

Nasjonalt referanselaboratorium for vannanalyser

Samordnet med



Statlig program for
forurensningsovervåking

Oppdragsgiver

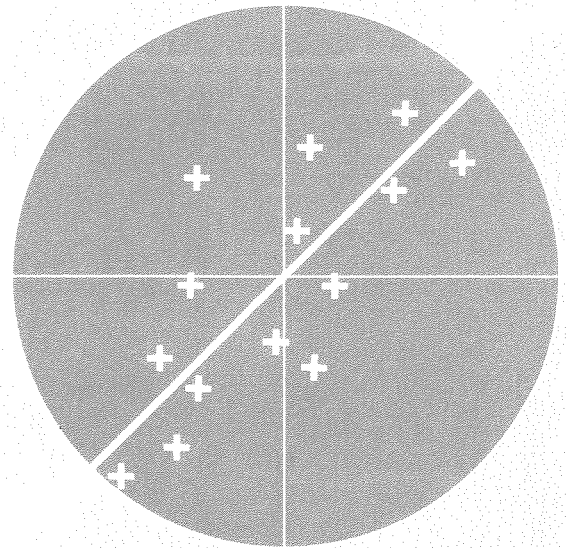
Statens forurensningstilsyn

Prosjekt nr 8101402

Miniringtester for
overvåkingsformål

mini- ringtest 8410

Nitrat, ammonium, totalnitrogen





Nasjonalt referanselaboratorium for vannanalyser

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

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

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

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

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

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

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

NIVA – RAPPORT

Norsk institutt for vannforskning  NIVA

Norges Teknisk-Naturvitenskapelige Forskningsråd

Postadresse: Brekke 23 52 80
Postboks 333, Blindern
Oslo 3

Rapportnummer: 0-81014-02
Undernummer: X
Løpenummer: 1689
Begrenset distribusjon:

Rapportens tittel: MINIRINGTESTER FOR OVERVÅKINGSFORMÅL Miniringtest 8410. Nitrat, ammonium og totalnitrogen	Dato: 7. desember 1984
	Prosjektnummer: 0-81014-02
Forfatter(e): Røgeberg, Eirin J.S.	Faggruppe: ANADIV
	Geografisk område:
	Antall sider (inkl. bilag): 37

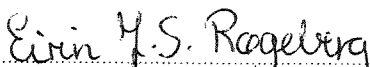
Oppdragsgiver: Statens forurensningstilsyn (SFT)	Oppdragsg. ref. (evt. NTNf-nr.):
---	----------------------------------

Ekstrakt: Ved miniringtest 8410 bestemte 19 regionale laboratorier nitrat, ammonium og totalnitrogen i syntetiske og naturlige vannprøver. Konservering med svovelsyre ga mer stabile prøver og førte til bedre overensstemmelse mellom laboratorienes resultater og NIVAs kontrollresultater.

4 emneord, norske:
1. Miniringtest 8410
2. Overvåking
3. Nitrat
4. Ammonium
5. Totalnitrogen

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

Prosjektleder:


Eirin J.S. Røgeberg

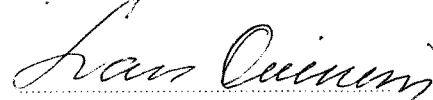
Divisjonssjef:


Rolf T. Arnesen

For administrasjonen:


J.E. Sæmdal

ISBN 82-577-0868-2


Lars N. Overrein

NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING
Nasjonalt referanselaboratorium for vannanalyser
Oslo

0-81014-02

MINIRINGTESTER FOR OVERVAKINGSFORMAL
Miniringtest 8410:
Nitrat, ammonium og totalnitrogen

Oslo, 7. desember 1984

Saksbehandler: Eirin J.S. Røgeberg

Leder for referanseaktivitetene: Ingvar Dahl

For administrasjonen: J.E. Samdal
Lars N. Overrein

0. SAMMENDRAG OG KONKLUSJON

Miniringttest 8410 ble gjennomført i oktober 1984, og omfattet bestemmelse av nitrat, ammonium og totalnitrogen i syntetiske vannprøver, samt naturlig ferskvann og sjøvann tilsatt kjente stoffmengder.

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

Totalt ble vel 60 prosent av resultatene klassifisert som akseptable. Antall akseptable resultater lå prosentmessig på samme nivå som ved de tre forrige miniringttester for de samme variabler.

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

Som tidligere var det de systematiske feil som dominerte ved bestemmelsene.

Syrekonservering bedret stabiliteten av prøvene. Hovedinntrykket fra miniringttesten er at syrekonservering totalt sett høynet analysekvaliteten for de nitrogenvariable, og bør vurderes innført som rutine ved laboratoriene.

Referanselaboratoriet vil foreta en mer direkte oppfølging som forsøk på å heve analysekvaliteten ved enkelte laboratorier.

I N N H O L D S F O R T E G N E L S E

	Side:
0. SAMMENDRAG OG KONKLUSJON	2
1. INNLEDNING	4
2. RESULTATER	4
2.1 Nitrat	15
2.2 Ammonium	15
2.3 Totalnitrogen	16
3. VURDERING AV RESULTATENE	17
LITTERATUR	21
 F I G U R E R	
1. Nitrat-nitrogen, prøvepar AB	6
2. Nitrat nitrogen, prøvepar CD	7
3. Nitrat-nitrogen, prøvepar EF	8
4. Ammonium-nitrogen, prøvepar AB	9
5. Ammonium-nitrogen, prøvepar CD	10
6. Ammonium-nitrogen, prøvepar EF	11
7. Totalt nitrogeninnhold, prøvepar AB	12
8. Totalt nitrogeninnhold, prøvepar CD	13
9. Totalt nitrogeninnhold, prøvepar EF	14
 T A B E L L E R	
1. Oversikt over resultatene ved miniringtest 8410	5
2. Vurdering av resultatene ved miniringtest 8410	19
3. Oversikt over resultatene for de enkelte laboratorier ved miniringtest 8410	20
 Tillegg 1: GJENNOMFØRING	23
Analysevariabler og metoder	23
Vannprøver og kontrollanalyser	23
Prøveutsendelse og resultatrapportering	25
 Tillegg 2: BEHANDLING AV ANALYSEDATA	26
 Tillegg 3: DELTAKERNES RESULTATER	28

1. INNLEDNING

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

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

Miniringtest 8410 omfatter bestemmelse av nitrat, ammonium og totalnitrogen i syntetiske og naturlige vannprøver. Gjennomføringen av ringtesten er beskrevet i Tillegg 1.

2. RESULTATER

Deltakernes analyseresultater er bearbeidet statistisk og illustrert grafisk ved hjelp av EDB-programmer utarbeidet av NIVA. Fremgangsmåten ved behandling av tallmaterialet er nærmere omtalt i Tillegg 2.

En oversikt over resultatene, fordelt på forskjellige analysemetoder, er gjengitt i tabell 1. For hver variabel og metode er oppført sann verdi og noen utvalgte statistiske størrelser.

Analyseresultatene er illustrert i figurene 1 - 9, der hvert laboratorium er representert med et kors og identifikasjonsnummer. Noen resultater som avviker betydelig fra de sanne verdier er ikke kommet med i diagrammene.

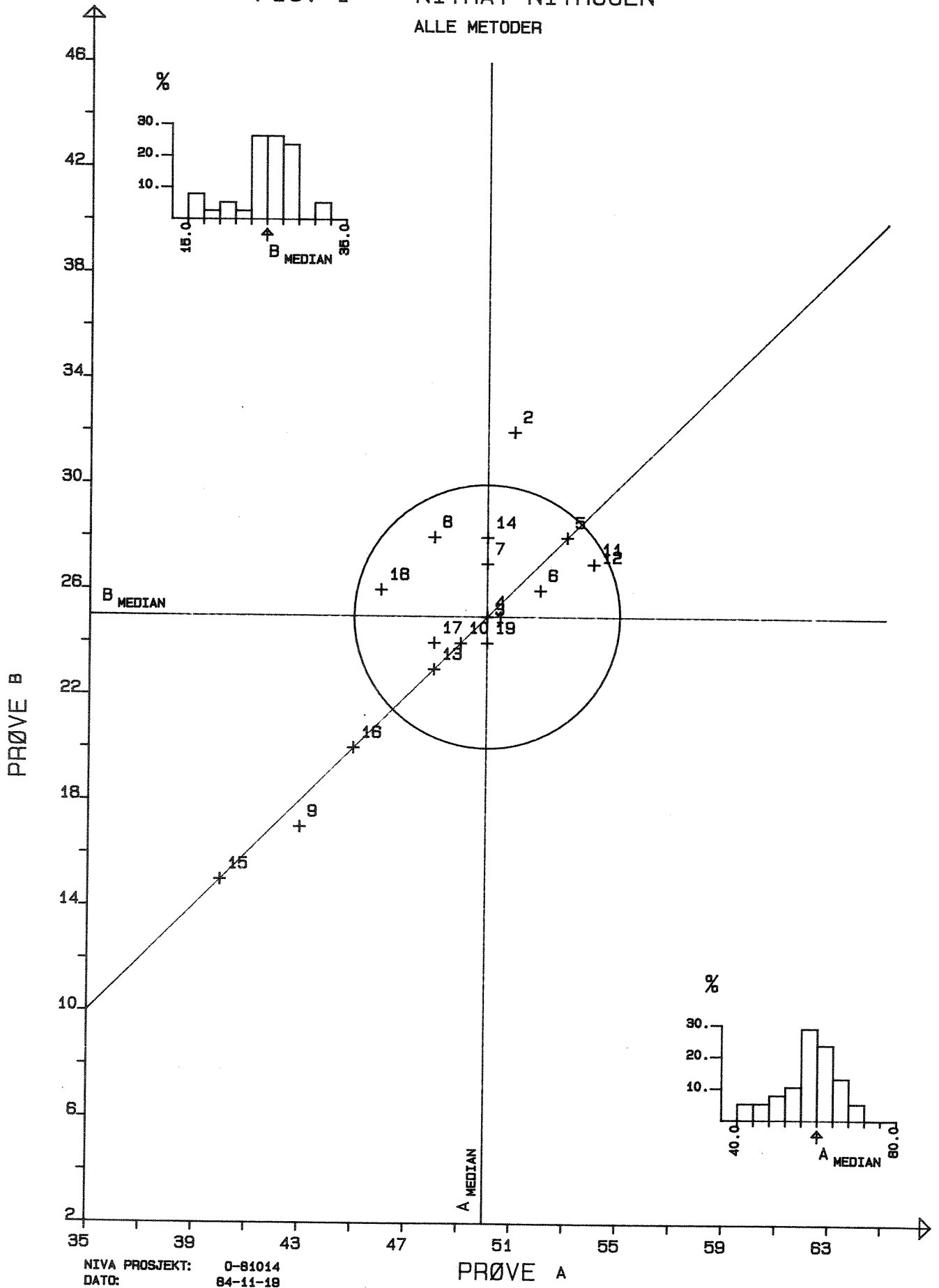
De enkelte laboratoriers resultater - ordnet etter identifikasjonsnummer - fremgår av tabell 3.1, se Tillegg 3.

Tabell 1. Oversikt over resultater ved minringstest 8410.

PARAMETER METODE	PRØVE- PAR	SPANNE VERDIER		ANTALL		MEDIAN		GJENNOMSNIITT/STANDARDAVVIK		RELATIVT ST. AVVIK		RELATIVT FEIL			
		1	2	TOT	U	1	2	1	2	1	2	1	2		
NITRAL-NITROGEN ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4745	AB	50.00	25.00	19	0	50.00	25.00	49.00	3.57	24.79	3.98	7.3	16.1	-2.0	-0.8
				16	0	50.00	25.00	48.69	3.66	24.31	4.17	7.5	17.2	-2.6	-2.8
				3	0	50.00	27.00	50.67	3.06	27.33	0.58	6.0	2.1	1.3	9.3
NITRAL-NITROGEN ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4745	CD	320.00	332.00	19	0	316.00	329.00	318.47	15.32	331.47	18.92	4.8	5.7	-0.5	-0.2
				16	1	316.00	329.00	318.80	9.31	332.07	9.74	2.9	2.9	-0.4	0.0
				3	0	294.00	299.00	304.33	22.37	311.33	24.91	7.4	8.0	-4.9	-6.2
NITRAL-NITROGEN ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4745	EF	14.00	26.00	14	1	14.00	27.00	15.00	2.77	27.08	2.53	18.5	9.4	7.1	4.1
				12	1	14.00	27.00	14.55	2.70	27.45	2.42	18.5	8.8	3.9	5.6
				2	0			17.50		25.00			25.0	-3.9	
AMMONIUM-NITROGEN ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4746	AB	50.00	75.00	19	2	52.00	75.00	50.76	6.27	73.88	10.61	12.4	14.4	1.5	-1.5
				8	2	49.00	62.50	47.00	7.32	67.17	14.52	15.6	21.6	-6.0	-10.4
				11	0	53.00	76.00	52.82	4.79	77.55	5.72	9.1	7.4	5.6	3.4
AMMONIUM-NITROGEN ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4746	CD	108.00	130.00	19	2	108.00	130.00	105.53	9.98	128.65	11.94	9.5	9.3	-2.3	-1.0
				8	1	95.00	118.00	92.29	18.97	111.00	22.16	20.6	20.0	-14.6	-14.6
				11	0	111.00	134.00	109.64	5.30	134.36	6.89	4.8	5.1	1.5	3.4
AMMONIUM-NITROGEN ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4746	EF	126.00	152.00	14	3	120.00	147.00	119.09	13.91	143.55	23.03	11.7	16.0	-5.5	-5.6
				5	3	112.50	130.50	112.50	2.12	130.50	3.54	1.9	2.7	-10.7	-14.1
				9	0	125.00	149.00	120.56	15.10	146.44	24.68	12.5	16.9	-4.3	-3.6
TOTALT NITROGENINNHOLD ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4743	AB	139.00	127.00	19	1	132.00	120.50	137.56	27.68	124.44	24.19	20.1	19.4	-1.0	-2.0
				16	1	132.00	123.00	138.47	29.39	125.80	25.66	21.2	20.4	-0.4	-0.9
				3	0	130.00	108.00	133.00	20.66	117.67	16.74	15.5	14.2	-4.3	-7.4
TOTALT NITROGENINNHOLD ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4743	CD	521.00	565.00	19	2	504.00	532.00	508.53	29.70	538.29	32.49	5.8	6.0	-2.4	-4.7
				16	2	509.50	538.00	511.64	31.88	540.79	35.47	6.2	6.6	-1.8	-4.3
				3	0	497.00	527.00	494.00	7.94	526.67	4.51	1.6	0.9	-5.2	-6.8
TOTALT NITROGENINNHOLD ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4743	EF	235.00	275.00	14	0	226.00	258.00	224.93	43.10	259.79	54.15	19.2	20.8	-4.3	-5.5
				12	0	236.50	271.50	230.00	44.08	265.00	56.53	19.2	21.3	-2.1	-3.6
				2	0			194.50		228.50				-17.2	-16.9

U = UTELÅTTE RESULTATER

FIG. 1 NITRAT-NITROGEN
ALLE METODER



NIVA PROSJEKT: 0-81014
DATO: 84-11-18

FIG. 2 NITRAT-NITROGEN
ALLE METODER

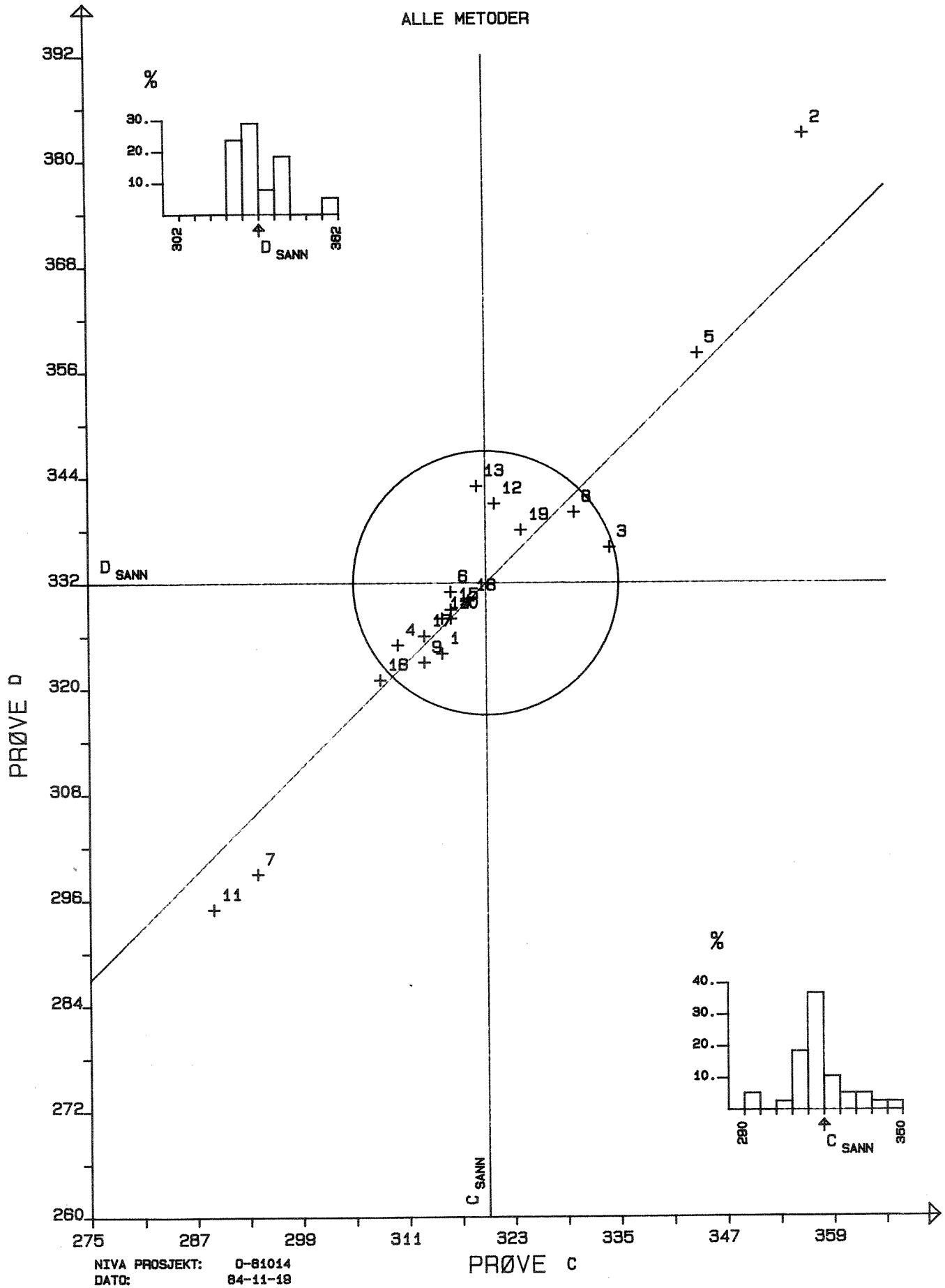
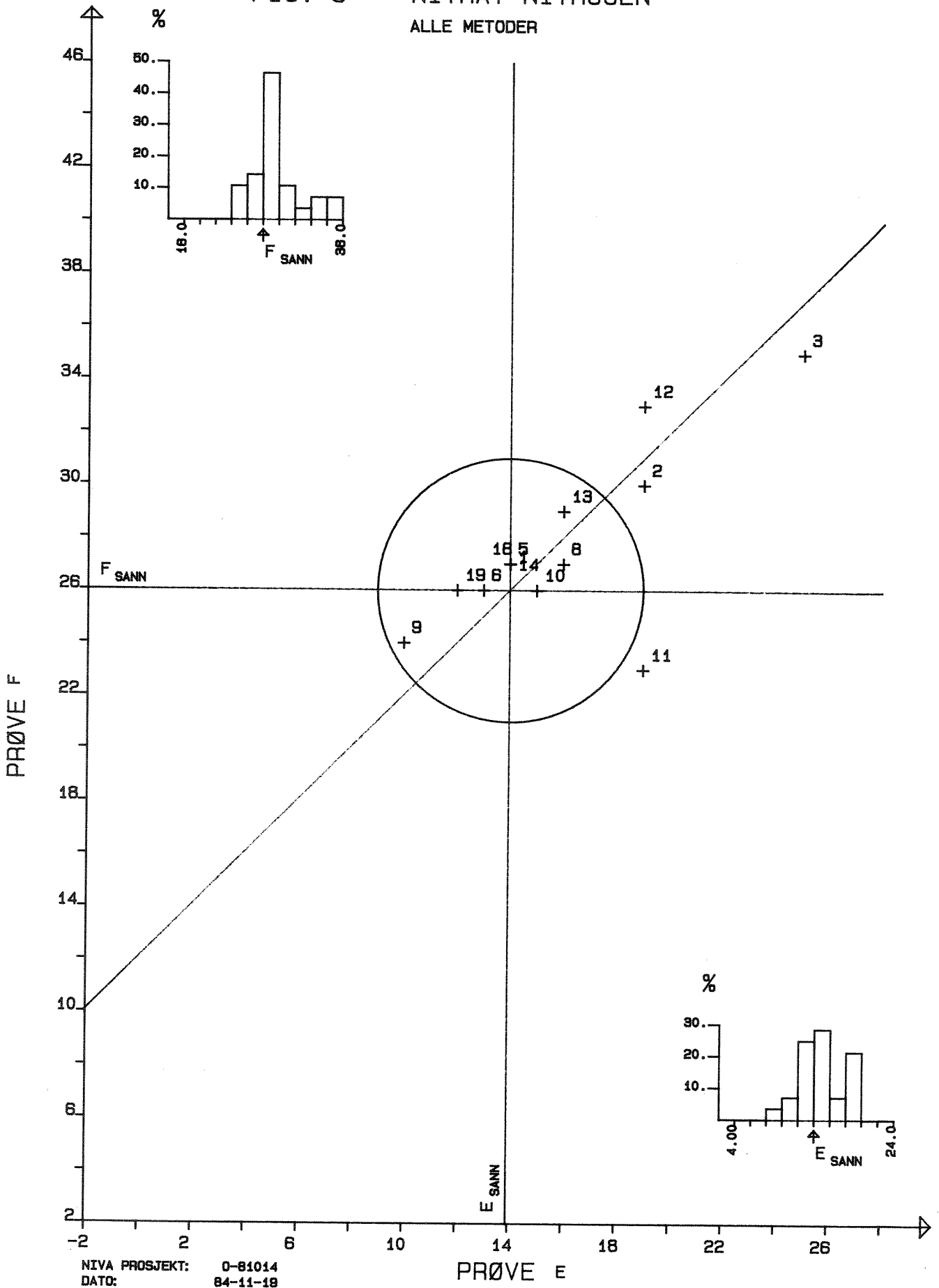


FIG. 3

NITRAT-NITROGEN
ALLE METODER



NIVA PROSJEKT: 0-81014
DATO: 84-11-18

PRØVE E

FIG. 4 AMMONIUM-NITROGEN
ALLE METODER

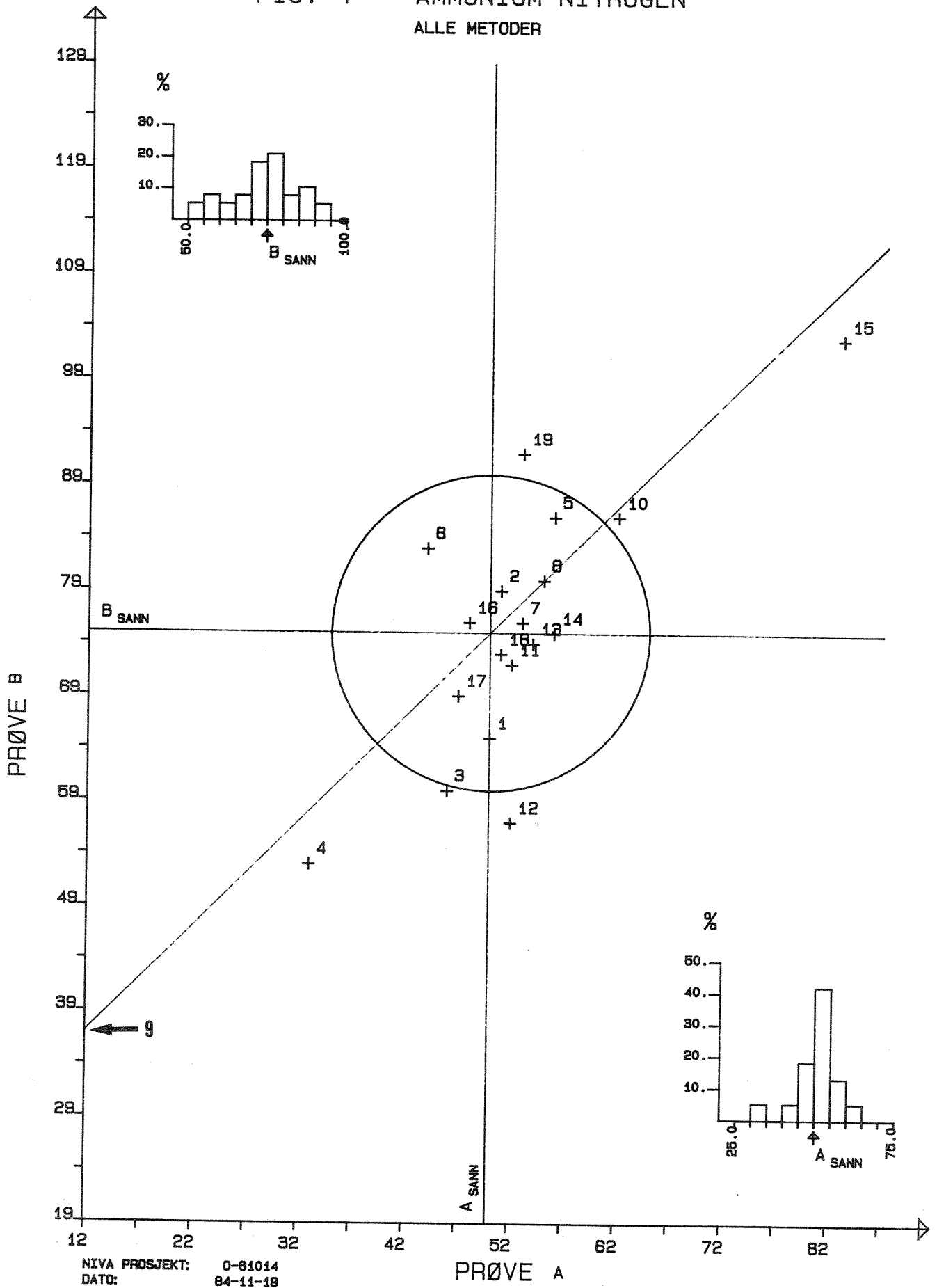


FIG. 5 AMMONIUM-NITROGEN
ALLE METODER

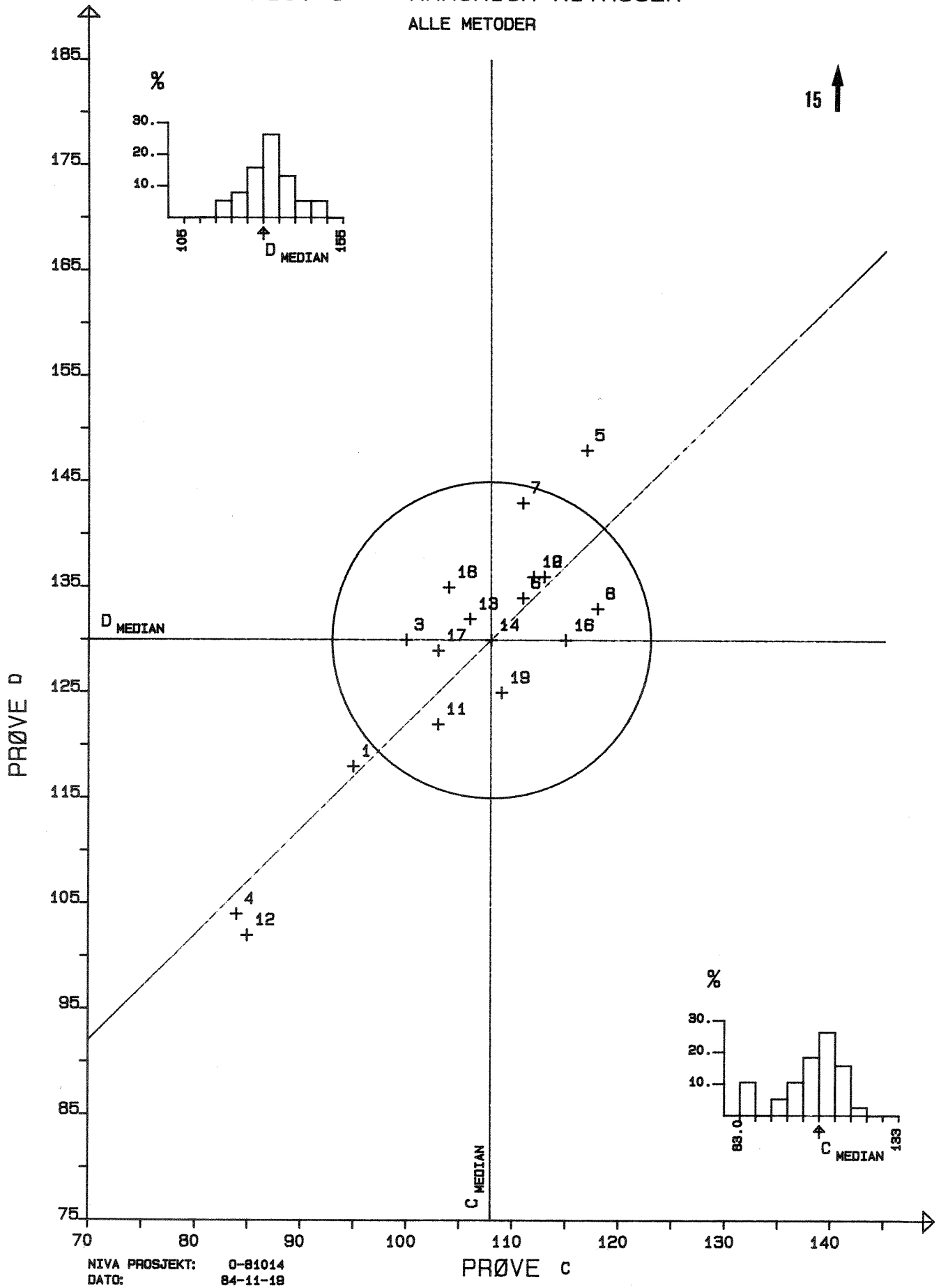
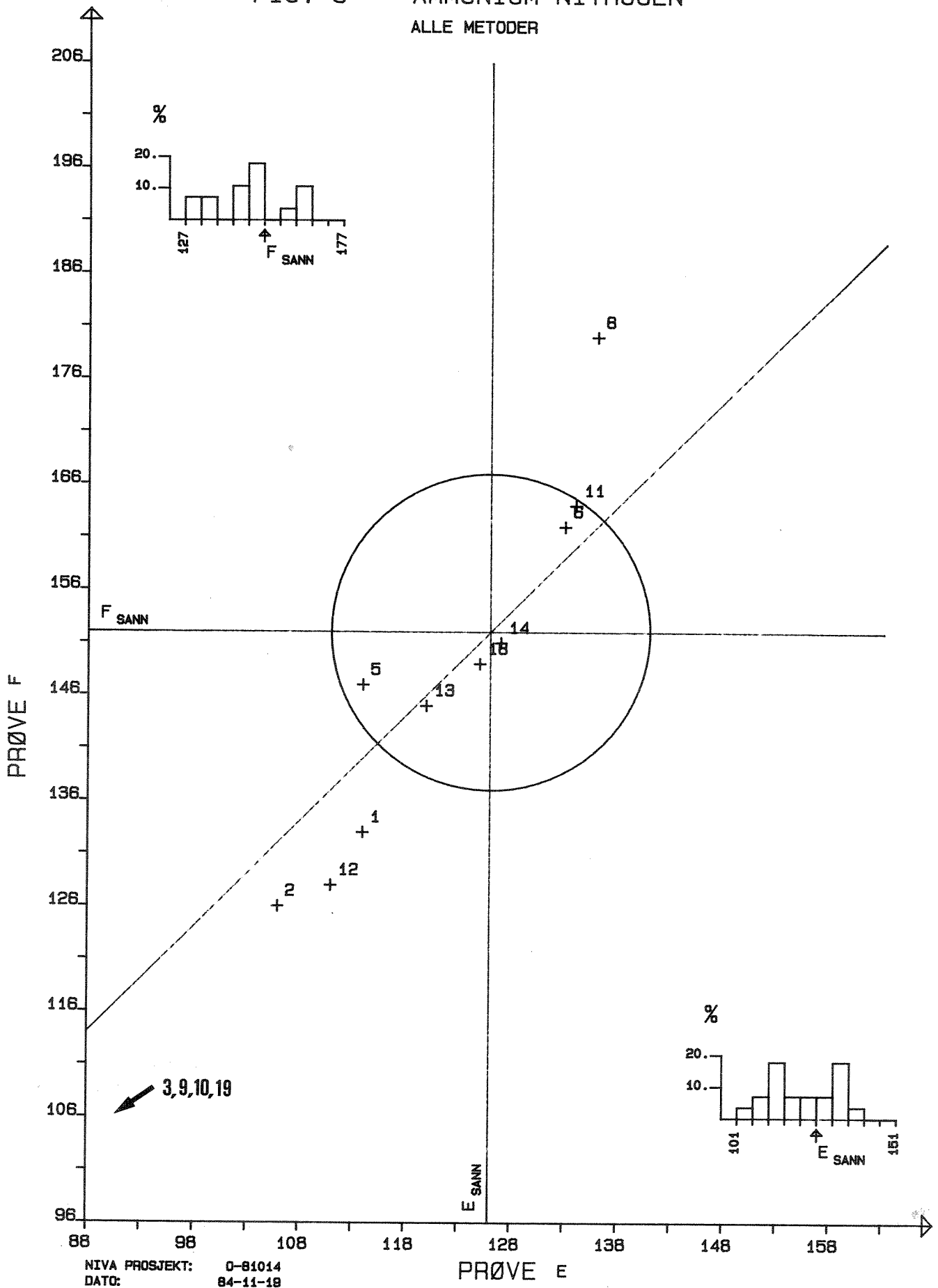


FIG. 6 AMMONIUM-NITROGEN
ALLE METODER



NIVA PROSJEKT: 0-81014
DATO: 84-11-18

FIG. 7 TOTALT NITROGENINNHOLD
ALLE METODER

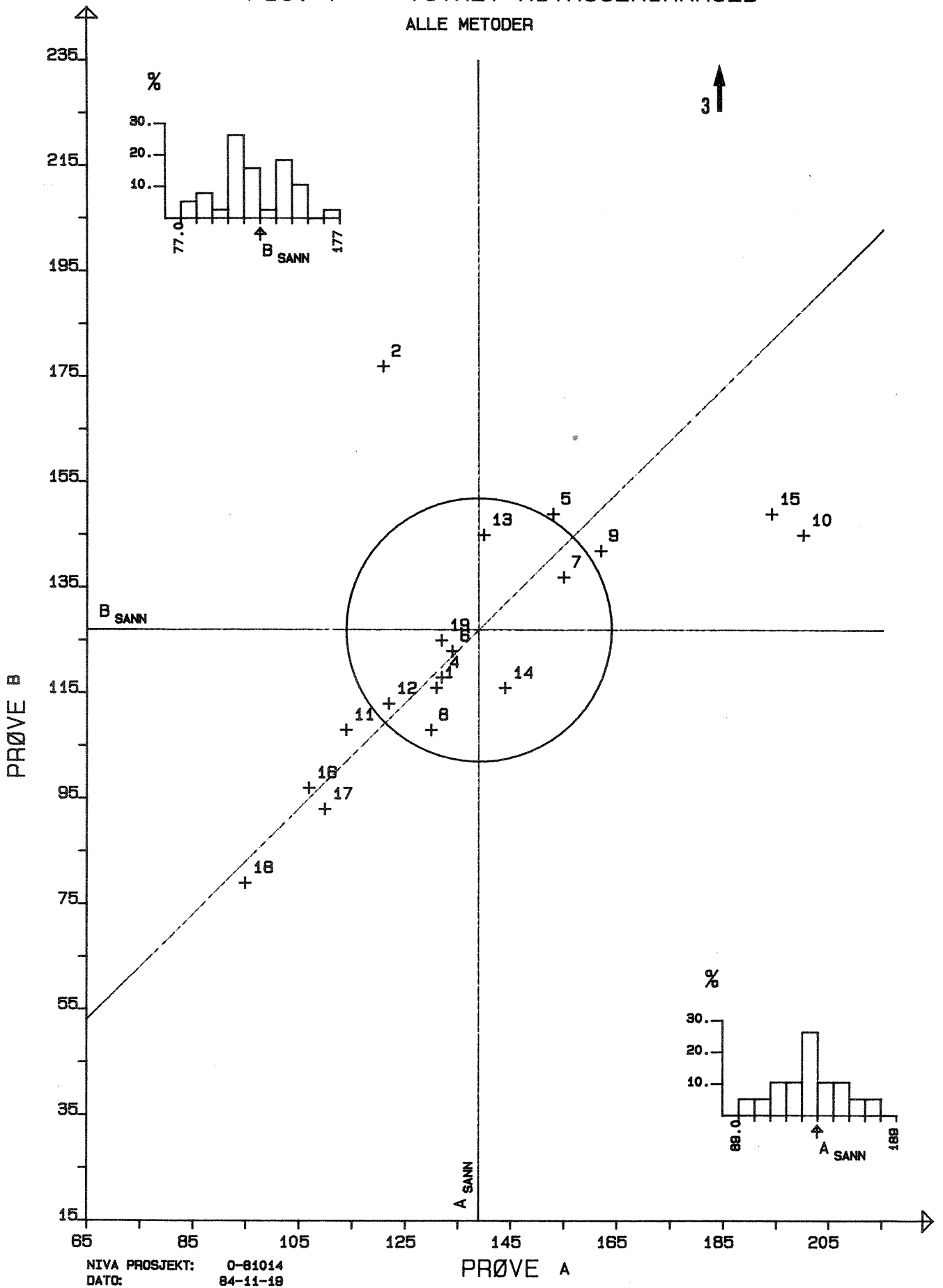


FIG. 8 TOTALT NITROGENINNHOOLD
ALLE METODER

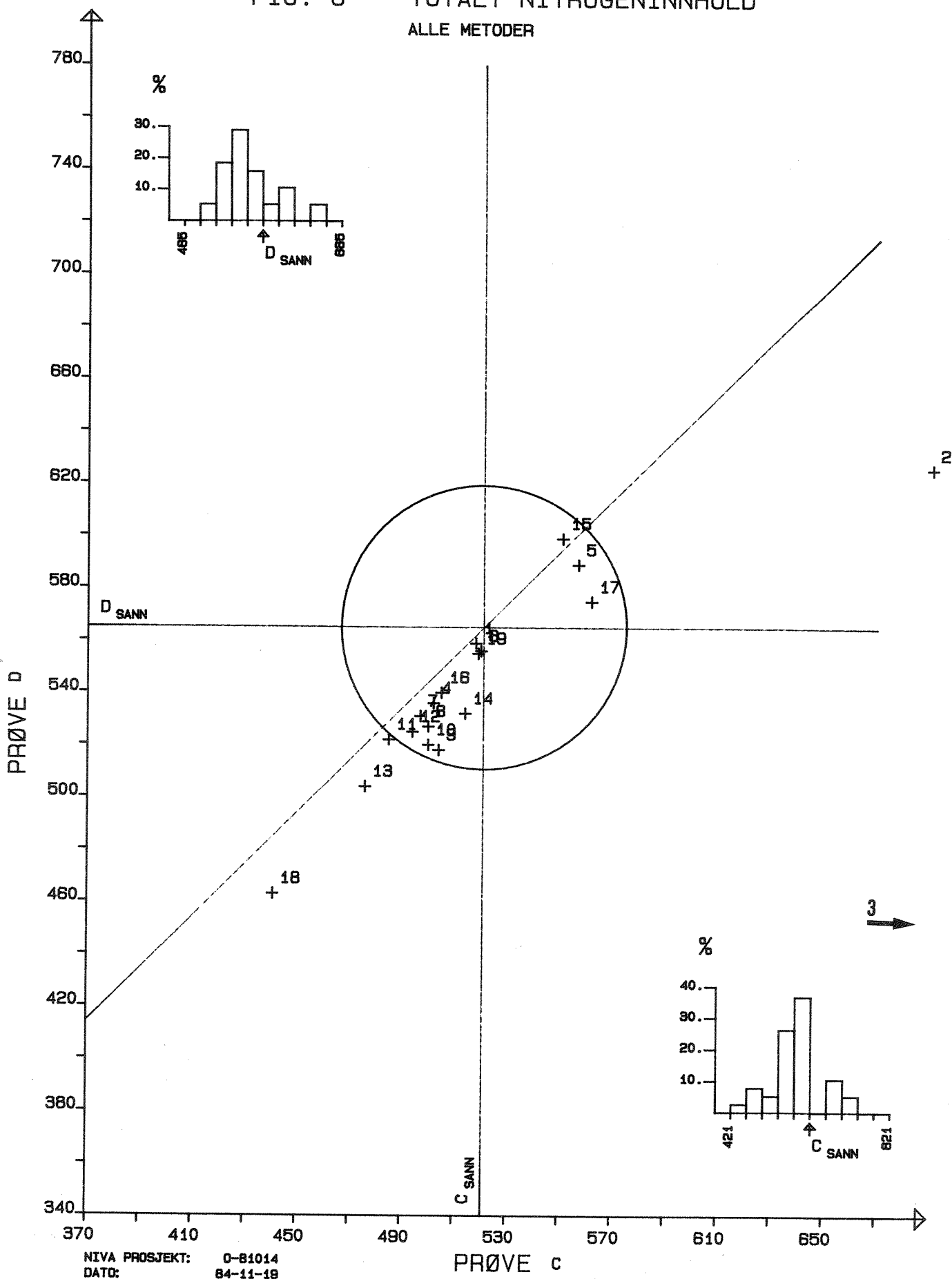
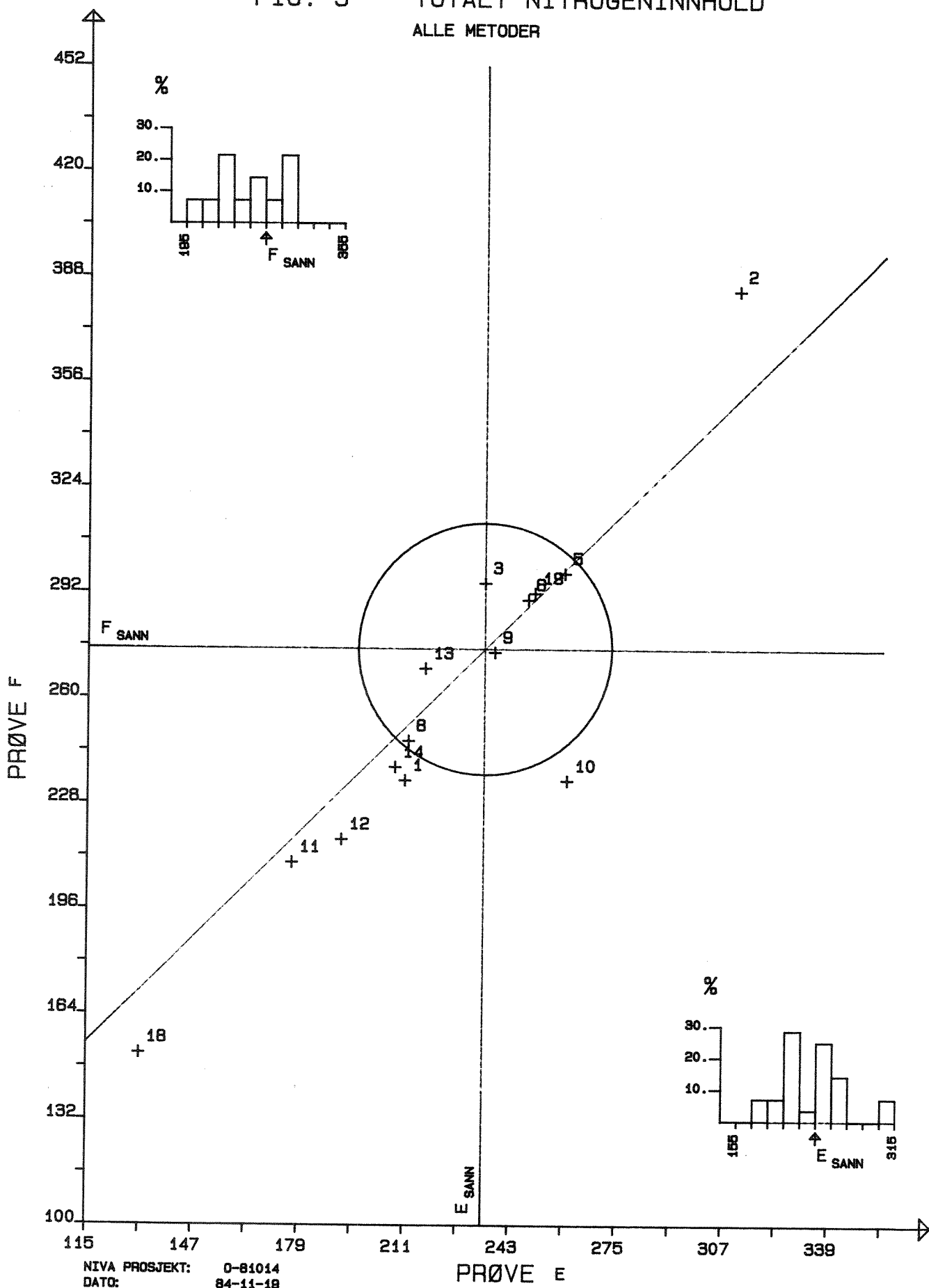


FIG. 9

TOTALT NITROGENINNHOLD
ALLE METODER



NIVA PROSJEKT: 0-81014
DATO: 84-11-18

PRØVE E

Et mer fullstendig statistisk materiale er samlet i de øvrige tabellene i samme tillegg.

2.1 Nitrat

Resultatene er vist i figurene 1 - 3 og tabellene 3.2 - 3.4.

Det ble oppnådd tilfredsstillende resultater for alle prøvepar. Totalt 75 prosent av resultatene ble bedømt som akseptable. Dette er prosentvis av samme størrelse som ved miniringttestene 8306 og 8307.

De systematiske feil dominerte.

Laboratorium 2 har systematisk høye nitratverdier i alle prøvepar, mens laboratorium 16 har systematisk lave verdier for prøvepar AB og CD.

2.2 Ammonium

Resultatene er vist i figur 4 - 6 og tabellene 3.5 - 3.7.

I alt 60 prosent av resultatene var akseptable. For de syntetiske prøvene var spredningen av resultatene større enn ved tidligere miniringttester. Dette skyldes at syrekonservering og påfølgende nøytralisering bidrar til å øke usikkerheten ved bestemmelsene.

For sjøvannsprøvene (EF) ble det oppnådd en klar resultatmessig fremgang.

Autoanalytormetoden ga langt større spredning av resultatene enn den manuelle metoden.

De systematiske feil dominerte.

I prøvepar AB og CD har laboratorium 15 oppnådd systematiske høye resultater. Laboratorium 9 har systematisk lave verdier for alle prøvepar, mens laboratoriene 1, 3, 4 og 12 har samme type feil for to av

prøveparene. For prøvepar EF var de systematisk lave verdier dominerende, og laboratoriene 3, 9, 10 og 19 har fått sterkt avvikende resultater.

Ved bestemmelse av ammonium i sjøvann blir pH i reaksjonsblandingen for lav fordi magnesium og kalsium bufrer løsningen. Dette kan kompenseres for ved å benytte ammoniumfritt sjøvann i stedet for rensset vann ved fremstillingen av kalibreringsløsninger og blindprøver. Ammoniumfritt sjøvann kan skaffes til veie ved å lagre naturlig sjøvann noen dager til ammoniuminnholdet har falt til null. Dersom syntetisk sjøvann benyttes, er det viktig at innholdet av kalsium og magnesium tilsvare innholdet i naturlig sjøvann for at buffereffekten skal bli den samme. Benyttes kalibreringsløsninger fremstilt i rensset vann, kan man multiplisere resultatene med en korreksjonsfaktor angitt i Norsk Standard (2) ut fra pH i reaksjonsblandingen.

Korreksjonsfaktoren for sjøvannsprøvene som inngikk i denne miniringtesten ble ved NIVA funnet å være 1,09, og deltakerne ble bedt om å multiplisere resultatene med denne faktoren.

2.3 Totalnitrogen

Resultatene er vist i figuren 7 - 9 og tabellene 3.8 - 3.10.

I alt 58 prosent av resultatene ble bedømt som akseptable. Dette er prosentmessig av samme størrelse som ved tidligere miniringtester. Resultatene for de naturlige ferskvannsprøvene var meget tilfredsstillende, mens halvparten av resultatene for de syntetiske prøvene og sjøvannsprøvene var akseptable. For sjøvann er dette prosentmessig på samme nivå som tidligere. For de syntetiske prøvene, hvor totalnitrogenkonsentrasjonene er lave, lå resultatene noe mer spredt enn ved de tre foregående miniringtestene. Dette skyldes at syrekonservering og nøytralisering bidrar til økt usikkerhet ved bestemmelsene.

Laboratoriene 11 og 18 har systematisk lave totalnitrogenverdier for alle prøvepar. Spesielt har laboratorium 18 sterkt avvikende resultater, og for enkelte prøver er totalnitrogenverdiene lavere enn summen

av nitrat og ammonium. Kontroller oppslutningstrinnet! Laboratoriene 2 og 3 ser ut til å ha hatt problemer med kontaminering, da flere av enkeltresultatene er altfor høye.

Ved de lave total-nitrogenkonsentrasjoner som forekommer i prøvepar AB er det viktig at det korrigeres for riktig blindprøveverdi. For å bestemme hvilken blindprøve som skulle fratrekkes ringtestresultatene ble laboratoriene bedt om å oppslutte oksydasjonsløsningen alene og fortynne med rensset vann etter oppslutningen. Blindprøvene skulle behandles på samme måte som ringtestprøvene, det vil si at oksydasjonsløsningen tilsettes konserveringssyre og nøytraliseringslut før oppslutningen. For å kompensere for mulige forskjeller i total-nitrogeninnhold mellom NIVAs og laboratorienes konserveringssyrer ble akseptansegrensen for prøvepar AB satt opp fra ± 20 til ± 25 $\mu\text{g/l}$. Et laboratorium rapporterte at deres konserveringssyre inneholdt 6 $\mu\text{g/l}$ mer total-nitrogen enn NIVAs syre.

3. VURDERING AV RESULTATENE

I alt ble 64 prosent av resultatene bedømt som akseptable. For 11 laboratorier ble over to tredjedeler av resultatene bedømt som akseptable, mens for seks laboratorier var under halvparten av resultatene akseptable.

Laboratoriene 6, 7, 8, 13, 14 og 17 har oppnådd meget gode resultater denne gangen.

For å høyne kvalitetsnivået for gruppen som helhet må enkelte laboratorier bedre sine prestasjoner. Avvikende analyseresultater skyldes ofte detaljer ved fremgangsmåten. Ringtestresultatene alene gir i mange tilfeller ikke tilstrekkelig grunnlag for å avgjøre hvor feilene ligger. Referanselaboratoriet kommer derfor til å følge opp ringtestresultatene ved å ta direkte kontakt med de laboratorier som har problemer.

Prøvene ble denne gang konserverert med svovelsyre før utsendelse. Dette bedret stabiliteten av prøvene og førte til en viss resultatmessig

fremgang for naturlige prøver sammenlignet med tidligere ringtester. Det var også bedre samsvar mellom laboratorienes resultater og NIVAs kontrollresultater.

For ammonium i sjøvann ble det oppnådd en tydelig forbedring av resultatene, og i motsetning til de tre foregående miniringtestene var det denne gang mulig å bedømme disse resultatene, da prøvene var stabile.

For ammonium og totalnitrogen i syntetiske prøver bidro syrekonserveringen til økt spredning av resultatene. Dette kan delvis skyldes manglende erfaring da laboratoriene ikke konserverer prøver til nitrogenbestemmelsene rutinemessig.

På bakgrunn av den bedring i stabilitet og den resultatmessige fremgang som ble oppnådd for naturlige prøver er imidlertid hovedinntrykket at syrekonservering høynet kvaliteten av nitrogenbestemmelsene, og det bør vurderes å innføre syrekonservering som rutine ved laboratoriene.

Ved fastsettelse av akseptansegrenser er miniringtest 8307 lagt til grunn. Nitratinnholdet i prøvepar CD var høyere enn ved miniringtest 8307, og akseptansegrensen ble tilsvarende satt opp fra ± 10 til ± 15 $\mu\text{g/l}$.

Syrekonservering og nøytralisering bidrar til økt usikkerhet ved bestemmelsene. Dette er tatt hensyn til ved å utvide akseptansegrensene for ammonium i prøvepar AB og CD fra ± 10 til ± 15 $\mu\text{g/l}$, og for totalnitrogen i prøvepar AB fra ± 20 til ± 25 $\mu\text{g/l}$.

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

Tabell 2 gir en samlet vurdering av resultatene fra miniringtest 8410. En mer detaljert oversikt over de enkelte laboratorier er gitt i tabell 3. Akseptable resultater er markert med en stjerne, mens resultater mellom de valgte grenser og det dobbelte av disse er symbolisert med en ring. Tegnet - markerer resultater med enda større avvik.

Tabell 2. Vurdering av resultatene ved miniringtest 8410.

	Prøve- par	Aksep- tanse grense	Antall resul- tater	Aksep. resul. 8410		Aksep. resul. tidligere		
				Antall	%	8409, %	8307, %	8306, %
Nitrat	AB	5 µg N/l	19	15	79	67	79	80
	CD	15 "	19	14	74	67	64	85
	EF	5 "	14	10	71	36	67	50
Ammonium	AB	15 µg N/l	19	12	63	88	83	82
	CD	15 "	19	13	68	-	61	67
	EF	15 "	14	6	43	-	-	-
Total-nitrogen	AB	25 µg N/l	19	9	47	61	56	51
	CD	10 %	19	14	74	61	83	76
	EF	15 %	14	7	50	43	50	-
Totalt bedømt			156	100	64	62	70	70

Tabell 3. Oversikt over resultatene for de enkelte laboratorier ved miniringtest 8410.

- * akseptable resultater.
- 0 resultater mellom de valgte grenser og det dobbelte av disse.
- resultater utenfor det dobbelte av grenseverdiene.

Ident. nr.	Nitrat			Ammonium			Total-nitrogen			% akseptable resultater a)					Antall result.
	AB	CD	EF	AB	CD	EF	AB	CD	EF	8410	8409	8307	8306		
1	*	*	*	*	0	0	*	*	0	67	71	75	71	31	
2	0	-	0	*	*	-	*	-	*	22	43	100	71	31	
3	*	*	-	0	*	-	-	-	*	44	100	75	29	31	
4	*	*	*	-	-	-	*	*	*	67	60	100	86	24	
5	*	-	*	*	0	*	*	*	*	67	71	50	43	31	
6	*	*	*	*	*	*	*	*	*	100	57	75	71	31	
7	*	-	*	*	*	-	*	*	*	83	0	100	67	31	
8	*	*	*	*	*	-	*	*	*	89	43	100	67	23	
9	-	*	*	-	*	-	*	*	*	44	-	25	75	25	
10	*	*	*	0	*	-	*	0	0	56	71	38	86	31	
11	*	*	0	0	*	*	*	0	*	44	86	75	100	31	
12	*	*	0	*	-	-	*	*	*	44	14	63	57	31	
13	*	*	*	*	*	*	*	0	*	89	71	50	71	31	
14	*	*	*	*	*	*	*	*	0	89	71	100	86	31	
15	-	0	*	-	*	-	*	*	*	33	100	50	50	18	
16	0	*	*	*	*	-	*	*	*	50	43	75	57	28	
17	*	*	*	*	*	*	*	*	*	83	60	83	83	23	
18	*	*	*	*	*	*	*	*	*	67	57	50	57	31	
19	*	*	*	0	*	-	*	*	*	78	71	75	86	31	

a) Gjelder nitrogenvariabler.

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

LITTERATUR

- (1) NORGES STANDARDISERINGSFORBUND: Norsk Standard, NS 4745 - Vannundersøkelse. Bestemmelse av summen av nitritt- og nitratnitrogen. 1. utg., august 1975.
- (2) NORGES STANDARDISERINGSFORBUND: Norsk Standard, NS 4746 - Vannundersøkelse. Bestemmelse av ammonium-nitrogen. 1. utg., august 1975.
- (3) NORGES STANDARDISERINGSFORBUND: Norsk Standard, NS 4746 - Vannundersøkelse. Bestemmelse av nitrogeninnhold etter oksydasjon med peroksoedisulfat. 1. utg., august 1975.
- (4) NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING: Miniringtester for overvåkingsformål - Miniringtest 8306. Ortofosfat, totalfosfor, nitrat, ammonium og totalnitrogen. 0-81014-02, 24. juni 1983.
- (5) NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING: Miniringtester for overvåkingsformål - Miniringtest 8307. Nitrat, ammonium og totalnitrogen. 0-81014-02, 30. november 1983.
- (6) NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING: Miniringtester for overvåkingsformål - Miniringtest 8309. Nitrat, ammonium og totalnitrogen. 0-81014-02, 21. juni 1984.

T I L L E G G

TILLEGG 1: GJENNOMFØRING

Analysevariabler og metoder
Vannprøver og kontrollanalyser
Prøveutsendelse og resultatrapportering

TILLEGG 2: BEHANDLING AV ANALYSEDATA

TILLEGG 3: DELTAKERNES RESULTATER

TILLEGG 1: GJENNOMFØRING

Analysevariabler og metoder

Til nå er det gjennomført ni miniringtester, hvorav fem (8101, 8202, 8203, 8306 og 8409) omfatter fosfor- og nitrogenvariabler og én (8307) bare nitrogenvariabler.

I denne tiende miniringtesten (8410) inngår bestemmelse av nitrat, ammonium og totalnitrogen.

Deltakerne ble bedt om å følge Norsk Standard ved bestemmelse av nitrat, ammonium og totalnitrogen (1-3).

Det var også anledning til å bruke automatiserte metoder ved analysene. For totalnitrogen blir prøvene i slike tilfeller oppsluttet manuelt etter Norsk Standard (3) før den fotometriske sluttbestemmelsen.

Vannprøver og kontrollanalyser

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

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

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

Beregnete konsentrasjoner av de enkelte variable i prøvene A og B ("sanne verdier") og konsentrasjonsdifferansene for hvert prøvepar ("sanne differanser") er gjengitt i tabell 1.1. For prøveparene CD og EF er utgangskonsentrasjonene egentlig ukjente, men konsentrasjonsbidraget fra de tilsatte stoffer er oppført i tabellen og markert med et plusstegn.

Tabell 1.1. Beregnede konsentrasjoner og konsentrasjonsdifferanser i prøvene.

Prøve	NO ₃ -N, µg/l kons. diff.	NH ₄ -N, µg/l kons. diff.	TOT-N, µg/l kons. diff.
A	50	50	125
B	25 25	75 25	113 12
C	13	+100	+113
D	25 12	+125 25	+150 37
E	13	+100	+113
F	25 12	+150 50	+175 62

Det naturlige vannet som ble brukt til fremstilling av ringtestprøvene var lagret i tre måneder og filtrert gjennom glassfiberfilter før tillagingen.

Det ble laget to sett av hver prøve. Et sett ble konservert med 1 ml svovelsyre (4 mol/l) pr. 100 ml løsning, det andre settet var ukonservert.

Løsningene ble lagret en tid på polyetylenbeholderne. Før prøveutsendelse ble det analysert tre prøveserier i løpet av seks uker. I tillegg ble en serie sendt tur-retur Steinkjer før analyse for å se på effekten av transport.

Kontrollresultatene før prøveutsendelse viste at nitratkonsentrasjonene både i konserverte og ukonserverte prøver ikke endret seg under lagring og transport. Det samme gjaldt ammonium i de syntetiske prøvene.

I syrekonserverte naturlige vannprøver var ammoniumkonsentrasjonene stabile under lagring og transport, mens konsentrasjonene avtok for de ukonserverte prøvene, en effekt som ble forsterket ved transport.

For totalnitrogen var det en tendens til at konsentrasjonene både i konserverte og ukonserverte prøver avtok noe under lagring, og at det var noe lavere konsentrasjoner i de prøvene som var sendt tur-retur Steinkjer. Forandringene er imidlertid svært små. Nitrogenkonsentrasjonene var jevnt over noe lavere i ukonserverte enn i konserverte naturlige prøver.

For å redusere lagringseffekter i størst mulig grad ble det sendt ut syrekonserverte ringtestprøver. Laboratorier som vanligvis ikke konserverer prøver for bestemmelse av nitrogen ble bedt om å nøytralisere prøvene med

8 ml natriumhydroksyd (1 mol/l) pr. 100 ml løsning. Blindprøver skulle behandles på samme måte som prøvene.

Under ringtestperioden ble det tatt ut tre prøveserier til kontrollanalyser ved NIVA. Resultatene som er gjengitt i tabell 1.2, viser at for nitrat og ammonium var delprøvene stabile. Totalnitrogenverdiene så ut til å avta noe i løpet av perioden, men endringene var små i forhold til akseptansegrensene.

Tabell 2.1. Oversikt over resultatene ved NIVAs kontrollanalyser.

Middelverdi (\bar{x}) og standardavvik (s) er beregnet ut fra N enkeltresultater for hver variable og prøve.

Prøve	NO ₃ -N, µg/l		NH ₄ -N, µg/l		TOT-N, µg/l	
	\bar{x} (N=6)	s	\bar{x} (N=6)	s	\bar{x} (N=4)	s
A	48	1	44	3	139	7
B	24	0	67	2	127	5
C	320	0	101	4	521	8
D	332	2	122	4	565	10
E	14	1	126	7	235	9
F	26	1	152	5	275	9

En sammenligning av tabell 1.1 og 1.2 viser at det er visse uoverensstemmelser mellom de konsentrasjonsbidrag som kan beregnes ut fra tilsatte stoffmengder, og de konsentrasjoner som ble funnet ved kontrollanalysene.

Som sanne verdier for de syntetiske prøvene (AB) ble beregnede verdier benyttet for nitrat og ammonium, og NIVAs kontrollresultater for totalnitrogen. Med ett unntak ble NIVAs kontrollresultater lagt til grunn for de sanne verdier i de naturlige prøvene. For ammonium i prøvepar CD lå resultatene for flertallet av laboratoriene høyere enn NIVAs kontrollresultater, og medianverdiene ble derfor valgt som sanne verdier.

Prøveutsendelse og resultatrapportering

Prøvene ble sendt fra NIVA mandag 1. oktober 1984. Tidsfristen for rapportering av analyseresultatene var satt til fredag 12. oktober 1984. Det ble sendt innbydelse til i alt 20 laboratorier, hvorav 19 returnerte analyseresultater.

TILLEGG 2: BEHANDLING AV ANALYSEDATA

Ringtesten ble gjennomført etter Youdens metode. Metoden forutsetter at det analyseres 2 prøver pr. parameter, og at den enkelte deltaker bare oppgir ett analyseresultat pr. prøve. For hver parameter avsettes samtlige deltakeres resultater i et rettvinklet koordinatsystem. Alle resultatparene markeres i diagrammet med et symbol, f.eks. et lite kors (jfr. figur 1 - 9).

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

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

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

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

De enkelte laboratoriers analyseresultater, ordnet etter stigende identifikasjonsnumre, er vist i tabell 3.1. Resultater angitt som mindre enn en grenseverdi er ikke tatt med i statistiske beregninger og figurene.

Den statistiske bearbeidelsen av analyseresultatene følger disse retningslinjer: Resultatpar hvor den ene eller begge verdier ligger utenfor sann verdi $\pm 50\%$ forkastes. Av de gjenstående resultater beregnes middelvei (\bar{x}) og standardavvik (s). Resultatpar hvor én eller begge verdier faller utenfor $\bar{x} \pm 3s$ utelates. Av de resterende resultater beregnes de forskjellige statistiske variable. Tallmaterialet fra den avsluttende beregningsomgangen er gjengitt i tabellene 3.2 - 3.10. Enkeltresultater som er utelatt ved beregningene er merket med bokstaven U.

Frengangsmåten over er beregnet på prøver med relativt høye konsentrasjoner i forhold til deteksjonsgrensen. I tilfeller hvor analyseresultatene er svært lave, blir en skjønsmessig vurdering lagt til grunn ved forkastelse av resultater, og de statistiske beregningene utført manuelt.

TILLEGG 3: DELTAKERNES RESULTATER

Tabell 3.1.

DE ENKELTE DELTAGERES ANALYSERESULTATER:

	NO3-N MIKG/L		NO3-N MIKG/L		NO3-N MIKG/L		NH4-N MIKG/L		NH4-N MIKG/L		NH4-N MIKG/L		TOT-N MIKG/L		TOT-N MIKG/L		TOT-N MIKG/L	
	A	B	C	D	E	F	A	B	C	D	E	F	A	B	C	D	E	F
1	50.0	25.0	315.	324.	14.0	27.0	50.0	65.0	95.0	118.	114.	133.	131.	116.	518.	559.	211.	235.
2	51.0	32.0	356.	383.	19.0	30.0	51.0	79.0	113.	136.	106.	126.	121.	177.	691.	626.	311.	384.
3	50.0	25.0	334.	336.	25.0	35.0	46.0	60.0	100.	130.	36.0	46.0	175.	295.	450.	990.	235.	295.
4	50.0	25.0	310.	325.			33.0	53.0	84.0	104.			132.	118.	502.	536.		
5	53.0	28.0	344.	358.	14.0	27.0	56.0	86.0	117.	148.	114.	147.	153.	149.	557.	589.	259.	298.
6	52.0	26.0	316.	331.	13.0	26.0	55.0	80.0	111.	134.	133.	162.	134.	123.	520.	536.	248.	290.
7	50.0	27.0	294.	299.			53.0	76.0	111.	143.			155.	137.	497.	531.		
8	48.0	28.0	330.	340.	16.0	27.0	44.0	83.0	118.	133.	136.	180.	130.	108.	500.	527.	212.	247.
9	43.0	17.0	313.	323.	10.0	24.0	11.0	37.0	58.0	68.0	46.0	68.0	162.	142.	504.	518.	238.	274.
10	49.0	24.0	316.	328.	15.0	26.0	62.0	86.0	112.	136.	90.0	94.0	200.	145.	500.	520.	260.	235.
11	54.0	27.0	289.	295.	27.0	23.0	52.0	72.0	103.	122.	134.	164.	114.	108.	485.	522.	177.	210.
12	54.0	27.0	321.	341.	19.0	33.0	52.0	57.0	85.0	102.	111.	128.	122.	113.	476.	525.	192.	217.
13	48.0	23.0	319.	343.	16.0	29.0	54.0	74.0	106.	132.	120.	145.	140.	145.	476.	504.	217.	269.
14	50.0	28.0	315.	328.	14.0	27.0	56.0	75.0	108.	130.	127.	151.	144.	116.	514.	532.	208.	239.
15	40.0	15.0	316.	329.			83.0	103.	140.	196.			194.	149.	551.	599.		
16	45.0	20.0	308.	321.			48.0	76.0	115.	130.			107.	97.0	505.	540.		
17	48.0	24.0	313.	326.			47.0	69.0	103.	129.			110.	93.0	562.	575.		
18	46.0	26.0	318.	330.	14.0	27.0	51.0	73.0	104.	135.	125.	149.	95.0	79.0	441.	463.	131.	152.
19	50.0	24.0	324.	338.	12.0	26.0	53.0	92.0	109.	125.	1.80	2.00	132.	125.	519.	555.	250.	292.

 STATISTIKK, NITRAT-NITROGEN

 PRØVE A

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	19	VARIASJONSBREDDE:	14.0
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	12.78
SANN VERDI:	50.0	STANDARDVVIK:	3.57
MIDDELVERDI:	49.0	RELATIVT STANDARDVVIK:	7.30 %
MEDIAN:	50.0	RELATIV FEIL:	-2.0 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

15	40.0	:	10	49.0	:	19	50.0
9	43.0	:	14	50.0	:	2	51.0
16	45.0	:	3	50.0	:	6	52.0
18	46.0	:	1	50.0	:	5	53.0
13	48.0	:	7	50.0	:	12	54.0
17	48.0	:	4	50.0	:	11	54.0
8	48.0	:			:		

U = UTELATTE RESULTATER

 PRØVE B

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	19	VARIASJONSBREDDE:	17.0
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	15.84
SANN VERDI:	25.0	STANDARDVVIK:	3.98
MIDDELVERDI:	24.79	RELATIVT STANDARDVVIK:	16.06 %
MEDIAN:	25.0	RELATIV FEIL:	-0.84 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

15	15.0	:	4	25.0	:	11	27.0
9	17.0	:	3	25.0	:	12	27.0
16	20.0	:	1	25.0	:	14	28.0
13	23.0	:	18	26.0	:	5	28.0
10	24.0	:	6	26.0	:	8	28.0
17	24.0	:	7	27.0	:	2	32.0
19	24.0	:			:		

U = UTELATTE RESULTATER

 NIVA PROSJEKT: O-81014

DATO: 84-11-19

Tabell 3.3.

STATISTIKK, NITRAT-NITROGEN

PRØVE C

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	19	VARIASJONSBREDDE:	67.0
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	234.6
SANN VERDI:	320.	STANDARDVVIK:	15.32
MIDDELVERDI:	318.47	RELATIVT STANDARDVVIK:	4.81 %
MEDIAN:	316.	RELATIV FEIL:	-0.48 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

11	289.	:	14	315.	:	12	321.
7	294.	:	15	316.	:	19	324.
16	308.	:	6	316.	:	8	330.
4	310.	:	10	316.	:	3	334.
9	313.	:	18	318.	:	5	344.
17	313.	:	13	319.	:	2	356.
1	315.	:			:		

U = UTELATTE RESULTATER

PRØVE D

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	19	VARIASJONSBREDDE:	88.0
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	358.04
SANN VERDI:	332.	STANDARDVVIK:	18.92
MIDDELVERDI:	331.47	RELATIVT STANDARDVVIK:	5.71 %
MEDIAN:	329.	RELATIV FEIL:	-0.16 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

11	295.	:	10	328.	:	19	338.
7	299.	:	14	328.	:	8	340.
16	321.	:	15	329.	:	12	341.
9	323.	:	18	330.	:	13	343.
1	324.	:	6	331.	:	5	358.
4	325.	:	3	336.	:	2	383.
17	326.	:			:		

U = UTELATTE RESULTATER

NIVA PROSJEKT: O-81014

DATO: 84-11-19

Tabell 3.4.

STATISTIKK, NITRAT-NITROGEN

PRØVE E

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	14	VARIASJONSBREDDE:	9.00
ANTALL UTELATTE RES.:	1	VARIANS:	7.67
SANN VERDI:	14.0	STANDARDVVIK:	2.77
MIDDELVERDI:	15.0	RELATIVT STANDARDVVIK:	18.46 %
MEDIAN:	14.0	RELATIV FEIL:	7.14 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

9	10.0	:	18	14.0	:	11	19.0
19	12.0	:	5	14.0	:	12	19.0
6	13.0	:	10	15.0	:	2	19.0
1	14.0	:	13	16.0	:	3	25.0 U
14	14.0	:	8	16.0	:		

U = UTELATTE RESULTATER

PRØVE F

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	14	VARIASJONSBREDDE:	10.0
ANTALL UTELATTE RES.:	1	VARIANS:	6.41
SANN VERDI:	26.0	STANDARDVVIK:	2.53
MIDDELVERDI:	27.08	RELATIVT STANDARDVVIK:	9.35 %
MEDIAN:	27.0	RELATIV FEIL:	4.14 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

11	23.0	:	8	27.0	:	13	29.0
9	24.0	:	5	27.0	:	2	30.0
10	26.0	:	14	27.0	:	12	33.0
6	26.0	:	18	27.0	:	3	35.0 U
19	26.0	:	1	27.0	:		

U = UTELATTE RESULTATER

NIVA PROSJEKT: O-81014

DATO: 84-11-19

Tabell 3.5.

 STATISTIKK, AMMONIUM-NITROGEN

 PRØVE A

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	19	VARIASJONSBREDDE:	29.0
ANTALL UTELATTE RES.:	2	VARIANS:	39.32
SANN VERDI:	50.0	STANDARDVVIK:	6.27
MIDDELVERDI:	50.76	RELATIVT STANDARDVVIK:	12.35 %
MEDIAN:	52.0	RELATIV FEIL:	1.53 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

9	11.0	U	:	2	51.0	:	13	54.0
4	33.0		:	18	51.0	:	6	55.0
8	44.0		:	12	52.0	:	5	56.0
3	46.0		:	11	52.0	:	14	56.0
17	47.0		:	7	53.0	:	10	62.0
16	48.0		:	19	53.0	:	15	83.0
1	50.0		:					U

U = UTELATTE RESULTATER

 PRØVE B

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	19	VARIASJONSBREDDE:	39.0
ANTALL UTELATTE RES.:	2	VARIANS:	112.49
SANN VERDI:	75.0	STANDARDVVIK:	10.61
MIDDELVERDI:	73.88	RELATIVT STANDARDVVIK:	14.36 %
MEDIAN:	75.0	RELATIV FEIL:	-1.49 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

9	37.0	U	:	18	73.0	:	6	80.0
4	53.0		:	13	74.0	:	8	83.0
12	57.0		:	14	75.0	:	10	86.0
3	60.0		:	7	76.0	:	5	86.0
1	65.0		:	16	76.0	:	19	92.0
17	69.0		:	2	79.0	:	15	103.0
11	72.0		:					U

U = UTELATTE RESULTATER

 NIVA PROSJEKT: O-81014
 DATO: 84-11-19

Tabell 3.6.

STATISTIKK, AMMONIUM-NITROGEN

PRØVE C

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	19	VARIASJONSBREDDEN:	34.0
ANTALL UTELATTE RES.:	2	VARIANS:	99.64
SANN VERDI:	108.	STANDARDVVIK:	9.98
MIDDELVERDI:	105.53	RELATIVT STANDARDVVIK:	9.46 %
MEDIAN:	108.	RELATIV FEIL:	-2.29 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

9	58.0	U	:	18	104.	:	10	112.
4	84.0		:	13	106.	:	2	113.
12	85.0		:	14	108.	:	16	115.
1	95.0		:	19	109.	:	5	117.
3	100.		:	7	111.	:	8	118.
11	103.		:	6	111.	:	15	140. U
17	103.		:					

U = UTELATTE RESULTATER

PRØVE D

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	19	VARIASJONSBREDDEN:	46.0
ANTALL UTELATTE RES.:	2	VARIANS:	142.62
SANN VERDI:	130.	STANDARDVVIK:	11.94
MIDDELVERDI:	128.65	RELATIVT STANDARDVVIK:	9.28 %
MEDIAN:	130.	RELATIV FEIL:	-1.04 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

9	68.0	U	:	16	130.	:	18	135.
12	102.		:	3	130.	:	2	136.
4	104.		:	14	130.	:	10	136.
1	118.		:	13	132.	:	7	143.
11	122.		:	8	133.	:	5	148.
19	125.		:	6	134.	:	15	196. U
17	129.		:					

U = UTELATTE RESULTATER

NIVA PROSJEKT: O-81014
 DATO: 84-11-19

Tabell 3.7.

STATISTIKK, AMMONIUM-NITROGEN

PRØVE E

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	14	VARIASJONSBREDE:	46.0
ANTALL UTELATTE RES.:	3	VARIANS:	193.49
SANN VERDI:	126.	STANDARDVVIK:	13.91
MIDDELVERDI:	119.09	RELATIVT STANDARDVVIK:	11.68 %
MEDIAN:	120.	RELATIV FEIL:	-5.48 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

19	1.80 U	:	12	111.	:	14	127.
3	36.0 U	:	1	114.	:	6	133.
9	46.0 U	:	5	114.	:	11	134.
10	90.0	:	13	120.	:	8	136.
2	106.	:	18	125.	:		

U = UTELATTE RESULTATER

PRØVE F

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	14	VARIASJONSBREDE:	86.0
ANTALL UTELATTE RES.:	3	VARIANS:	530.27
SANN VERDI:	152.	STANDARDVVIK:	23.03
MIDDELVERDI:	143.55	RELATIVT STANDARDVVIK:	16.04 %
MEDIAN:	147.	RELATIV FEIL:	-5.56 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

19	2.00 U	:	12	128.	:	14	151.
3	46.0 U	:	1	133.	:	6	162.
9	68.0 U	:	13	145.	:	11	164.
10	94.0	:	5	147.	:	8	180.
2	126.	:	18	149.	:		

U = UTELATTE RESULTATER

NIVA PROSJEKT: O-81014
DATO: 84-11-19

Tabell 3.8.

STATISTIKK, TOTALT NITROGENINNHold

PRØVE A

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	19	VARIASJONSBREDE:	105.
ANTALL UTELATTE RES.:	1	VARIANS:	766.03
SANN VERDI:	139.	STANDARDVVIK:	27.68
MIDDELVERDI:	137.56	RELATIVT STANDARDVVIK:	20.12 %
MEDIAN:	132.	RELATIV FEIL:	-1.04 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

18	95.0	:	1	131.	:	5	153.	
16	107.	:	4	132.	:	7	155.	
17	110.	:	19	132.	:	9	162.	
11	114.	:	6	134.	:	3	175.	U
2	121.	:	13	140.	:	15	194.	
12	122.	:	14	144.	:	10	200.	
8	130.	:						

U = UTELATTE RESULTATER

PRØVE B

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	19	VARIASJONSBREDE:	98.0
ANTALL UTELATTE RES.:	1	VARIANS:	584.97
SANN VERDI:	127.	STANDARDVVIK:	24.19
MIDDELVERDI:	124.44	RELATIVT STANDARDVVIK:	19.44 %
MEDIAN:	120.5	RELATIV FEIL:	-2.01 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

18	79.0	:	1	116.	:	13	145.	
17	93.0	:	4	118.	:	10	145.	
16	97.0	:	6	123.	:	5	149.	
11	108.	:	19	125.	:	15	149.	
8	108.	:	7	137.	:	2	177.	
12	113.	:	9	142.	:	3	295.	U
14	116.	:						

U = UTELATTE RESULTATER

Tabell 3.9.

STATISTIKK, TOTALT NITROGENINNHOLD

PRØVE C

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	19	VARIASJONSBREDE:	121.
ANTALL UTELATTE RES.:	2	VARIANS:	881.89
SANN VERDI:	521.	STANDARDVVIK:	29.7
MIDDELVERDI:	508.53	RELATIVT STANDARDVVIK:	5.84 %
MEDIAN:	504.	RELATIV FEIL:	-2.39 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

18	441.	:	10	500.	:	19	519.
3	450.	U	4	502.	:	6	520.
13	476.	:	9	504.	:	15	551.
11	485.	:	16	505.	:	5	557.
12	494.	:	14	514.	:	17	562.
7	497.	:	1	518.	:	2	691. U
8	500.	:					

U = UTELATTE RESULTATER

PRØVE D

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	19	VARIASJONSBREDE:	136.
ANTALL UTELATTE RES.:	2	VARIANS:	1055.47
SANN VERDI:	565.	STANDARDVVIK:	32.49
MIDDELVERDI:	538.29	RELATIVT STANDARDVVIK:	6.04 %
MEDIAN:	532.	RELATIV FEIL:	-4.73 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

18	463.	:	7	531.	:	1	559.
13	504.	:	14	532.	:	17	575.
9	518.	:	4	536.	:	5	589.
10	520.	:	16	540.	:	15	599.
11	522.	:	19	555.	:	2	626. U
12	525.	:	6	556.	:	3	990. U
8	527.	:					

U = UTELATTE RESULTATER

Tabell 3.10.

STATISTIKK, TOTALT NITROGENINNHOLD

PRØVE E

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	14	VARIASJONSBREDE:	180.
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	1857.46
SANN VERDI:	235.	STANDARDVVIK:	43.1
MIDDELVERDI:	224.93	RELATIVT STANDARDVVIK:	19.16 %
MEDIAN:	226.	RELATIV FEIL:	-4.29 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

18	131.	:	8	212.	:	19	250.
11	177.	:	13	217.	:	5	259.
12	192.	:	3	235.	:	10	260.
14	208.	:	9	238.	:	2	311.
1	211.	:	6	248.	:		

U = UTELATTE RESULTATER

PRØVE F

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	14	VARIASJONSBREDE:	232.
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	2932.18
SANN VERDI:	275.	STANDARDVVIK:	54.15
MIDDELVERDI:	259.79	RELATIVT STANDARDVVIK:	20.84 %
MEDIAN:	258.	RELATIV FEIL:	-5.53 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

18	152.	:	14	239.	:	19	292.
11	210.	:	8	247.	:	3	295.
12	217.	:	13	269.	:	5	298.
10	235.	:	9	274.	:	2	384.
1	235.	:	6	290.	:		

U = UTELATTE RESULTATER

NIVA PROSJEKT: O-81014

DATO: 84-11-19