	41	41	235	267	568	635	173	184
62	7.84	8.22	6.30	6.04	90	77	446	533	47	36	206	242				
63	8.22	8.67	6.52	6.26	93	74	436	520	33	19	200	233	532	583	209	200
64	7.93	8.27	6.31	6.06	92	82	474	560	67	62	274	323	559	627	171	184
65	7.90	8.25	6.35	6.08	93	79	458	554					595	661	161	173
66	7.91	8.27	6.29	6.06	91	81	447	529								
67	7.94	8.30	6.32	6.08	92	79	463	532	4	3	21	24	548	618	153	169
68	8.00	8.36	6.36	6.10	94	79	474	558	37	26	206	244	575	649	166	182
69					104	100	504	98	47	45	247	267	584	676	180	190
70	8.02	8.39	6.35	6.10	112	86	632	520					601	675	182	194
71	8.12	8.49	6.41	6.16	91	77	447	518	35	28	195	223				
72					89	81	468	553	25	29	236	292				
73	7.90	8.30	6.40	6.10	104	94	516	627	43	40	233	282	554	629	175	183
74	7.70	8.08	6.16	5.90	99	86	480	543	42	37	210	237	598	668	179	191
75	8.00	8.36	6.32	6.08	86	76	468	548					580	654	156	172
76	8.58	8.29	6.34	6.11	104	93	556	628	46	43	256	292	1054	1207	135	148
77	7.78	8.15	6.24	5.96	94	81	487	558	39	34	216	245	556	620	161	175
78	8.04	8.36	6.43	6.11	96	96	444	516	34	44	226	192	618	648	171	185
79	8.00	8.35	6.34	6.10	91	81	467	528					580	643	163	177
80	7.95	8.29	6.38	6.05	94	87	485	570	34	36	212	259	563	641	174	177
81	7.89	8.22	6.28	6.04	95	83	476	555	36	32	214	252				
82					94	83	478	565								
83	7.88	8.24	6.42	6.13	92	82	457	533					542	615	130	137
84	7.96	8.37	6.37	6.10	92	81	461	573					455	500	75	120
85	7.81	8.13	6.25	6.00	106	74	424	576					591	652	168	181
86	8.03	8.33	6.34	6.09	90	78	552	470					579	628	170	184
87	7.94	8.33	6.30	6.08	79	70	462	538					562	631	157	173
88	8.15	8.53	6.34	6.08	91	78	456	534					615	694	178	199
89	7.76	8.12	6.30	6.04	104	86	480	573					582	642	173	184
90	7.93	8.26	6.31	6.08	98	86	480	566					554	616	158	169
91	8.02	8.37	6.36	6.11	95	82	460	542	40	35	206	242	586	642	173	184
92	8.01	8.36	6.35	6.12									581	656	172	183
93	8.01	8.36	6.34	6.10	95	84	491	555	39	35	213	244	563	623	177	223
94	7.94	8.28	6.32	6.06	96	83	472	556					560	622	173	195
95	7.99	8.35	6.32	6.07	106	94	579	661	34	30	261	303	541	629	169	183
96	7.98	8.34	6.31	6.07	96	84	468	524	40	36	208	228	567	633	169	182
97	7.98	8.34	6.30	6.05	95	84	470	488					575	639	170	186
98	7.97	8.32	6.30	6.06									567	629	164	182
99	7.94	8.30	6.31	6.07	95	82	484	570					562	577		
100	8.05	8.39	6.35	6.10	87	77	462	540					593	667	176	190
101	7.96	8.32	6.30	6.06	92	77	445	518	31	23	190	222				
102	7.96	8.31	6.32	6.08	116	83	485	580	35	26	203	226				
103					92	84	486	556	39	36	214	249				
104	7.96	8.31	6.33	6.08	94	78	474	542					571	635	167	182
105	7.97	8.33	6.30	6.06												
106	7.94	8.28	6.34	6.08												
107	7.97	8.32	6.35	6.12												
108	7.82	8.19	6.26	6.01												
109	7.85	8.35	6.28	6.02	92	79	472	559								

Tabell C1. (forts.)

Lab. nr.	Totalt organisk karbon, mg/l C				Totalfosfor, mg/l P				Totalnitrogen, mg/l N				Aluminium, mg/l Al				
	E	F	G	H	E	F	G	H	E	F	G	H	I	J	K	L	
1	234	259	72.8	74.6	2.50	2.21	0.547	0.695					0.666	0.776	1.86	2.10	
2	232	260	71.0	74.0	2.53	2.28	0.563	0.703									
3	218	244	65.5	71.2	2.53	2.18	0.504	0.669	17.8	15.9	4.49	4.85					
4	240	268	70.6	69.4	2.68	2.30	0.603	0.806	19.4	18.0	4.46	5.46	0.573	0.695	1.62	1.89	
5													0.654	0.744	1.85	2.06	
6													0.670	0.750	1.85	2.04	
7																	
8																	
9													0.630	0.700	1.76	1.96	
10													0.570	0.710	1.75	1.96	
11																	
12													0.658	0.761	1.86	2.09	
13													0.662	0.763	1.85	2.08	
14					2.56	2.29	0.600	0.755					0.670	0.783	1.91	2.12	
15					2.57	2.32	0.576	0.720	19.3	16.8	4.16	5.33					
16					2.56	2.35	0.565	0.699	18.5	20.4	4.08	5.08	0.550	0.670	1.49	1.65	
17	251	280	74.0	77.0	2.60	2.34	0.620	0.740	14.3	12.9	3.50	3.99	0.655	0.757	1.87	2.08	
18					2.51	2.18	0.560	0.710	19.7	17.5	4.63	5.42	0.600	0.680	1.63	1.79	
19	233	262	68.7	74.3	2.54	2.24	0.554	0.692	18.7	17.2	4.32	5.26					
20	224	253	66.0	71.5	2.48	2.20	0.553	0.686	18.1	15.7	3.76	4.46	0.701	0.785	1.96	2.26	
21	236	263	72.2	76.4	2.55	2.29	0.618	0.737	18.3	16.5	4.46	5.49	0.630	0.770	1.90	2.00	
22	209	221	58.8	64.5	2.42	2.12	0.540	0.660	20.4	17.2	5.18	5.06	0.621	0.702	1.95	2.12	
23					2.52	2.23	0.558	0.698	19.5	16.5	4.69	5.16	0.649	0.798	1.80	2.06	
24	234	263	70.4	76.3													
25	135	155	75.8	82.4													
26	232	259	74.1	79.4													
27	224	247	66.0	71.4													
28					2.68	2.25	0.960	0.720									
29					2.50	2.18	0.690	0.553									
30					2.89	2.62	0.576	0.712									
31					2.65	1.65	0.600	0.740									
32																	
33													0.648	0.736	1.74	1.93	
34													0.600	0.770	1.80	1.95	
35	247	274	73.0	77.0	2.67	2.30	0.545	0.698	22.7	18.8	5.37	5.55					
36					2.42	2.16	0.530	0.670	16.3	13.8	3.46	4.47					
37	247	268	71.0	83.0									0.710	0.830	1.91	2.11	
38																	
39													0.886	0.878	2.06	2.34	
40																	
41	223	259	71.0	72.0	2.57	2.26	0.600	0.710	11.7	18.7	6.17	3.48	0.577	0.668	1.65	1.83	
42	226	249	68.0	74.0	2.50	2.20	0.540	0.700	17.1	15.2	4.20	5.00	0.759	0.886	2.12	2.35	
43																	
44																	
45	244	264	71.0	75.0													
46																	
47																	
48																	
49																	
50	235	268	70.0	73.0									19.2	17.2	4.70	5.80	
51	230	260	68.0	75.0													
52																	
53																	
54																	
55																	
56																	

Tabell C1. (forts.)

Lab. nr.	Totalt organisk karbon, mg/l C				Totalfosfor, mg/l P				Totalnitrogen, mg/l N				Aluminium, mg/l Al			
	E	F	G	H	E	F	G	H	E	F	G	H	I	J	K	L
57					2.60	2.20	0.560	0.340	20.3	17.6	5.50	6.74				
58					2.60	2.40	0.700	0.800	15.6	14.3	3.10	4.20				
59					2.30	2.00	0.490	0.680								
60					2.55	2.25	0.550	0.690								
61																
62																
63																
64																
65					2.63	2.33	0.760	0.790								
66					2.52	2.16	0.580	0.710	16.8	14.5	7.83	6.92				
67					2.52	2.27	0.640	0.740								
68																
69																
70																
71																
72																
73					2.35	2.10	0.560	0.680					0.650	0.754	1.83	2.05
74					2.47	2.24	0.569	0.703	19.8	18.4	4.49	5.42				
75					2.05	2.20	0.560	0.680								
76					2.40	2.33	0.590	0.710					0.179	0.215	0.21	0.20
77																
78																
79	230	253	73.0	78.0												
80																
81													0.652	0.747	1.73	1.92
82																
83																
84																
85																
86																
87																
88																
89					2.52	2.31	0.554	0.810					0.276	0.297	1.77	2.00
90					2.46	2.20	0.548	0.708	18.8	16.5	4.10	5.30				
91					2.48	2.18	0.548	0.688	18.2	16.3	4.10	5.15	0.711	0.847	1.96	2.18
92					2.53	2.20	0.552	0.682	21.7	16.6	4.15	5.40	0.660	0.776	2.13	2.23
93	223	124	64.0	69.0	2.75	2.72	0.718	0.755								
94					2.40	2.20	0.560	0.660	19.3	16.5	8.70	5.30	0.280	0.330	0.29	0.29
95					2.40	2.28	0.578	0.722	19.3	16.8	4.24	5.31	0.660	0.708	1.93	2.11
96	237	261	67.9	73.7												
97	227	259	68.4	73.6	2.54	2.24	0.562	0.766	18.9	16.5	4.32	5.25				
98					2.55	2.22	0.567	0.697	17.3	14.7	3.86	4.66				
99	229	261	70.5	75.6	2.57	2.29	0.576	0.724	17.5	15.9	4.01	4.95				
100					2.57	2.26	0.540	0.690	19.7	16.7	4.12	5.16	0.650	0.762	1.87	2.08
101	230	259	70.1	75.9	2.46	2.30	0.560	0.700								
102																
103																
104																
105													0.659	0.775	1.88	2.09
106																
107																
108																
109																

Tabell C1. (forts.)

Lab. nr.	Bly, mg/l Pb				Jern, mg/l Fe				Kadmium, mg/l Cd				Kobber, mg/l Cu			
	I	J	K	L	I	J	K	L	I	J	K	L	I	J	K	L
1	0.303	0.354	0.851	0.922	0.670	0.766	1.76	1.57	0.338	0.308	0.052	0.047	0.547	0.640	1.55	1.74
2																
3	0.339	0.369	0.902	0.913	0.662	0.764	1.70	1.53	0.346	0.314	0.057	0.053	0.556	0.651	1.64	1.86
4	0.261	0.321	0.737	0.869	0.575	0.691	1.49	1.38	0.283	0.275	0.047	0.044	0.483	0.586	1.37	1.60
5	0.302	0.337	0.837	0.933	0.669	0.750	1.69	1.51	0.329	0.301	0.054	0.048	0.576	0.692	1.63	1.83
6	0.300	0.345	0.865	0.980	0.670	0.755	1.69	1.50	0.320	0.295	0.060	0.050	0.530	0.620	1.51	1.69
7	0.290	0.350	0.830	0.940	0.700	0.790	1.70	1.55	0.332	0.307	0.050	0.042	0.510	0.600	1.60	1.78
8																
9																
10																
11	0.273	0.313	0.820	0.921	0.670	0.760	1.73	1.50	0.330	0.296	0.050	0.038	0.525	0.610	1.51	1.68
12																
13	0.300	0.350	0.841	0.943	0.661	0.747	1.71	1.53	0.335	0.304	0.053	0.047	0.534	0.633	1.42	1.61
14	0.500	0.582	1.400	1.580	0.670	0.770	1.67	1.50	0.342	0.310	0.056	0.049	0.550	0.637	1.54	1.72
15	0.312	0.353	0.872	0.967	0.665	0.754	1.71	1.55	0.345	0.315	0.056	0.049	0.556	0.644	1.56	1.74
16	0.320	0.330	0.830	0.890	0.685	0.793	1.74	1.55	0.314	0.282	0.052	0.048	0.550	0.640	1.52	1.70
17	0.301	0.348	0.854	0.955	0.650	0.760	1.71	1.52	0.331	0.300	0.053	0.047	0.540	0.628	1.54	1.72
18	0.290	0.330	0.850	0.940	0.661	0.770	1.68	1.52	0.320	0.290	0.056	0.051	0.540	0.620	1.49	1.66
19																
20	0.309	0.358	0.873	0.970	0.685	0.834	2.06	1.82	0.331	0.300	0.055	0.048	0.520	0.610	1.47	1.65
21	0.280	0.320	0.830	0.930	0.570	0.694	1.66	1.28	0.333	0.308	0.054	0.047	0.530	0.620	1.49	1.66
22	0.218	0.243	0.850	1.020	0.677	0.771	1.69	1.54	0.330	0.291	0.059	0.058	0.486	0.625	1.50	1.69
23	0.310	0.380	0.870	0.970	0.690	0.778	1.65	1.48	0.332	0.301	0.051	0.045	0.560	0.650	1.54	1.71
24																
25																
26	0.220	0.260	0.750	0.850	0.710	0.770	1.82	1.57	0.345	0.320	0.048	0.046	0.520	0.600	1.43	1.60
27																
28																
29																
30																
31																
32																
33																
34	0.287	0.324	0.785	0.874	0.730	0.810	1.80	1.59	0.298	0.269	0.048	0.043	0.530	0.620	1.53	1.70
35	0.300	0.350	0.850	0.940	0.899	1.010	1.84	1.61	0.340	0.310	0.057	0.050	0.477	0.550	1.34	1.50
36					0.660	0.770	1.71	1.52	0.320	0.300	0.056	0.047	0.540	0.630	1.54	1.72
37	0.300	0.360	0.880	0.980	0.680	0.770	1.73	1.52	0.328	0.301	0.053	0.058	0.540	0.620	1.53	1.69
38	0.317	0.426	0.644	0.762	0.643	0.739	1.70	1.52	0.300	0.273	0.051	0.048	0.504	0.583	1.45	1.63
39	0.348	0.402	0.839	0.893	0.660	0.741	1.66	1.46	0.325	0.298	0.054	0.045	0.517	0.594	1.42	1.50
40	0.340	0.355	0.842	0.943	0.650	0.750	1.65	1.48	0.352	0.320	0.054	0.047	0.520	0.610	1.47	1.64
41	0.295	0.347	0.900	0.975	0.635	0.730	1.73	1.51	0.328	0.303	0.054	0.050	0.544	0.634	1.50	1.70
42	0.299	0.360	0.894	0.981	0.631	0.724	1.65	1.48	0.334	0.295	0.059	0.050	0.555	0.657	1.59	1.73
43																
44																
45																
46																
47																
48																
49	0.295	0.436	0.867	0.986	0.690	0.800	1.78	1.60	0.335	0.305	0.055	0.049	0.552	0.625	1.52	1.70
50																
51																
52																
53																
54																
55																
56	0.280	0.340	0.850	0.950	0.740	0.840	1.81	1.62	0.335	0.305	0.055	0.049	0.550	0.630	1.53	1.72

Tabell C1. (forts.)

Lab. nr.	Bly, mg/l Pb				Jern, mg/l Fe				Kadmium, mg/l Cd				Kobber, mg/l Cu			
	I	J	K	L	I	J	K	L	I	J	K	L	I	J	K	L
57																
58																
59																
60																
61																
62																
63																
64																
65																
66																
67																
68																
69																
70																
71																
72																
73	0.303	0.343	1.260	1.120	0.679	0.782	1.96	1.78	0.342	0.311	0.055	0.048	0.554	0.637	1.57	1.73
74																
75																
76																
77																
78																
79																
80																
81	0.366	0.437	0.914	1.040	0.622	0.729	1.69	1.39	0.399	0.363	0.069	0.058	0.566	0.610	1.19	1.06
82																
83																
84																
85																
86																
87																
88																
89																
90																
91																
92																
93	0.300	0.330	0.800	0.980	0.740	0.860	1.86	1.65	0.330	0.300	0.053	0.049	0.499	0.568	1.39	1.53
94																
95																
96	0.295	0.360	0.885	0.975	0.650	0.730	1.68	1.50	0.343	0.313	0.056	0.045	0.536	0.626	1.51	1.69
97																
98																
99																
100																
101	0.329	0.348	0.841	0.926	0.677	0.766	1.73	1.55	0.328	0.296	0.054	0.048	0.538	0.634	1.56	1.73
102																
103																
104																
105																
106																
107	0.320	0.370	0.880	0.975	0.676	0.775	1.74	1.55	0.341	0.313	0.058	0.051	0.542	0.630	1.55	1.73
108	0.270	0.340	0.860	0.930	0.670	0.760	1.68	1.50	0.330	0.300	0.056	0.044	0.540	0.630	1.50	1.68
109																

Tabell C1. (forts.)

Lab. nr.	Krom, mg/l Cr				Mangan, mg/l Mn				Nikkel, mg/l Ni				Sink, mg/l Zn			
	I	J	K	L	I	J	K	L	I	J	K	L	I	J	K	L
1	2.11	1.92	0.345	0.307	3.18	2.88	0.507	0.449	0.605	0.695	1.55	1.41	0.490	0.569	1.28	1.15
2																
3	2.17	1.96	0.367	0.320	3.09	2.76	0.471	0.418	0.597	0.678	1.53	1.38	0.500	0.579	1.29	1.17
4	1.84	1.77	0.303	0.281	2.78	2.67	0.457	0.424	0.507	0.616	1.31	1.23	0.406	0.490	1.05	0.98
5					2.99	2.75	0.491	0.435	0.605	0.678	1.52	1.35	0.476	0.568	1.09	1.19
6	2.08	1.89	0.330	0.290	3.05	2.80	0.510	0.455	0.610	0.700	1.51	1.35	0.490	0.560	1.25	1.10
7	1.77	1.60	0.300	0.280	3.09	2.80	0.500	0.440	0.600	0.670	1.53	1.38	0.480	0.550	1.23	1.10
8																
9					3.23	2.95	0.583	0.500	0.520	0.576	1.38	1.21				
10																
11	1.63	1.53	0.309	0.267	3.18	2.89	0.493	0.440	0.549	0.626	1.50	1.33	0.483	0.550	1.26	1.13
12	1.95	1.84	0.360	0.320	3.12	2.81	0.500	0.440	0.680	0.800	1.99	1.78	0.460	0.520	1.22	1.07
13	2.14	1.95	0.340	0.303	3.15	2.87	0.502	0.448	0.600	0.683	1.55	1.41	0.495	0.565	1.23	1.11
14	2.10	1.91	0.347	0.308	3.17	2.89	0.522	0.461	0.618	0.703	1.57	1.40	0.539	0.613	1.37	1.22
15	2.10	1.91	0.358	0.316	3.14	2.84	0.529	0.470	0.615	0.701	1.55	1.38	0.499	0.574	1.30	1.16
16	2.12	1.86	0.350	0.310	3.15	2.85	0.520	0.470	0.620	0.730	1.58	1.40	0.530	0.600	1.28	1.16
17	2.08	1.89	0.341	0.300	3.22	2.89	0.510	0.453	0.597	0.677	1.54	1.36	0.480	0.548	1.26	1.12
18	2.12	1.93	0.320	0.290	2.88	2.62	0.500	0.440	0.580	0.660	1.46	1.30	0.480	0.550	1.23	1.10
19																
20	1.71	1.46	0.268	0.281	2.52	2.18	0.337	0.305	0.559	0.654	1.46	1.30	0.532	0.610	1.36	1.21
21	1.84	1.68	0.310	0.280	3.07	2.81	0.510	0.450	0.590	0.680	1.52	1.36	0.505	0.579	1.30	1.14
22	2.11	1.92	0.319	0.268	3.12	2.86	0.521	0.475	0.697	0.719	1.46	1.41	0.474	0.539	1.22	1.08
23	1.71	1.59	0.360	0.300	3.20	2.85	0.490	0.430	0.590	0.660	1.54	1.36	0.490	0.560	1.27	1.14
24																
25																
26	2.05	1.90	0.350	0.315	2.98	2.55	0.459	0.413	0.570	0.660	1.41	1.26	0.476	0.541	1.17	1.09
27																
28																
29																
30																
31																
32																
33																
34	1.55	1.41	0.316	0.163	2.78	2.42	0.446	0.395	0.525	0.588	1.31	1.17	0.476	0.548	1.21	1.08
35	2.09	1.89	0.340	0.300	3.13	2.84	0.520	0.460	0.590	0.680	1.54	1.36	0.490	0.560	1.27	1.13
36																
37	2.07	1.89	0.350	0.300	3.11	2.87	0.510	0.450	0.600	0.690	1.55	1.37	0.500	0.570	1.28	1.14
38																
39	2.09	1.91	0.317	0.301	3.05	2.78	0.507	0.448	0.585	0.658	1.47	1.30	0.487	0.554	1.26	1.11
40	2.07	1.89	0.339	0.306	2.97	2.69	0.500	0.442	0.590	0.664	1.48	1.33	0.474	0.535	1.22	1.08
41	2.04	1.86	0.345	0.305	3.09	2.75	0.511	0.445	0.576	0.665	1.52	1.37	0.500	0.573	1.27	1.14
42	1.99	1.81	0.335	0.286	2.93	2.65	0.473	0.418	0.567	0.656	1.47	1.31	0.494	0.573	1.29	1.16
43																
44	2.16	2.00	0.330	0.290	3.13	2.85	0.530	0.470	0.600	0.690	1.53	1.35	0.490	0.560	1.25	1.12
45																
46																
47																
48																
49					3.02	2.85	0.490	0.424	0.583	0.723	1.67	1.42	0.470	0.540	1.22	1.10
50																
51																
52																
53																
54																
55																
56	2.16	1.97	0.360	0.310	3.14	2.86	0.510	0.450	0.600	0.690	1.53	1.35	0.480	0.540	1.26	1.12

Tabell C1. (forts.)

Lab. nr.	Krom, mg/l Cr				Mangan, mg/l Mn				Nikkel, mg/l Ni				Sink, mg/l Zn			
	I	J	K	L	I	J	K	L	I	J	K	L	I	J	K	L
57																
58																
59																
60																
61																
62																
63																
64																
65																
66																
67																
68																
69																
70																
71																
72																
73	2.20	2.07	0.350	0.315	3.23	3.12	0.499	0.469	0.615	0.698	1.56	1.38	0.499	0.573	1.26	1.12
74					2.85	2.57	0.530	0.475								
75																
76																
77																
78																
79					2.95	2.67	0.502	0.443					0.480	0.544	1.22	1.08
80																
81	2.14	2.00	0.375	0.330	2.77	2.57	0.501	0.449	0.583	0.647	1.42	1.17	0.400	0.255	0.43	0.36
82	1.82	1.63	0.300	0.260												
83																
84																
85																
86																
87																
88																
89																
90	2.20	1.92	0.355	0.306	2.98	2.72	0.485	0.436	0.606	0.677	1.46	1.32	0.491	0.533	1.23	1.08
91					3.17	2.91	0.495	0.444								
92					3.01	2.84	0.526	0.470								
93	2.15	1.96	0.350	0.310	3.20	2.80	0.520	0.450	0.613	0.715	1.58	1.42	0.485	0.555	1.23	1.09
94					3.00	2.73	0.519	0.460								
95																
96	2.05	1.89	0.352	0.312					0.610	0.690	1.50	1.35	0.494	0.560	1.27	1.13
97																
98																
99																
100																
101	2.04	1.85	0.337	0.296	3.05	2.81	0.514	0.457	0.590	0.681	1.55	1.39	0.489	0.562	1.27	1.13
102																
103	2.21	2.01	0.390	0.340												
104																
105	1.97	1.82	0.310	0.290					0.580	0.660	1.57	1.41	0.490	0.560	1.31	1.17
106	2.09	1.88	0.390	0.300									0.440	0.540	1.26	1.10
107	2.12	1.94	0.360	0.314	3.15	2.73	0.526	0.458	0.615	0.706	1.55	1.38	0.455	0.523	1.18	1.04
108	2.21	1.96	0.380	0.280	2.95	2.70	0.480	0.430	0.600	0.690	1.50	1.33	0.440	0.510	1.16	1.04
109	1.82	1.73	0.340	0.290												