

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
5005 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	Løpenr. (for bestilling) 4572-2002	Dato 18.09.02
	Prosjektnr. Undernr. O-89014	Sider Pris 107
Forfatter(e) Torgunn Sætre Merete Grung	Fagområde Analytisk kjemi	Distribusjon
	Geografisk område	Trykket NIVA

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

Sammendrag

Ved en ringtest arrangert i mai-juni 2002 bestemte 100 deltakere pH, suspendert stoff (tørrstoff og gløderest), sum organisk stoff (kjemisk oksygenforbruk og totalt organisk karbon), totalfosfor, totalnitrogen og ni tungmetaller i syntetiske vannprøver. Ved ringtesten, som har utgangspunkt i SFTs og fylkesmennes kontroll med industriutslipp, er 87% av resultatene bedømt som akseptable. Dette er av de beste resultatene i denne ringtestserien. Andelen laboratorier som benytter atomabsorpsjon i flamme er på omlag samme nivå som tidligere, med i underkant av 60% av deltakerene. Det er gjennomgående høyere andel akseptable resultater blant de laboratoriene som benytter plasmaeksitert atomemisjon som deteksjonsmetodikk enn blant de som benytter atomabsorpsjon i flamme. Bestemmelse av totalnitrogen og totalfosfor med forenklede metoder gir en stor andel uakseptable resultater. Mange laboratorier hadde ikke kontroll over sine pH målinger, da instrumentene ble kalibrert i et annet måleområde enn det ble målt i. Andelen akseptable resultater ved bestemmelse av suspendert stoff, tørrstoff og gløderest, og mangan var av de beste som noen gang er oppnådd i denne ringtestserien.

<p>Fire norske emneord</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Industriavløpsvann 2. Ringtest 3. Prestasjonsprøving 4. Utslippskontroll 	<p>Fire engelske emneord</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Industrial waste water 2. Interlaboratory test comparison 3. Proficiency testing 4. Effluent control
---	---

Torgunn Sætre
Prosjektleder

Rainer G. Lichtenthaler
Forskningsjef

Ringtester – Industriavløpsvann

Ringtest 0226

Forord

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

SFT og fylkesmennene forutsetter at bedriftene sørger for tilfredsstillende kvalitetssikring av analysene. For analyser foretatt i eget laboratorium kan dette skje ved at bedriftene deltar i et ringtest-system 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, 18.september 2002

Torgunn Sætre

Innhold

Sammendrag	5
Summary	6
1. Organisering	7
2. Evaluering	8
3. Organisering	9
4. Resultater	11
4.1 pH	11
4.2 Suspendert tørrstoff og gløderest	11
4.3 Kjemisk oksygenforbruk, COD _{Cr}	11
4.4 Totalt organisk karbon	12
4.5 Totalfosfor	12
4.6 Totalnitrogen	12
4.7 Metaller	13
4.7.1 Aluminium	13
4.7.2 Bly	13
4.7.3 Jern	13
4.7.4 Kadmium	13
4.7.5 Kobber	14
4.7.6 Krom	14
4.7.7 Mangan	14
4.7.8 Nikkel	14
4.7.9 Sink	14
5. 5. Litteratur	51
Vedlegg A. Youdens metode	53
Vedlegg B. Gjennomføring	54
Vedlegg C. Datamateriale	62

Sammendrag

Som et ledd i kontrollen med industriutslipp har Statens forurensningstilsyn (SFT) og fylkesmennenes miljøvernmyndigheter pålagt en rekke bedrifter rapporteringsplikt. Det forutsettes 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 deltakerne.

Ringtestene omfatter de vanligste analysevariabler i SFTs og fylkesmennenes 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. Deltakerne 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. 26 i rekken, betegnet 0226, ble arrangert i mai-juni 2002 med 100 deltakere. En sammenstilling av antatte stoffkonsentrasjoner i prøvene ("sanne" verdier) ble distribuert i slutten av juni samme år, slik at laboratorier med avvikende resultater kunne sette i gang feilsøking.

Hovedtyngden av analysene ble utført etter gjeldende Norsk Standard eller med likeverdige metoder (tabell B1), men det er fortsatt enkelte laboratorier som bruker eldre utgaver av standardene. Fremmedt er det mange laboratorier som bestemmer totalfosfor, eventuelt også totalnitrogen, med svært enkle metoder. All erfaring fra ringtestene viser at de enkle metodene ikke kan forventes å gi pålitelige analyseresultater under industriens egenkontroll av utslipp.

Ringtest 0226 utmerket seg med en gjennomgående god analysekvalitet. Med få unntak var prestasjonene på samme nivå eller bedre enn det som har vært tilfelle tidligere. Ved denne ringtesten utmerket bestemmelsen av suspendert stoff, tørrstoff og gløderest, og mangan seg med meget god kvalitet, med totalt hhv. 95, 87 og 95% akseptable resultater. Enkelte laboratorier har ikke kontroll med sine pH bestemmelser, da instrumentene blir kalibrert i et annet måleområde enn det som måles i prøvene. Ved bestemmelse av totalt organisk karbon var det markert større andel uakseptable resultater blant de laboratoriene som benyttet instrumenter basert på katalytisk forbrenning enn hos de som benytter instrumenter basert på peroksidisulfat/UV-oksidasjon.

Totalt er 87% av resultatene ved ringtest 0226 bedømt som akseptable, av de beste resultatene som er oppnådd i industriringtestene. Det synes som det er blitt en gjennomgående bedre kvalitetssikring av analysevirksomheten i laboratoriene. 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 til god nytte.

Summary

Title: Interlaboratory Comparison Exercise – Industry Effluents, Exercise 0226

Year: 2002

Author: Torgunn Sætre, Merete Grung

Source: Norwegian Institute for Water Research, ISBN No.: ISBN

As part of the control with industrial effluents, the Norwegian Pollution Control Authority (SFT) and Secretary of County for the Environment has instructed a series of industrial companies to periodically report the composition of their effluents. The companies have to fulfil certain analytical quality requirements. This may be achieved by participating in interlaboratory comparison exercises. In accordance with agreement between NIVA and SFT, NIVA arranges two exercises each year. The samples distributed represents industrial effluent water.

The interlaboratory comparison exercises cover the most common analytical variables included in SFT's control programme of industrial effluents; pH, suspended matter (dry substance and residue on ignition), chemical oxygen demand, total organic carbon, total phosphorus, total nitrogen, aluminium, lead, iron, cadmium, copper, chromium, manganese, nickel and zinc. All samples are synthetic and stable. Each set of samples includes four samples, grouped in two by concentration levels.

The "true" values of the substance in the samples are most often set as the calculated values. The limits of acceptance are most often set to $\pm 10\%$ and $\pm 15\%$ for the "high" and "low" concentration levels respectively, while ± 0.2 pH units are always used as the limit of acceptance for the pH measurement (table 1).

The Youden method for statistical handling of the data is employed, and the results are presented graphically in Youden plots (figure 1-32). Each participant's pair of results is represented as a point in the diagrams. Each laboratory's location in the diagram gives information regarding the kind and magnitude of the error. A circle showing the limit of acceptance is given in the plots.

Exercise number 26, named 0226, was arranged in May-June 2002 with 100 participants. The "true" values were distributed to all participants late June 2002, to allow laboratories with deviating values the opportunity to start their troubleshooting as soon as possible.

The majority of the analyses were conducted following the Norwegian Standard or other documented methods (table B1), but some participants still are using annulled standards. For the determination of total phosphorus and total nitrogen, some laboratories were employing simplified methods. Employing more sophisticated methods could increase the quality of the analyses.

The determination of suspended matter; dry substance and residue on ignition, and manganese were very good with 95, 87 and 95% acceptable results respectively. Some laboratories determining pH were calibrating their instruments in another range than actually measuring the samples. Determining TOC, laboratories using instruments based on catalytical combustion had a higher percentage of unsatisfactory results than those using instruments based on peroxodisulphate/UV-oxidation.

87% of the results in exercise 0226 are acceptable, which is one of the best results ever during these intercomparisons (table 1). It seems that the quality control in the laboratories has improved. The practice of continuous quality assurance [Hovind 1986] is a prerequisite to be able to evaluate methods and routines. Standard reference materials (SRM) are recommended while controlling the results and methods, but in lack of SRMs, samples from previous exercises may be used.

1. Organisering

Ringtestene blir organisert etter en metode hvor deltakerne 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.

Av praktiske grunner er ringtestene basert på analyse av syntetiske vannprøver. Hver analysevariabel inngår i et sett med fire prøver, gruppert parvis etter konsentrasjon ("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. 26 i rekken, betegnet 0226, ble arrangert i mai-juni 2002 med 100 deltakere. En sammenstilling av antatte stoffkonsentrasjoner i prøvene ("sanne" verdier) ble distribuert i slutten 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 deltakerne.

Deltakernes 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 eller fylkesmannen. Etersom ringtestopplegget bygger på analyse av stabile, syntetiske vannprøver med kjente stoffmengder, er det funnet formålstjenlig å sette absolutte krav til deltakernes 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 laboratorienes resultater som sann verdi. Ved ringtest 0226 er medianverdien valgt som sann verdi for suspendert tørrstoff og gløderest for prøvepar AB. Beregnede konsentrasjoner, NIVAs kontrollresultater og deltakernes medianverdier ved ringtest 0226 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, total nitrogen og nikkel. For totalt organisk karbon, totalfosfor og mangan 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 0226 sammenlignet med motsvarende tall for de tre foregående ringtestene.

Den alt overveiende del av analysene ble utført etter gjeldende Norsk Standard eller med likeverdige metoder (tabell B1).

Totalt er 87% av resultatene ved ringtest 0226 bedømt som akseptable, et av de beste resultatene som er oppnådd i industriringtestene. Det synes som det er blitt en gjennomgående bedre kvalitetssikring av analysevirksomheten i laboratoriene. 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.

3. 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 og fylkesmennenes miljøvernavdelingers 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 sløffet 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 konsentrasjon ("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. 26 i rekken, betegnet 0226, ble arrangert i mai-juni 2002 med 100 deltagere. En sammenstilling av antatte stoffkonsentrasjoner i prøvene ("sanne" verdier) ble distribuert i slutten 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*.

Tabell 1. Akseptansegrensener og evaluering

Analysevariabel og enhet	Prøvepar	Sann verdi		Akseptansegrense, % *	Antall resultatpar		% akseptable res. ved ringtest			
		Prøve 1	Prøve 2		Ialt	Akseptable	0226	0125	0124	0023
pH	AB	8,14	7,97	0,2 pH	90	89				
	CD	9,33	9,57	0,2 pH	89	77	93	95	95	94
Susp. stoff, tørrstoff, mg/l	AB	579	493	10	77	72				
	CD	119	128	15	76	73	95	86	64	70
Susp. stoff, gløderest, mg/l	AB	257	220	15	40	35				
	CD	52	56	20	39	34	87	84	63	68
Kjem. oks.forbr., COD _{Cr} , mg/l O	EF	855	769	10	62	53				
	GH	129	109	15	62	46	80	88	77	83
Totalt organisk karbon, mg/l C	EF	341	307	10	26	21				
	GH	51,3	43,2	10	26	21	81	94	81	86
Totalfosfor, mg/l P	EF	3,16	2,84	10	45	37				
	GH	0,632	0,790	10	45	36	81	77	75	72
Totalnitrogen, mg/l N	EF	17	15,3	15	30	22				
	GH	3,40	4,25	15	30	19	68	83	66	66
Aluminium, mg/l Al	IJ	2,16	2,04	10	26	18				
	KL	0,720	0,840	15	26	19	71	75	-	72
Bly, mg/l Pb	IJ	0,350	0,420	15	37	30				
	KL	1,26	1,12	10	37	30	81	81	76	83
Jern, mg/l Fe	IJ	2,31	2,09	10	46	41				
	KL	0,330	0,374	15	45	36	85	88	91	87
Kadmium, mg/l Cd	IJ	0,315	0,285	10	36	34				
	KL	0,045	0,051	15	36	31	90	91	89	88
Kobber, mg/l Cu	IJ	0,250	0,300	15	44	41				
	KL	0,900	0,800	10	44	41	93	98	93	94
Krom, mg/l Cr	IJ	0,400	0,480	15	41	37				
	KI	1,44	1,28	10	41	33	85	71	83	85
Mangan, mg/l Mn	IJ	1,62	1,53	10	41	39				
	KL	0,540	0,630	10	41	39	95	93	83	83
Nikkel, mg/l Ni	IJ	0,630	0,595	15	40	40				
	KI	0,210	0,245	15	40	33	91	92	92	95
Sink, mg/l Ze	IJ	2,10	1,90	10	43	37				
	KL	0,300	0,340	15	42	35	85	96	87	86
Totalt					1443	1249	87	87	[81]	82

*Akseptansegrensene (side 8) gjelder ringtest 0226

4. Resultater

Samtlige analyseresultater i ringtest 0226 er fremstilt grafisk i figur 1-32. Det enkelte laboratorium representeres her med et punkt merket med tilhørende identitetsnummer. Dersom avviket overskrider 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 metoder som ble brukt ved ringtesten. I tabell B4 er NIVAs kontrollresultater er gjengitt. Deltakernes resultater etter stigende identitetsnummer er listet i tabell C1, mens statistisk materiale for hver variabel er oppført i tabell C2.

4.1 pH

Ved bestemmelse av pH benyttet alle deltakerene så nær som tre gjeldende Norsk Standard, NS 4720. Imidlertid er det flere laboratorier som ikke kalibrerer over det aktuelle måleområdet, slik standarden anbefaler.

For prøvepar AB er såvel nøyaktighet som presisjon god, med i alt 89 av 90 akseptable resultater. For prøvepar CD gjør den manglende kalibreringen over måleområdet seg gjeldende. En overvekt av de avvikende resultatene er systematisk for lave. De laboratorier som måler utenfor det området instrumentet er kalibrert for, har ikke kontroll med målingene.

4.2 Suspendert tørrstoff og gløderest

Langt de fleste som bestemte suspendert tørrstoff og gløderest gjorde bruk av gjeldende Norsk Standard, NS 4733, 2. utg. To av deltakerne filtrerte prøvene i Büchnertrakt i stedet for den anbefalte filteroppsatsen. Seks laboratorier gjorde bruk av NS-EN 872 ved tørrstoffbestemmelsen, mens ett laboratorium benyttet en annen metode. Resultatene er gjengitt i figur 3-4 (tørrstoff) og 5-6 (gløderest).

Ved ringtest 0226 var andelen akseptable resultater 95% for bestemmelse av suspendert tørrstoff. Dette er det beste resultatet som er oppnådd i denne ringtestserien. Andelen akseptable resultater var på samme nivå for begge prøveparene. Det er innslag av både tilfeldige og systematiske feil i tallmaterialet.

For suspendert gløderest ligger andelen akseptable resultater på 87%. Dette er det beste resultatet som er oppnådd i ringtestene (tabell 1). For begge prøveparene er resultatene preget av både systematiske og tilfeldige feil.

4.3 Kjemisk oksygenforbruk, COD_{Cr}

Kjemisk oksygenforbruk, COD_{Cr} , bestemmes ved oksidasjon med dikromat. Fremgangsmåten er empirisk og oksidasjonsbetingelsene er nøye fastlagt i NS 4848. Den standardiserte metoden ble fulgt av 45% av deltakerene. De øvrige gjorde bruk av forenklede "rørmetoder" basert på oksidasjon av prøvene i ampuller som er tilsatt reagenser på forhånd. Etter Norsk Standard finnes det aktuelle oksygenforbruket ved titrering, mens rørmetodene har fotometrisk sluttbestemmelse. Resultatene er presentert i figur 7-8.

Andelen akseptable resultater var betydelig lavere enn ved den foregående ringtesten (tabell 1). Andelen akseptable resultater er noe høyere blant de laboratoriene som har fulgt gjeldende Norsk Standard enn for de som har benyttet forenklede metoder, med hhv. 82 og 78%.

4.4 Totalt organisk karbon

I alt 26 deltakerne målte totalt organisk karbon. Av disse benyttet 9 instrumenter basert på peroksoedisulfat/UV-oksidasjon, mens de øvrige benyttet instrumentering basert på katalytisk forbrenning. Det er en markert forskjell i resultatene ved anvendelse av de to metodikkene. Blant de som bruker instrumentering basert på peroksoedisulfat/UV-oksidasjon var det kun ett resultatpar som ikke var akseptabelt, mens det for de som benyttet instrumenter basert på katalytisk forbrenning kun var 68% akseptable resultater. Av de anvendte instrumentene er 8 basert på katalytisk forbrenning (Shimadzu 500, Shimadzu 5000, Dohrman DC-190, Astro 2100, OI Analytical 1020A, Elementar high TOC, Skalar Formacs og Dohrman Apollo 9000), mens de øvrige er basert på peroksoedisulfat/UV-oksidasjon (Astro 1850, Astro 2001, Phoenix 8000 og Skalar CA20). Resultatene er gjengitt i figur 9-10.

Andelen akseptable resultater, 81% (tabell 1), er langt lavere enn det som ble oppnådd ved den foregående ringtesten.

4.5 Totalfosfor

I overkant av 70% av deltakerne bestemte totalfosfor etter oppslutning med peroksoedisulfat i svovelsurt miljø etter NS 4725 eller NS-EN 1189. Av disse utførte 20 deltakere den avsluttende målingen manuelt i følge standarden. Tolv laboratorier brukte autoanalysator eller FIA til sluttbestemmelsen. Forenklede "rørmetoder" fra Dr. Lange, Hach eller WTW ble benyttet av de resterende deltakerene. Resultatene er fremstilt i figur 11-12.

Ved bestemmelse av totalfosfor varierer deltakernes prestasjoner en del over tid. Ved ringtest 0226 var andelen akseptable resultater høyere enn den har vært ved de tre foregående ringtestene (tabell 1). Spesielt for de deltakerne som benyttet FIA eller autoanalysator i sluttbestemmelsen, var andelen akseptable resultater gått betydelig opp i forhold til forrige ringtest. Åttiåtte prosent av resultatene som er fremkommet med nevnte teknikker er akseptable. Andelen akseptable resultater ved bruk av enkle rørmetoder, er ved denne ringtesten noe høyere enn den har vært tidligere. Syttititre prosent av disse resultatene var denne gangen akseptable. I begge prøveparene er det et relativt stort innslag av tilfeldige feil.

4.6 Totalnitrogen

24 av de 30 laboratoriene som leverte resultater for bestemmelse av totalnitrogen oksiderte prøvene med peroksoedisulfat i basisk oppløsning, som omtalt i NS4743. Ved den etterfølgende kvantifisering ble det brukt automatiserte metoder (autoanalysator, FIA). Ett laboratorium har oppgitt at sluttbestemmelsen er gjort manuelt i følge standarden. Seks laboratorier bestemte totalnitrogen med forenklede metoder. Resultatene er fremstilt grafisk i figur 13-14.

Resultatene ved ringtest 0226 er langt svakere enn ved den foregående ringtesten, men på nivå med tidligere ringtester, med 68% akseptable resultater (tabell 1). Laboratorier som benytter autoanalysator i sluttbestemmelsen har oppnådd de beste resultatene, med 90% akseptable resultater. For sluttbestemmelse med FIA er det tilsvarende antallet 63%. Ved de laboratoriene som har benyttet

forenklede metoder er 8 av 12 resultatpar uakseptable, noe som igjen viser at forenklede metoder ikke er egnet ved bestemmelse av total nitrogen i avløpsvann.

4.7 Metaller

Ved ringtest 0226 ble omlag 37% av bestemmelsene utført med plasmaekstiert atomemisjons deteksjon, mens omlag 57% benyttet atomabsorpsjon i flamme. Dette er omtrent på samme nivå som ved tidligere ringtester. Blant de som benyttet atomabsorpsjon i flamme foregikk bestemmelsene i all hovedsak etter gjeldende Norsk Standard, NS 4773 2. utg. Tidligere utgitte standarder er fortsatt i bruk hos to laboratorier, mens ett benytter egne metoder. Atomabsorpsjon i grafittovn ble benyttet av fem laboratorier for bestemmelse av ett eller begge metallene Al og Cr. Tre laboratorier bestemte ett eller flere av metallene Al, Fe og Mn med ulike fotometriske metoder. Ett laboratorium gjorde bruk av ICP/MS. Resultatene er fremstilt i figur 15-32.

Også ved denne ringtesten viser det seg at analysekvaliteten er høy hos de laboratoriene som benytter ICP/AES, med 94% akseptable resultater, omtrent på samme nivå som ved den foregående ringtesten. Ved denne ringtesten var det tilsvarende resultatet for atomabsorpsjon i flamme 86%, også dette på nivå med tidligere ringtester.

4.7.1 Aluminium

Ved ringtest 0226 var andelen akseptable resultater 71%. Dette er på nivå med resultatene som er oppnådd i tidligere industriringtester (tabell 1). Andelen akseptable resultater varierer med metode. Blant de laboratoriene som benyttet ICP/AES er det 100% akseptable resultater, mens blant de som benytter atomabsorpsjon i flamme er 71% av resultatene som er akseptable. Resultatene er fremstil grafisk i figur 15-16.

4.7.2 Bly

Bly (figur 17-18) ble bestemt av 37 deltakere, hvorav 81% leverte akseptable resultater. Dette ligger på omtrent samme nivå som ved tidligere ringtester (tabell 1). Andelen akseptable resultater spriker mindre mellom de ulike metodene ved denne ringtesten enn ved den foregående. Blant de laboratoriene som benytter ICP/AES var det 86% akseptable resultater kontra atomabsorpsjon i flamme med 81% akseptable resultater. Det er et stort innslag av tilfeldige feil i målingene.

4.7.3 Jern

Prestasjonene ved bestemmelse av jern var litt svakere enn ved de tre foregående ringtestene, men allikevel på et akseptabelt nivå (tabell 1). For prøveparet med lavest konsentrasjon (KL), er det et større innslag av tilfeldige feil enn for prøveparet med høyere innhold av jern (IJ) (figur 19-20). Også ved denne ringtesten er andelen akseptable resultater langt høyere hos de laboratoriene som har benyttet ICP/AES, 97%, enn hos de som har benyttet atomabsorpsjon i flamme, 81%.

4.7.4 Kadmium

Prestasjonene ved bestemmelse av kadmium ligger på samme, relativt høye nivå som ved tidligere ringtester. I ringtest 0226 var det 90% akseptable resultater (tabell 1). Resultatene hos de laboratoriene som benytter ICP/AES er gjennomgående bedre enn de som benytter andre teknikker. Ved denne ringtesten oppnådde laboratorier som benytter ICP/AES 97% akseptable resultater, mot 85% blant de som benytter atomabsorpsjon i flamme. Resultatene for prøveparet med lavest nivå (KL) er preget av tilfeldige feil, mens det er mer systematiske feil når målingene skjer ved et høyere nivå (IJ) (figur 21-22).

4.7.5 Kobber

Analyse av kobber ligger jevnt på et høyt nivå i ringtestene, denne gangen med 93% akseptable resultater (tabell 1). Tallmaterialet er preget av systematiske feil, uavhengig av konsentrasjonsnivå (figur 23-24). Ved bestemmelse av kobber var det bedre presisjon blant de laboratoriene som benytter atomabsorpsjon i flamme enn blant de som benytter ICP/AES med hhv. 98% og 84% akseptable resultater.

4.7.6 Krom

Andelen akseptable resultater for krom var ved ringtest 0226 85%, som er på nivå med det som tidligere er oppnådd (tabell 1). Det er et relativt stort innslag av tilfeldige feil i resultatene (figur 25-26). Det er gjennomgående høyere kvalitet på resultatene hos de som benytter ICP/AES, 93% akseptable, enn hos de som benytter atomabsorpsjon i flamme, 80% akseptable resultater. Blant de deltakerne som har benyttet lystgass/acetylen, noe som reduserer interferenser fra jern, i gassblandingen, er det 100% akseptable resultater.

4.7.7 Mangan

Som ved den foregående ringtesten, var resultatene ved denne, 0226, meget bra for mangan, med 95% akseptable resultater. Dette er av de aller beste resultatene som noen gang er oppnådd for dette metallet i denne ringtestserien (tabell 1). Deltakerne med avvikende resultater har gjennomgående for lave verdier i sine målinger (figur 27-28). Prestasjonene varierer lite med metoden som er benyttet.

4.7.8 Nikkel

Bestemmelsen av nikkel har vist en jevnt bra kvalitet gjennom de senere årene (tabell 1). Det er et relativt stort innslag av tilfeldige feil i tallmaterialet, da særlig i dataene som fremkommer ved analyse av prøveparet med lavest konsentrasjonsnivå (KL) (figur 29-30). De laboratoriene som har rapportert uakseptable resultater, har gjennomgående for høye verdier. Resultatene er også noe avhengig av metodikken som er brukt ved bestemmelsen. ICP/AES gir gjennomgående bedre presisjon 97%, enn øvrige teknikker, 88%.

4.7.9 Sink

Ved ringtest 0226 er resultatene nede på nivå med tidligere ringtester, 85% akseptable resultater, etter å ha vært meget høyt ved foregående ringtest (tabell 1). Blant de laboratoriene som har rapportert uakseptable resultater er det gjennomgående for lave verdier, mens spredningen i tallmaterialet blant de laboratoriene som har akseptable verdier er jevnt fordelt både høyere og lavere enn "sann" verdi (figur 31-32). Det er stor metodeforskjell. Blant de rapporterte resultatene som er fremkommet ved analyse med ICP/AES er det 93% akseptable resultater, mens det tilsvarende tallet for bestemmelse med atomabsorpsjon i flamme er 80%.

Tabell 2. Statistisk sammendrag

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	lalt	U	Pr. 1	Pr. 2	Prøve 1	Prøve 2	Pr. 1	Pr. 2	Pr. 1	Pr. 2		
pH	AB	8,14	7,97	90	1	8,14	7,97	8,15	0,04	7,97	0,04	0,5	0,5	0,1	0,0
NS 4720, 2. utg.				87	1	8,14	7,97	8,15	0,04	7,97	0,04	0,5	0,5	0,1	0,0
Annen metode				3	0	8,16	7,87	8,12	0,08	7,90	0,08	1,0	1,0	-0,3	-0,8
pH	CD	9,33	9,57	89	2	9,33	9,57	9,31	0,10	9,55	0,09	1,0	1,0	-0,2	-0,2
NS 4720, 2. utg.				86	2	9,33	9,57	9,32	0,09	9,55	0,09	1,0	0,9	-0,1	-0,2
Annen metode				3	0	9,22	9,48	9,18	0,09	9,43	0,11	1,0	1,2	-1,6	-1,5
Susp. stoff, tørrstoff, mg/l	AB	579	493	77	2	579	493	581	15	494	17	2,5	3,4	0,3	0,1
NS 4733, 2. utg.				68	2	579	493	581	15	494	17	2,6	3,5	0,3	0,2
NS-EN 872				6	0	578	494	576	11	495	7	1,8	1,3	-0,5	0,3
NS, Büchnertrakt				2	0			586		492				1,1	-0,3
Annen metode				1	0			588		464				1,6	-5,9
Susp. stoff, tørrstoff, mg/l	CD	119	128	76	3	119	128	119	4	129	5	3,7	4,2	-0,1	0,5
NS 4733, 2. utg.				67	3	119	129	119	4	129	5	3,7	4,2	-0,1	0,7
NS-EN 872				6	0	119	130	119	2	130	4	1,7	3,1	-0,3	1,3
NS, Büchnertrakt				2	0			115		125				-3,8	-2,3
Annen metode				1	0			124		118				4,2	-7,8
Susp. stoff, gløderest, mg/l	AB	257	220	40	1	257	220	261	19	220	16	7,2	7,2	1,4	0,1
NS 4733, 2. utg.				39	1	257	220	261	19	220	16	7,3	7,3	1,4	0,0
NS, Büchnertrakt				1	0			262		226				1,9	2,7
Susp. stoff, gløderest, mg/l	CD	52	56	39	3	50	55	51	5	56	5	9,5	8,9	-1,2	-0,3
NS 4733, 2. utg.				38	3	50	55	51	5	56	5	9,6	9,0	-1,2	-0,3
NS, Büchnertrakt				1	0			51		55				-1,9	-1,8
Kjem. oks. forbr., mg/l O	EF	855	769	62	4	859	770	858	37	771	32	4,3	4,2	0,4	0,3
Rørmetode/fotometri				34	2	875	788	877	29	788	27	3,3	3,5	2,6	2,4
NS 4748, 2. utg.				28	2	838	754	835	31	751	26	3,7	3,5	-2,3	-2,3
Kjem. oks. forbr., mg/l O	GH	129	109	62	3	129	107	127	9	106	10	7,2	9,1	-1,3	-2,4
Rørmetode/fotometri				34	2	130	108	129	10	108	9	7,4	8,5	0,2	-1,2
NS 4748, 2. utg.				28	1	128	105	125	8	105	10	6,6	9,7	-3,2	-3,8
Tot. org. karbon, mg/l C	EF	341	307	26	2	344	310	350	16	314	12	4,5	3,7	2,7	2,2
Astro 2001				6	1	343	310	344	6	311	2	1,7	0,7	0,9	1,2
Shimadzu 5000				6	0	354	312	359	20	317	16	5,6	5,1	5,3	3,4
Astro 2100				3	1			341		315				-0,1	2,4
Dohrmann DC-190				3	0	355	330	362	25	322	18	6,9	5,7	6,3	4,9
Astro 1850				1	0			337		300				-1,2	-2,3
Dohrman Apollo 9000				1	0			340		306				-0,3	-0,3
Elementar highTOC				1	0			335		304				-1,8	-1,0
OI Analytical 1020A				1	0			369		333				8,2	8,5
Phoenix 8000				1	0			344		309				0,9	0,7
Shimadzu 500				1	0			346		310				1,5	1,0
Skalar CA20				1	0			344		304				0,9	-1,0
Skalar Formacs				1	0			345		310				1,2	1,0

U=Resultatpar som er utelatt fra 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	lalt	U	Pr. 1	Pr. 2	Prøve 1	Prøve 2	Pr. 1	Pr. 2	Pr. 1	Pr. 2					
Tot. org. karbon, mg/l C	GH	51,3	43,2	26	1	52,1	44,0	53,0	2,7	44,3	1,9	5,1	4,2	3,3	2,6			
Astro 2001				6	0	52,4	43,4	52,3	2,4	43,3	1,3	4,6	2,9	1,9	0,3			
Shimadzu 5000		6	0	52,0	45,0	53,3	2,3	44,8	1,2	4,3	2,7	3,8	3,7					
Astro 2100		3	1			52,5		45,4				2,3	5,0					
Dohrmann DC-190		3	0	54,0	44,0	55,1	5,5	44,5	2,3	9,9	5,3	7,3	2,9					
Astro 1850		1	0			50,4		41,9				-1,8	-3,0					
Dohrman Apollo 9000		1	0			56,6		47,4				10,3	9,7					
Elementar highTOC		1	0			52,0		43,7				1,4	1,2					
Ol Analytical 1020A		1	0			56,0		49,0				9,2	13,4					
Phoenix 8000		1	0			52,0		43,0				1,4	-0,5					
Shimadzu 500		1	0			49,3		42,1				-3,9	-2,5					
Skalar CA20		1	0			52,0		43,1				1,4	-0,2					
Skalar Formacs		1	0			53,0		45,0				3,3	4,2					
Totalfosfor, mg/l P	EF	3,16	2,84	45	2	3,20	2,86	3,20	0,17	2,88	0,15	5,4	5,2	1,2	1,5			
NS 4725, 3. utg.				18	1	3,23	2,85	3,21	0,20	2,89	0,15	6,1	5,0	1,5	1,6			
Enkel fotometri				13	1	3,15	2,77	3,18	0,22	2,86	0,21	7,0	7,3	0,5	0,7			
FIA/SnCl ₂				8	0	3,26	2,99	3,23	0,10	2,94	0,10	3,0	3,4	2,3	3,6			
Autoanalysator				4	0	3,19	2,83	3,18	0,06	2,83	0,06	1,7	2,2	0,6	-0,5			
NS-EN 1189				2	0			3,17		2,85				0,2	0,4			
Totalfosfor, mg/l P	GH	0,632	0,790	45	5	0,635	0,796	0,642	0,028	0,797	0,030	4,3	3,8	1,6	0,9			
NS 4725, 3. utg.				18	1	0,642	0,798	0,649	0,028	0,807	0,025	4,3	3,1	2,7	2,1			
Enkel fotometri				13	3	0,632	0,780	0,633	0,025	0,782	0,029	3,9	3,7	0,2	-1,1			
FIA/SnCl ₂				8	1	0,652	0,809	0,657	0,021	0,816	0,027	3,2	3,3	3,9	3,3			
Autoanalysator				4	0	0,630	0,790	0,617	0,034	0,774	0,039	5,4	5,1	-2,4	-2,1			
NS-EN 1189				2	0			0,628		0,779				-0,7	-1,4			
Totalnitrogen, mg/l N	EF	17,0	15,3	30	0	17,3	15,3	17,0	2,3	15,7	1,7	13,4	10,9	-0,3	2,4			
FIA				13	0	17,0	15,2	16,8	2,0	15,6	1,3	11,6	8,3	-1,2	1,9			
Autoanalysator				10	0	17,6	15,4	17,7	1,4	15,8	1,2	7,8	7,7	3,9	3,5			
Enkel fotometri				6	0	17,5	15,3	16,5	3,9	15,9	3,1	23,5	19,5	-3,2	3,7			
NS 4743, 2. utg.				1	0			14,8		13,9				-12,9	-9,2			
Totalnitrogen, mg/l N	GH	3,40	4,25	30	1	3,50	4,38	3,53	0,41	4,42	0,45	11,5	10,2	3,9	4,0			
FIA				13	0	3,47	4,21	3,49	0,43	4,40	0,59	12,3	13,4	2,6	3,6			
Autoanalysator				10	0	3,55	4,45	3,61	0,29	4,45	0,30	8,0	6,9	6,1	4,6			
Enkel fotometri				6	1	3,56	4,50	3,52	0,63	4,52	0,27	17,9	5,9	3,6	6,4			
NS 4743, 2. utg.				1	0			3,40		3,85				0,0	-9,4			
Aluminium, mg/l Al	IJ	2,16	2,04	26	4	2,15	2,03	2,10	0,15	2,00	0,14	7,1	7,2	-2,8	-1,8			
ICP/AES				12	0	2,11	1,98	2,11	0,07	2,00	0,07	3,3	3,4	-2,2	-2,2			
AAS, NS 4773, 2. utg.				6	1	2,14	2,06	2,14	0,06	2,09	0,12	2,8	5,8	-1,1	2,4			
AAS, NS 4781				4	2			1,97		1,86				-9,0	-9,1			
Enkel fotometri				1	1			0,18		0,21				-91,5	-89,9			
FIA				1	0			2,30		2,21				6,5	8,3			
ICP/MS				1	0			1,67		1,66				-22,7	-18,6			
AAS, flamme, annen				1	0			2,23		2,12				3,2	3,9			
Aluminium, mg/l Al				KL	0,720	0,840	26	3	0,709	0,825	0,708	0,079	0,817	0,072	11,1	8,8	-1,7	-2,8
ICP/AES							12	0	0,702	0,814	0,706	0,025	0,820	0,025	3,6	3,0	-2,0	-2,3
AAS, NS 4773, 2. utg.							6	0	0,769	0,845	0,779	0,082	0,862	0,054	10,5	6,3	8,2	2,6
AAS, NS 4781	4	2						0,615		0,721				-14,7	-14,2			
Enkel fotometri	1	1						0,177		0,156				-75,4	-81,4			
FIA	1	0						0,554		0,631				-23,1	-24,9			
ICP/MS	1	0						0,631		0,854				-12,4	1,7			
AAS, flamme, annen	1	0						0,715		0,844				-0,7	0,5			

U=Resultatpar som er utelatt fra den statistiske behandlingen

Tabell 2. (forts.)

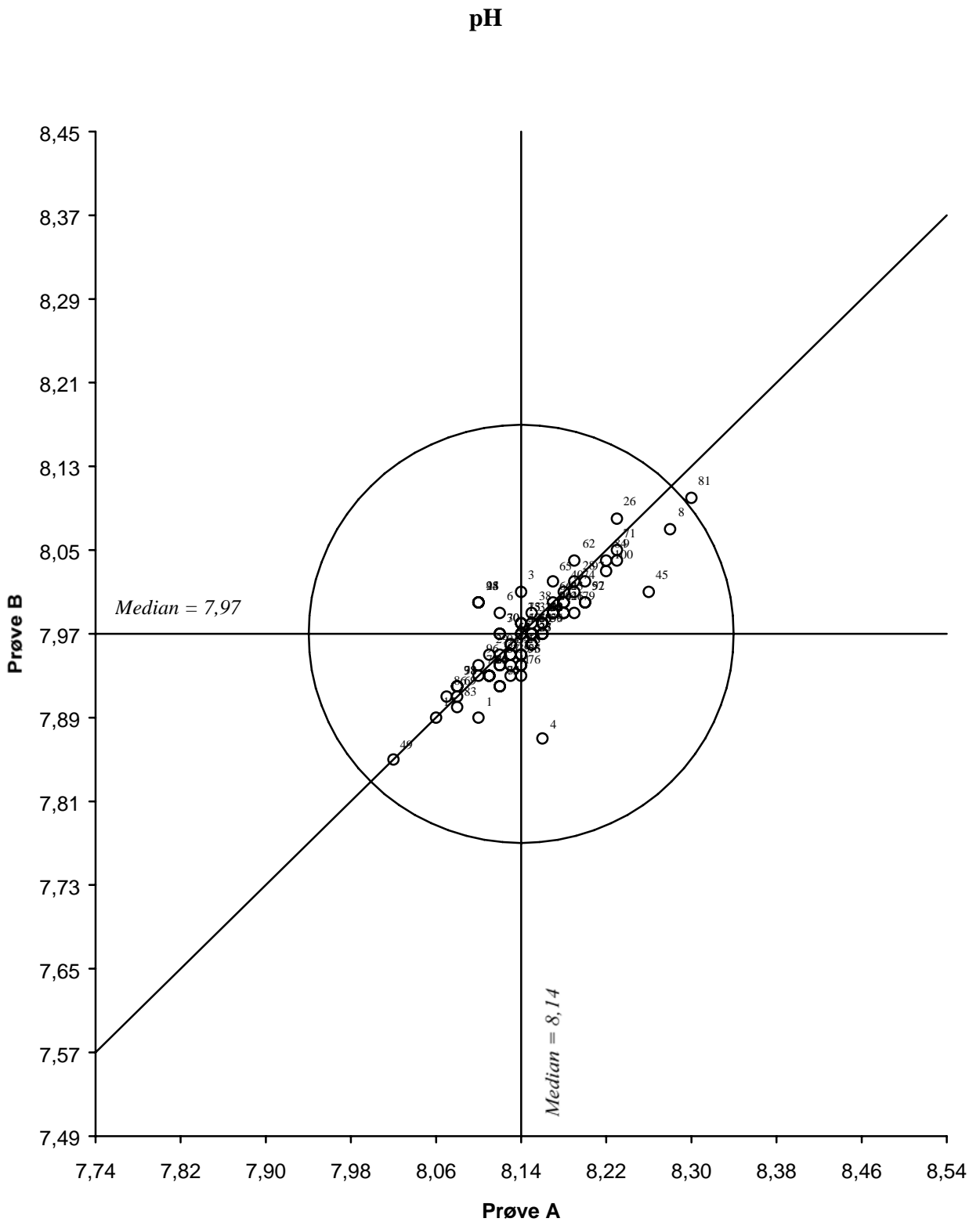
Analysevariable og metoder	Pr. par	Sann verdi		Antall lab.		Median		Middel/Std.avv.		Middel/Std.avv.		Rel. std.avv., %		Relativ feil. %	
		Pr. 1	Pr. 2	lalt	U	Pr. 1	Pr. 2	Prøve 1	Prøve 2	Pr. 1	Pr. 2	Pr. 1	Pr. 2		
Bly, mg/l Pb	IJ	0,350	0,420	37	3	0,348	0,414	0,347	0,026	0,415	0,023	7,4	5,6	-0,8	-1,3
AAS, NS 4773, 2. utg.				20	1	0,350	0,417	0,346	0,029	0,414	0,025	8,4	6,0	-1,2	-1,5
ICP/AES				14	2	0,344	0,411	0,343	0,014	0,412	0,015	4,1	3,7	-1,9	-1,9
AAS, flamme, annen				2	0			0,349		0,410				-0,3	-2,5
ICP/MS				1	0			0,413		0,474				18,0	12,9
Bly, mg/l Pb	KL	1,26	1,12	37	1	1,25	1,10	1,25	0,06	1,12	0,07	4,7	5,8	-0,7	-0,1
AAS, NS 4773, 2. utg.				20	0	1,25	1,10	1,25	0,06	1,13	0,07	5,0	6,2	-0,5	0,4
ICP/AES				14	1	1,25	1,10	1,24	0,05	1,10	0,04	4,0	3,8	-1,5	-1,8
AAS, flamme, annen				2	0			1,23		1,09				-2,8	-2,7
ICP/MS				1	0			1,36		1,28				7,9	14,3
Jern, mg/l Fe	IJ	2,31	2,09	46	2	2,31	2,10	2,31	0,09	2,09	0,09	3,8	4,2	0,0	-0,1
AAS, NS 4773, 2. utg.				25	1	2,31	2,10	2,31	0,09	2,09	0,09	4,0	4,5	0,0	-0,2
ICP/AES				15	1	2,32	2,10	2,32	0,06	2,09	0,07	2,6	3,4	0,3	-0,2
NS 4741				2	0			2,29		2,10				-0,9	0,5
Enkel fotometri				1	0			2,36		2,17				2,2	3,8
ICP/MS				1	0			2,08		1,93				-10,0	-7,7
AAS, flamme, annen				1	0			2,44		2,20				5,6	5,3
AAS, NS 4773, 1. utg.				1	0			2,34		2,12				1,3	1,4
Jern, mg/l Fe	KL	0,330	0,374	45	2	0,330	0,372	0,337	0,026	0,376	0,028	7,9	7,4	2,0	0,4
AAS, NS 4773, 2. utg.				25	1	0,331	0,370	0,336	0,031	0,372	0,032	9,3	8,5	1,9	-0,5
ICP/AES				14	0	0,326	0,372	0,331	0,015	0,373	0,016	4,5	4,4	0,3	-0,2
NS 4741				2	0			0,361		0,407				9,4	8,8
Enkel fotometri				1	0			0,371		0,406				12,4	8,6
ICP/MS				1	1			0,260		0,240				-21,2	-35,8
AAS, flamme, annen				1	0			0,349		0,398				5,8	6,4
AAS, NS 4773, 1. utg.				1	0			0,330		0,372				0,0	-0,5
Kadmium, mg/l Cd	IJ	0,315	0,285	36	0	0,318	0,286	0,317	0,013	0,286	0,012	4,1	4,3	0,7	0,3
AAS, NS 4773, 2. utg.				19	0	0,318	0,284	0,319	0,015	0,287	0,015	4,7	5,3	1,3	0,8
ICP/AES				15	0	0,315	0,285	0,313	0,010	0,283	0,008	3,1	2,9	-0,6	-0,7
ICP/MS				1	0			0,333		0,294				5,7	3,2
AAS, flamme, annen				1	0			0,329		0,294				4,4	3,2
Kadmium, mg/l Cd	KL	0,045	0,051	36	1	0,044	0,050	0,044	0,004	0,050	0,004	8,8	7,0	-1,9	-1,3
AAS, NS 4773, 2. utg.				19	1	0,045	0,050	0,044	0,005	0,050	0,004	11,2	8,8	-2,3	-1,1
ICP/AES				15	0	0,044	0,050	0,044	0,003	0,050	0,002	5,7	3,5	-2,2	-2,5
ICP/MS				1	0			0,047		0,056				4,4	9,8
AAS, flamme, annen				1	0			0,047		0,052				4,4	2,0
Kobber, mg/l Cu	IJ	0,250	0,300	44	1	0,250	0,298	0,246	0,012	0,295	0,013	4,9	4,4	-1,6	-1,7
AAS, NS 4773, 2. utg.				24	1	0,250	0,299	0,248	0,011	0,298	0,010	4,3	3,4	-0,7	-0,7
ICP/AES				16	0	0,245	0,291	0,243	0,013	0,291	0,015	5,5	5,3	-2,6	-3,0
AAS, NS 4773, 1. utg.				2	0			0,248		0,301				-0,8	0,2
ICP/MS				1	0			0,229		0,278				-8,4	-7,3
AAS, flamme, annen				1	0			0,245		0,293				-2,0	-2,3
Kobber, mg/l Cu	KL	0,900	0,800	44	1	0,900	0,795	0,896	0,030	0,797	0,031	3,4	3,8	-0,4	-0,4
AAS, NS 4773, 2. utg.				24	0	0,895	0,797	0,897	0,027	0,798	0,028	3,0	3,5	-0,3	-0,2
ICP/AES				16	1	0,902	0,797	0,897	0,038	0,797	0,038	4,3	4,8	-0,3	-0,4
AAS, NS 4773, 1. utg.				2	0			0,892		0,788				-0,9	-1,6
ICP/MS				1	0			0,863		0,780				-4,1	-2,5
AAS, flamme, annen				1	0			0,902		0,803				0,2	0,4
Krom, mg/l Cr	IJ	0,400	0,480	41	2	0,402	0,483	0,400	0,021	0,482	0,024	5,3	5,0	0,0	0,4
ICP/AES				15	0	0,402	0,485	0,398	0,014	0,480	0,016	3,5	3,3	-0,4	0,1
AAS, NS 4773, 2. utg.				15	2	0,408	0,483	0,404	0,025	0,488	0,034	6,2	7,0	0,9	1,7
AAS, lystg./acetylen				6	0	0,403	0,480	0,404	0,019	0,485	0,021	4,8	4,3	1,0	1,0
AAS, NS 4781				2	0			0,398		0,469				-0,6	-2,3
ICP/MS				1	0			0,356		0,461				-11,0	-4,0
AAS, flamme, annen				1	0			0,368		0,447				-8,0	-6,9
AAS, NS 4777				1	0			0,440		0,490				10,0	2,1

U=Resultatpar som er utelatt fra den statistiske behandlingen

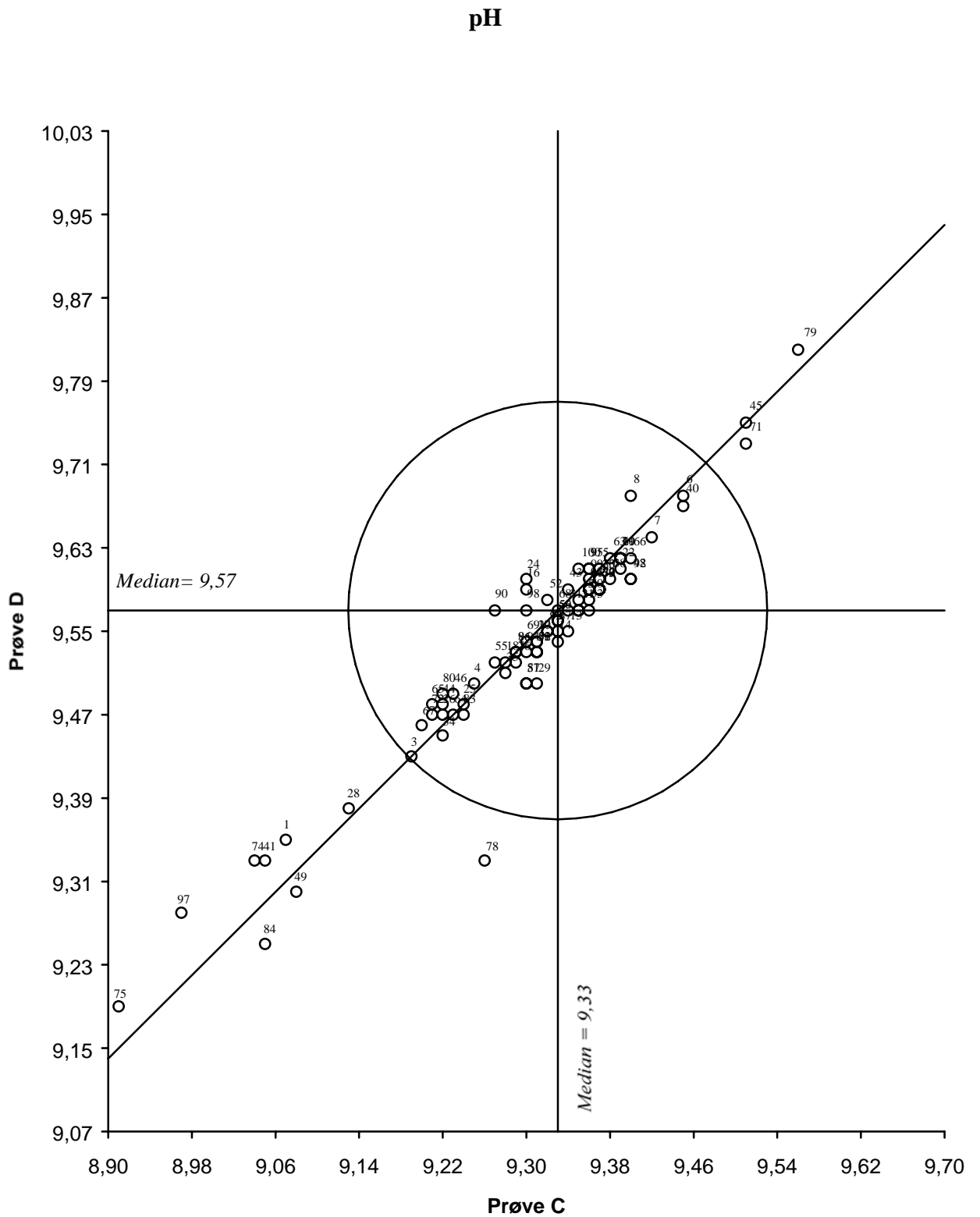
Tabell 2. (forts.)

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	lalt	U	Pr. 1	Pr. 2	Prøve 1	Prøve 2	Pr. 1	Pr. 2	Pr. 1	Pr. 2		
Krom, mg/l Cr	KI	1,44	1,28	41	2	1,44	1,28	1,45	0,08	1,30	0,06	5,5	4,9	0,4	1,7
ICP/AES				15	1	1,43	1,27	1,43	0,06	1,27	0,05	4,3	4,0	-0,9	-0,7
AAS, NS 4773, 2. utg.				15	1	1,47	1,31	1,45	0,10	1,32	0,07	7,2	5,4	0,8	3,2
AAS, lystg./acetylen				6	0	1,44	1,28	1,45	0,04	1,29	0,04	2,8	3,1	0,7	0,9
AAS, NS 4781				2	0			1,50		1,37				3,8	7,0
ICP/MS				1	0			1,40		1,31				-2,8	2,3
AAS, flamme, annen				1	0			1,43		1,28				-0,7	0,0
AAS, NS 4777				1	0			1,59		1,39				10,4	8,6
Mangan, mg/l Mn	IJ	1,62	1,53	41	1	1,60	1,52	1,60	0,05	1,51	0,04	3,2	2,8	-1,4	-1,0
AAS, NS 4773, 2. utg.				22	1	1,60	1,52	1,60	0,05	1,51	0,04	2,8	2,9	-1,5	-1,2
ICP/AES				14	0	1,61	1,51	1,61	0,04	1,52	0,05	2,7	3,1	-0,4	-0,6
Enkel fotometri				1	0			1,61		1,52				-0,6	-0,7
ICP/MS				1	0			1,42		1,47				-12,3	-3,9
NS 4742				1	0			1,55		1,47				-4,3	-3,9
AAS, flamme, annen				1	0			1,63		1,54				0,6	0,7
AAS, NS 4774				1	0			1,60		1,52				-1,2	-0,7
Mangan, mg/l Mn	KL	0,540	0,630	41	1	0,534	0,625	0,534	0,019	0,624	0,021	3,6	3,4	-1,0	-1,0
AAS, NS 4773, 2. utg.				22	0	0,534	0,626	0,534	0,021	0,622	0,023	3,9	3,7	-1,0	-1,2
ICP/AES				14	0	0,535	0,619	0,536	0,018	0,627	0,022	3,3	3,5	-0,7	-0,5
Enkel fotometri				1	1			0,370		0,415				-31,5	-34,1
ICP/MS				1	0			0,507		0,610				-6,1	-3,2
NS 4742				1	0			0,547		0,633				1,3	0,5
AAS, flamme, annen				1	0			0,528		0,616				-2,2	-2,2
AAS, NS 4774				1	0			0,530		0,630				-1,9	0,0
Nikkel, mg/l Ni	IJ	0,630	0,595	40	0	0,634	0,600	0,636	0,027	0,600	0,024	4,3	4,0	0,9	0,9
AAS, NS 4773, 2. utg.				22	0	0,637	0,600	0,643	0,028	0,605	0,025	4,4	4,1	2,0	1,6
ICP/AES				15	0	0,635	0,597	0,631	0,020	0,597	0,021	3,1	3,6	0,2	0,3
ICP/MS				1	0			0,562		0,554				-10,8	-6,9
AAS, flamme, annen				1	0			0,621		0,588				-1,4	-1,2
AAS, NS 4773, 1. utg.				1	0			0,640		0,620				1,6	4,2
Nikkel, mg/l Ni	KI	0,210	0,245	40	1	0,210	0,248	0,215	0,016	0,250	0,018	7,5	7,0	2,4	2,0
AAS, NS 4773, 2. utg.				22	1	0,212	0,250	0,218	0,019	0,254	0,022	8,6	8,7	3,8	3,5
ICP/AES				15	0	0,210	0,248	0,212	0,012	0,245	0,009	5,8	3,5	0,9	-0,2
ICP/MS				1	0			0,200		0,252				-4,8	2,9
AAS, flamme, annen				1	0			0,205		0,238				-2,4	-2,9
AAS, NS 4773, 1. utg.				1	0			0,230		0,260				9,5	6,1
Sink, mg/l Ze	IJ	2,10	1,90	43	1	2,09	1,87	2,07	0,10	1,87	0,08	4,6	4,3	-1,5	-1,7
AAS, NS 4773, 2. utg.				25	1	2,06	1,85	2,05	0,11	1,85	0,09	5,3	5,0	-2,4	-2,4
ICP/AES				14	0	2,09	1,90	2,10	0,07	1,89	0,07	3,5	3,4	0,0	-0,4
AAS, NS 4773, 1. utg.				2	0			2,09		1,88				-0,5	-1,3
ICP/MS				1	0			1,97		1,83				-6,2	-3,7
AAS, flamme, annen				1	0			2,11		1,90				0,5	0,0
Sink, mg/l Ze	KL	0,300	0,340	42	3	0,300	0,337	0,294	0,021	0,333	0,023	7,1	6,8	-1,9	-2,1
AAS, NS 4773, 2. utg.				24	2	0,300	0,338	0,292	0,024	0,330	0,026	8,1	8,0	-2,8	-3,1
ICP/AES				14	1	0,302	0,334	0,298	0,019	0,335	0,014	6,5	4,3	-0,6	-1,5
AAS, NS 4773, 1. utg.				2	0			0,293		0,333				-2,3	-2,1
ICP/MS				1	0			0,303		0,378				1,0	11,2
AAS, flamme, annen				1	0			0,297		0,337				-1,0	-0,9

U=Resultatpar som er utelatt fra den statistiske behandlingen

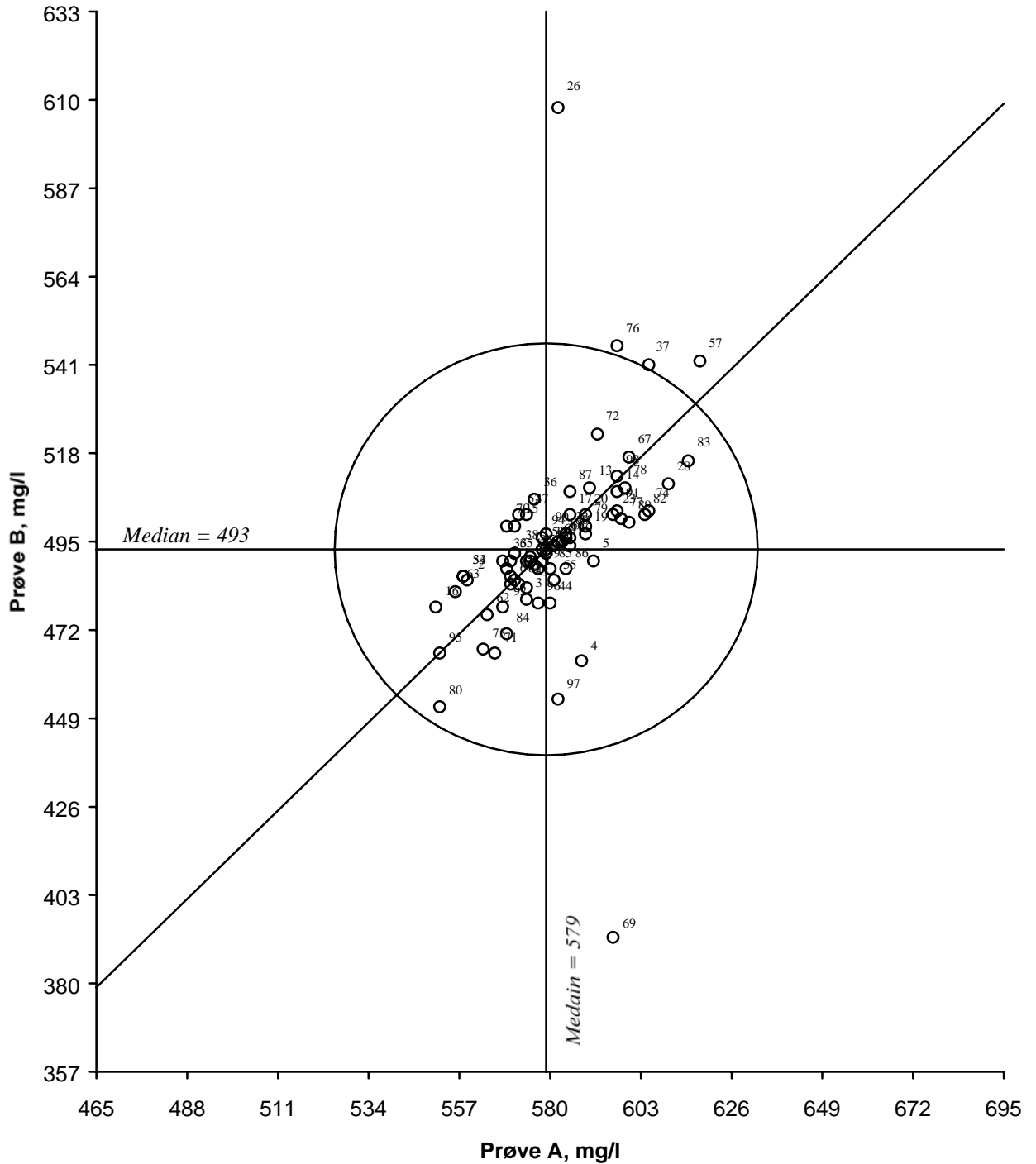


Figur 1. Youdendiagram for pH, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 0,2 pH-enheter



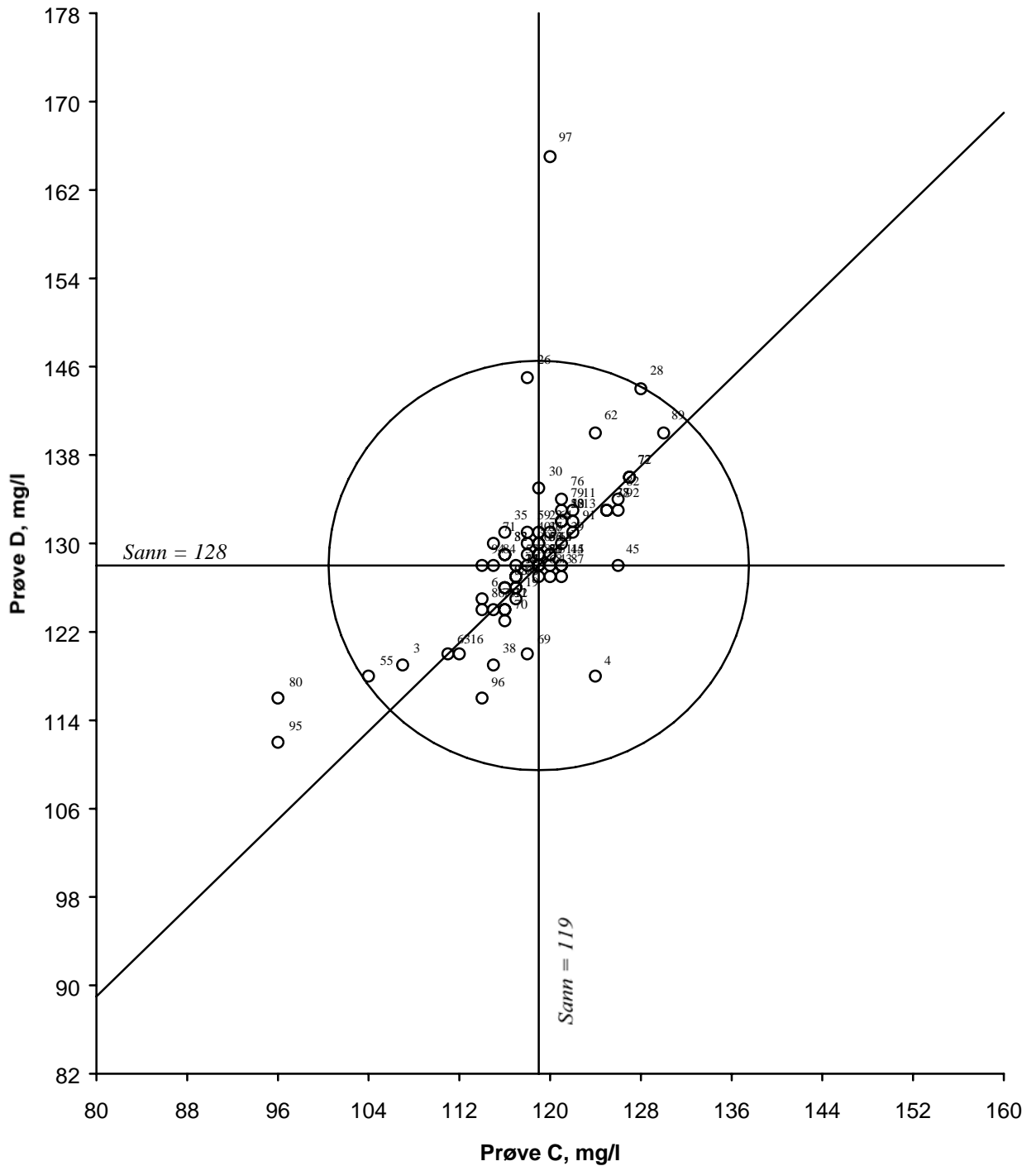
Figur 2. Youdendiagram for pH, prøvepar CD
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 0,2 pH-enheter

Suspendert stoff, tørrstoff



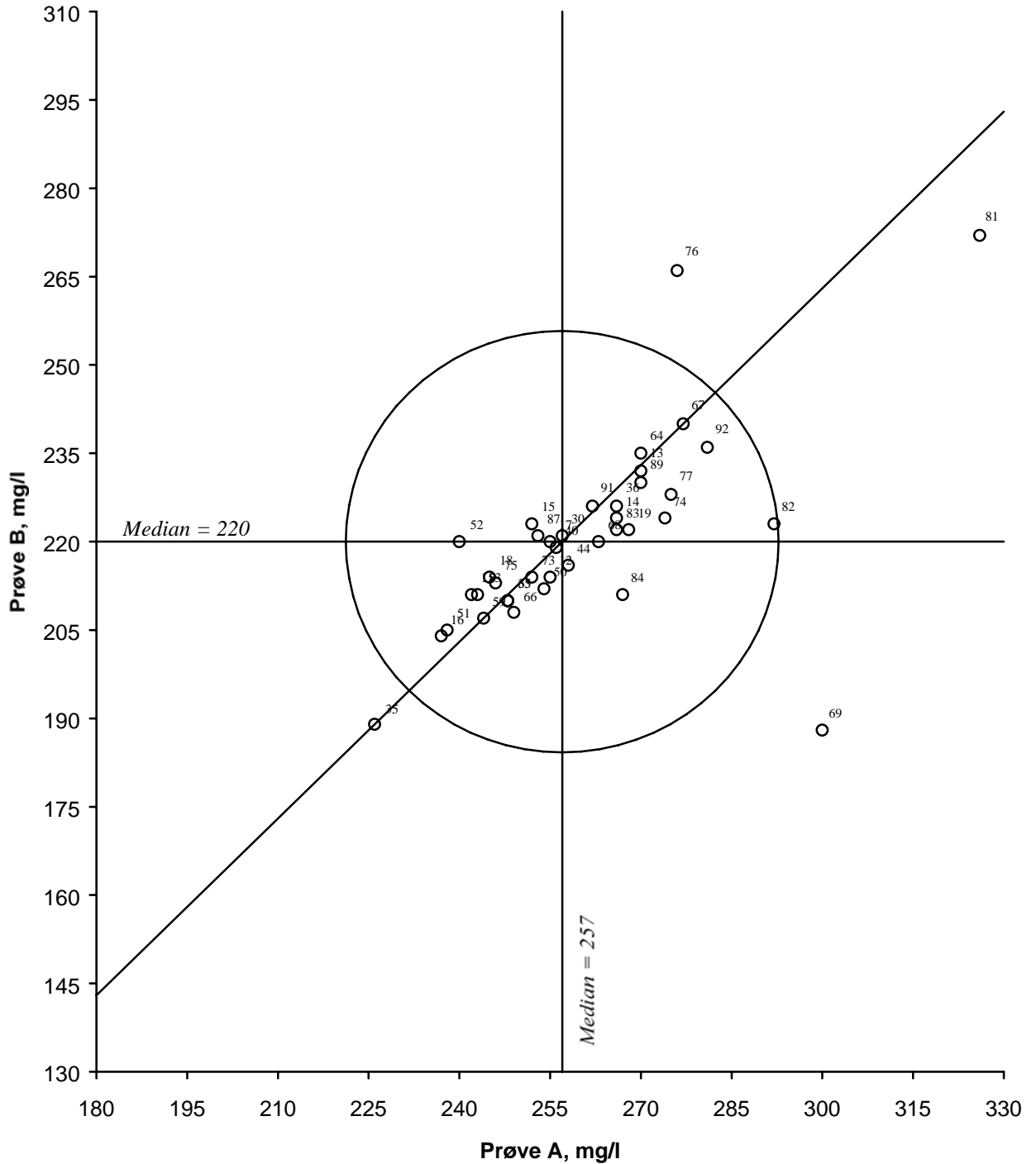
Figur 3. Youdendiagram for suspendert stoff, tørrstoff, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

Suspendert stoff, tørrstoff



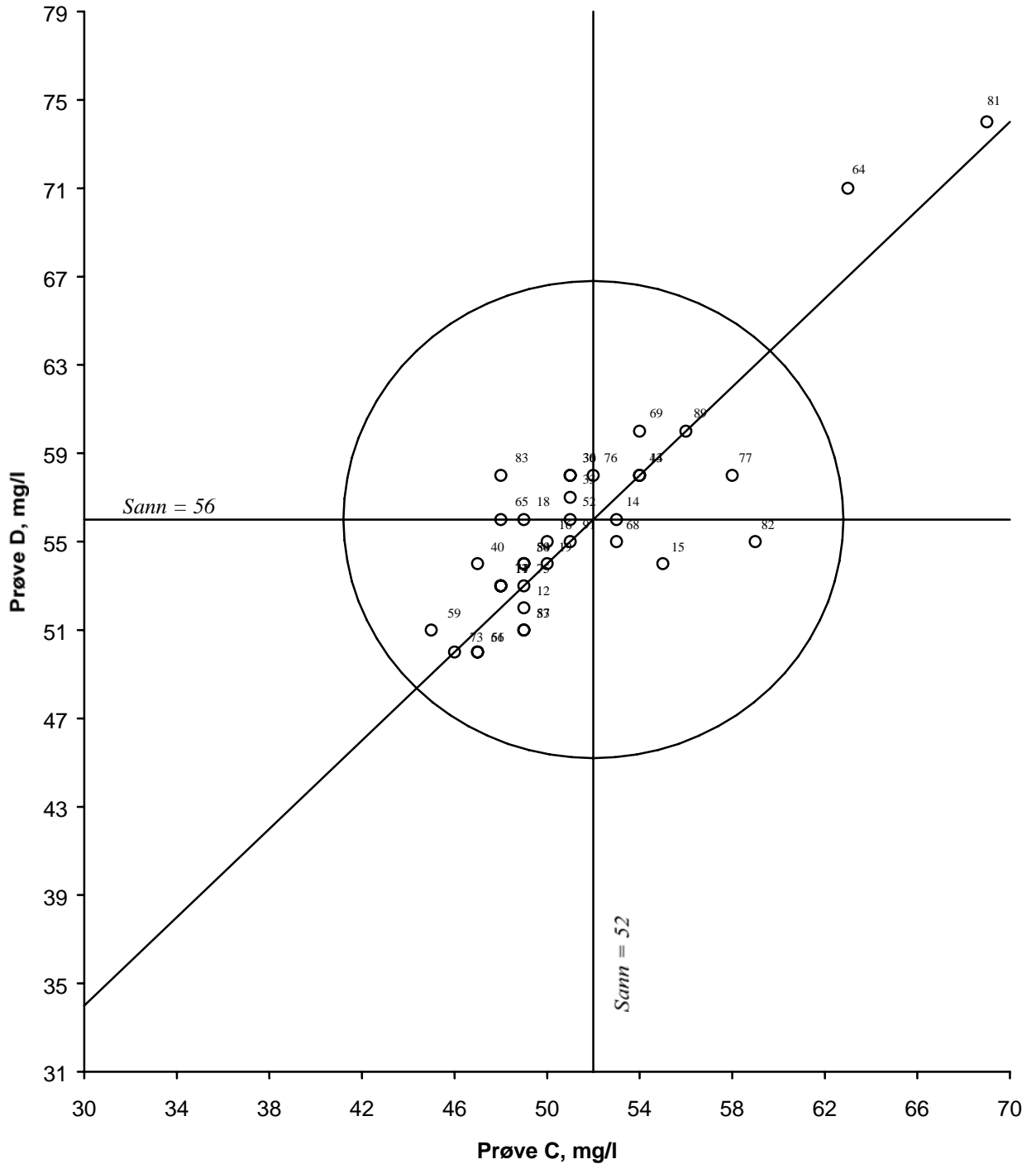
Figur 4. Youdendigram for suspendert stoff, tørrstoff, prøvepar CD
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %

Suspendert stoff, gløderest



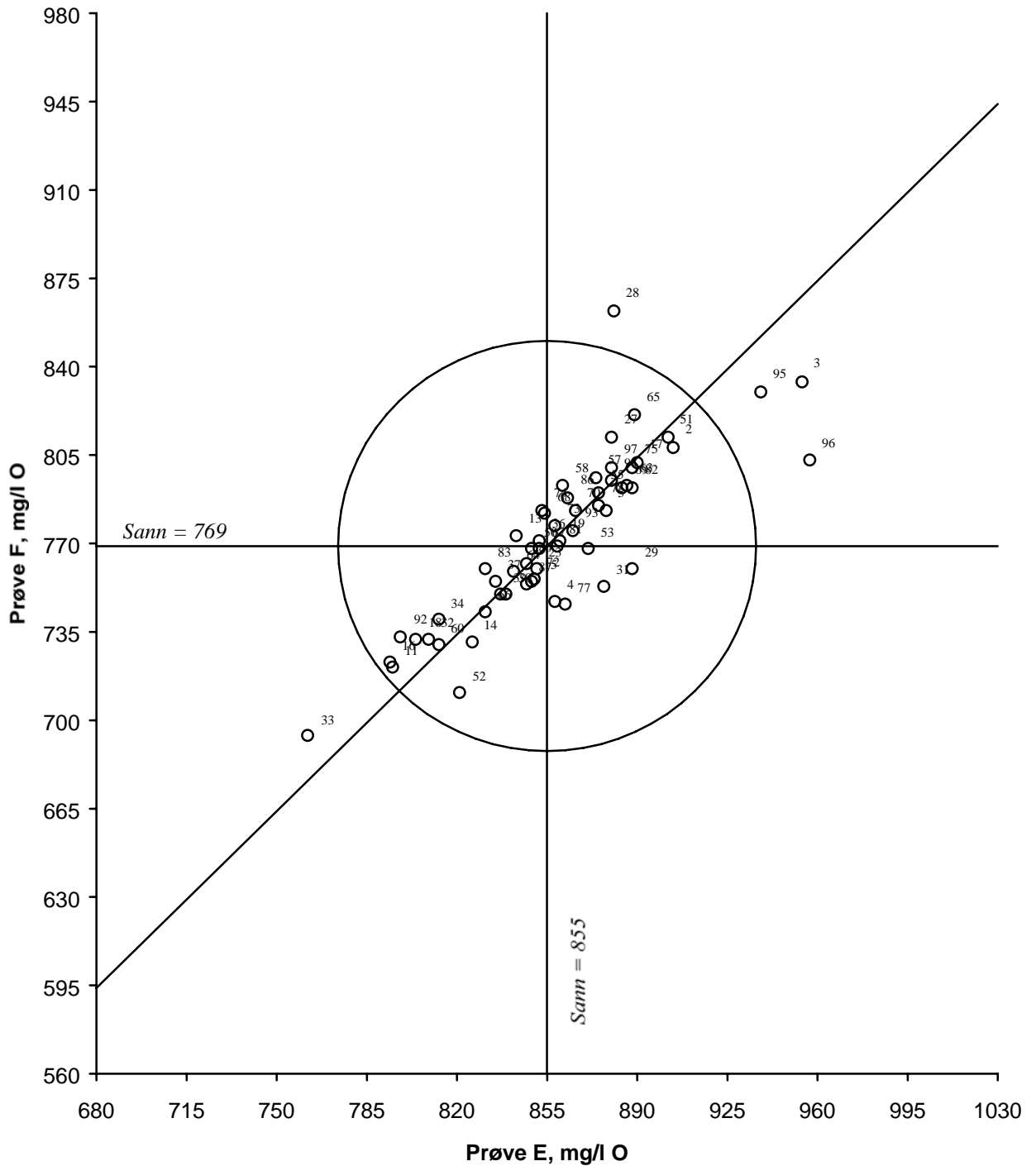
Figur 5. Youdendiagram for suspendert stoff, gløderest, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %

Suspendert stoff, gløderest



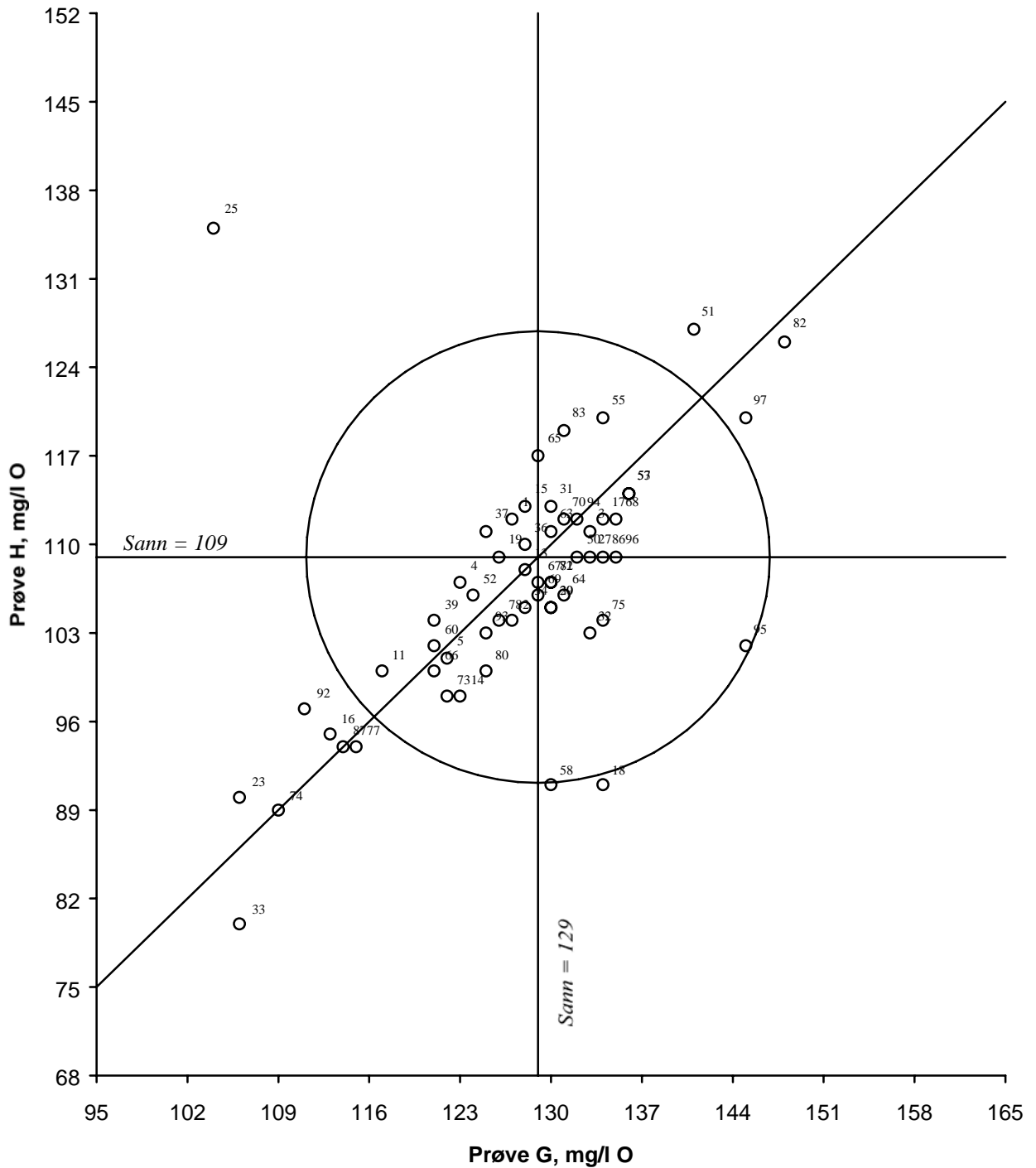
Figur 6. Youtendiagram for suspendert stoff, gløderest, prøvepar CD
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 20 %

Kjemisk oksygenforbruk, COD/Cr



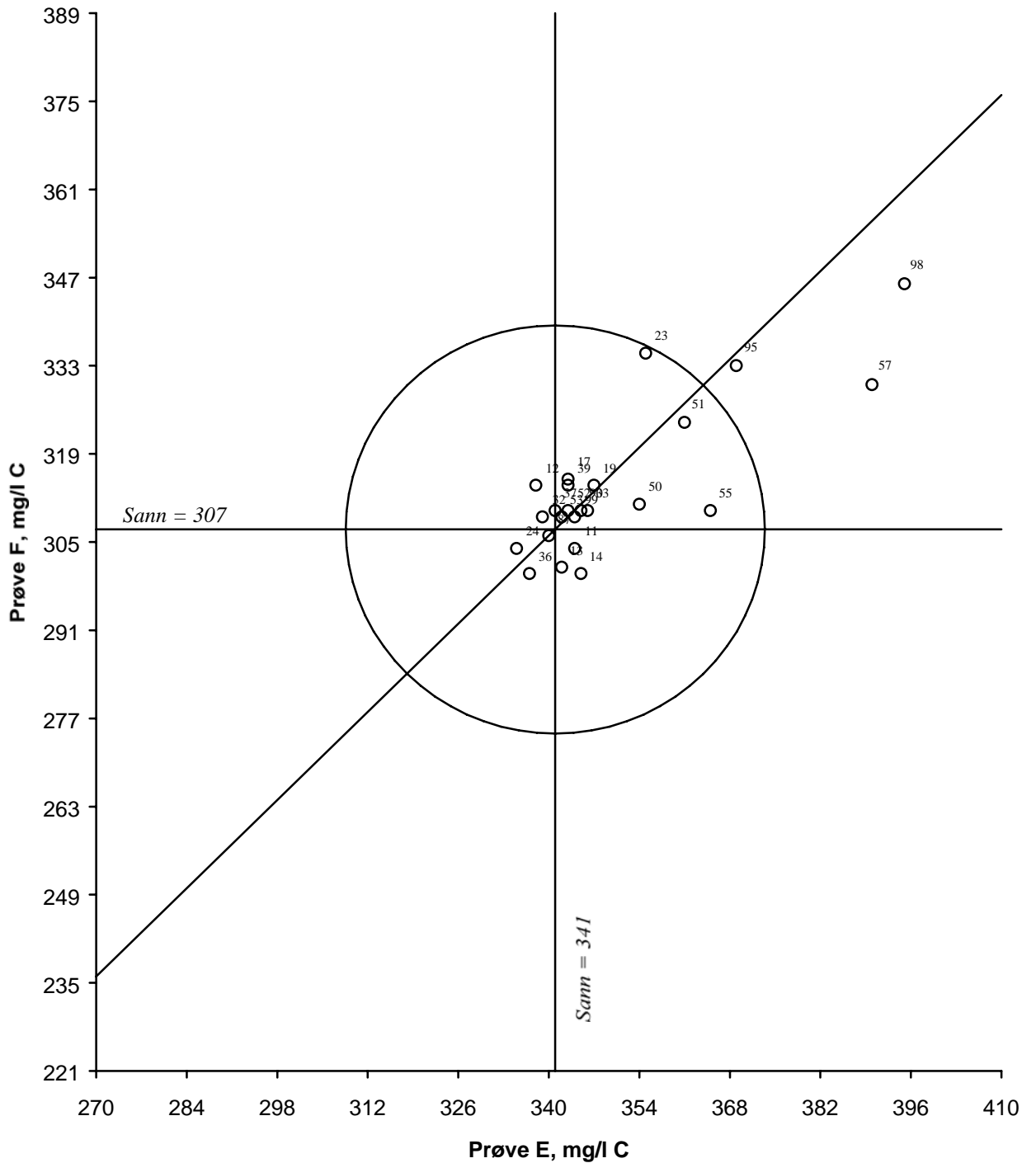
Figur 7. Youndendiagram for kemisk oksygenforbruk, COD/Cr, prøvepar EF. Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

Kjemisk oksygenforbruk, COD/Cr



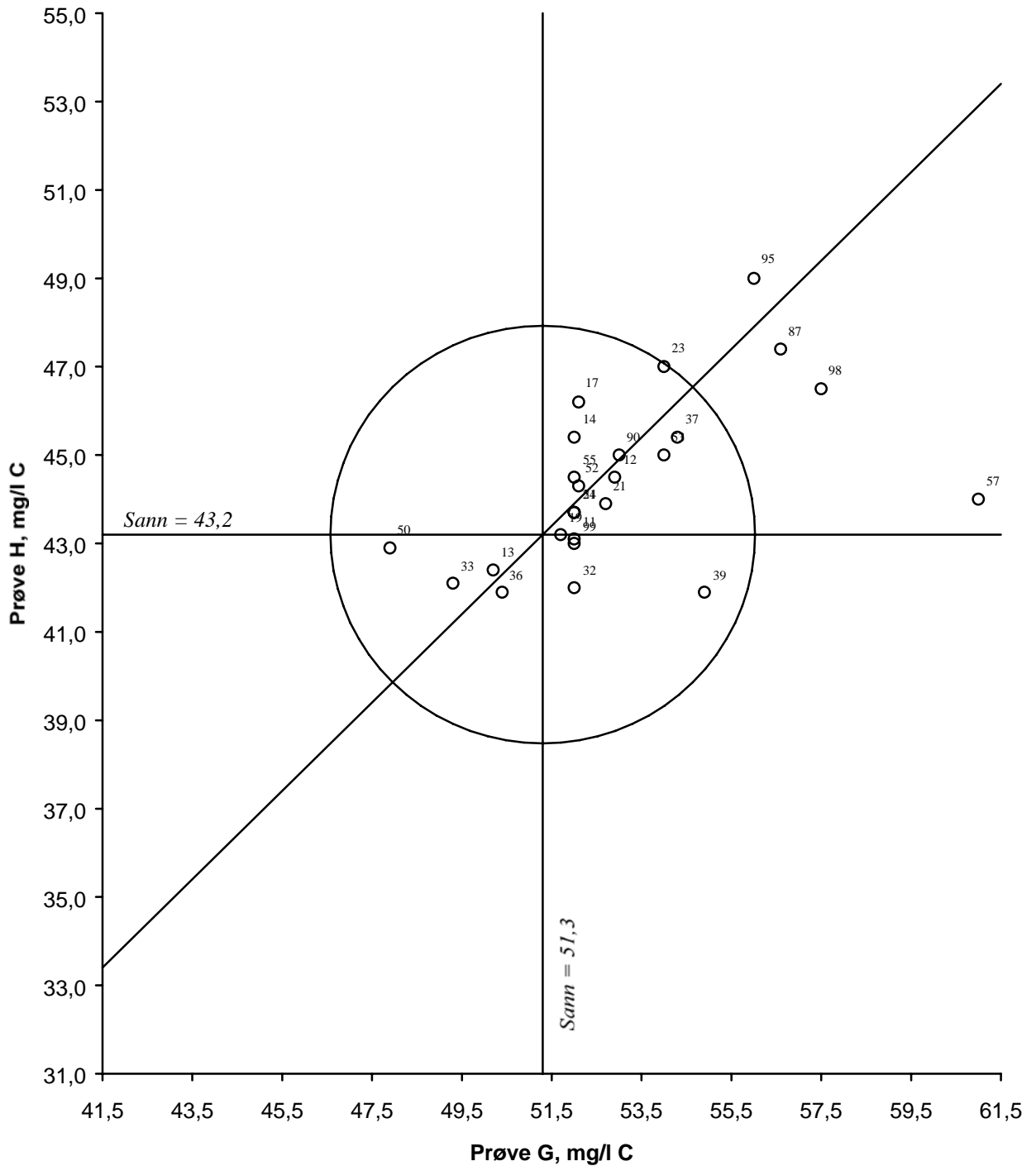
Figur 8. Youdendiagram for kjemisk oksygenforbruk, COD/Cr, prøvepar GH
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %

Totalt organisk karbon

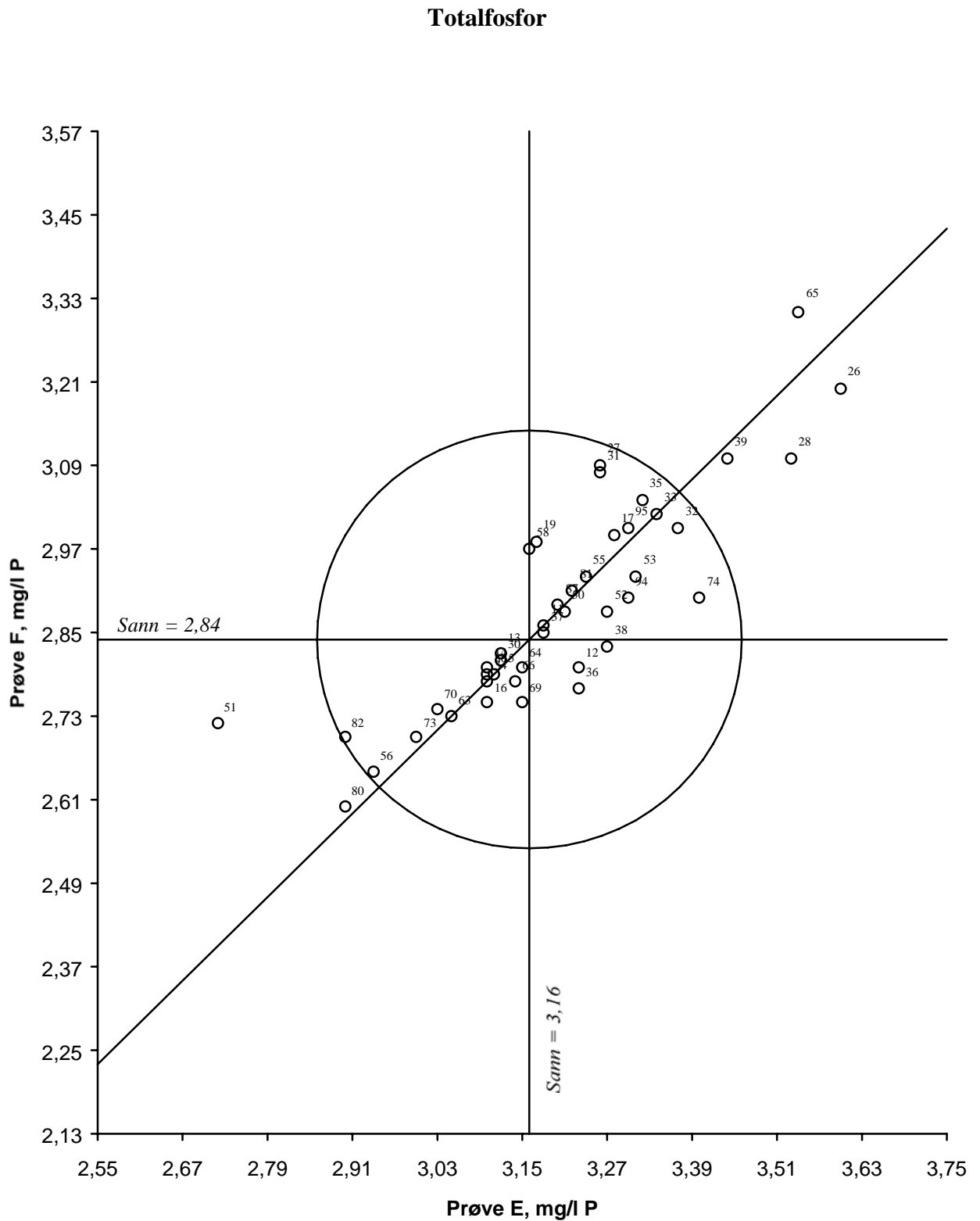


Figur 9. Youtendigram for totalt organisk karbon, prøvepar EF
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

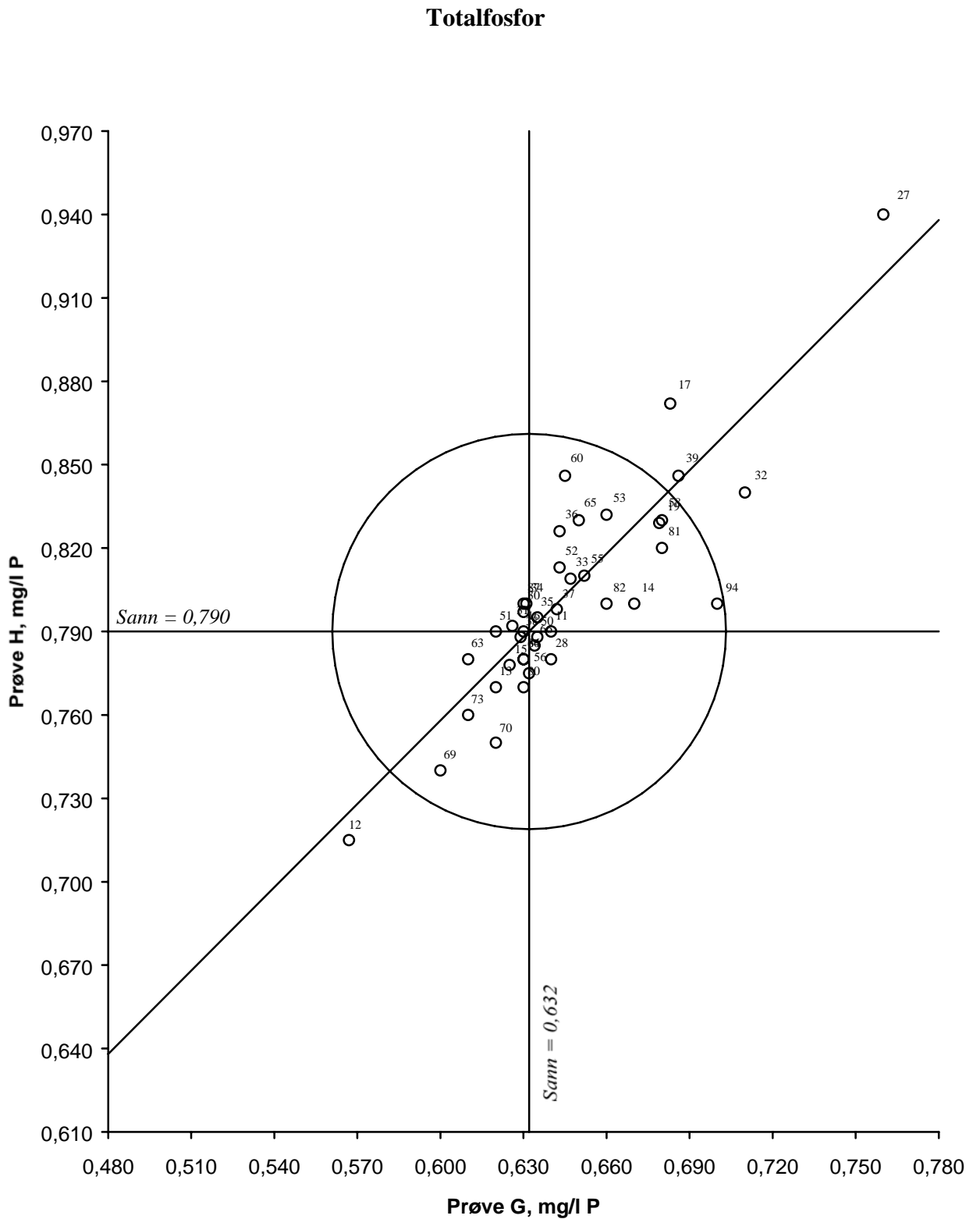
Totalt organisk karbon



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

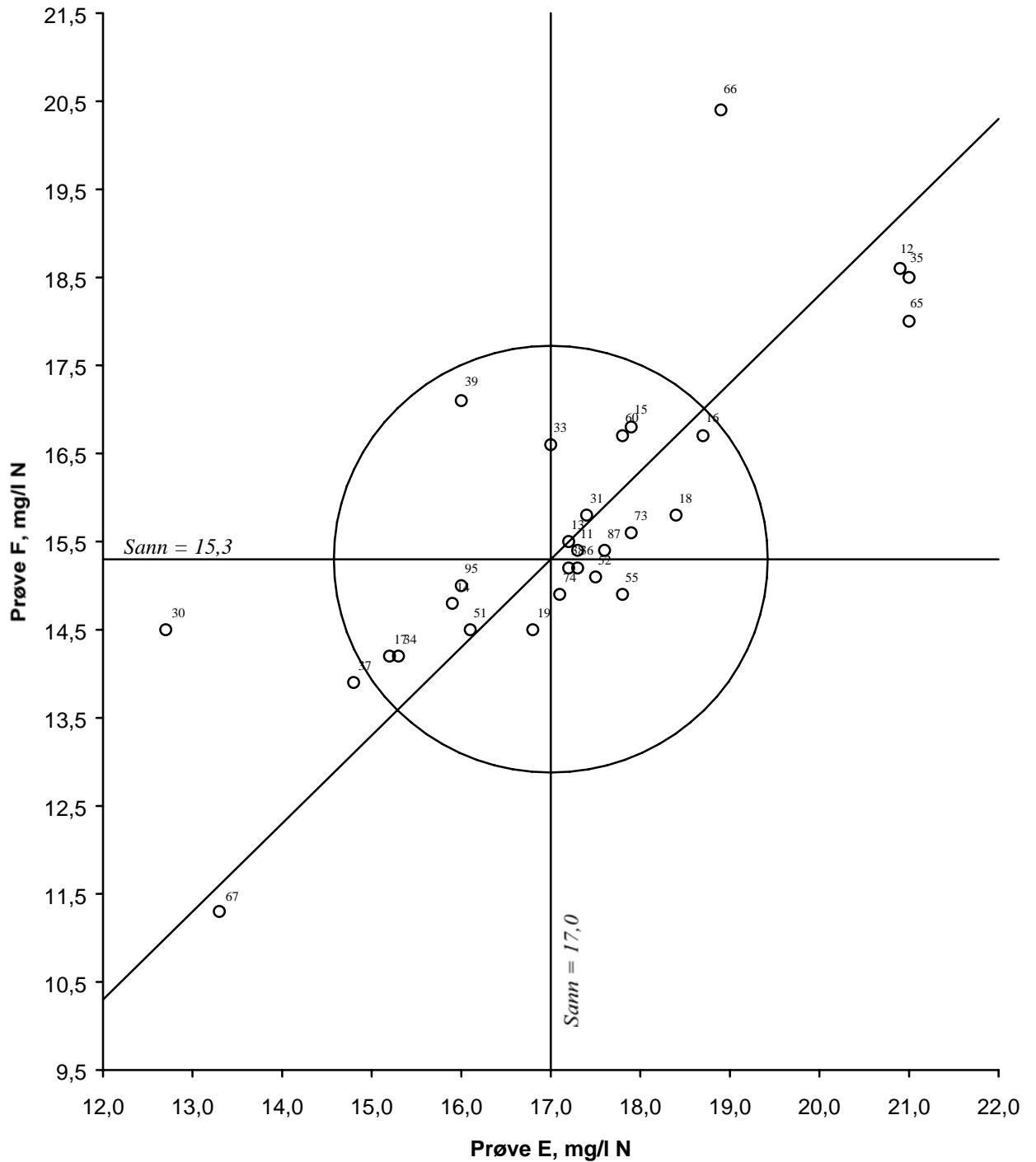


Figur 11. Youdendiagram for totalfosfor, prøvepar EF
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

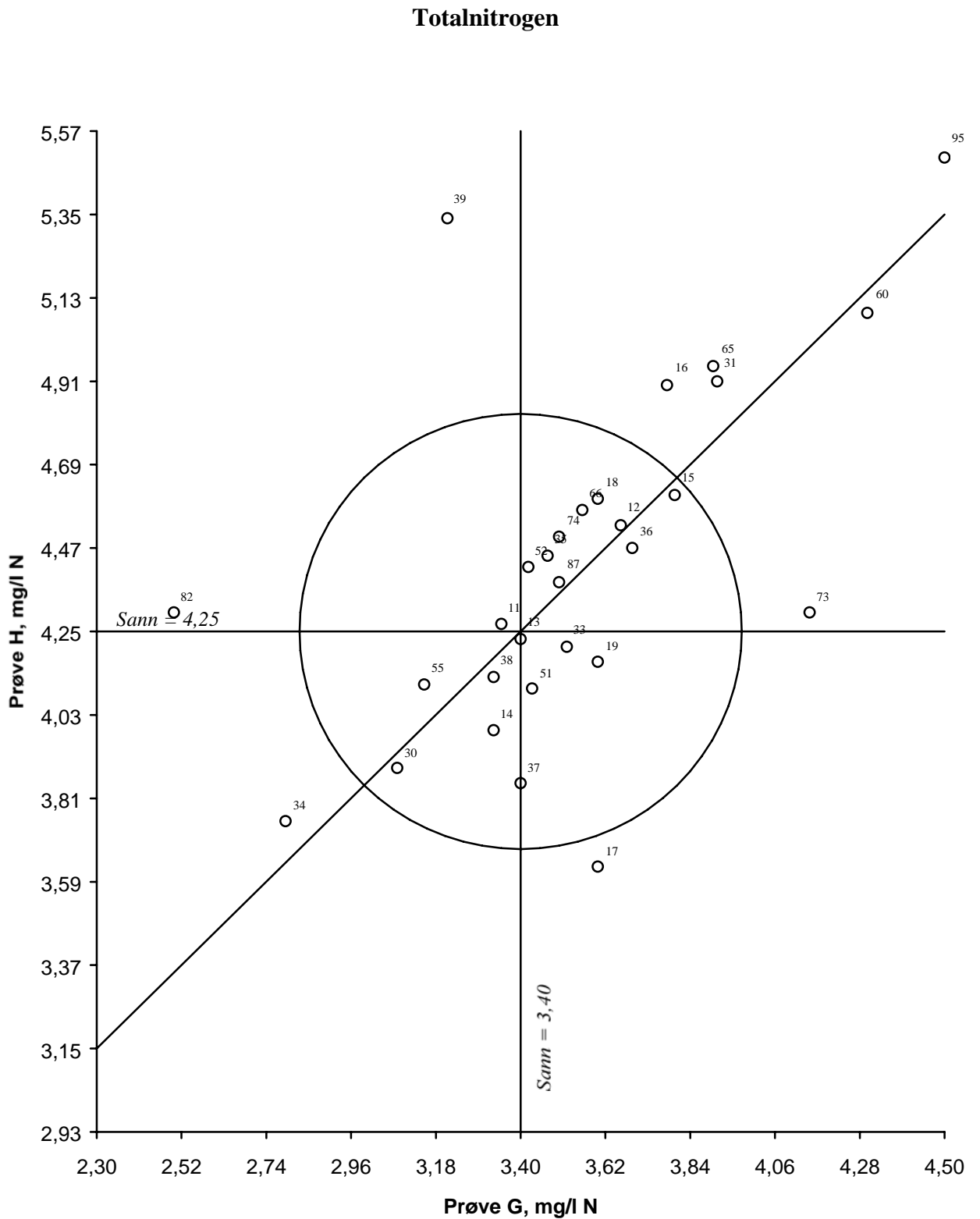


Figur 12. Youdendiagram for totalfosfor, prøvepar GH
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

Totalnitrogen

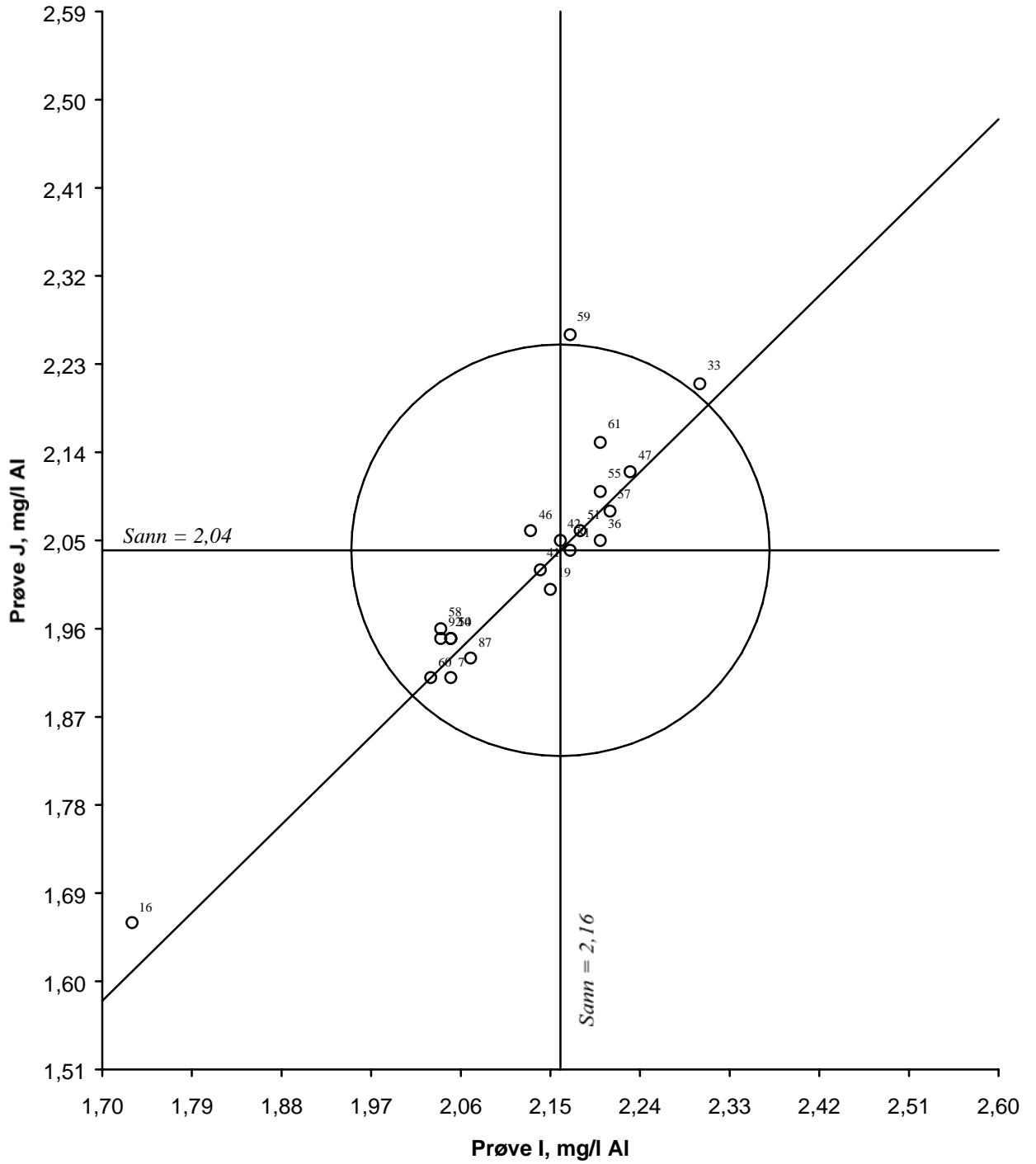


Figur 13. Youdendiagram for totalnitrogen, prøvepar EF
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %



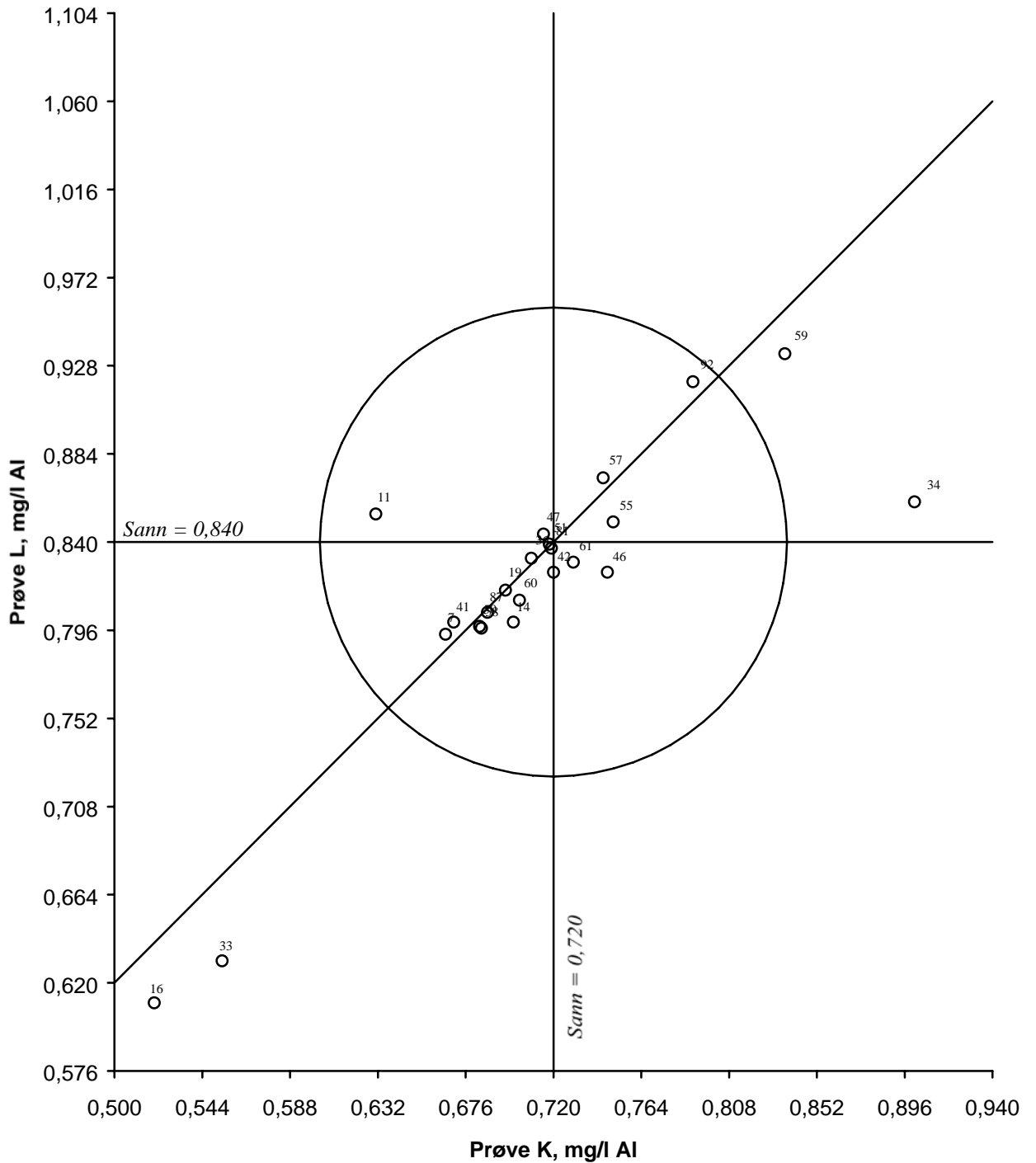
Figur 14. Youdendigram for totalnitrogen, prøvepar GH
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %

Aluminium

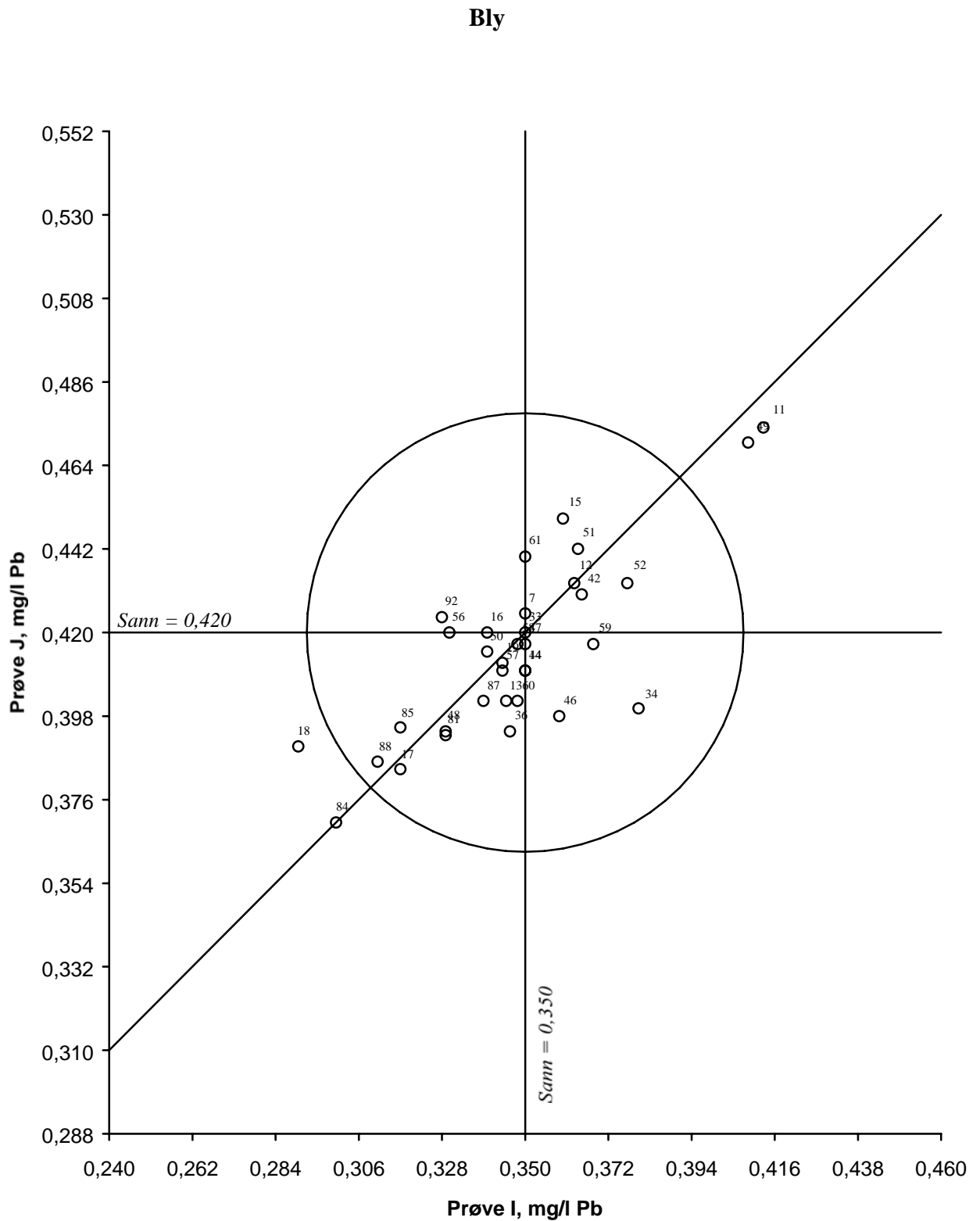


Figur 15. Youdendiagram for aluminium, prøvepar IJ
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

Aluminium

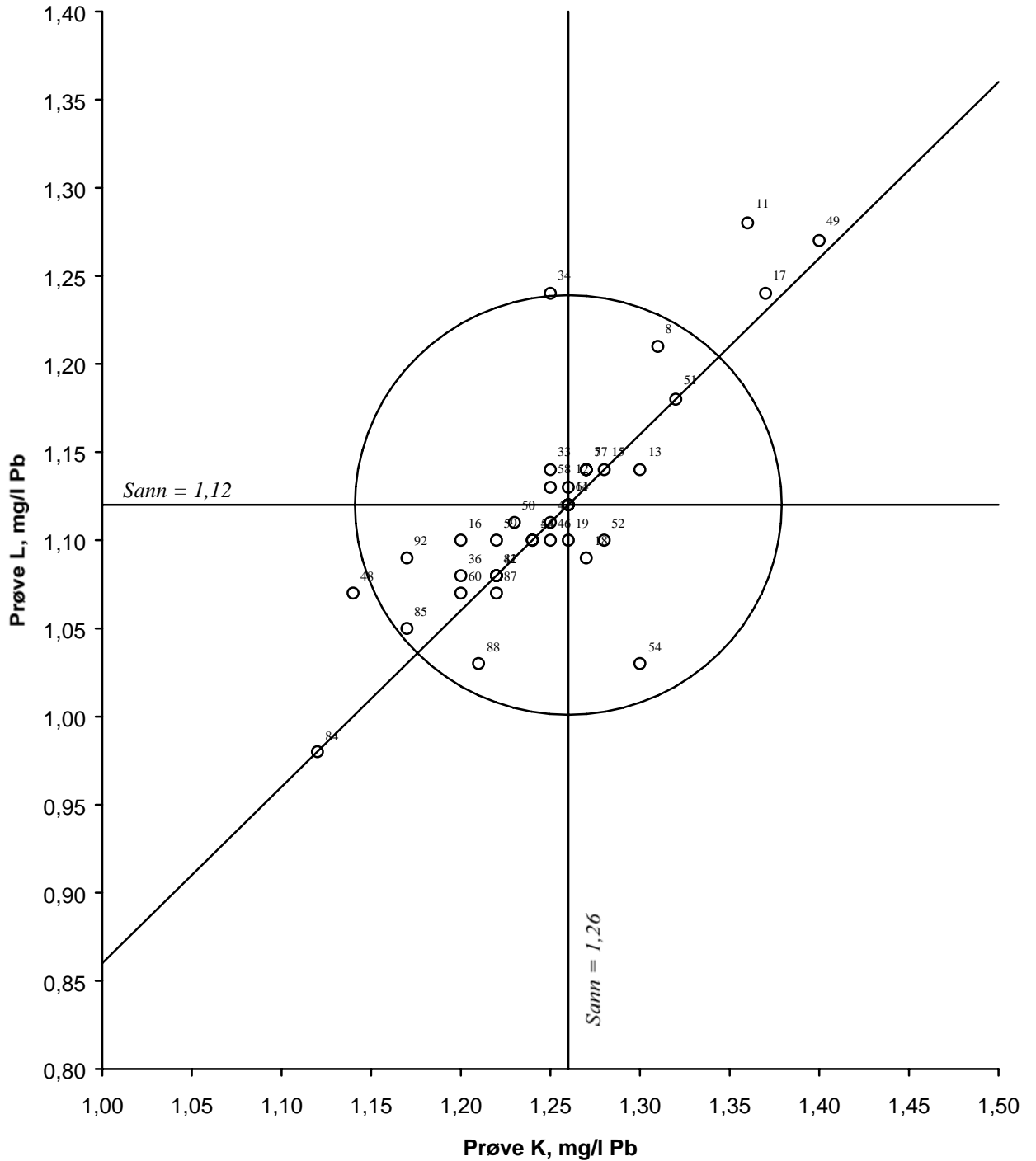


Figur 16. Youdendiagram for aluminium, prøvepar KL
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %



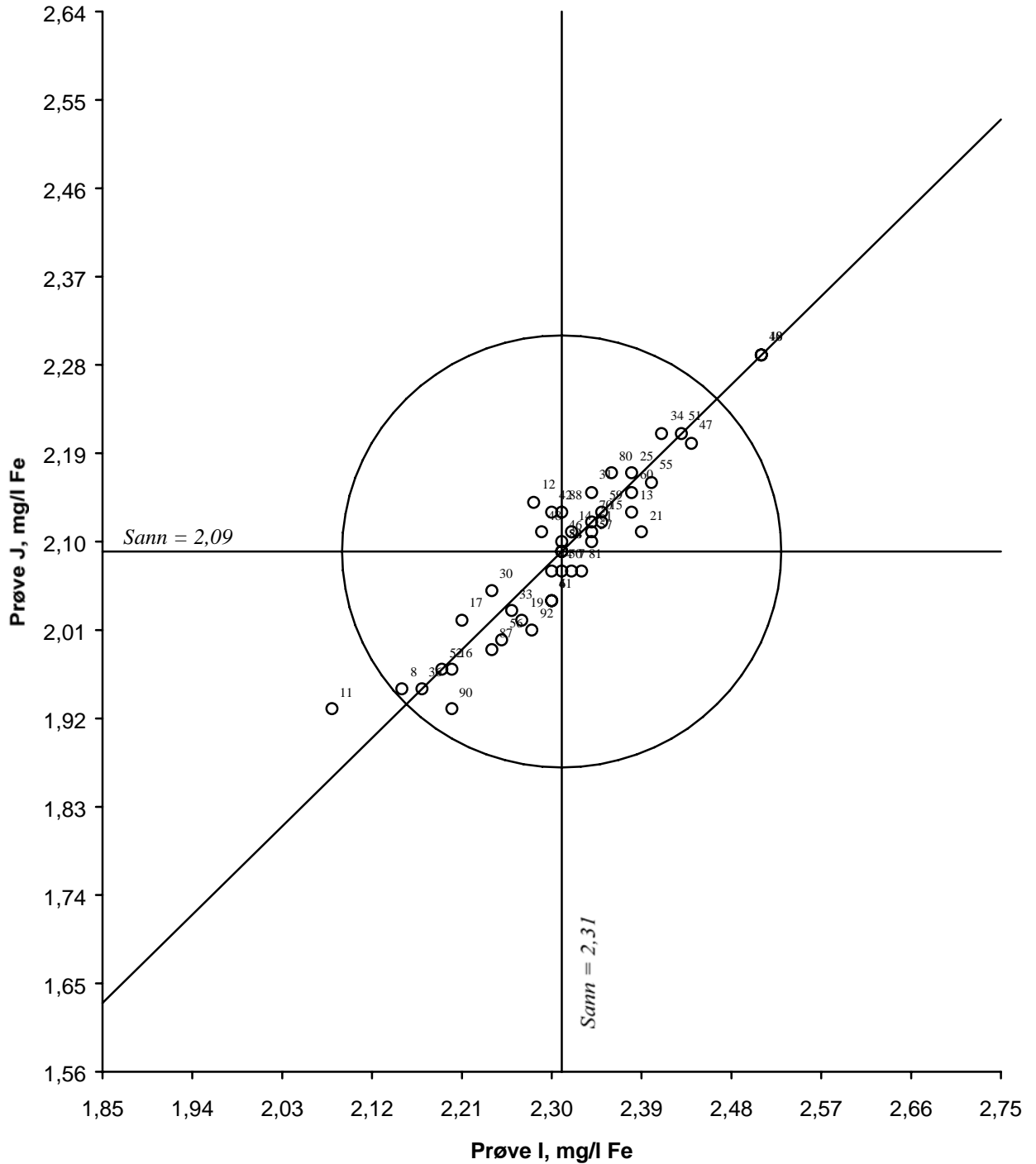
Figur 17. Youdendigram for bly, prøvepar IJ
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %

Bly



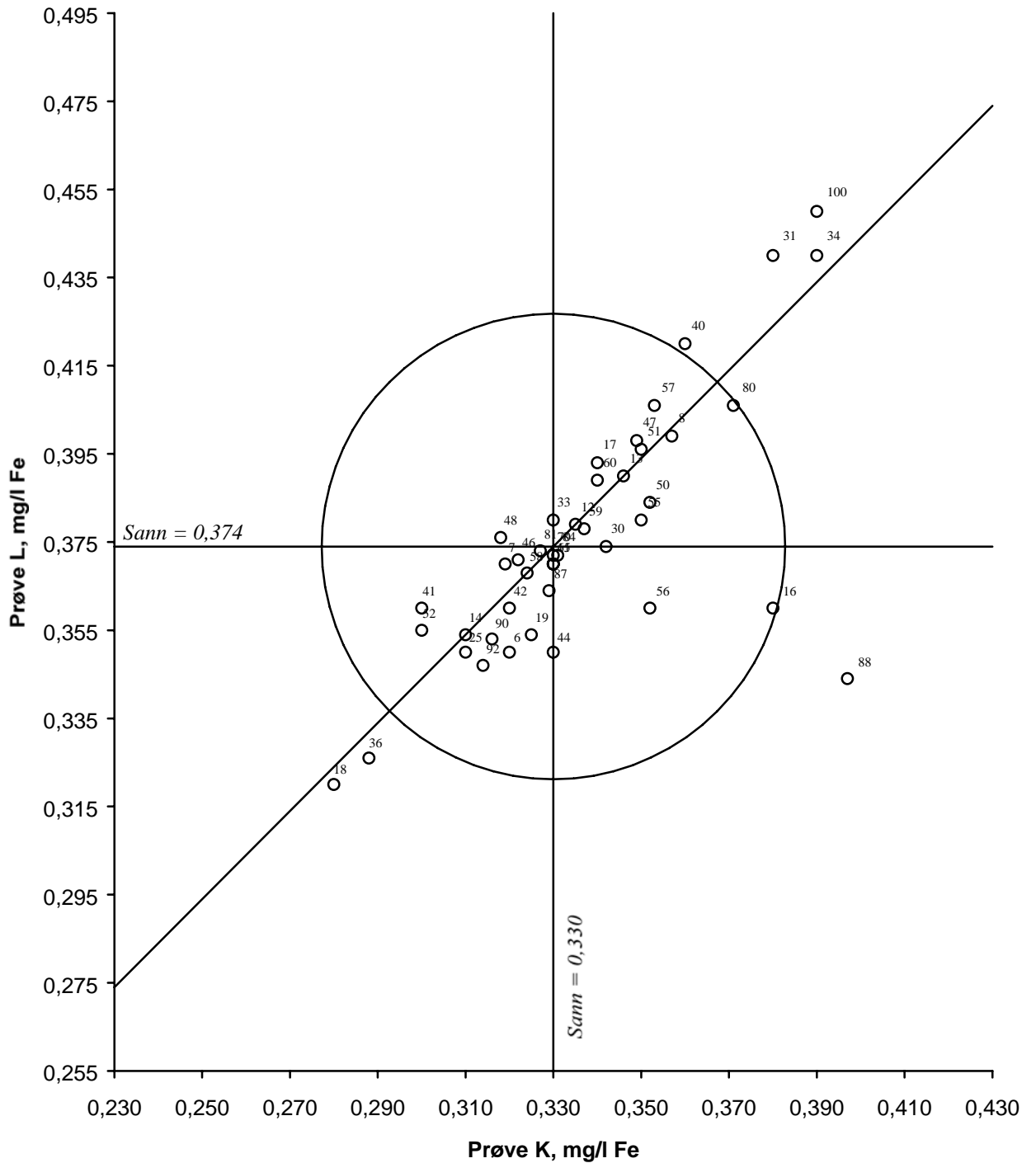
Figur 18. Youdendiagram for bly, prøvepar KL
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

Jern



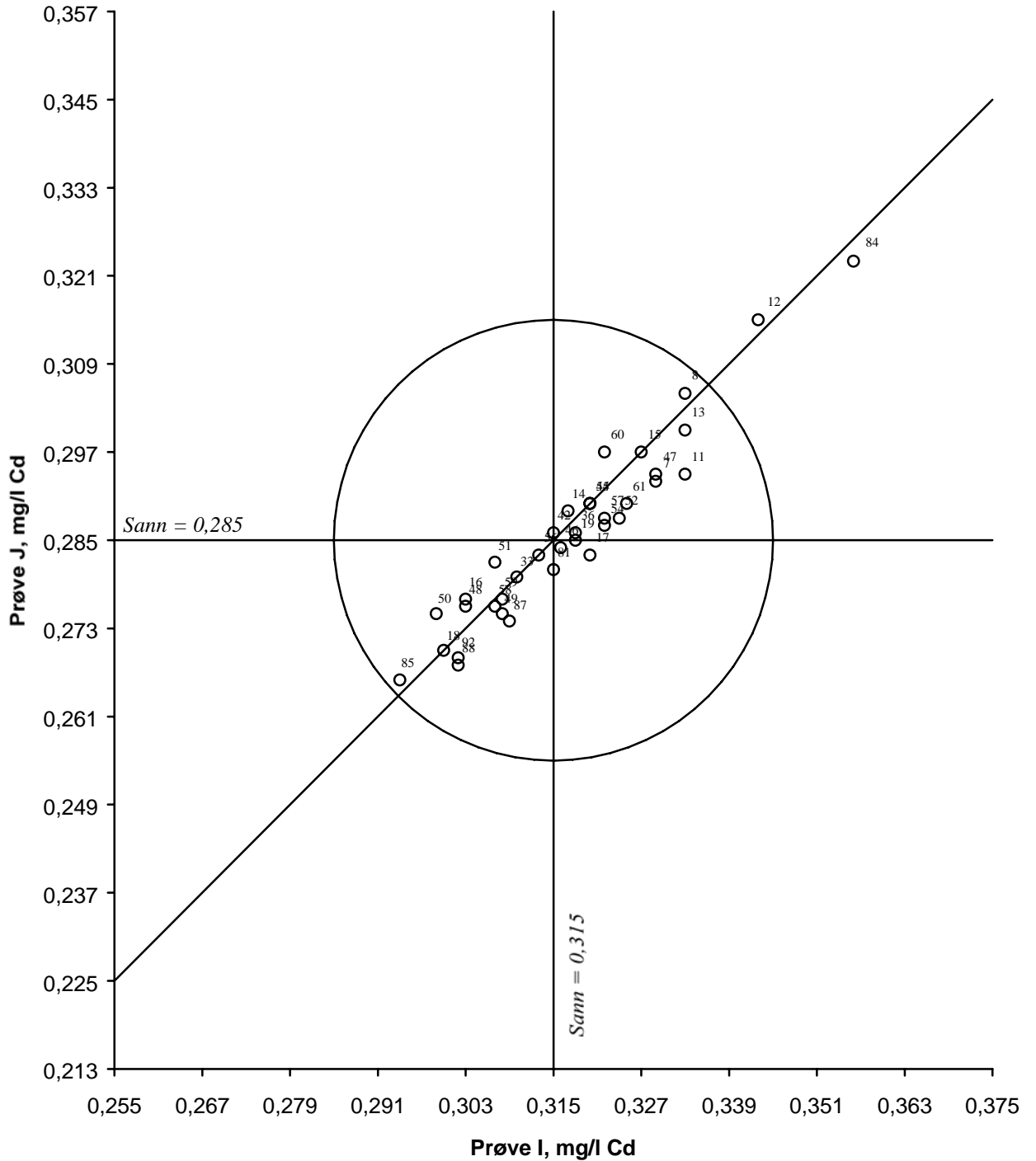
Figur 19. Youdendiagram for jern, prøvepar IJ
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

Jern



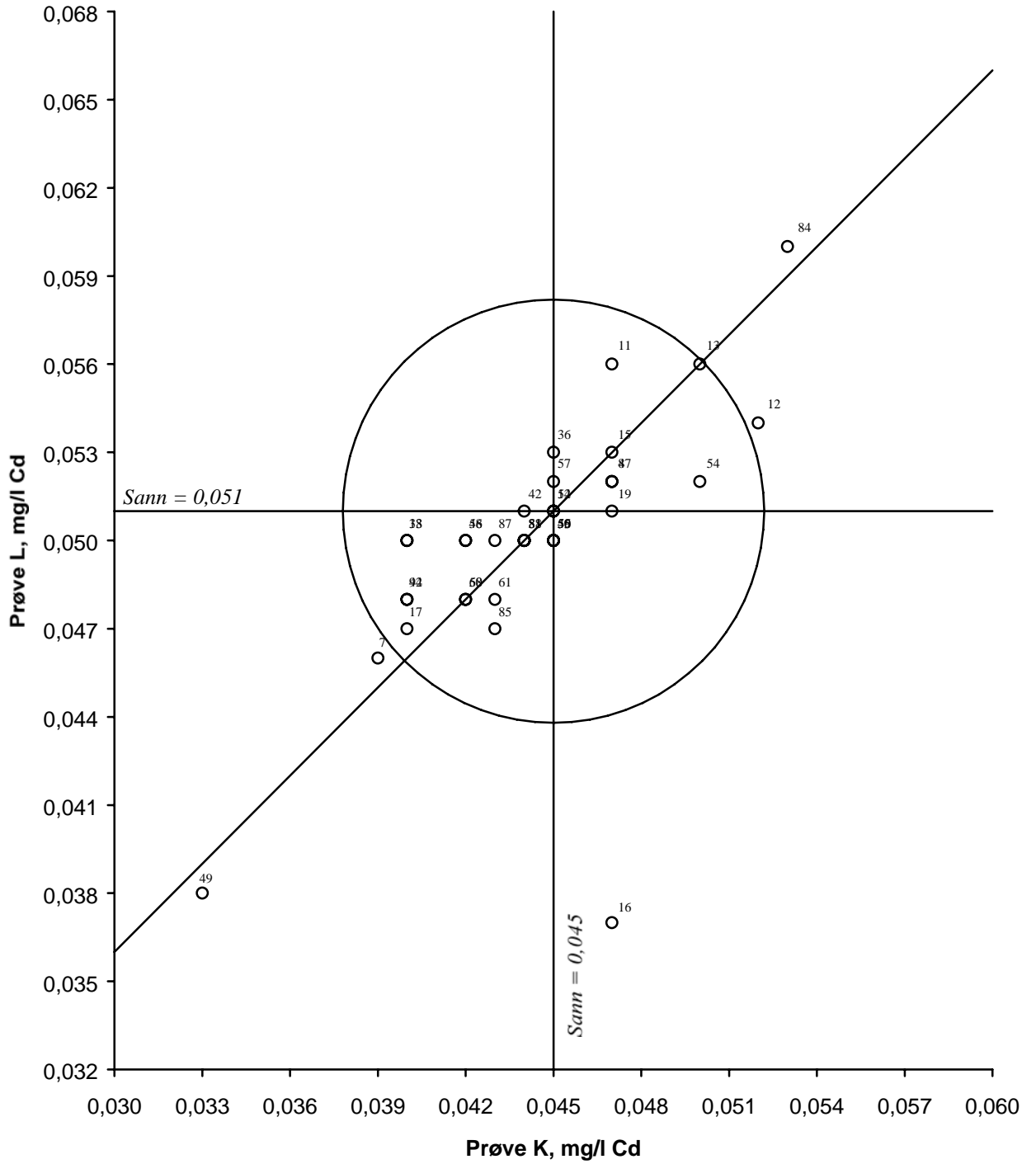
Figur 20. Youdendiagram for jern, prøvepar KL
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %

Kadmium



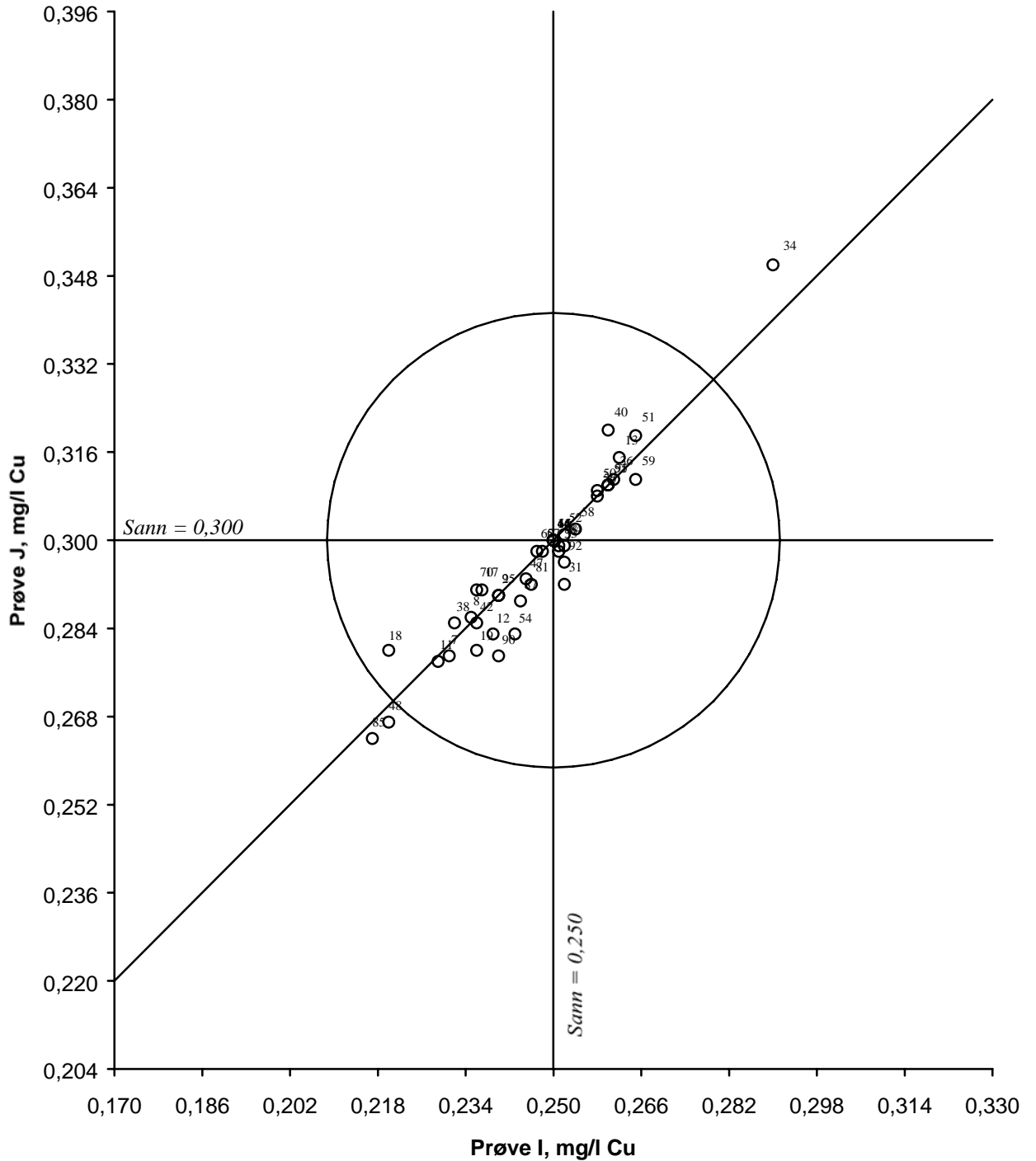
Figur 21. Youdendiagram for kadmium, prøvepar IJ
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

Kadmium



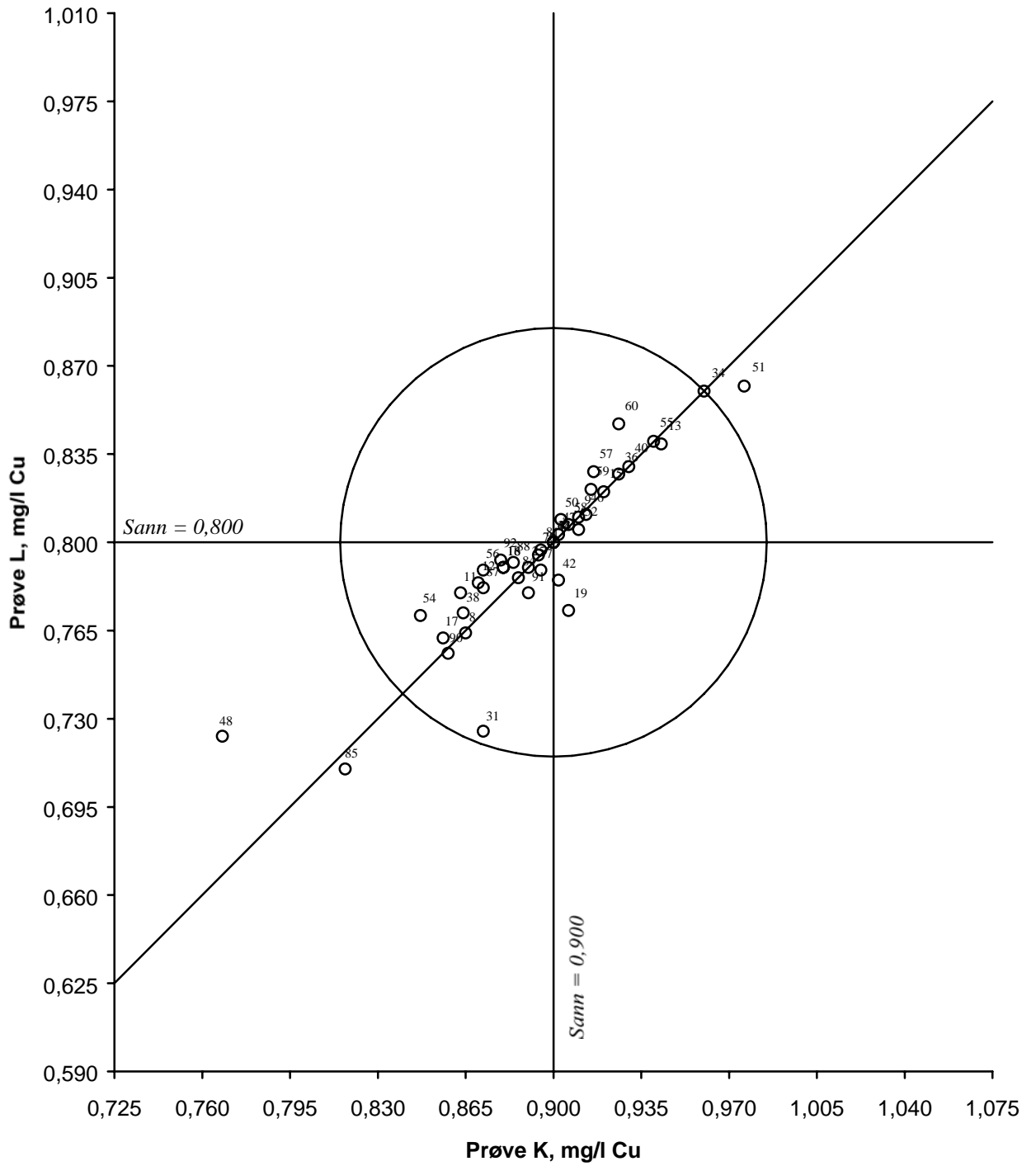
Figur 22. Youdendiagram for kadmium, prøvepar KL
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %

Kobber



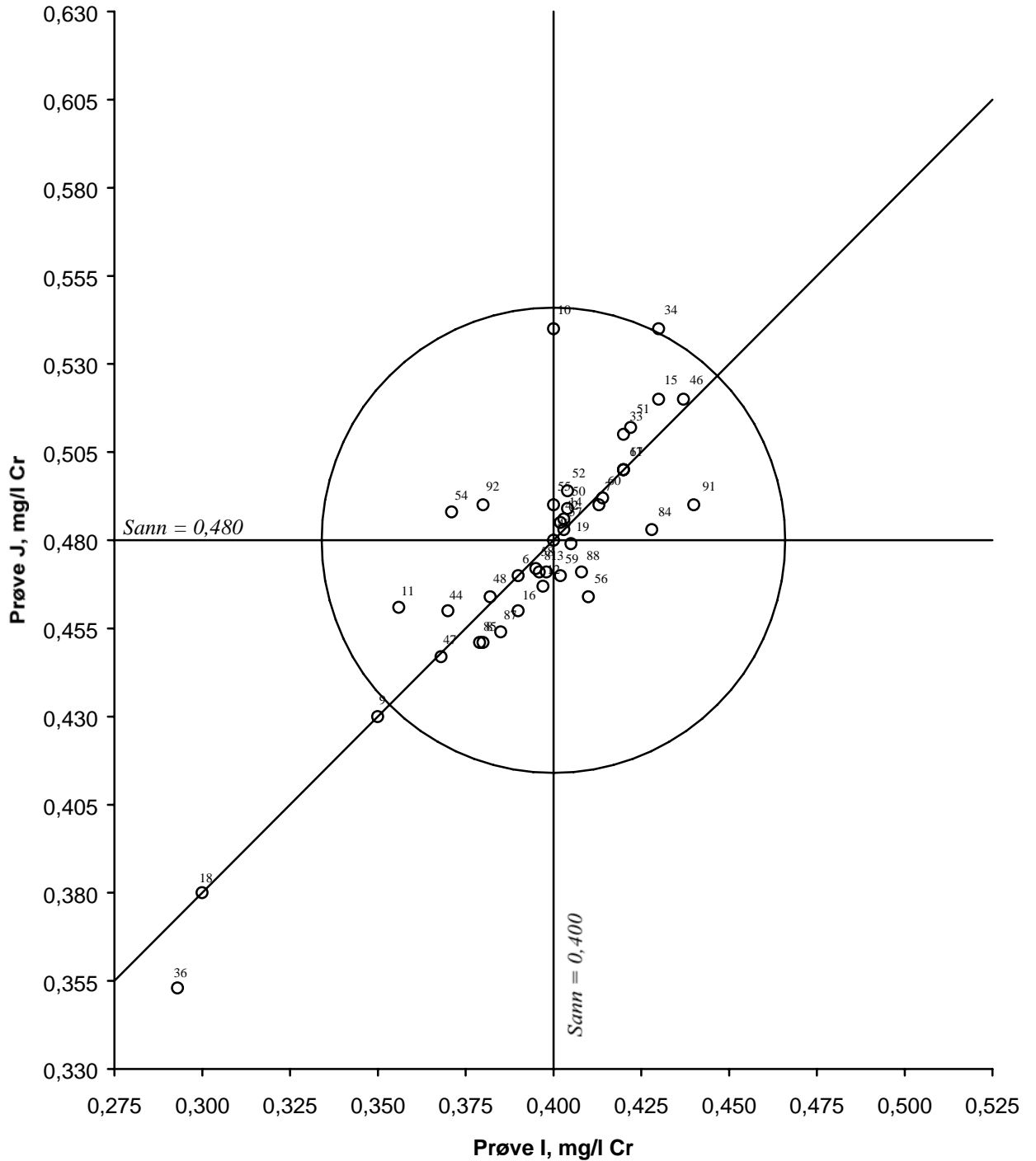
Figur 23. Youdendiagram for kobber, prøvepar IJ
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %

Kobber



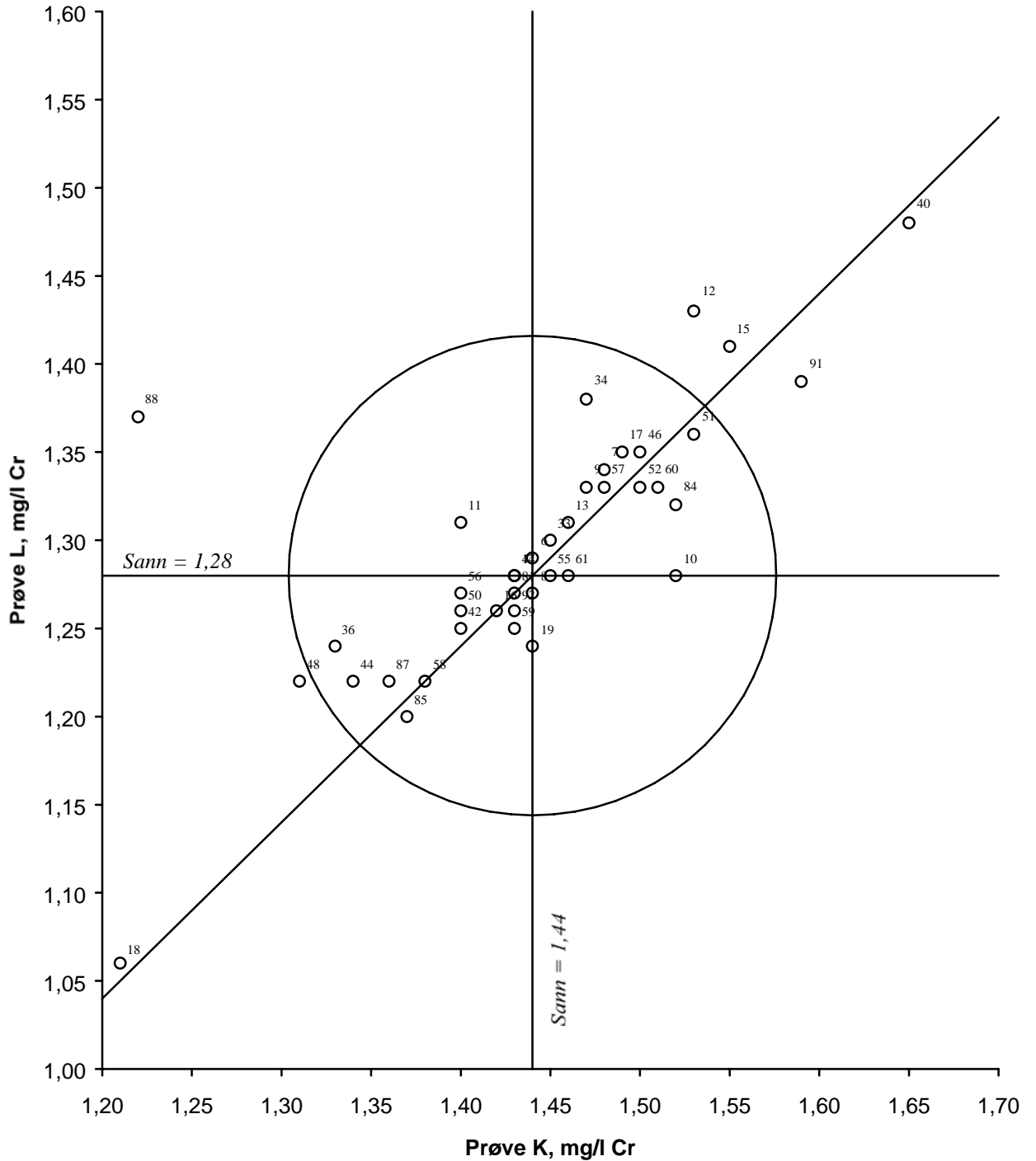
Figur 24. Youdendiagram for kobber, prøvepar KL
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

Krom



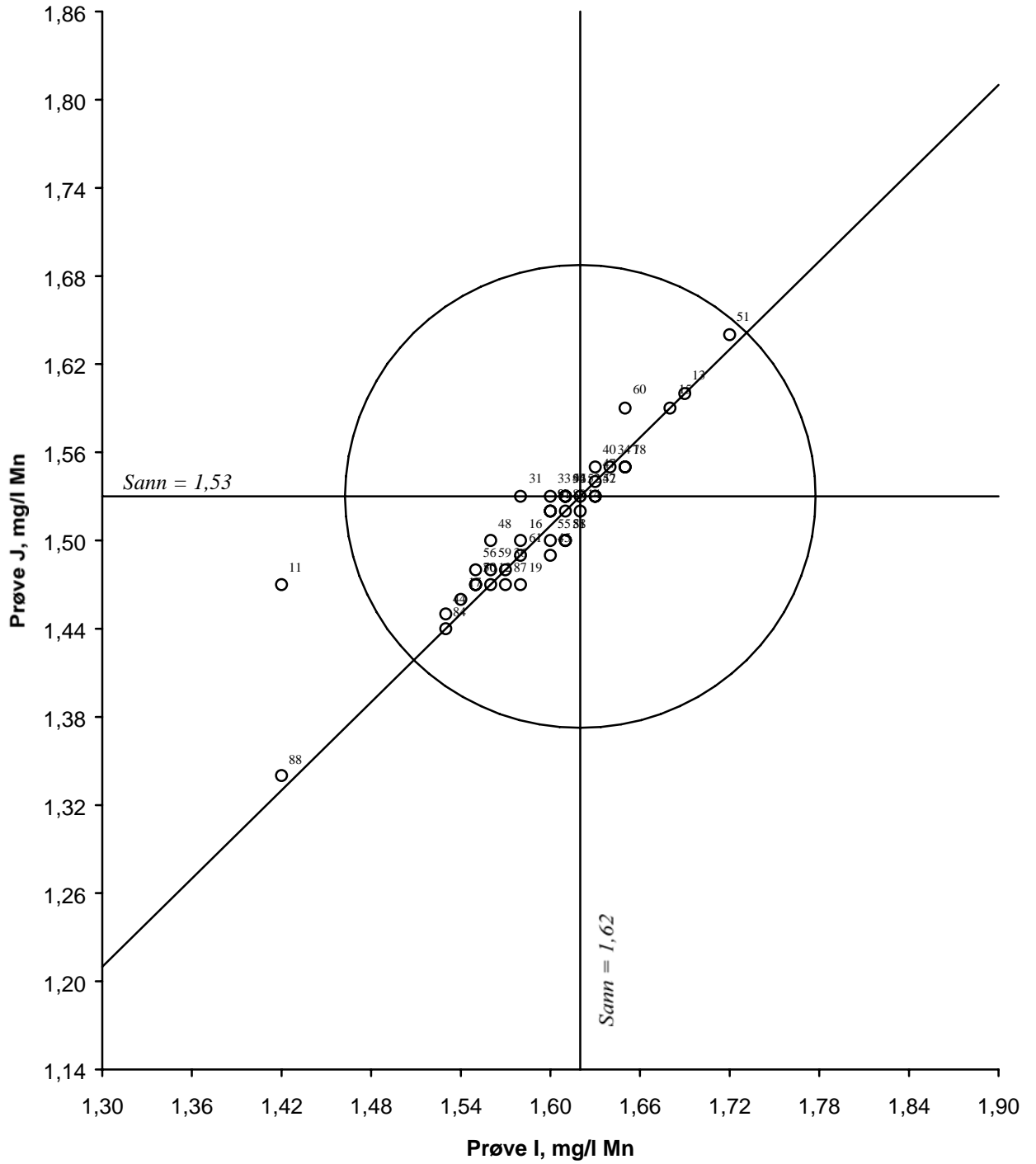
Figur 25. Youdendiagram for krom, prøvepar IJ
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %

Krom



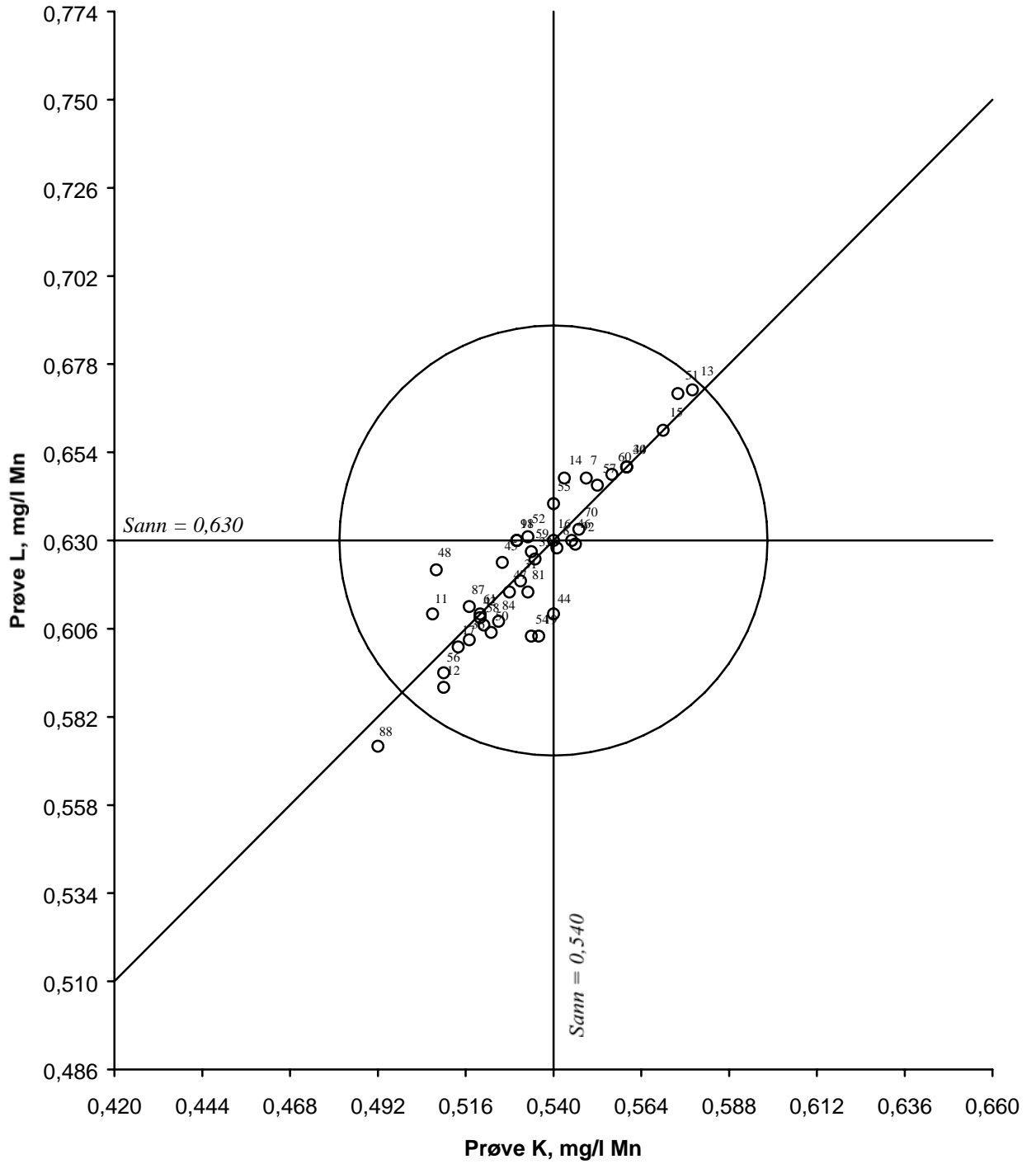
Figur 26. Youdendiagram for krom, prøvepar KL
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

Mangan

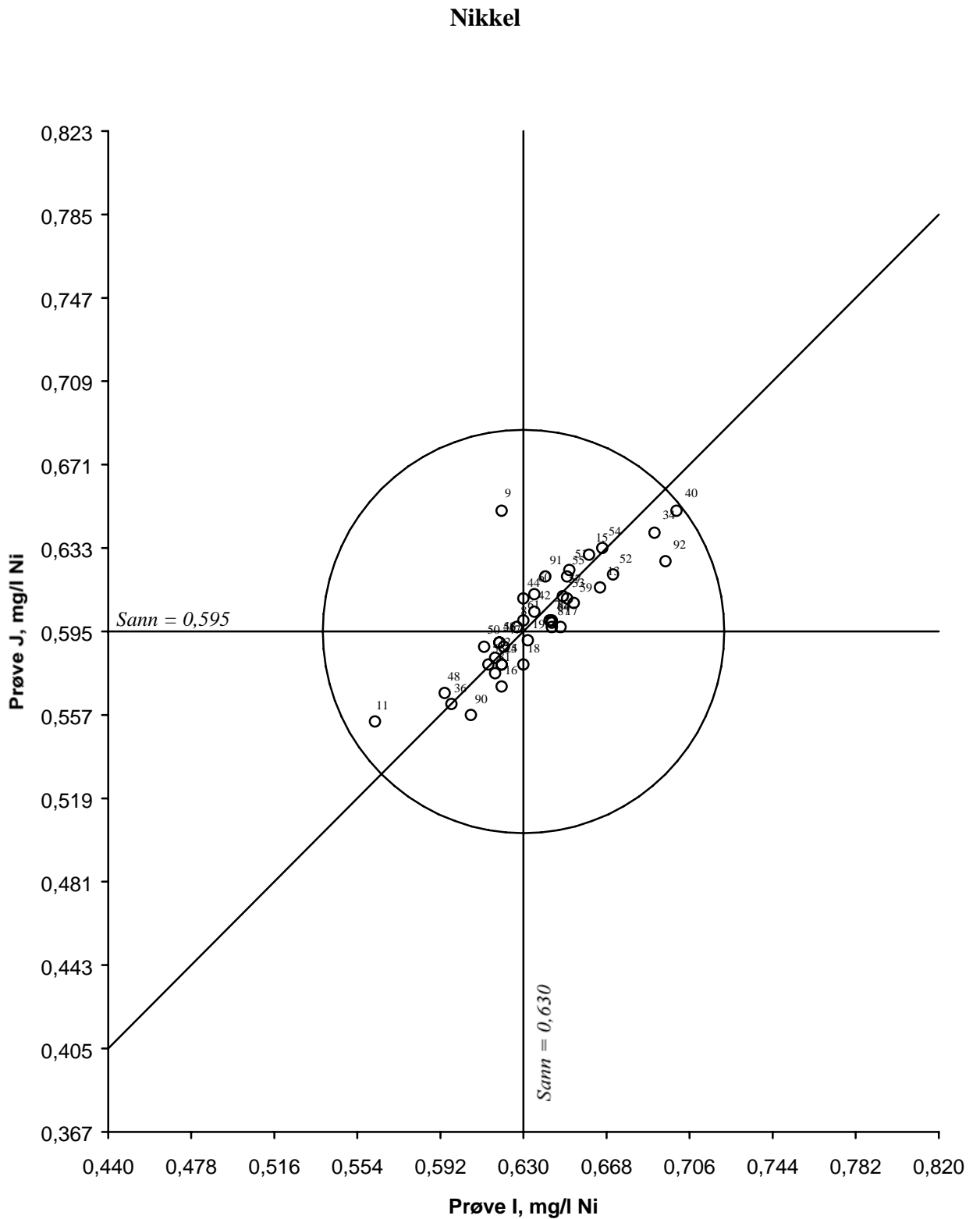


Figur 27. Youdendiagram for mangan, prøvepar IJ
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %

Mangan

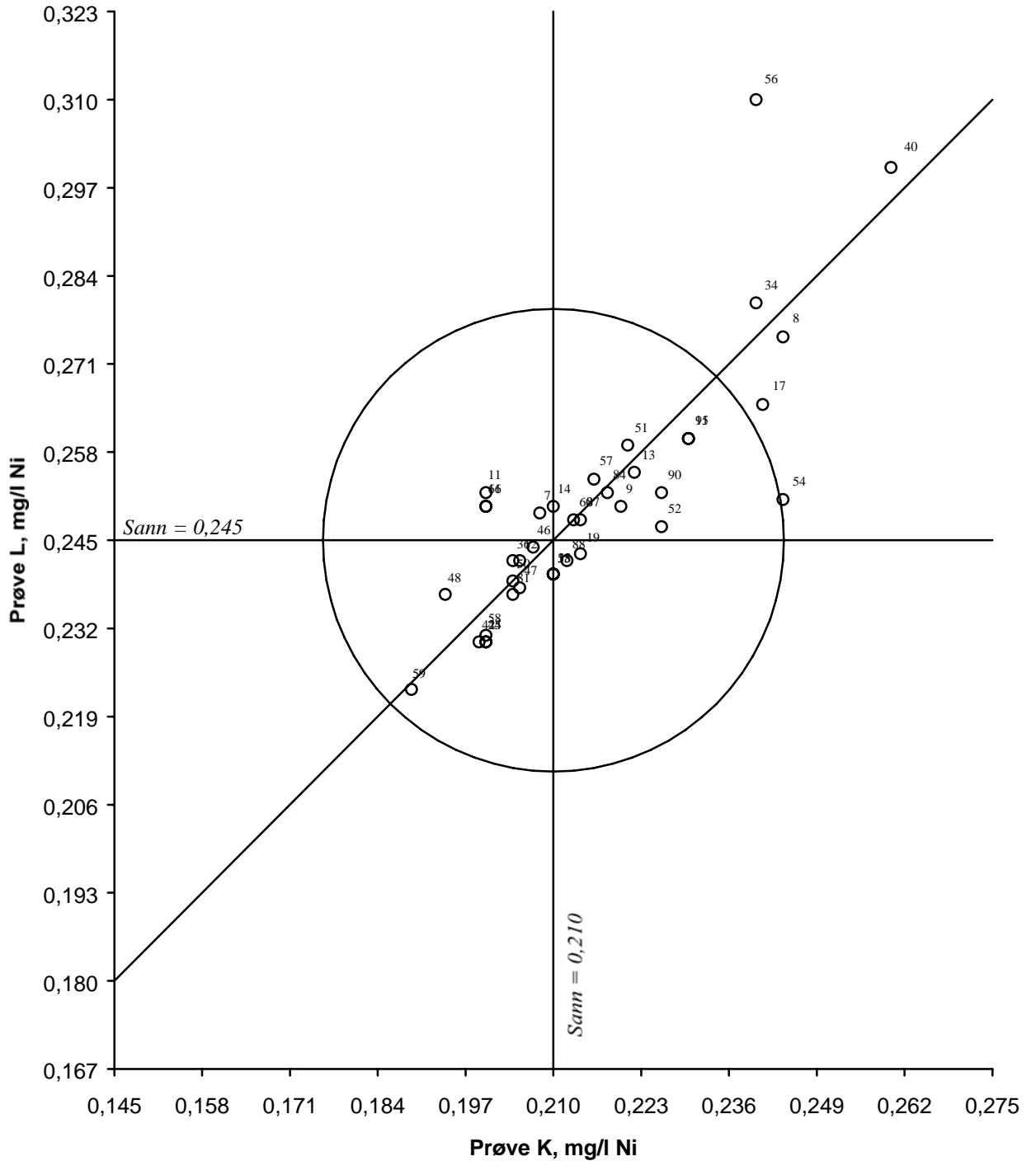


Figur 28. Youdendiagram for mangan, prøvepar KL
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 10 %



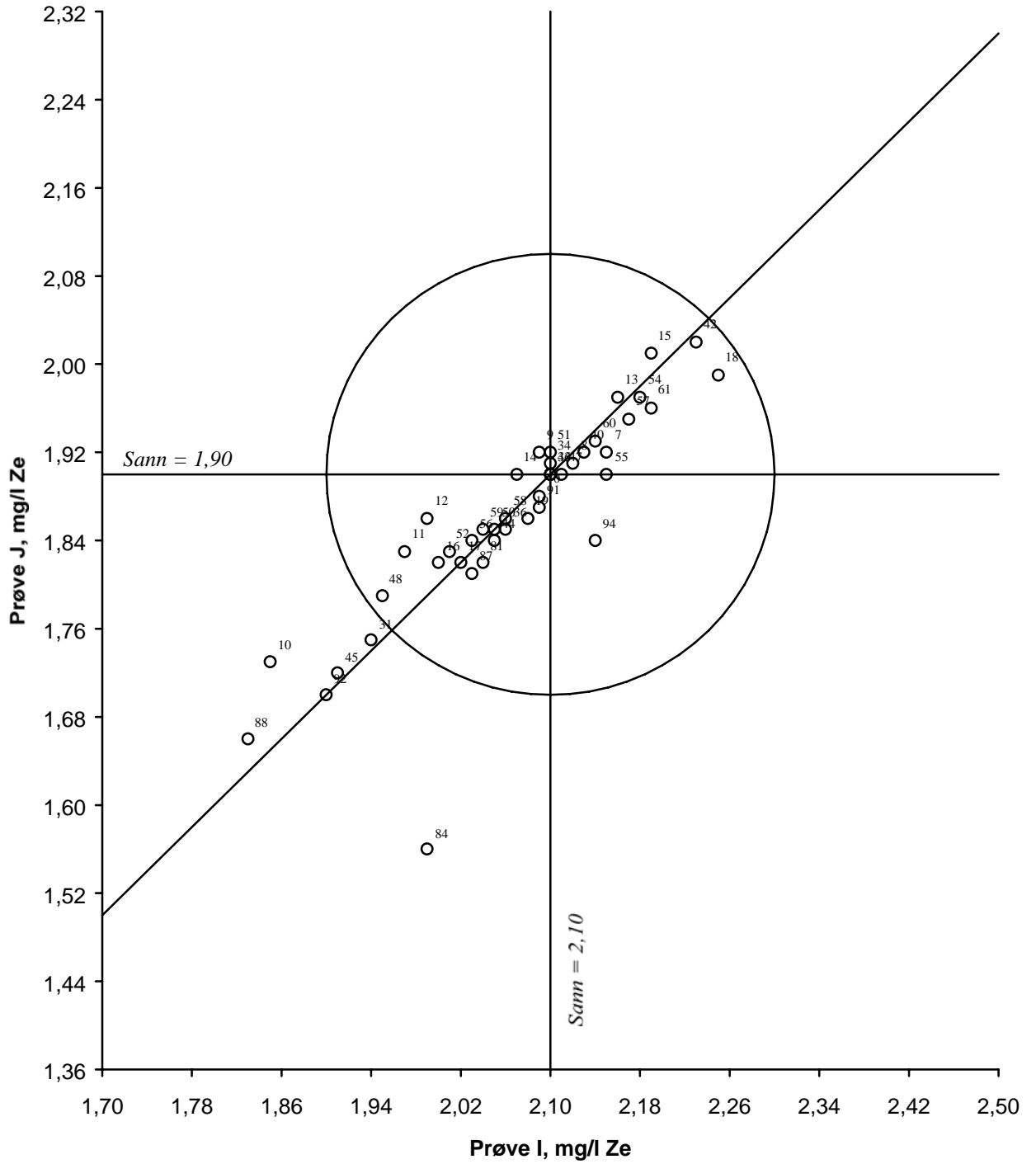
Figur 29. Youdendiagram for nikkell, prøvepar IJ
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %

Nikkel



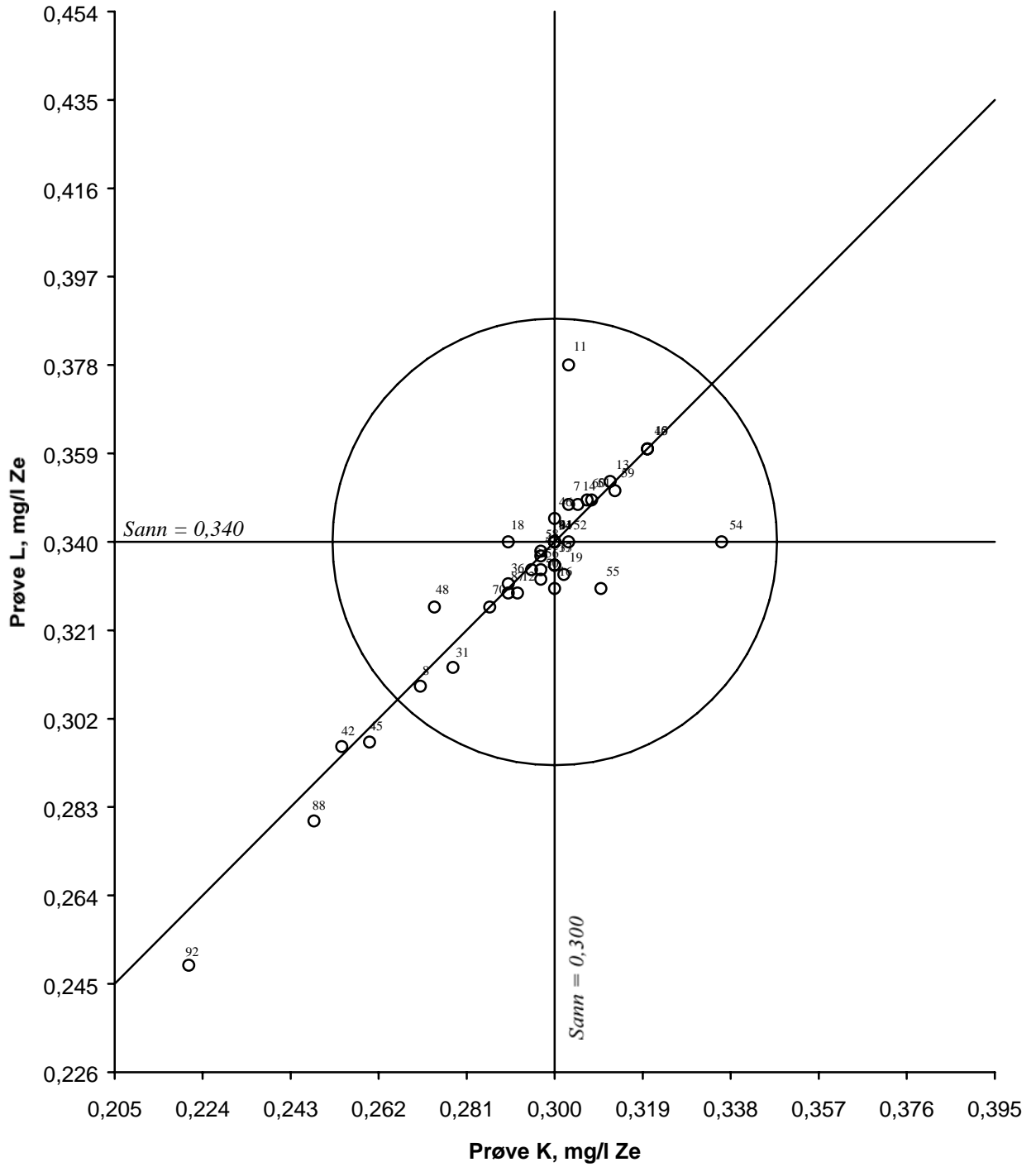
Figur 30. Youdendiagram for nikkell, prøvepar KL
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %

Sink



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

Sink



Figur 32. Youdendiagram for sink, prøvepar KL
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 15 %

5. Litteratur

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

Sætre, T. 2000-2001: *Ringtester – Industriavløpsvann. Ringtest 0022-0023*. 2 NIVA rapporter

Grung, M. 2001: *Ringtester – Industriavløpsvann. Ringtest 0124*. NIVA rapport 4417, 105 sider.

Sætre, T., Grung, M. 2002: *Ringtester – Industriavløpsvann. Ringtest 0125*. NIVA rapport 4477, 107 sider.

Hovind, H. 1986: *Intern kvalitetskontroll. Håndbok for vannanalytelaboratorier*. 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. 88s.

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
Deltakere i ringtest 0226

C. Datamateriale

Deltakernes analyseresultater
Statistikk, analysevariabler

Vedlegg A. Youdens metode

Prinsipp og presentasjon

Youdens metode bygger på at deltakerne 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 deltakerne. 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 deltakerne oftest gjør samme systematiske feil ved analyse av to nærstående 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:

$$\text{Totalfeil} = \sqrt{(\text{Sann}_1 - \text{Res}_1)^2 + (\text{Sann}_2 - \text{Res}_2)^2}$$

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 feiltyper.

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 konsentrasjonsavhengige. 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 konsentrasjonsområde 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 arbeidsteknikk 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 og fylkesmennenes miljøvernavdelingers 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 deltakende 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 0226 er oppført i tabell B1.

Tabell B1. Deltakernes 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/Filtreropsats, 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	Glassfiberfilter/Filtreropsats, NS 4733, 2. Utg. Glassfiberfilter/Büchnertrakt, NS 4733, 2. Utg.
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 1850 Astro 2001 Shimadzu 500 Shimadzu 5000 Dohrmann DC-190 Astro 2100 Elementar highTOC Phoenix 8000 Skalar Formacs Skalar CA20 OI Analytical 1020A Dohrman Apollo 9000	UV/persulfat-oksidasjon (60-70°), Astro 1850 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 Katalyt. Forbr. (680-950°), OI Analytical 1020A Katalyt. Forbr. (680°), Dohrman Apollo 9000
Totalfosfor	NS 4725, 3. Utg. Autoanalysator FIA/SnCl ₂ 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 Persulfat-oks. i surt miljø, NS-EN 1189 Forenklet fotometrisk metode
Totalnitrogen	NS 4743, 2. Utg. Autoanalysator FIA Enkel fotometri	Persulfat-oks. i basisk miljø, NS 4743, 2. Utg. Persulfat-oks. (NS 4743), autoanalysator Persulfat-oks. (NS 4743), Flow Injection Forenklet fotometrisk metode

Tabell B1. (forts.)

Analysevariabel	Metodebetegnelse	Analyseprinsipp
Aluminium	AAS, NS 4773, 2. utg. AAS, NS 4781 ICP/AES ICP/MS Enkel fotometri FIA AAS, flamme, annen	Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 2. utg. Atomabsorpsjon i grafittovn, NS 4781 Plasmaeksitert atomemisjon Plasmaeksitasjon/massespektrometri Forenklet fotometrisk metode Ingen oks., pyrokatekolfiolet, FIA Atomabsorpsjon i flamme, ustandardisert met.
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.	Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 2. utg. Plasmaeksitert atomemisjon Plasmaeksitert massespektrometri Atomabsorpsjon i flamme, ustandardisert met. Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 1. utg.
Krom	AAS, NS 4773, 2. utg. AAS, NS 4781 ICP/AES ICP/MS AAS, flamme, annen AAS, lystg./acetylen AAS, NS 4777	Atomabsorpsjon i flamme, NS 4773, 2. utg. Atomabsorpsjon i grafittovn, NS 4781 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 destillert 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 fortynne 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 deltakerne i ringtesten ble det tappet et passende antall delprøver i 250 ml polyetylenflasker. 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	K ₂ HPO ₄ , NaH ₂ PO ₄ · H ₂ O (prøvepar AB) Na ₂ B ₄ O ₇ · 10aq, NaOH (prøvepar CD)	Ingen
	Suspendert stoff, tørrstoff Suspendert stoff, gløderest	Kaolin, Mikrokrystallinsk cellulose	
E – H	Kjemisk oks. forbr. (COD _{Cr}) Totalt organisk karbon	Kaliumhydrogenftalat	Ingen
	Totalfosfor	KH ₂ PO ₄ , Dinatrium-adenosin-5'-monofosfat	
	Totalnitrogen	KNO ₃ , Dinatrium-dihydrogen-etylendiamin-Tetraacetat-dihydrat (EDTA)	
I – L	Aluminium	Al(NO ₃) ₃ , 1000mg/l Al	10 ml HNO ₃ , 7 mol/l, i 1 liter prøve
	Bly	Pb(NO ₃) ₂ , 1000 mg/l Pb	
	Jern	Fe(NO ₃) ₃ , 1000 mg/l Fe	
	Kadmium	Cd(NO ₃) ₂ , 1000 mg/l Cd	
	Kobber	Cu(NO ₃) ₂ , 1000 mg/l Cu	
	Krom	Cr(NO ₃) ₃ , 1000 mg/l Cr	
	Mangan	Mn(NO ₃) ₂ , 1000 mg/l Mn	
	Nikkel	Ni(NO ₃) ₂ , 1000 mg/l Ni	
	Sink	Zn(NO ₃) ₂ , 1000 mg/l Zn	

Prøveutsendelse og rapportering

Praktisk informasjon om gjennomføring av ringtesten ble distribuert 15. mai 2002 og prøver sendt 21. mai 2002 til 100 påmeldte laboratorier. Deltakerne ble anmodet 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 deltakerne i stand til å velge gunstig fortynning 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 jern og mangan ble laboratoriene anbefalt å (delvis) nøytralisere og eventuelt fortynne prøvene før selve analysen.

Svarfristen var 18. juni 2002. Alle deltakerne returnerte analyseresultater. Ved NIVAs brev av 26. 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 maksimumskonsentrasjoner

Analysevariabel	Enhet	Maksimale konsentrasjoner	
Suspendert stoff, tørrstoff	mg/l	AB: 750	CD: 200
Kjemisk oksygenforbruk, COD _{Cr}	mg/l O	EF: 1000	GH: 200
Totalfosfor	mg/l P	EF: 5	GH: 1
Totalnitrogen	mg/l N	EF: 25	GH: 7

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 deltakernes medianverdier. Resultatene er sammenstilt i tabell B4.

Tabell B4. Beregnede verdier, medianverdier og kontrollresultater

Analysevariabel og enhet	Prøve	Beregnet verdi	Medianverdi	NIVAs kontrollresultater		
				Middelverdi	Std.avvik	Antall
pH	A	–	8,14	8,15	0,02	4
	B	–	7,97	7,97	0,01	4
	C	–	9,33	9,35	0,02	4
	D	–	9,57	9,57	0,03	4
Suspendert stoff, tørrstoff, mg/l	A	570	579	586	6	4
	B	499	493	499	6	4
	C	119	119	118	3	4
	D	128	128	127	2	4
Suspendert stoff, gløderest, mg/l	A	249	257	256	2	4
	B	218	220	217	4	4
	C	52	50	50	1	4
	D	56	55	54	1	4
Kjem. oks. forbr. (COD _{Cr}), mg/l O	E	855	859	804	42	4
	F	769	770	773	43	4
	G	129	129	125	2	4
	H	109	107	104	2	5
Totalt organisk karbon, mg/l C	E	341	344	345	18	4
	F	307	310	326	21	4
	G	51,3	52,1	50,4	0,6	4
	H	43,2	44,0	42,0	0,5	4
Totalfosfor, mg/l P	E	3,16	3,20	3,08	0,17	4
	F	2,84	2,86	2,88	0,06	4
	G	0,632	0,635	0,629	0,010	4
	H	0,790	0,796	0,782	0,013	4
Totalnitrogen, mg/l N	E	17,0	17,3	16,2	1,0	4
	F	15,3	15,3	15,5	0,9	4
	G	3,40	3,50	3,38	0,05	4
	H	4,25	4,38	4,18	0,04	4

Tabell B4. (forts.)

Analysevariabel og enhet	Prøve	Beregnet verdi	Medianverdi	NIVAs kontrollresultater		
				Middelverdi	Std.avvik	Antall
Aluminium, mg/l Al	I	2,16	2,15	2,10	0,04	4
	J	2,04	2,03	2,01	0,02	4
	K	0,720	0,709	0,702	0,017	4
	L	0,840	0,825	0,830	0,006	4
Bly, mg/l Pb	I	0,350	0,348	0,354	0,008	4
	J	0,420	0,414	0,425	0,006	4
	K	1,26	1,25	1,27	0,02	4
	L	1,12	1,10	1,13	0,01	4
Jern, mg/l Fe	I	2,31	2,31	2,42	0,03	4
	J	2,09	2,10	2,20	0,03	4
	K	0,330	0,330	0,348	0,002	4
	L	0,374	0,372	0,394	0,005	4
Kadmium, mg/l Cd	I	0,315	0,318	0,323	0,003	4
	J	0,285	0,286	0,291	0,001	4
	K	0,045	0,044	0,046	0,000	4
	L	0,051	0,050	0,052	0,000	4
Kobber, mg/l Cu	I	0,250	0,250	0,250	0,004	4
	J	0,300	0,298	0,304	0,004	4
	K	0,900	0,900	0,905	0,011	4
	L	0,800	0,795	0,811	0,003	4
Krom, mg/l Cr	I	0,400	0,402	0,401	0,007	4
	J	0,480	0,483	0,483	0,008	4
	K	1,44	1,44	1,43	0,03	4
	L	1,28	1,28	1,29	0,02	4
Mangan, mg/l Mn	I	1,62	1,60	1,65	0,02	4
	J	1,53	1,52	1,56	0,02	4
	K	0,540	0,534	0,547	0,007	4
	L	0,630	0,625	0,641	0,008	4
Nikkel, mg/l Ni	I	0,630	0,634	0,642	0,013	4
	J	0,595	0,600	0,604	0,008	4
	K	0,210	0,210	0,211	0,003	4
	L	0,245	0,248	0,246	0,004	4
Sink, mg/l Zn	I	2,10	2,09	2,16	0,05	4
	J	1,90	1,87	1,95	0,03	4
	K	0,300	0,300	0,310	0,003	4
	L	0,340	0,337	0,352	0,005	4

NIVA bestemte metallene med ICP/AES (Perkin Elmer Optima 4300 DV)

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 deltakerne 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 laboratorienes analyseresultater samt til fremstilling av Youdendiagrammer 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 gjenstående data finnes middelerdi (\bar{x}) og standardavvik (s). Resultatpar med én eller begge verdier utenfor $\bar{x} \pm 3s$ utelates før endelig beregning av middelerdi, standardavvik og andre statistiske parametre.

Deltakernes resultater – ordnet etter stigende identitetsnummer – er sammenstilt i tabell C1. Verdier med mer enn tre signifikante sifre er avrundet av NIVA¹. Statistisk materiale fra den siste beregningsomgangen er oppført i tabell C2. Resultatene listes etter stigende verdier og utelatte enkeltresultater merkes med U.

¹ Suspendert tørrstoff, gløderest. Prøvepar CD er avrundet til 2 signifikante sifre.

Deltagere i ringtest 0226

Alex Stewart Environmental Services A/S
 Alpharma A/S
 AnalyCen AS
 Analyselaboratoriet Høgskolen i Agder
 ANØ Miljøkompetanse
 Borealis A/S
 Borregaard Hellefos A/S
 Borregaard Industries Ltd.
 Borregaard Vafos A/S
 Chemlab Services A/S
 Corus Packaging Plus, Norway AS
 DeNoFa A/S
 Dynea ASA
 Dyno Nobel ASA - Forsvarsprodukter
 Elkem Aluminium Mosjøen
 Elkem ASA - Bremanger Smelteverk
 Eramet Norway A/S - Porsgrunn
 Eramet Norway A/S - Sauda
 Esso Norge A/S
 Falconbridge Nikkelverk A/S
 FMC Biopolymer A/S
 Glomma Papp A/S
 Huhtamaki Norway AS
 Hunsfos Fabrikker A/S
 Hunton Fiber A/S
 Hydro Aluminium Karmøy Metallverk
 Hydro Magnesium Porsgrunn
 Hydro Polymers - Klor/VCM-laboratoriet
 Idun Industri A/S
 IVAR IKS
 Jordforsk Lab
 Jotun A/S
 K. A. Rasmussen A/S
 Kronos Titan A/S
 Kvalitetskontrollen Hydro Polymers A.S.
 LabNett Hamar A/S
 Larvik Cell A/S
 A/S Maarud
 Miljølaboratoriet i Telemark
 Miljøteknikk terrateam A/S
 Mjøslab IKS
 Molab A/S
 Næringsmiddeltilsynet i Asker og Bærum
 Næringsmiddeltilsynet i Gauldalsregionen
 Næringsmiddeltilsynet i Larvik og Lardal
 Næringsmiddeltilsynet i Sør-Innherred
 Næringsmiddeltilsynet for Nord-Østerdal

Næringsmiddeltilsynet for Sandefjord, Andebu og Stokke
 Næringsmiddeltilsynet for Sogn
 Næringsmiddeltilsynet i Fosen
 Namdal Analysesenter
 Nammo Raufoss A/S
 NOAH AS
 NORCEM A/S
 Nordic Paper Geithus AS
 Nordic Paper Greaker AS
 Noretyl Rafnes
 Norsk Hydro Produksjon ASA, Stureterminalen
 Norsk Matanalyse
 Norsk Wallboard A/S
 Norske Skog Follum
 Norske Skog Saugbrugs
 Norske Skog Skogn
 Norske Skog Union
 O. Mustad & Søn A/S
 Oslo kommune, Vann og avløpsetaten
 Outokumpu Norzink A/S
 Peterson Linerboard A/S - Moss
 Peterson Linerboard A/S - Ranheim
 Planteforsk - Holt forskingssenter
 Renor AS
 Ringnes A/S - E. C. Dahls Bryggeri
 Ringnes A/S - Ringnes Bryggeri
 Ringnes Arendals Bryggeri
 Ringnes Nordlandsbryggeriet
 Ringnes Tou Bryggeri
 Rogalandsforskning
 Romsdal næringsmiddeltilsyn
 Rygene-Smith & Thommesen A/S
 Sande Paper Mill A/S
 A/S Sentralrenseanlegget RA-2
 Sildolje- og sildemelind. forskn.inst.
 SINTEF Kjemi
 Skolmar Jordlaboratorium
 Södra Cell Folla
 Stabburet A/S - Fredrikstad
 STATOIL Kårstø
 STATOIL Kollsnes
 STATOIL Tjeldbergodden
 A/S Sunland-Eker Papirfabrikker
 Södra Cell Tofte AS
 Teknologisk Institutt Laboratorietjenester AS
 Tine Midt-Norge, avd. Tunga
 Tinfos Jernverk A/S - Øye Smelteverk

Deltakere forts.

Titania A/S

Trondheim Kommune, Næringsmiddelkontrollen

Vestfjorden Avløpsselskap (VEAS)

Vestfold Interkommunale næringsmiddellaboratorium

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				Kjem. oks. forbr., mg/l O			
	A	B	C	D	A	B	C	D	A	B	C	D	E	F	G	H
1	8,10	7,89	9,07	9,35									1089	770	127	112
2	8,18	8,00	9,35	9,57	559	485	119	128					904	808	127	104
3	8,14	8,01	9,19	9,43	574	480	107	119					954	834	133	111
4	8,16	7,87	9,25	9,50	588	464	124	118					858	747	123	107
5	8,14	7,97	9,37	9,61	591	490	119	129					878	783	122	101
6	8,12	7,99	9,45	9,68	570	484	114	125								
7	8,17	7,99	9,42	9,64												
8	8,28	8,07	9,40	9,68												
9	8,23	8,04	9,36	9,61												
10																
11	8,11	7,93	9,35	9,57	569	488	122	133	242	211	48	53	795	721	117	100
12	8,13	7,95	9,32	9,55	579	493	116	124	255	214	49	52				
13	8,16	7,98	9,34	9,55	590	509	122	132	270	232	54	58	843	773	128	108
14	8,13	7,96	9,33	9,54	597	508	120	129	266	224	53	56	826	731	123	98
15	8,14	7,98	9,35	9,58	571	499	121	128	252	223	55	54	849	755	128	113
16	8,15	7,97	9,30	9,59	551	478	112	120	237	204	50	55	794	723	113	95
17	8,06	7,89	9,31	9,54	585	502	117	127	255	220	48	53	890	802	134	112
18	8,14	7,95	9,28	9,52	574	490	121	132	245	214	49	56	804	732	134	91
19	8,16	7,98	9,39	9,62	589	497	117	125	268	222	50	54	860	771	126	109
20	8,11	7,93	9,31	9,54	589	502	121	132								
21	8,18	7,99	9,39	9,62												
22	8,16	7,98	9,39	9,61												
23	8,15	7,96	9,37	9,60	596	502	119	131					851	760	106	90
24	8,10	8,00	9,30	9,60												
25	8,15	7,96	9,24	9,48									457	410	104	135
26	8,23	8,08	9,22	9,47	582	608	118	145					1320	1290	178	148
27													880	812	133	109
28	8,19	8,02	9,13	9,38	610	510	128	144					881	862	69	54
29	8,11	7,95	9,31	9,50									888	760	130	105
30	8,12	7,97	9,37	9,60	582	495	119	135	257	221	51	58	839	750	130	105
31	8,08	7,92	9,34	9,57	585	496	116	124					877	753	130	113
32	8,15	7,98	9,31	9,53	584	497	116	129					809	732	133	103
33	8,15	7,97	9,37	9,59	568	490	119	129	248	210	51	57	762	694	106	80
34	8,13	7,95	9,22	9,45	558	486	117	127					813	740	128	105
35	8,11	7,93	9,28	9,51	575	491	116	131	226	189	1	10	950	1205	210	350
36	8,16	7,97	9,36	9,59	576	506	119	130	266	226	51	58	852	771	128	110
37	8,15	7,96	9,37	9,59	605	541	125	133					835	755	125	111
38	8,15	7,99	9,38	9,60	571	492	115	119								
39	8,13	7,94	9,37	9,59	575	490	121	130					837	750	121	104
40	8,18	8,01	9,45	9,67	585	494	118	130	256	219	47	54				
41	8,13	7,93	9,05	9,33												
42																
43	8,18	8,00	9,34	9,59	574	483	120	127								
44	8,17	7,99	9,22	9,48	580	479	121	128	258	216	54	58				
45	8,26	8,01	9,51	9,75	570	486	126	128								
46	8,18	7,99	9,23	9,49												
47	8,14	7,97	9,36	9,59	574	502	119	130								
48	8,1	8,0	9,4	9,6												
49	8,02	7,85	9,08	9,30												
50	8,15	7,97	9,36	9,58	579	492	119	128	254	212	49	54	849	768	132	109

Tabell C1 (forts.)

Lab. nr.	pH				Susp. stoff, tørrstoff, mg/l				Susp. stoff, gløderest, mg/l				Kjem. oks. forbr., mg/l O			
	A	B	C	D	A	B	C	D	A	B	C	D	E	F	G	H
51	8,12	7,94	9,31	9,53	578	493	120	128	238	205	47	50	902	812	141	127
52	8,13	7,95	9,32	9,58	572	502	121	132	240	220	51	56	821	711	124	106
53	8,13	7,96	9,36	9,57	558	486	119	128	243	211	49	51	871	768	136	114
54																
55	8,14	7,95	9,27	9,52	581	485	104	118					875	790	134	120
56	8,14	7,94	9,33	9,56												
57	8,2	8,0	9,3	9,5	618	542	117	128	346	302	76	88	874	796	136	114
58	8,16	7,98	9,31	9,53	576	489	118	128					861	793	130	91
59	8,16	7,97	9,33	9,56	577	488	118	131	244	207	45	51				
60	8,16	7,98	9,39	9,62	584	496	117	126					813	730	121	102
61																
62	8,19	8,04			564	476	124	140								
63	8,15	7,97	9,38	9,62	556	482	111	120					886	793	130	111
64	8,11	7,93	9,23	9,47	581	494	120	131	270	235	63	71	842	759	131	106
65	8,17	8,02	9,21	9,48	570	490	120	129	248	210	48	56	889	821	129	117
66	8,17	8,00	9,40	9,62	583	495	119	129	249	208	47	50	831	743	121	100
67	8,13	7,96	9,20	9,46	600	517			277	240			852	768	129	107
68	8,15	7,97	9,33	9,57	578	490	119	127	263	220	53	55	854	782	135	112
69	8,08	7,91	9,30	9,54	596	392	118	120	300	188	54	60	884	792	129	106
70	8,12	7,97	9,37	9,59	569	499	116	123					866	783	131	112
71	8,23	8,05	9,51	9,73	566	466	115	130								
72	8,10	7,93	9,21	9,47	592	523	127	136					850	756	130	107
73	8,14	7,98	9,37	9,59	571	485	117	126	252	214	46	50	858	777	122	98
74	8,19	8,01	9,04	9,33	605	503	117	127	274	224	48	53	853	783	109	89
75	8,12	7,92	8,91	9,19	563	467	115	124	246	213	49	53	888	800	134	104
76	8,14	7,93	9,29	9,52	597	546	121	134	276	266	52	58				
77					598	501	127	136	275	228	58	58	862	746	115	94
78	8,08	7,92	9,26	9,33	599	509	125	133					875	785	126	104
79	8,19	7,99	9,56	9,82	589	499	121	133								
80	8,12	7,92	9,22	9,49	552	452	96	116					847	762	125	100
81	8,3	8,1	9,3	9,5	572	484	119	128	326	272	69	74	859	769	130	107
82					604	502	126	134	292	223	59	55	888	792	148	126
83	8,08	7,90	9,24	9,47	615	516	116	129	266	222	48	58	831	760	131	119
84	8,22	8,04	9,05	9,25	569	471	115	128	267	211	49	54				
85					580	488	116	126								
86	8,07	7,91	9,29	9,53	584	488	114	124					863	788	134	109
87	8,12	7,94	9,33	9,55	585	508	121	127	253	221	49	51	847	754	114	94
88																
89					600	500	130	140	270	230	56	60				
90	8,16	7,98	9,27	9,57	579	497	118	129								
91	8,16	7,98	9,36	9,59	597	503	122	131	262	226	51	55				
92	8,2	8,0	9,4	9,6	568	478	126	133	281	236	78	81	798	733	111	97
93	8,14	7,94	9,32	9,55									865	775	125	103
94	8,12	7,95	9,30	9,53	578	496	114	128					880	795	132	112
95	8,10	8,00	9,36	9,61	552	466	96	112					938	830	145	102
96	8,10	7,94	9,29	9,53	577	479	114	116					957	803	135	109
97	8,20	8,02	8,97	9,28	582	454	120	165					880	800	145	120
98	8,08	7,92	9,30	9,57	597	512	116	126								
99	8,17	7,99	9,36	9,60												
100	8,22	8,03	9,35	9,61												

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																
2																
3																
4																
5																
6																
7													2,05	1,91	0,666	0,794
8																
9																
10																
11	344	304	52,0	43,1	3,18	2,86	0,64	0,79	17,3	15,4	3,35	4,27	1,67	1,66	0,631	0,854
12	338	314	52,9	44,5	3,23	2,80	0,567	0,715	20,9	18,6	3,66	4,53	2,93	2,41	0,861	1,21
13	342	301	50,2	42,4	3,12	2,82	0,62	0,77	17,2	15,5	3,40	4,23				
14	345	300	52,0	45,4	3,1	2,8	0,67	0,80	15,9	14,8	3,33	3,99	2,05	1,95	0,700	0,800
15					3,11	2,79	0,625	0,778	17,9	16,8	3,80	4,61				
16					3,10	2,75	0,63	0,79	18,7	16,7	3,78	4,90	1,73	1,66	0,52	0,61
17	343	315	52,1	46,2	3,28	2,99	0,683	0,872	15,2	14,2	3,60	3,63	2,05	3,89	2,67	3,43
18									18,4	15,8	3,60	4,60				
19	347	314	51,7	43,2	3,17	2,98	0,679	0,829	16,8	14,5	3,60	4,17	2,15	2,00	0,696	0,816
20																
21	526	475	52,7	43,9												
22																
23	355	335	54	47												
24	335	304	52,0	43,7												
25																
26					3,6	3,2	1	1								
27					3,26	3,09	0,76	0,94								
28					3,53	3,10	0,64	0,78								
29																
30					3,12	2,81	0,630	0,797	12,7	14,5	3,08	3,89				
31					3,26	3,08	0,626	0,792	17,4	15,8	3,91	4,91				
32	339	309	52	42	3,37	3,00	0,71	0,84								
33	346	310	49,3	42,1	3,34	3,02	0,647	0,809	17,0	16,6	3,52	4,21	2,30	2,21	0,554	0,631
34					3,10	2,78	0,631	0,800	15,3	14,2	2,79	3,75	0,048	0,076	0,901	0,860
35					3,32	3,04	0,635	0,795	21,0	18,5	3,47	4,45				
36	337	300	50,4	41,9	3,23	2,77	0,643	0,826	17,3	15,2	3,69	4,47	2,20	2,05	0,709	0,832
37	341	310	54,3	45,4	3,18	2,85	0,642	0,798	14,8	13,9	3,40	3,85				
38					3,27	2,83	0,629	0,788	17,2	15,2	3,33	4,13				
39	343	314	54,9	41,9	3,44	3,10	0,686	0,846	16,0	17,1	3,21	5,34				
40																
41													2,14	2,02	0,67	0,80
42													2,16	2,05	0,720	0,825
43																
44																
45																
46													2,13	2,06	0,747	0,825
47													2,23	2,12	0,715	0,844
48																
49																
50	354	311	47,9	42,9	3,21	2,88	0,635	0,788					2,05	1,95	0,683	0,798

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
51	361	324	52,0	43,7	2,72	2,72	0,62	0,79	16,1	14,5	3,43	4,10	2,18	2,06	0,718	0,839
52	343	310	52,1	44,3	3,27	2,88	0,643	0,813	17,5	15,1	3,42	4,42				
53	342	309	54	45	3,31	2,93	0,660	0,832								
54																
55	365	310	52,0	44,5	3,24	2,93	0,652	0,810	17,8	14,9	3,15	4,11	2,2	2,1	0,75	0,85
56					2,94	2,65	0,632	0,775								
57	390	330	61	44									2,21	2,08	0,745	0,872
58					3,16	2,97	0,68	0,83					2,04	1,96	0,684	0,797
59													2,17	2,26	0,836	0,934
60					3,24	3,66	0,645	0,846	17,8	16,7	4,30	5,09	2,03	1,91	0,703	0,811
61													2,20	2,15	0,73	0,83
62																
63					3,05	2,73	0,61	0,78								
64					3,15	2,80	0,63	0,78								
65					3,54	3,31	0,65	0,83	21	18	3,9	4,95				
66					3,14	2,78	0,634	0,785	18,9	20,4	3,56	4,57				
67					10,3	8,31	1,40	1,96	13,3	11,3	9,48	9,76				
68																
69					3,15	2,75	0,60	0,74								
70					3,03	2,74	0,62	0,75					0,183	0,207	0,177	0,156
71																
72																
73					3,0	2,7	0,61	0,76	17,9	15,6	4,15	4,30				
74					3,4	2,9	0,8	0,9	17,1	14,9	3,5	4,5				
75																
76																
77																
78																
79																
80					2,90	2,60	0,63	0,77								
81					3,22	2,91	0,68	0,82					2,17	2,04	0,719	0,837
82					2,9	2,7	0,66	0,80	10,5	15,0	2,5	4,3				
83																
84																
85																
86					3,10	2,79	0,63	0,78								
87	340	306	56,6	47,4	3,20	2,89	0,63	0,80	17,6	15,4	3,50	4,38	2,07	1,93	0,687	0,805
88																
89																
90	345	310	53	45												
91													2,04	1,95	0,79	0,92
92																
93																
94					3,3	2,9	0,70	0,80								
95	369	333	56	49	3,3	3,0	1,3	1,4	16	15	4,5	5,5				
96																
97																
98	395	346	57,5	46,5												
99	344	309	52	43												
100	422	366	62,1	53,4												

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																
2																
3																
4																
5																
6					2,30	2,04	0,32	0,35								
7	0,350	0,425	1,27	1,14	2,32	2,07	0,319	0,370	0,329	0,293	0,039	0,046	0,231	0,279	0,895	0,789
8	0,502	0,556	1,31	1,21	2,15	1,95	0,357	0,399	0,333	0,305	0,047	0,052	0,235	0,286	0,865	0,764
9													0,24	0,29	0,91	0,81
10																
11	0,413	0,474	1,36	1,28	2,08	1,93	0,260	0,240	0,333	0,294	0,047	0,056	0,229	0,278	0,863	0,780
12	0,363	0,433	1,26	1,13	2,28	2,14	0,335	0,379	0,343	0,315	0,052	0,054	0,239	0,283	0,870	0,784
13	0,345	0,402	1,30	1,14	2,38	2,13	0,346	0,390	0,333	0,300	0,050	0,056	0,262	0,315	0,943	0,839
14	0,350	0,410	1,26	1,12	2,32	2,11	0,310	0,354	0,317	0,289	0,045	0,051	0,250	0,300	0,900	0,800
15	0,36	0,45	1,28	1,14	2,35	2,12	0,33	0,37	0,327	0,297	0,047	0,053	0,25	0,30	0,92	0,82
16	0,34	0,42	1,20	1,10	2,20	1,97	0,38	0,36	0,303	0,277	0,047	0,037	0,25	0,30	0,88	0,79
17	0,317	0,384	1,37	1,24	2,21	2,02	0,340	0,393	0,320	0,283	0,040	0,047	0,237	0,291	0,856	0,762
18	0,29	0,39	1,27	1,09	2,51	2,29	0,28	0,32	0,30	0,27	0,04	0,05	0,22	0,28	0,88	0,79
19	0,344	0,412	1,26	1,10	2,27	2,02	0,325	0,354	0,318	0,285	0,047	0,051	0,236	0,280	0,906	0,773
20																
21					2,39	2,11	0,35	0,56								
22																
23																
24																
25					2,38	2,17	0,31	0,35					0,24	0,29	0,89	0,79
26																
27																
28																
29																
30					2,24	2,05	0,342	0,374								
31					2,34	2,15	0,38	0,44					0,252	0,292	0,872	0,725
32																
33	0,35	0,42	1,25	1,14	2,26	2,03	0,33	0,38	0,31	0,28	0,04	0,05	0,251	0,298	0,900	0,800
34	0,38	0,40	1,25	1,24	2,41	2,21	0,39	0,44					0,29	0,35	0,96	0,86
35																
36	0,346	0,394	1,20	1,08	2,17	1,95	0,288	0,326	0,318	0,286	0,045	0,053	0,261	0,311	0,926	0,827
37																
38													0,232	0,285	0,864	0,772
39																
40					2,51	2,29	0,36	0,42					0,26	0,32	0,93	0,83
41					2,30	2,04	0,30	0,36								
42	0,365	0,430	1,22	1,08	2,30	2,13	0,320	0,360	0,315	0,286	0,044	0,051	0,236	0,285	0,902	0,785
43																
44	0,35	0,41	1,24	1,10	2,30	2,07	0,33	0,35	0,32	0,29	0,040	0,048	0,25	0,30	0,90	0,80
45																
46	0,359	0,398	1,25	1,10	2,31	2,10	0,322	0,371	0,316	0,284	0,045	0,050	0,250	0,300	0,913	0,811
47	0,350	0,417	1,25	1,11	2,44	2,20	0,349	0,398	0,329	0,294	0,047	0,052	0,245	0,293	0,902	0,803
48	0,329	0,394	1,14	1,07	2,29	2,11	0,318	0,376	0,303	0,276	0,042	0,050	0,220	0,267	0,768	0,723
49	0,409	0,470	1,40	1,27					0,308	0,275	0,033	0,038				
50	0,340	0,415	1,23	1,11	2,31	2,07	0,352	0,384	0,299	0,275	0,045	0,050	0,258	0,309	0,903	0,809

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
51	0,364	0,442	1,32	1,18	2,43	2,21	0,350	0,396	0,307	0,282	0,044	0,050	0,265	0,319	0,976	0,862
52	0,377	0,433	1,28	1,10	2,19	1,97	0,300	0,355	0,324	0,288	0,045	0,051	0,252	0,301	0,910	0,805
53																
54	0,288	2,300	1,30	1,03	2,83	2,49			0,322	0,287	0,050	0,052	0,243	0,283	0,847	0,771
55	0,66	0,63	0,21	0,25	2,40	2,16	0,35	0,38	0,32	0,29	0,045	0,050	0,26	0,31	0,94	0,84
56	0,330	0,420	1,24	1,10	2,25	2,00	0,352	0,360	0,313	0,283	0,042	0,050	0,258	0,308	0,872	0,789
57	0,344	0,410	1,27	1,14	2,34	2,10	0,353	0,406	0,322	0,288	0,045	0,052	0,248	0,298	0,916	0,828
58	0,348	0,417	1,25	1,13	2,31	2,09	0,324	0,368	0,307	0,276	0,042	0,048	0,254	0,302	0,906	0,807
59	0,368	0,417	1,22	1,10	2,35	2,13	0,337	0,378	0,308	0,277	0,045	0,050	0,265	0,311	0,915	0,821
60	0,348	0,402	1,20	1,07	2,38	2,15	0,340	0,389	0,322	0,297	0,042	0,048	0,247	0,298	0,926	0,847
61	0,35	0,44	1,26	1,12	2,34	2,11	0,33	0,37	0,325	0,290	0,043	0,048	0,25	0,30	0,90	0,80
62																
63																
64																
65																
66																
67																
68																
69																
70					2,34	2,12	0,330	0,372					0,236	0,291	0,894	0,795
71																
72																
73																
74																
75																
76																
77																
78																
79																
80					2,36	2,17	0,371	0,406								
81	0,329	0,393	1,22	1,08	2,33	2,07	0,327	0,373	0,315	0,281	0,044	0,050	0,246	0,292	0,895	0,797
82																
83																
84	0,30	0,37	1,12	0,98	2,31	2,09	0,331	0,372	0,356	0,323	0,053	0,060	0,252	0,299	0,886	0,786
85	0,317	0,395	1,17	1,05					0,294	0,266	0,043	0,047	0,217	0,264	0,817	0,710
86																
87	0,339	0,402	1,22	1,07	2,24	1,99	0,329	0,364	0,309	0,274	0,043	0,050	0,244	0,289	0,872	0,782
88	0,311	0,386	1,21	1,03	2,31	2,13	0,397	0,344	0,302	0,268	0,044	0,050	0,251	0,299	0,884	0,792
89																
90					2,20	1,93	0,316	0,353					0,240	0,279	0,858	0,756
91													0,26	0,31	0,89	0,78
92	0,328	0,424	1,17	1,09	2,28	2,01	0,314	0,347	0,302	0,269	0,040	0,048	0,252	0,296	0,879	0,793
93																
94																
95																
96																
97																
98																
99																
100					2,85	2,51	0,39	0,45								

Tabell C1 (forts.)

Lab. nr.	Krom, mg/l Cr				Mangan, mg/l Mn				Nikkel, mg/l Ni				Sink, mg/l Ze			
	I	J	K	L	I	J	K	L	I	J	K	L	I	J	K	L
1																
2																
3																
4																
5																
6	0,39	0,47	1,44	1,29												
7	0,413	0,490	1,48	1,34	1,65	1,55	0,549	0,647	0,642	0,600	0,208	0,249	2,15	1,92	0,303	0,348
8	0,380	0,451	1,44	1,27	1,60	1,52	0,541	0,628	0,627	0,597	0,244	0,275	2,12	1,91	0,271	0,309
9	0,35	0,43	1,47	1,33					0,62	0,65	0,22	0,25	2,09	1,92	0,30	0,34
10	0,40	0,54	1,52	1,28									1,85	1,73	0,44	0,24
11	0,356	0,461	1,40	1,31	1,42	1,47	0,507	0,610	0,562	0,554	0,200	0,252	1,97	1,83	0,303	0,378
12	0,397	0,467	1,53	1,43	1,56	1,47	0,51	0,59	0,617	0,583	0,205	0,242	1,99	1,86	0,292	0,329
13	0,398	0,471	1,46	1,31	1,69	1,60	0,578	0,671	0,665	0,615	0,222	0,255	2,16	1,97	0,312	0,353
14	0,403	0,486	1,43	1,28	1,62	1,52	0,543	0,647	0,620	0,580	0,210	0,250	2,07	1,90	0,305	0,348
15	0,43	0,52	1,55	1,41	1,68	1,59	0,57	0,66	0,66	0,63	0,23	0,26	2,19	2,01	0,32	0,36
16	0,39	0,46	1,42	1,26	1,58	1,50	0,54	0,63	0,62	0,57	0,20	0,25	2,00	1,82	0,30	0,33
17	0,42	0,50	1,49	1,35	1,54	1,46	0,514	0,601	0,647	0,597	0,241	0,265	2,02	1,82	0,300	0,335
18	0,30	0,38	1,21	1,06	1,65	1,55	0,53	0,63	0,63	0,58	0,21	0,24	2,25	1,99	0,29	0,34
19	0,405	0,479	1,44	1,24	1,58	1,47	0,536	0,604	0,632	0,591	0,214	0,243	2,08	1,86	0,302	0,333
20																
21																
22																
23																
24																
25									0,62	0,58	0,20	0,23				
26																
27																
28																
29																
30																
31					1,58	1,53	0,531	0,619					1,94	1,75	0,278	0,313
32																
33	0,42	0,51	1,45	1,30	1,60	1,53	0,535	0,625	0,65	0,61	0,21	0,24	2,10	1,90	0,300	0,335
34	0,43	0,54	1,47	1,38	1,64	1,55	0,56	0,65	0,69	0,64	0,24	0,28	2,10	1,91	0,30	0,34
35																
36	0,293	0,353	1,33	1,24	1,57	1,48	0,517	0,603	0,597	0,562	0,204	0,242	2,06	1,85	0,290	0,331
37																
38																
39																
40	0,40	0,48	1,65	1,48	1,63	1,55	0,56	0,65	0,70	0,65	0,26	0,30	2,13	1,92	0,32	0,36
41																
42	0,402	0,485	1,40	1,25	1,63	1,53	0,520	0,609	0,635	0,604	0,199	0,230	2,23	2,02	0,254	0,296
43																
44	0,37	0,46	1,34	1,22	1,53	1,45	0,54	0,61	0,63	0,61	0,20	0,23	2,05	1,84	0,30	0,34
45					1,60	1,49	0,526	0,624					1,91	1,72	0,260	0,297
46	0,437	0,520	1,50	1,35	1,61	1,53	0,545	0,630	0,619	0,590	0,207	0,244	2,10	1,90	0,300	0,345
47	0,368	0,447	1,43	1,28	1,63	1,54	0,528	0,616	0,621	0,588	0,205	0,238	2,11	1,90	0,297	0,337
48	0,382	0,464	1,31	1,22	1,56	1,50	0,508	0,622	0,594	0,567	0,194	0,237	1,95	1,79	0,274	0,326
49																
50	0,404	0,489	1,40	1,26	1,55	1,47	0,523	0,605	0,612	0,588	0,204	0,239	2,05	1,85	0,297	0,332

Tabell C1 (forts.)

Lab. nr.	Krom, mg/l Cr				Mangan, mg/l Mn				Nikkel, mg/l Ni				Sink, mg/l Ze			
	I	J	K	L	I	J	K	L	I	J	K	L	I	J	K	L
51	0,422	0,512	1,53	1,36	1,72	1,64	0,574	0,670	0,651	0,623	0,221	0,259	2,10	1,92	0,308	0,349
52	0,404	0,494	1,50	1,33	1,62	1,53	0,533	0,631	0,671	0,621	0,226	0,247	2,01	1,83	0,303	0,340
53																
54	0,371	0,488	0,887	1,20	1,61	1,53	0,534	0,604	0,666	0,633	0,244	0,251	2,18	1,97	0,336	0,340
55	0,40	0,49	1,45	1,28	1,60	1,50	0,54	0,64	0,65	0,62	0,21	0,24	2,15	1,90	0,31	0,33
56	0,410	0,464	1,40	1,27	1,55	1,48	0,510	0,594	0,614	0,580	0,240	0,310	2,03	1,84	0,297	0,334
57	0,403	0,483	1,48	1,33	1,63	1,53	0,552	0,645	0,648	0,611	0,216	0,254	2,17	1,95	0,414	0,488
58	0,395	0,472	1,38	1,22	1,61	1,50	0,521	0,607	0,619	0,590	0,200	0,231	2,06	1,86	0,297	0,338
59	0,402	0,470	1,43	1,25	1,56	1,48	0,534	0,627	0,653	0,608	0,189	0,223	2,04	1,85	0,313	0,351
60	0,414	0,492	1,51	1,33	1,65	1,59	0,556	0,648	0,635	0,612	0,213	0,248	2,14	1,93	0,307	0,349
61	0,42	0,50	1,46	1,28	1,58	1,49	0,52	0,61	0,63	0,60	0,20	0,25	2,19	1,96	0,30	0,34
62																
63																
64																
65																
66																
67																
68																
69																
70					1,55	1,47	0,547	0,633					2,09	1,88	0,286	0,326
71																
72																
73																
74																
75																
76																
77																
78																
79																
80					1,61	1,52	0,370	0,415								
81	0,396	0,471	1,43	1,27	1,61	1,50	0,533	0,616	0,617	0,576	0,204	0,237	2,04	1,82	0,295	0,334
82																
83																
84	0,428	0,483	1,52	1,32	1,53	1,44	0,525	0,608	0,643	0,599	0,218	0,252	1,99	1,56	0,088	0,123
85	0,379	0,451	1,37	1,20												
86																
87	0,385	0,454	1,36	1,22	1,57	1,47	0,517	0,612	0,643	0,597	0,214	0,248	2,03	1,81	0,290	0,329
88	0,408	0,471	1,22	1,37	1,42	1,34	0,492	0,574	0,643	0,600	0,212	0,242	1,83	1,66	0,248	0,280
89																
90									0,606	0,557	0,226	0,252				
91	0,44	0,49	1,59	1,39	1,60	1,52	0,53	0,63	0,64	0,62	0,23	0,26	2,09	1,87	0,30	0,34
92	0,38	0,49	1,43	1,26	1,61	1,53	0,546	0,629	0,695	0,627	0,236	0,338	1,90	1,70	0,221	0,249
93																
94													2,14	1,84		
95																
96																
97																
98																
99																
100																