

1715



Nasjonalt referanselaboratorium for vannanalyser

Samordnet med



Oppdragsgiver

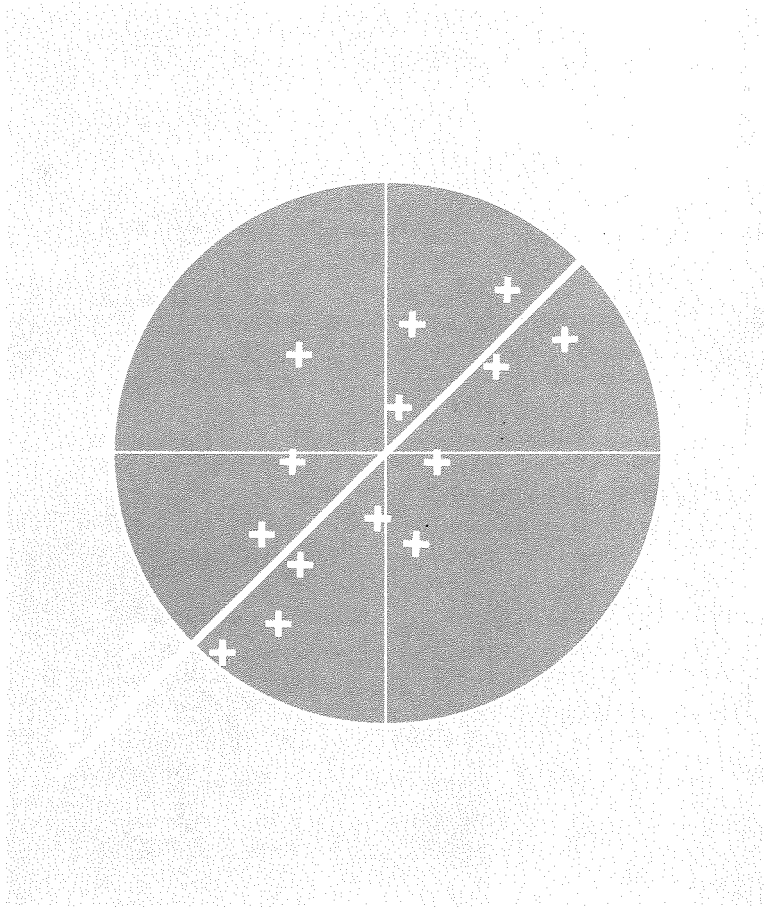
Statens forurensningstilsyn

Prosjekt nr 8101402

Miniringtester for
overvåkingsformål

mini- ringtest 8511

Fosfat, totalfosfor





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 utstysprøving
- 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

Hovedkontor
Postadresse:
Postboks 333
0314 Oslo 3
Brekkeveien 19
Telefon (02)23 52 80

Sørlandsavdelingen
Postadresse:
Grooseveien 36
4890 Grimstad
Telefon (041)43 033

Østlandsavdelingen
Postadresse:
Rute 866, 2312 Ottestad
Postgiro: 4 07 73 68
Telefon (065)76 752

Rapportnummer: 0-8101402
Undernummer: XI
Løpenummer: 1715
Begrenset distribusjon:

Rapportens tittel: MINIRINGTESTER FOR OVERVÅKINGSFORMÅL Miniringtest 8511: Fosfat og totalfosfor	Dato: 24. april 1985
Forfatter (e): Hovind, Håvard	Prosjektnummer: 0-8101402
	Faggruppe: ANADIV
	Geografisk område:
	Antall sider (inkl. bilag):

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

Ekstrakt:

Ved miniringtest 8511 bestemte 18 regionale laboratorier fosfat og totalfosfor i syntetiske vannprøver, samt naturlig ferskvann og sjøvann tilsatt kjente stoffmengder. Innføring av intern kvalitetskontroll ved de fleste laboratorier har medvirket til bedre sammenlignbarhet mellom laboratorienes resultater enn ved tidligere miniringtester. Sett i forhold til det Statlige overvåkingsprogrammet ble 82 % av resultatene klassifisert som akseptable.

4 emneord, norske:
1. Miniringtest 8511
2. Overvåking
3. Fosfat
4. Totalfosfor

4 emneord, engelske:
1. Intercalibration no. 8511
2. Monitoring
3. Phosphate
4. Total phosphorus

Prosjektleder:

Håvard Hovind

Divisjonssjef:

RF Wjgh

Før administrasjonen:

J. F. Samdal

Hans Oerum

ISBN 82-577-0903-4

NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING
NASJONALT REFERANSELABORATORIUM FOR VANNANALYSER
OSLO

0-81014-02

MINIRINGTESTER FOR OVERVÅKINGSFORMÅL
MINIRINGTEST 8511:
FOSFAT OG TOTALFOSFOR

Oslo, 24. april 1985

Saksbehandler: Håvard Hovind

Leder for referanseaktivitetene: Ingvar Dahl

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

0. SAMMENDRAG OG KONKLUSJON

Miniringtest 8511 ble gjennomført i februar-mars 1985, og omfattet bestemmelse av fosfat og totalfosfor i syntetiske vannprøver, samt naturlig ferskvann og sjøvann tilsatt kjente stoffmengder.

Av 20 innbudte laboratorier deltok 18 i miniringtesten. Analyse-resultatene ble bearbeidet statistisk og vurdert ut fra hva som kan anses rimelig i overvåkingssammenheng.

Totalt ble 82 prosent av resultatene klassifisert som akseptable. Andelen av akseptable resultater for fosfat og totalfosfor har vist en økende tendens gjennom den perioden miniringtestene har vært gjennomført (1981-1985), og var denne gang høyere enn noen gang tidligere. Det er også en økning i antall laboratorier som har fått godkjent alle resultatene.

De ikke-akseptable resultatene er konsentrert til få laboratorier som må satse spesielt på å få feilkildene ved fosforbestemmelsene under kontroll.

Standardavviket i kontrollresultatene fra de enkelte laboratoriers interne kvalitetskontroll har med få unntak sammenlignbar størrelse, og det må forventes at flere laboratorier vil oppnå en reduksjon i standardavviket når internkontrollen er bedre innarbeidet i den daglige drift.

INNHOILDSFORTEGNELSE

0. SAMMENDRAG OG KONKLUSJON	Side	2
1. INNLEDNING		5
2. RESULTATER		5
2.1 Fosfat		21
2.2 Totalfosfor		22
2.3 Laboratorieintern kontroll		22
3. VURDERING AV RESULTATENE		26
LITTERATUR		29

FIGURER

1. Fosfat, prøvepar AB	7
2. Fosfat, prøvepar CD	8
3. Fosfat, prøvepar EF	9
4. Fosfat, prøvepar GH	10
5. Fosfat, prøvepar IJ	11
6. Totalfosfor, prøvepar AB	12
7. Totalfosfor, prøvepar CD	13
8. Totalfosfor, prøvepar EF	14
9. Totalfosfor, prøvepar GH	15
10. Totalfosfor, prøvepar IJ	16
11. "Kalibreringskurve"	17
12. "Kalibreringskurve"	18
13. Internkontrollresultater	19
14. Internkontrollresultater	20

TABELLER

1. Oversikt over resultatene ved miniringtest 8511 ...	6
2. Oversikt over laboratorienes internkontrollresultater for fosfat	24
3. Oversikt over laboratorienes internkontrollresultater for totalfosfor	25
4. Vurdering av resultatene ved miniringtest 8511	27
5. Oversikt over resultatene for de enkelte laboratorier ved miniringtest 8511	28

Tillegg 1: GJENNOMFØRING	Side	31
Analysevariabler og metoder		31
Vannprøver og kontrollanalyser		31
Prøveutsendelse og resultatrapportering ..		34
Tillegg 2: BEHANDLING AV ANALYSEDATA		35
Tillegg 3: DELTAKERNES RESULTATER		37

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 analysevariable, konsentrasjonsnivåer og resultatbedømmelse er tilpasset formålet. Deltakere er regionale laboratorier som medvirker i overvåkingsprogrammet.

Miniringtest 8511 omfatter bestemmelse av fosfat og totalfosfor 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 - 10, 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. Et mer fullstendig statistisk materiale er samlet i de øvrige tabellene i samme tillegg.

Tabell 1. Oversikt over resultater ved miniringtonest 8511.

ANALYSEVARLABEL METODE	PRØVE- PAR	SANNE VERDIER		ANTALL TOT U	MEDIAN		GJENNOMSNIITT/STANDARDAVVIK		RELATIVT ST. AVVIK		RELATIV FEIL			
		1	2		1	2	1	2	1	2	1	2		
FOSFAT ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4724	AB	5.30	5.30	18 2	5.30	5.30	5.56	0.67	5.40	0.43	12.1	7.9	5.0	1.9
				13 1	5.30	5.25	5.51	0.69	5.34	0.40	12.4	7.5	3.9	0.8
				5 1	5.50	5.55	5.73	0.71	5.57	0.53	12.4	9.5	8.0	5.2
FOSFAT ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4724	CD	8.00	6.65	18 2	8.00	6.65	8.11	0.59	6.73	0.50	7.2	7.4	1.3	1.2
				13 0	8.00	6.50	7.75	0.95	6.48	0.85	12.2	13.1	-3.1	-2.5
				5 1	8.30	6.80	8.47	0.79	6.85	0.73	9.4	10.7	5.9	3.0
FOSFAT ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4724	EF	9.90	11.80	15 0	9.90	11.80	9.89	1.39	12.19	1.60	14.0	13.2	-0.1	3.3
				11 0	9.30	11.80	9.69	1.53	12.09	1.79	15.8	14.8	-2.1	2.5
				4 0	10.35	12.20	10.45	0.79	12.47	1.12	7.6	9.0	5.6	5.7
FOSFAT ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4724	GH	6.40	8.00	18 1	6.40	8.00	6.61	0.62	8.07	0.62	9.3	7.7	3.2	0.9
				13 0	6.40	7.90	6.52	0.58	7.94	0.46	8.9	5.8	1.8	-0.8
				5 1	6.55	8.15	6.90	0.73	8.50	0.95	10.7	11.2	7.8	6.3
FOSFAT ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4724	IJ	32.00	40.00	18 1	32.00	40.10	32.25	0.98	40.34	0.61	3.0	1.5	0.8	0.9
				13 1	32.00	40.15	32.23	1.06	40.37	0.58	3.3	1.4	0.7	0.9
				5 0	32.20	40.10	32.28	0.88	40.26	0.75	2.7	1.9	0.9	0.7
TOTALFOSFOR ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4725	AB	8.50	8.50	18 1	8.50	8.50	8.27	1.36	8.41	1.43	16.5	17.1	-2.7	-1.1
				13 0	8.40	8.40	7.94	1.22	8.08	1.30	15.3	16.1	-6.6	-5.0
				5 1	8.80	9.10	9.35	1.40	9.47	1.50	15.0	15.9	10.0	11.5
TOTALFOSFOR ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4725	CD	12.40	10.10	18 0	12.40	10.10	12.17	2.00	10.08	1.56	16.4	15.5	-1.8	-0.2
				13 0	12.00	9.50	11.50	1.67	9.52	1.24	14.5	13.1	-7.3	-5.7
				5 0	13.20	10.90	13.92	1.84	11.54	1.42	13.2	12.3	12.3	14.3
TOTALFOSFOR ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4725	EF	17.30	18.70	15 0	17.30	18.70	17.47	1.61	18.98	1.79	9.2	9.4	1.0	1.5
				11 0	16.80	18.70	17.08	1.48	18.73	1.75	8.7	9.4	-1.3	0.2
				4 0	18.00	18.80	18.55	1.62	19.67	1.96	8.7	10.0	7.2	5.2
TOTALFOSFOR ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4725	GH	8.20	10.30	18 1	8.00	10.00	8.04	1.06	10.10	1.02	13.2	10.1	-1.9	-1.9
				13 0	7.30	9.80	7.92	1.19	9.99	1.15	15.0	11.5	-3.4	-3.0
				5 1	8.50	10.45	8.42	0.31	10.45	0.13	3.7	1.2	2.7	1.5
TOTALFOSFOR ALLE METODER AUTOANALYSATOR NS 4725	IJ	41.00	51.80	18 1	41.10	52.20	40.91	2.05	51.88	2.10	5.0	4.1	-0.2	0.2
				13 0	41.10	52.90	41.19	3.21	52.71	4.11	8.0	8.0	0.5	1.8
				5 0	42.00	52.20	41.80	1.04	52.14	1.20	2.5	2.3	2.0	0.7

U = UTELATTE RESULTATER

FIG. 1 FOSFAT
ALLE METODER

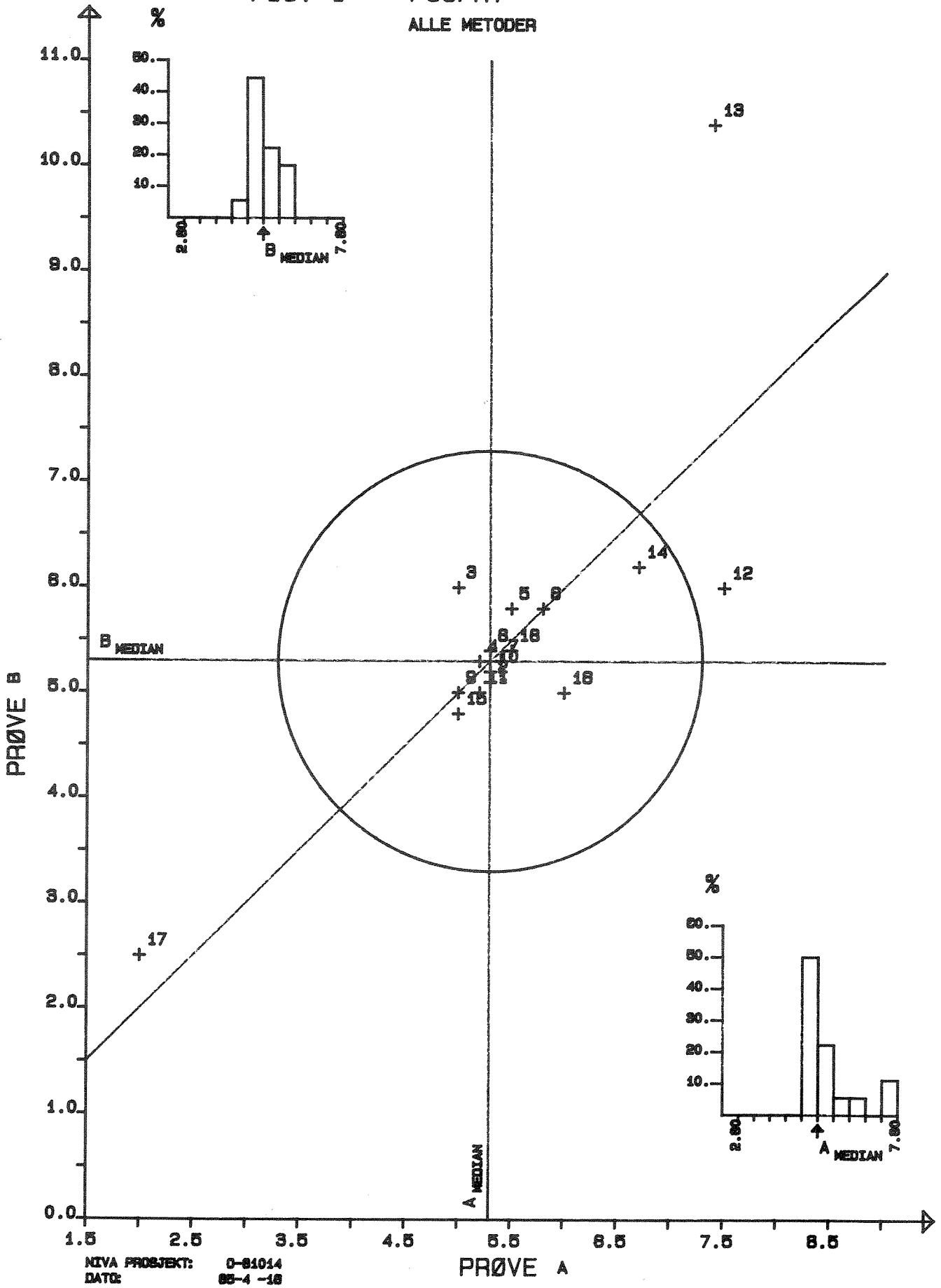


FIG. 2 FOSFAT
ALLE METODER

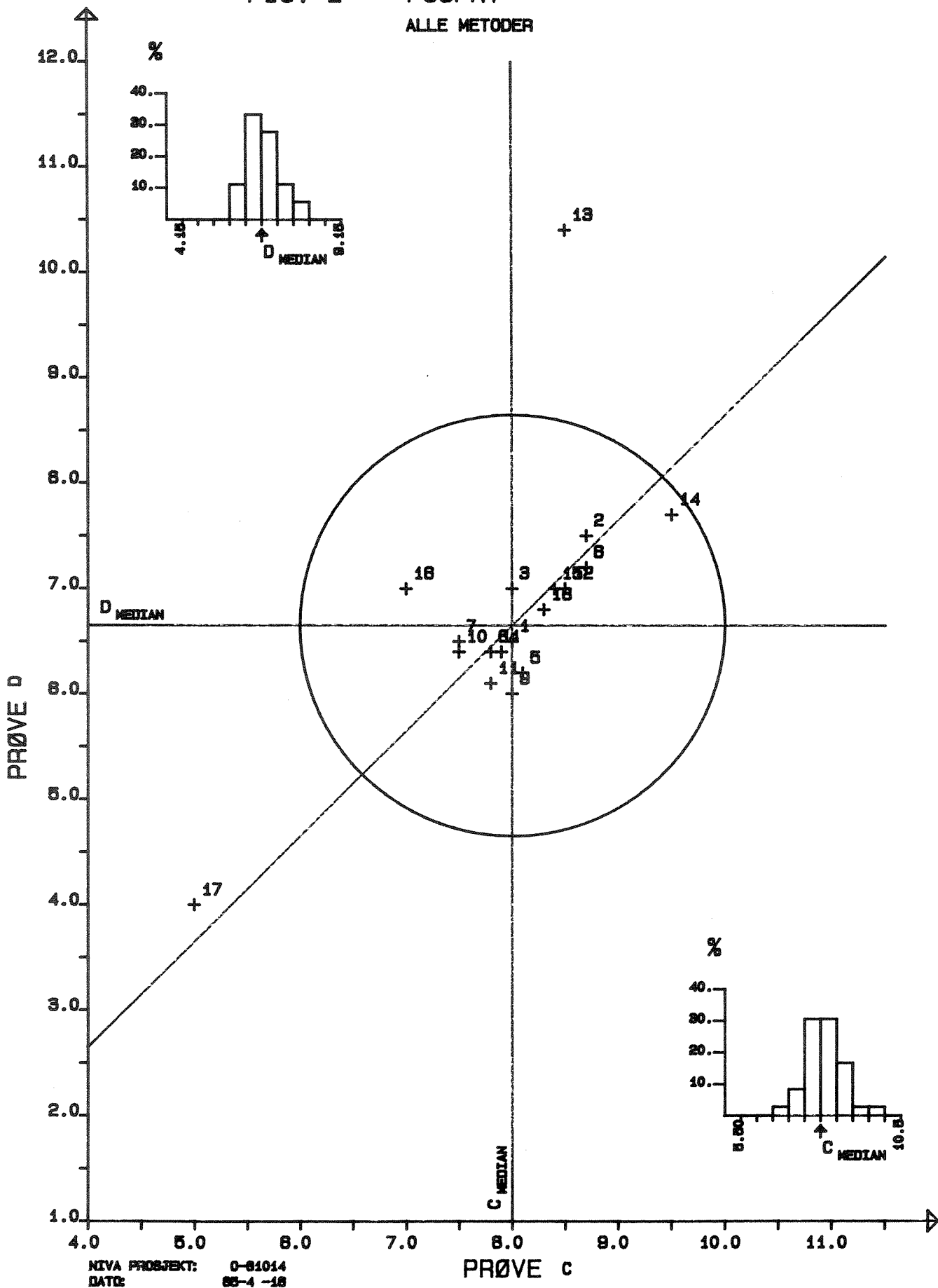


FIG. 3

FOSFAT
ALLE METODER

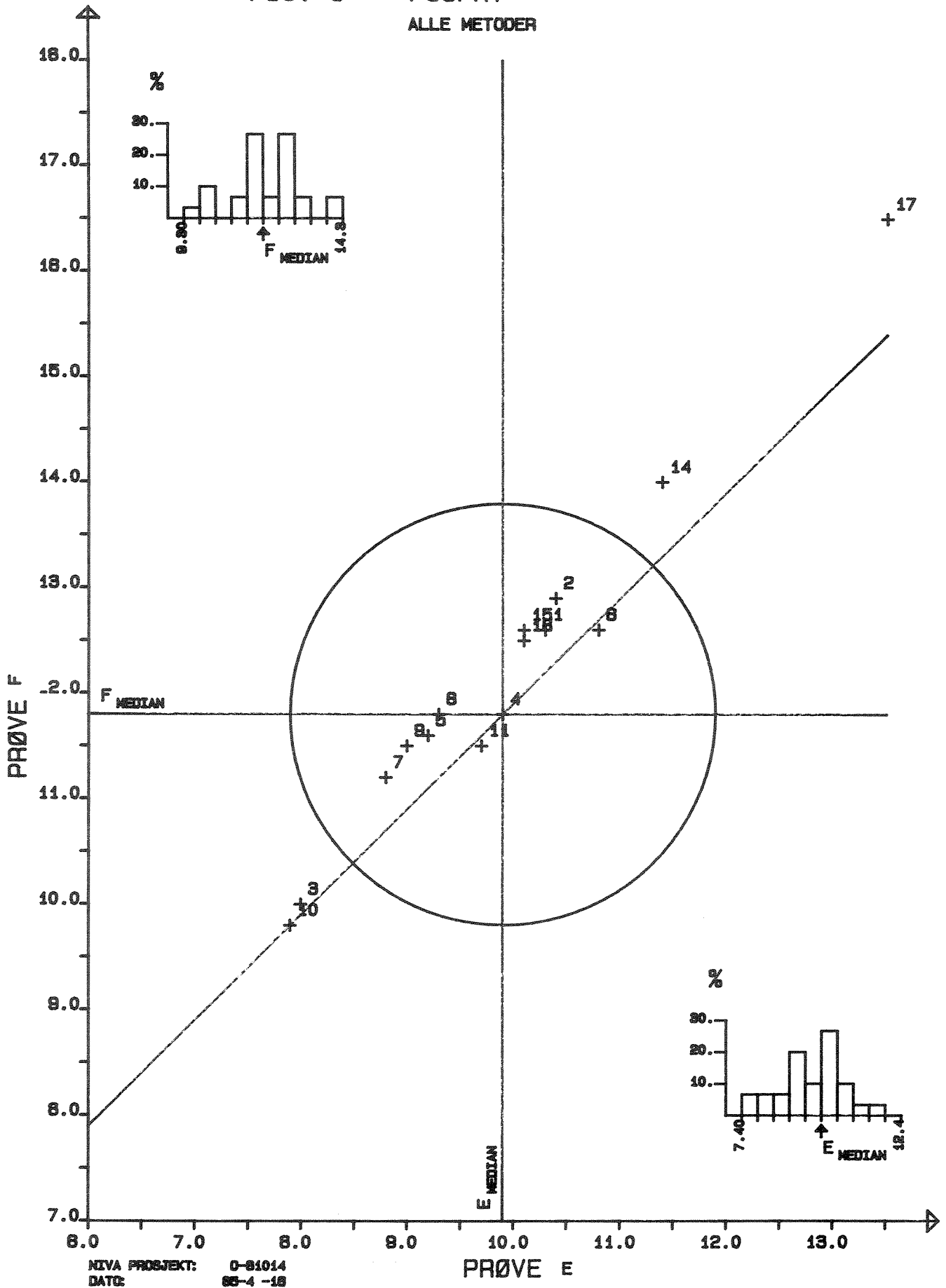


FIG. 4 FOSFAT
ALLE METODER

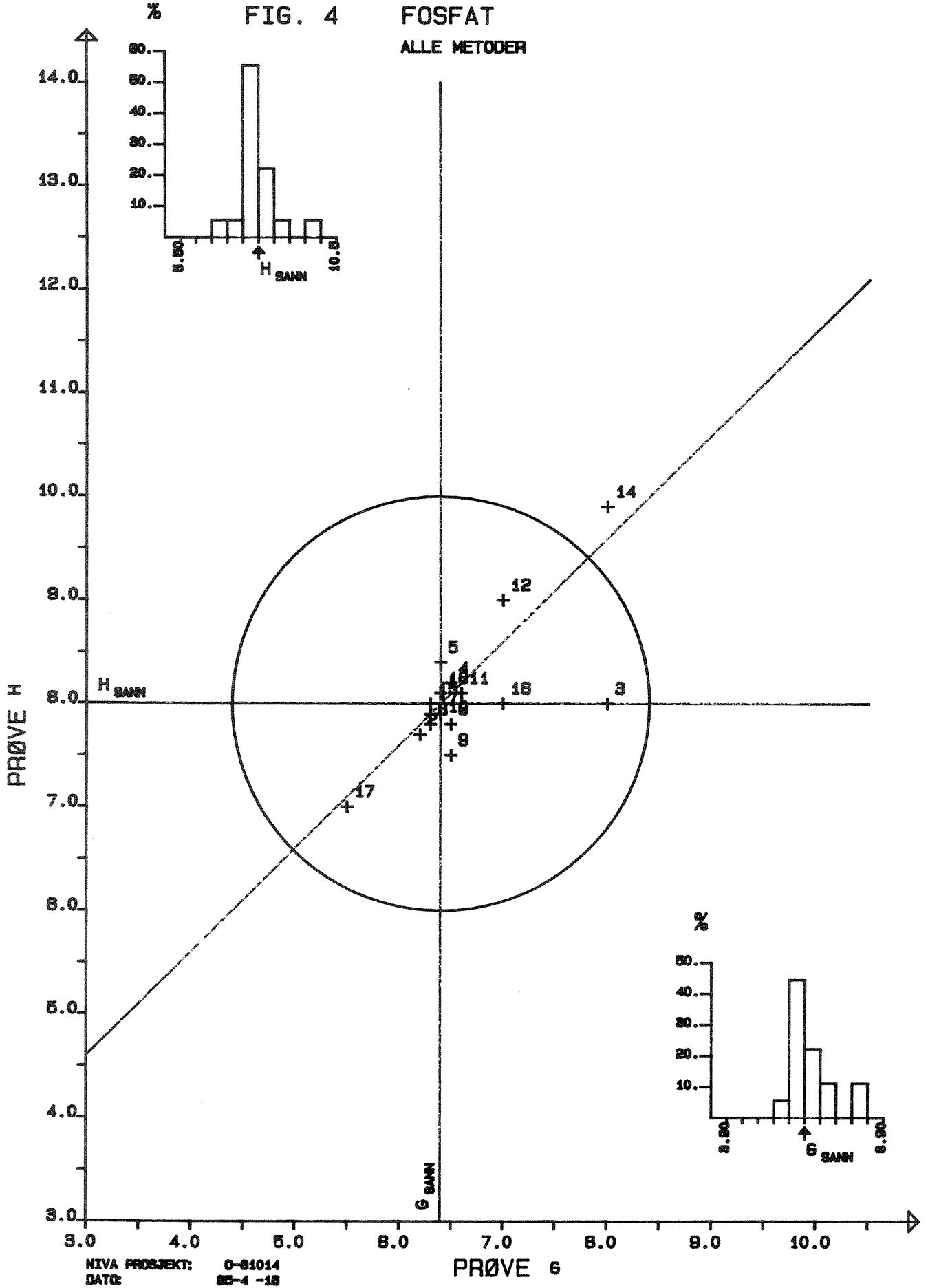


FIG. 5 FOSFAT
ALLE METODER

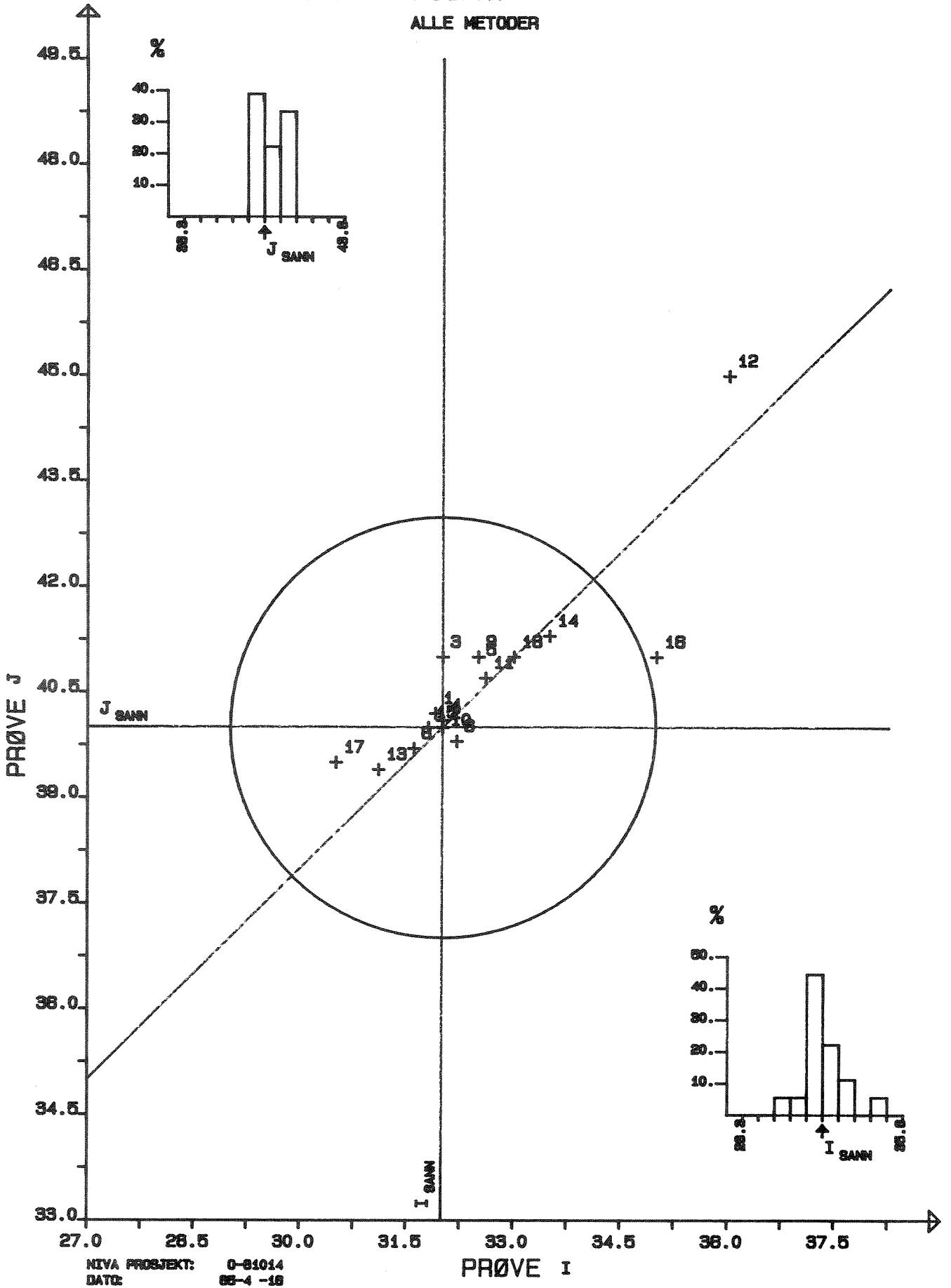


FIG. 6 TOTALFOSFOR
ALLE METODER

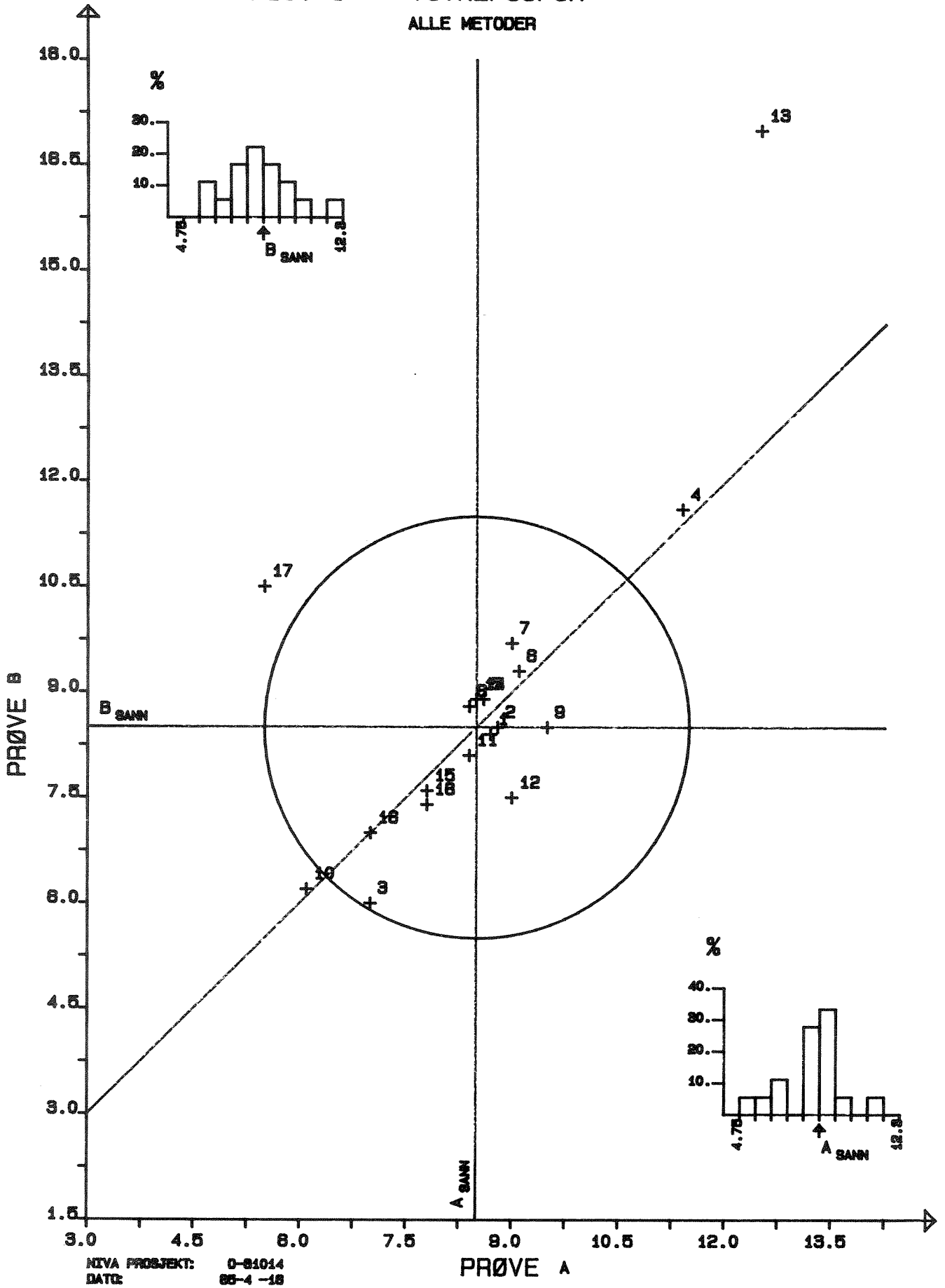


FIG. 7 TOTALFOSFOR
ALLE METODER

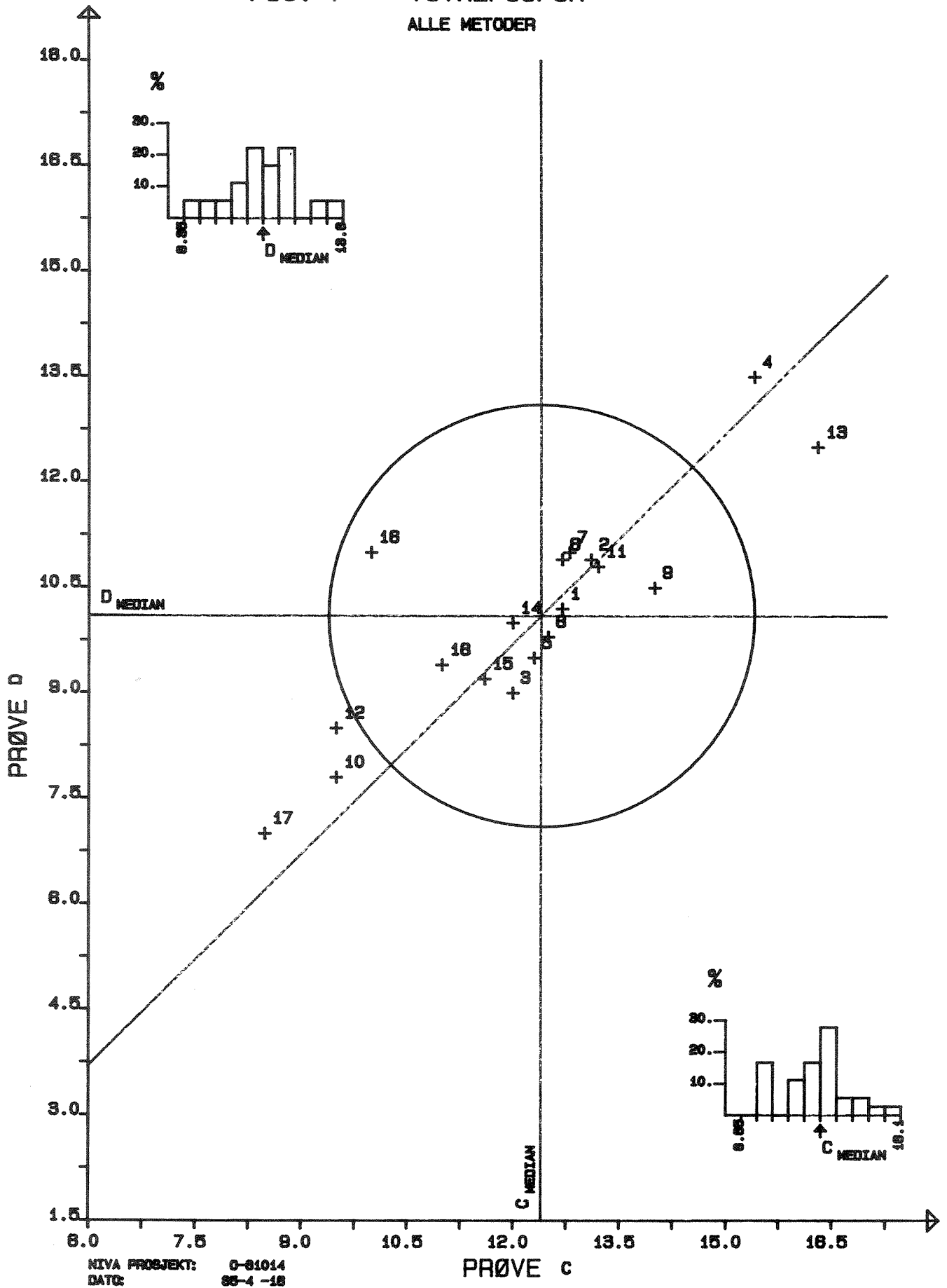


FIG. 8 TOTALFOSFOR
ALLE METODER

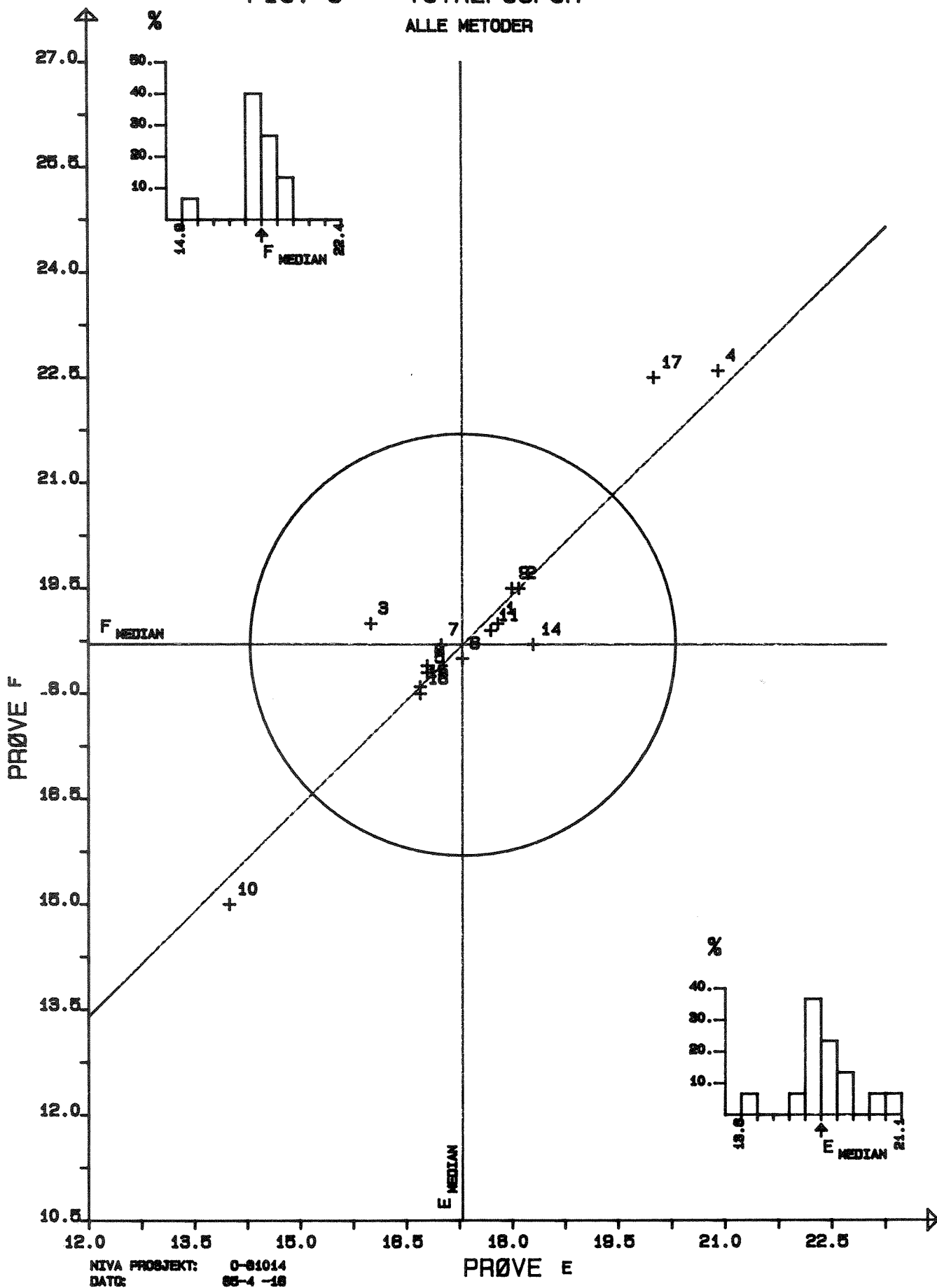
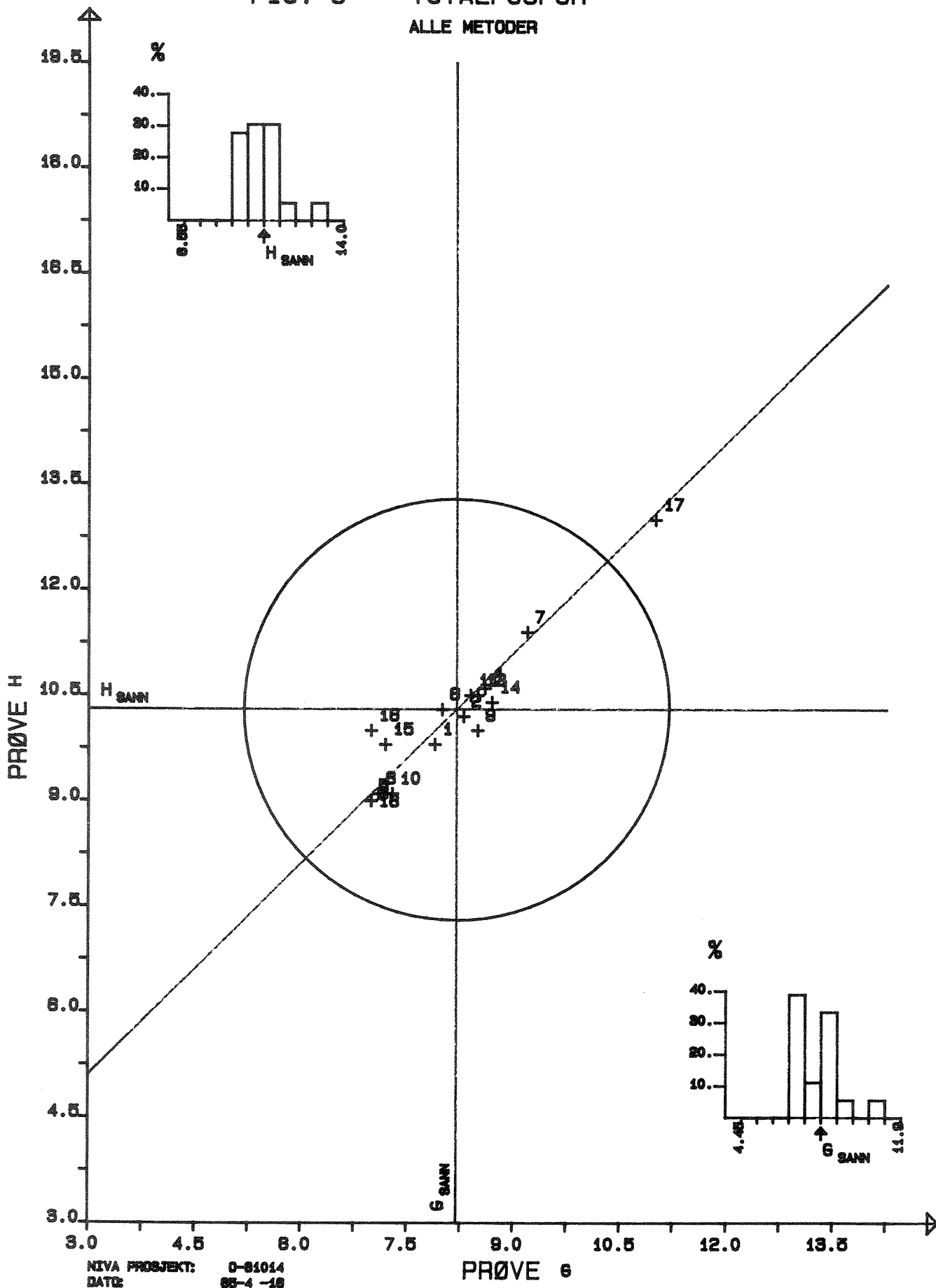
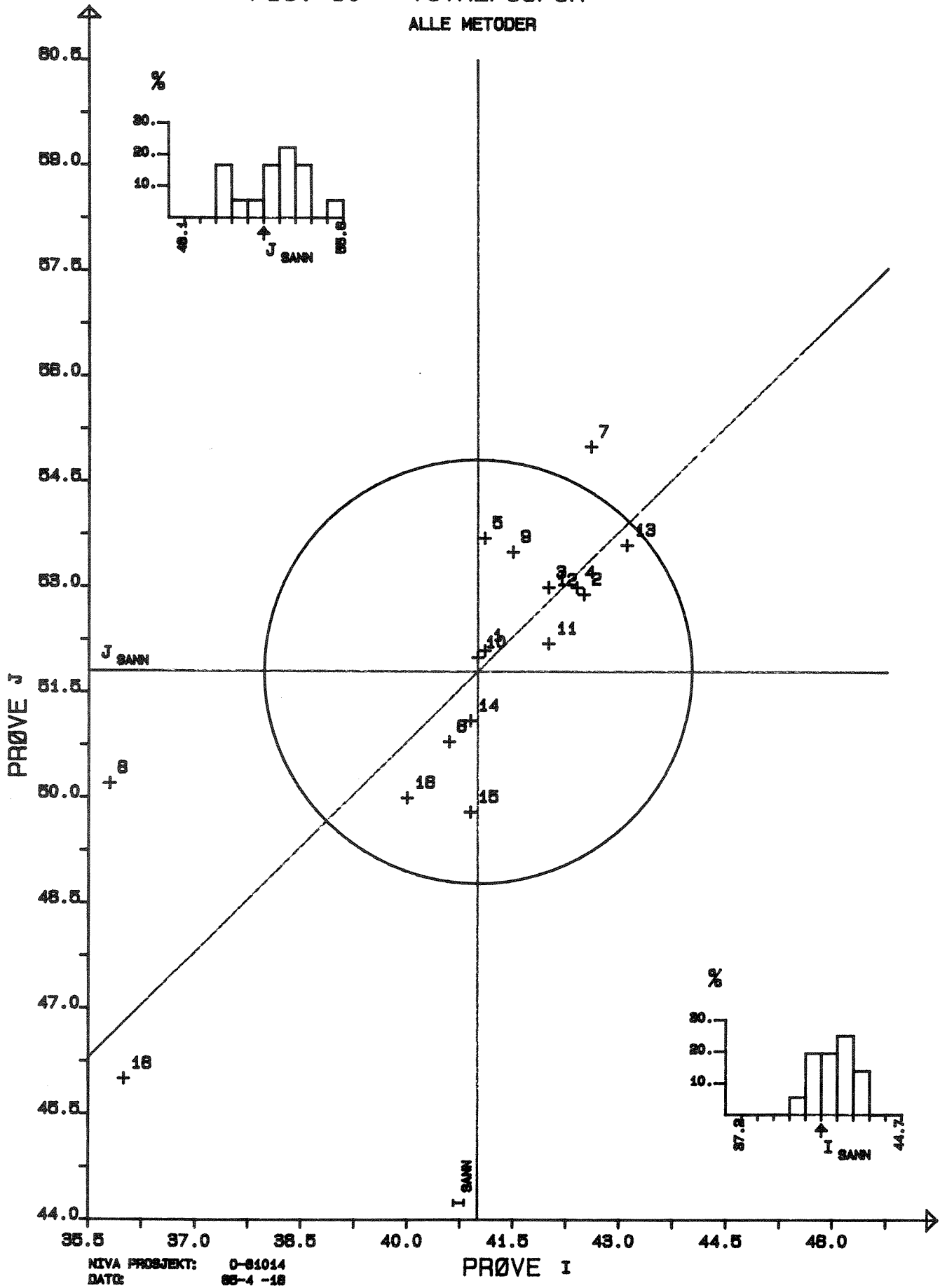


FIG. 9 TOTALFOSFOR
ALLE METODER



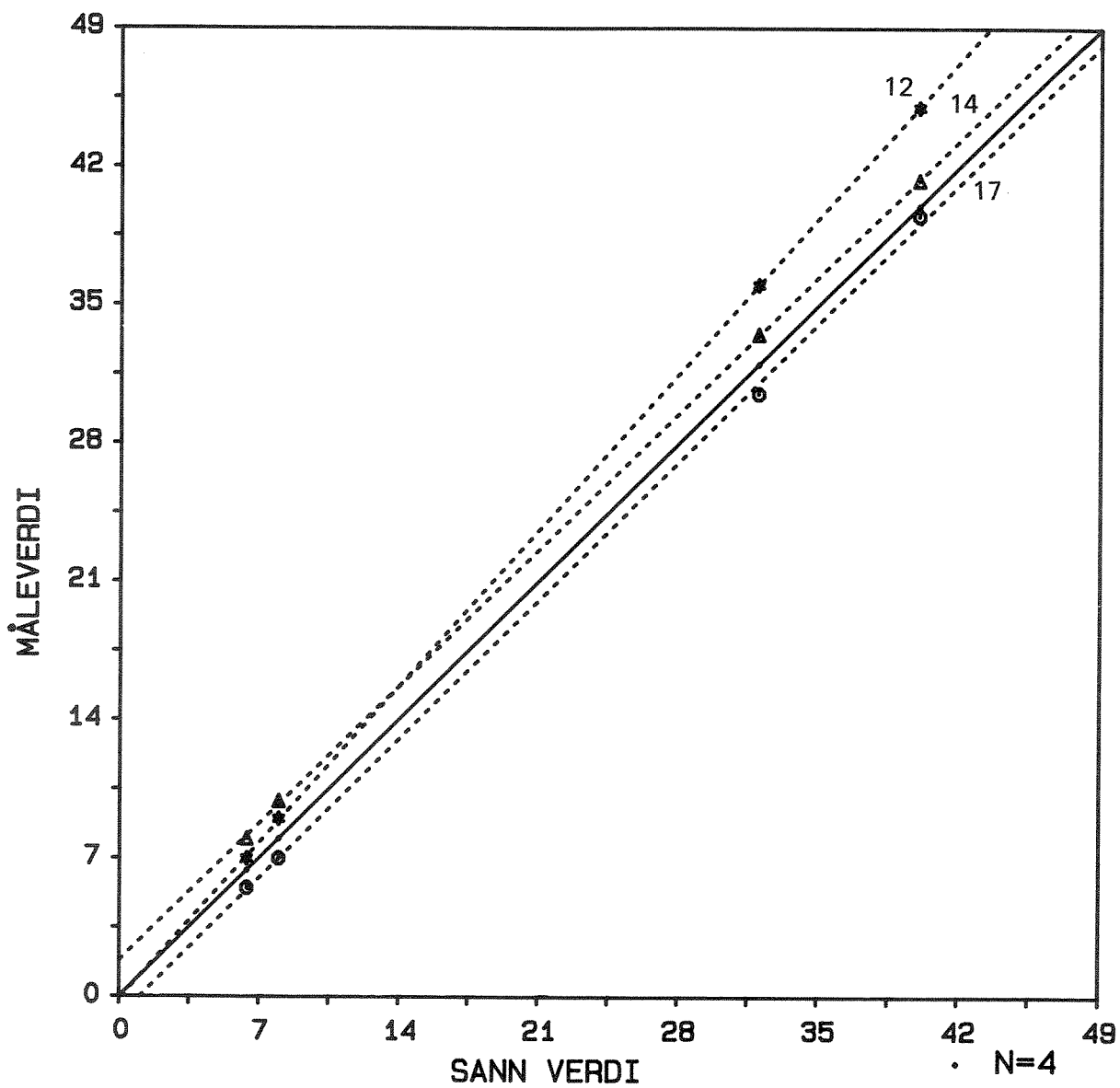
NIVA PROSJEKT: 0-81014
DATE: 85-4-18

FIG. 10 TOTALFOSFOR
ALLE METODER



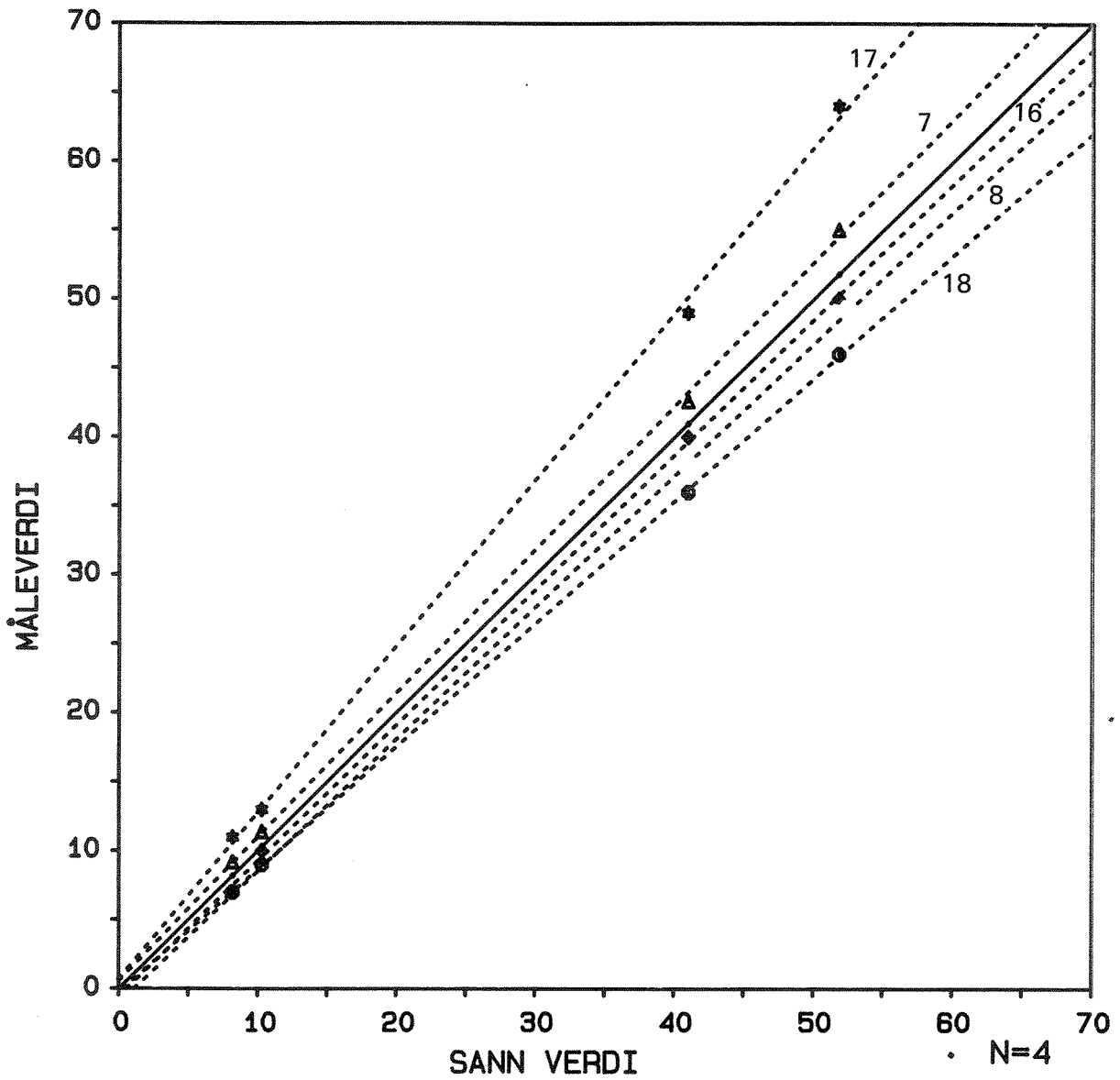
FIGUR 11. "KALIBRERINGSKURVE"

FOSFAT

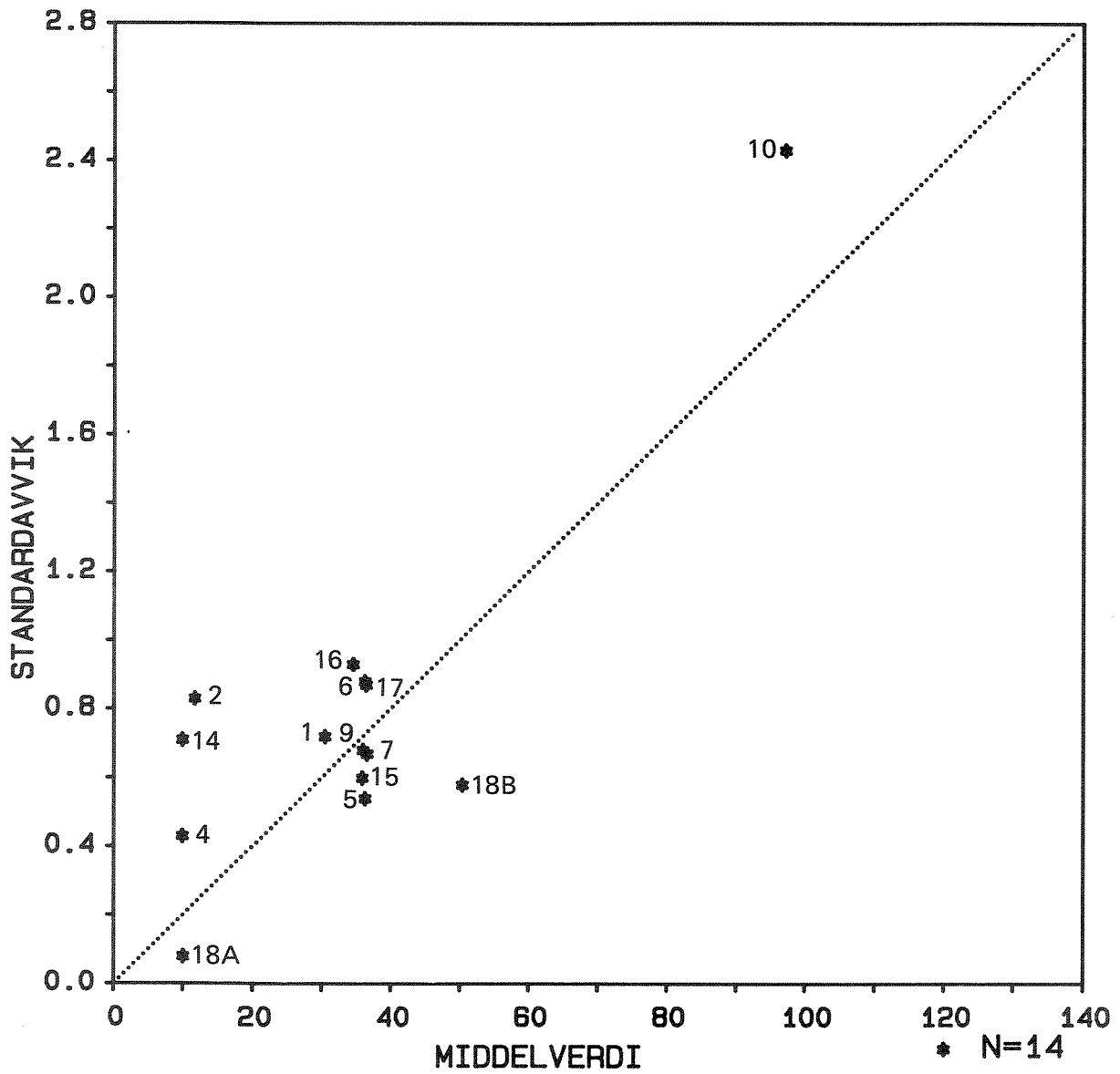


FIGUR 12. "KALIBRERINGSKURVE"

TOTALFOSFOR

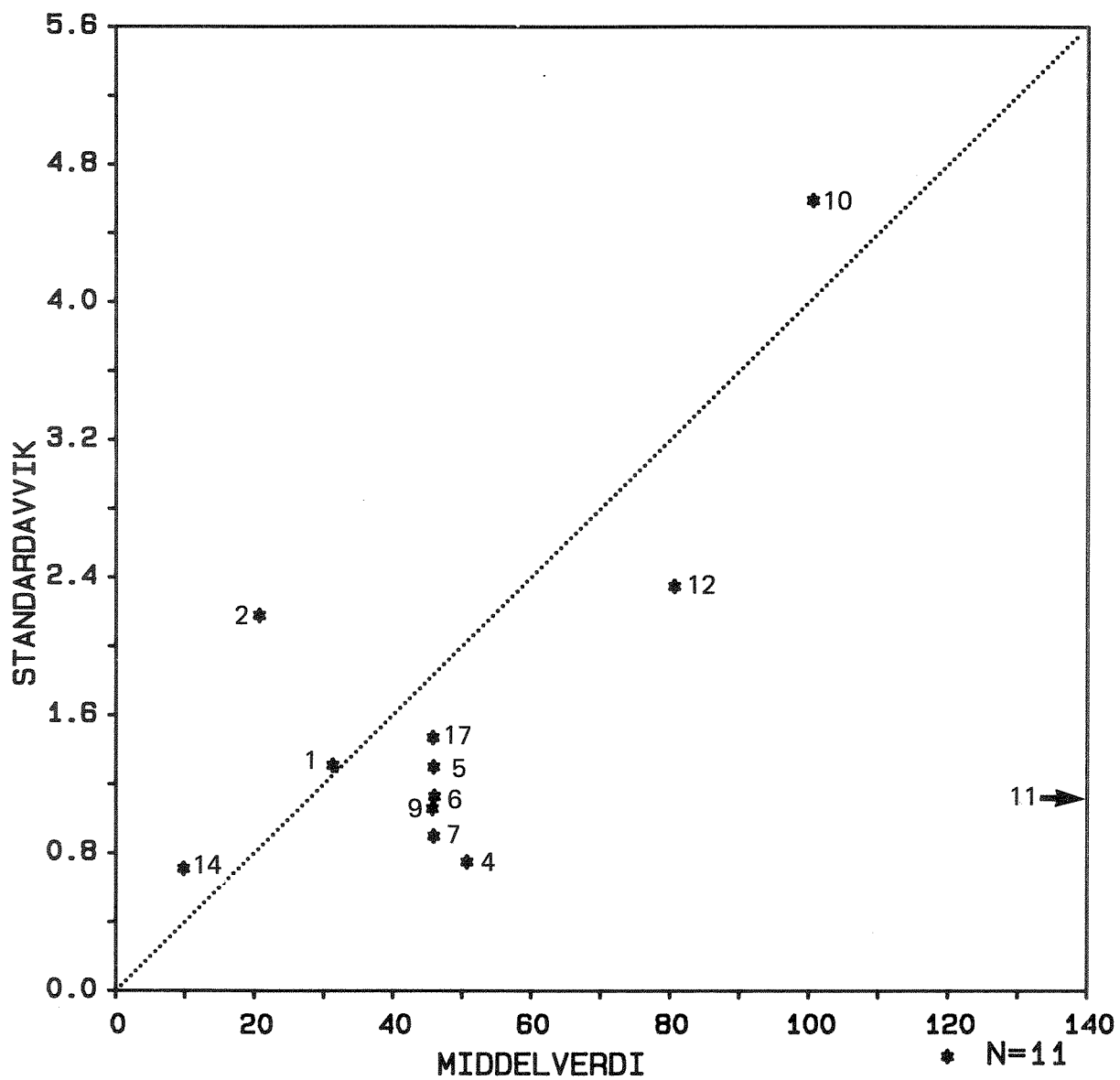


FIGUR 13. INTERNKONTROLLRESULTATER
FOSFAT



FIGUR 14. INTERNKONTROLLRESULTATER

TOTALFOSFOR



2.1 Fosfat

Resultatene er presentert i figurene 1-5 og tabellene 3.2-3.6.

Totalt sett ble det oppnådd meget tilfredsstillende resultater for fosfat.

Bare tre laboratorier hadde uakseptable resultater for prøvepar AB og CD. For sjøvannsprøvene var fire resultatpar uakseptable, mens tre laboratorier hadde unnlatt å sende inn resultater (to av disse er innlandslaboratorier som normalt ikke analyserer sjøvann).

Siden laboratorienes eget avioniserte vann ble brukt både ved fortykning av prøve x til prøveparene GH og IJ, og ved tillaging av de nødvendige kalibreringsløsninger, skulle resultatene for disse prøvene bli riktige selv om fortykningsvannet inneholder spor av fosfor. Henholdsvis ett og to resultatpar er uakseptable for prøvene GH og IJ.

Ved tre av laboratoriene er resultatene dominert av tilfeldige feil. Disse (nr. 3, 13 og 16) må i første rekke gå inn for å få kontamineringsproblemet under kontroll. En systematisk gjennomføring av internkontroll og kontinuerlig oppfølging av kontrollresultatene er helt nødvendig i denne sammenheng.

Laboratorium nr. 12 og 14 har gjennomgående for høye resultater, mens det motsatte er tilfelle ved laboratorium nr. 17. I figur 11 er resultatene for prøvene G-J fra disse laboratoriene plottet som funksjon av den sanne verdi. Av figuren fremgår det klart at avviket ved laboratorium nr. 12 er proporsjonalt med konsentrasjonen. Her må det i første rekke kontrolleres om kalibreringen er riktig, eventuelt lage nye kalibreringsløsninger. Er konserveringssyre tilsatt i prøvene G-J? Eventuelt kan det være nødvendig å kontrollere de kjemiske forhold ved selve bestemmelsen.

Ved laboratorium nr. 14 og 17 er avviket fra den teoretiske "kalibreringskurve" konstant. Dette tyder på at det er fratrukket enten for stor (nr. 17) eller for liten (nr. 14) bakgrunnsverdi fra det målte signal. Disse laboratoriene må derfor kontrollere om fastleggelse av basislinje (autoanalysator) eller nullpunkt (manuell metode) er riktig utført.

2.2 Totalfosfor

Resultatene er presentert i figurene 6-10 og tabellene 3.7-3.11.

Totalt sett ble det oppnådd meget tilfredsstillende resultater for total-fosfor.

4 laboratorier (nr. 10, 15, 16 og 18) har overveiende systematisk for lave resultater, mens det motsatte er tilfelle ved laboratorium nr. 4, 7, 13 og 17.

I figur 12 er enkelte laboratoriers analyseresultater for løsnin-gene G-J plottet mot den sanne verdi. På tilsvarende måte som for fosfat kan man ut fra denne figuren få en indikasjon på hvor i analyseprosessen den dominerende feil kan finnes. Således må laboratorium nr. 17 og 18 der avviket er proporsjonalt med konsentrasjonen, i første rekke kontrollere kalibreringen og eventuelt de kjemiske forhold ved bestemmelsen. De laboratorier som har tilnærmet konstant avvik fra den sanne verdi må kontrollere om fastleggelse av basislinjen (autoanalysator) eller bakgrunn (manuell metode) er utført riktig, samt om riktig blindprøvekorreksjon er foretatt. Hvis "kalibreringskurven" krysser 45⁰-kurven er resultatene påvirket av både tilfeldige og systematiske feil.

Ved nøyaktig gjennomgang av tabell 1 vil man finne at de laboratorier som har benyttet manuell metode ved sluttbestemmelsen har gjennomgående noe høyere resultater enn de som benytter auto-analysator. Dette gjelder både for fosfat og totalfosfor, og samme tendens kan man også finne ved tidligere ringtester. Forskjellen er allikevel så liten at den ikke er statistisk signifikant. Det har ikke vært mulig å finne en sikker forklaring på denne forskjellen, men kan muligens skyldes at fastleggelse av kalibreringens nullpunkt gjøres på noe forskjellig måte ved de to metodene.

2.3 Laboratorieintern kontroll

Ved denne miniringtesten ble laboratoriene bedt om å sende resultater fra siste periodes internkontroll for fosforanalysene sammen med ringtestresultatene.

En av forutsetningene for å kunne bruke Youdens metode til å karakterisere de dominerende feilkilder ved et laboratorium, er at kun en analyse utføres pr. prøve. Det er vel kjent at flere laboratorier ved ringtester sender inn middelveidien av flere parallelle bestemmelser for de enkelte ringtestprøvene. I slike tilfeller er det ikke mulig gjennom ringtestene alene å avgjøre om tilfeldige eller systematiske feil er dominerende ved laboratoriets rutineanalyser. Problemet blir derfor sterkt fokusert på de systematiske feil som kan kontrolleres eller korrigeres for, mens de tilfeldige feilkilder tilsynelatende er under kontroll.

Gjennom internkontrollresultatene kan man allikevel få et bilde av størrelsen til de tilfeldige feil.

Alle deltagerne ved miniringtest 8511, unntatt laboratorium nr. 3, 8 og 13, sendte inn kontrollresultater fra fosforanalysene. De tre som fortsatt ikke har tatt laboratorieintern kvalitetskontroll systematisk i bruk, må gjøre det snarest mulig.

I tabell 2 og 3 er sammenstilt resultatene fra de enkelte laboratoriers internkontroll for henholdsvis fosfat og totalfosfor. Tre laboratorier har oppgitt at de benytter uoppløst fosfatløsning til kontroll av både fosfat og totalfosfor. For totalfosfor får man på denne måten ikke noe bilde av hvordan de tilfeldige feil fra oppløsningsgrinnet bidrar til spredningen i resultatene. Det anbefales å oppløse fosfatløsningen sammen med prøvene som et ledd i den interne kontroll av totalfosforbestemmelsen.

To laboratorier har oppgitt at de utfører analyse av fosfat så sjelden at det ikke foreligger tilstrekkelig med data fra den interne kontroll.

For fosfat har laboratorium nr. 18 oppgitt kontrollresultater der spredningen er merkverdig liten i forhold til andre laboratorier som har brukt oppløsning med samme konsentrasjon.

Tabell 2. Oversikt over laboratorienes internkontroll -
resultater for fosfat.

Lab. nr.	Antall resul- tater	Middel- verdi µg/l	Standard- avvik	Relativt std.avvik	Anmerkninger	
1	23	30,5	0,72	2,4	Ingen internkon- troll	
2	6	11,7	0,83	7,1		
3	-	-	-	-		
4	19	9,9	0,43	4,3		
5	8	36,3	0,54	1,5		
6	18	36,3	0,88	2,4		
7	10	36,6	0,67	1,8		
8	-	-	-	-		-- " --
9	19	36,0	0,68	1,9		
10	9	97,1	2,43	2,5		
11	-	-	-	-		-- " --
12	-	-	-	-		Kontrolldata ikke oppgitt
13	-	-	-	-		Ingen internkon- troll
14	15	9,9	0,71	7,1		
15	14	35,9	0,60	1,7		
16	24	34,6	0,93	2,7		
17	17	36,5	0,87	2,4		
18a	17	10,0	0,08	0,8		
18b	11	50,4	0,58	1,8		
NIVA	70	7,3	0,37	5,0		

Tabell 3. Oversikt over laboratorienes internkontrollresultater for totalfosfor

Lab. nr.	Antall resultater	Middelverdi µg/l	Standardavvik	Relativt standardavvik %	Anmerkninger
1	21	31,3	1,31	4,2	
2	16	20,7	2,18	10,5	
3	-	-	-	-	Ingen internkontroll
4	22	50,7	0,75	1,5	
5	16	45,9	1,30	2,8	
6	18	46,0	1,13	2,5	
7	10	45,9	0,90	2,0	
8	-	-	-	-	--- " ---
9	21	45,7	1,06	2,3	
10	19	100,5	4,59	4,6	
11	14	253,2	1,42	0,6	
12	28	80,6	2,35	2,9	
13	-	-	-	-	--- " ---
14	14	9,8	0,71	7,3	
15	-	-	-	-	Uoppløst PO ₄ -løsning
16	-	-	-	-	--- " ---
17	11	45,8	1,47	3,2	
18	-	-	-	-	--- " ---
NIVA	35	39,1	0,85	2,2	

I figur 13 og 14 er standardavviket plottet som funksjon av middelverdien til det enkelte laboratoriets kontrolløsning for henholdsvis fosfat og totalfosfor. Det fremkommer ikke noe entydig bilde av hvordan standardavviket varierer med konsentrasjonen. Ser man bort fra enkelte datasett der det er brukt en kontrolløsning med spesielt høyt standardavvik, kan man ut fra de øvrige kontrollresultater beregne et midlere standardavvik (3).

Fosfat 0,72 µg/l
 Totalfosfor 1,49 "

Disse midlere verdiene kan tjene som en foreløpig rettesnor for hvilke krav man skal stille til de tilfeldige feil. Det må allikevel understrekes at når det høstes mer erfaring gjennom bruk av internkontroll forventes at flere laboratorier vil oppnå en reduksjon i standardavviket.

3. VURDERING AV RESULTATENE

En vurdering av om et analyseresultat er akseptabelt eller ikke, er avhengig 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. For fosfat ble akseptansegrensene satt lik $+ 2 \mu\text{g/l}$ for alle prøvepar, unntatt IJ der konsentrasjonen er vesentlig høyere. Her ble akseptansegrensene satt lik $+ 3 \mu\text{g/l}$, som er den samme som for totalfosfor i samtlige prøvepar.

I figurene 1-10 er det avsatt en sirkel med radius som tilsvarer akseptansegrensen for vedkommende variabel og prøvepar. Analyseresultater som ligger innenfor sirkelen er regnet som akseptable.

Tabell 4 gir en samlet vurdering av resultatene fra miniringtest 8511. En mer detaljert oversikt over de enkelte laboratoriers resultater er gitt i tabell 5. Denne tabellen er dessuten fremstilt slik at den gir opplysninger som vil være til hjelp ved det enkelte laboratoriums egen oppfølging av ringtesten. De resultater som ligger meget nær de sanne verdier er markert med et stjernetegn (*). Resultater som domineres av tilfeldige feil er markert med bokstaven T, mens S angir at de systematiske feil er dominerende. I tillegg er + brukt for å markere at laboratoriets resultater ligger for høyt, mens - er brukt når resultatene er for lave. Bokstaven U markerer at laboratoriet har unnlatt å sende inn resultater. Parentes angir at resultatene er uakseptable.

Tabell 4. Vurdering av resultatene ved miniringtest 8511

Variabel	Prøve- par	Aksep- tanse grense µg/l P	Antall resul- tater	Antall aksep- table	% akseptable
Fosfat	AB	2	18	15	83
	CD	2	18	16	89
	EF	2	15	11	73
	GH	2	18	16	89
	IJ	3	18	16	<u>89</u> 85
Totalfosfor	AB	3	18	14	78
	CD	3	18	13	72
	EF	3	15	12	80
	GH	3	18	16	89
	IJ	3	18	14	<u>78</u> 79
Totalt			174	143	82

Ialt ble 82% av de innsendte resultater bedømt som akseptable. Dette er meget bra resultat. Andelen akseptable resultater for fosfat og totalfosfor har vist en stigende tendens gjennom perioden miniringtestene har vært gjennomført, og er denne gang høyere enn tidligere. Samtidig er det en klar økning i antall laboratorier som har fått godkjent alle resultatene. De ikke-akseptable resultatene er stort sett konsentrert ved noen få laboratorier, som må yte en god del ekstra innsats for kvalitetsmessig å komme på samme nivå som de andre i denne laboratoriegruppen.

Tabell 5. Oversikt over resultatene ved de enkelte laboratorier ved minirønstest 8511. S+ resultatene er systematisk for høye, S- resultatene er systematisk for lave, T de tilfældige feil dominerer, U laboratoriet har utelatt å sende inn resultater. * Begge resultatene i et resultatpar ligger meget nær den sanne verdi.

NR.	Fosfat						Totalfosfor						% akseptable resultater
	AB	CD	EF	GH	IJ		AB	CD	EF	GH	IJ		
1	*	*	S+	*	*		*	*	*	*	*		100
2	*	S+	S+	*	*		*	S+	S+	*	S+		100
3	T	*	(S-)	T	T		S-	S-	T	S-	S+		90
4	*	*	*	*	*		(S+)	(S+)	(S+)	*	S+		70
5	*	*	S-	*	S+		*	S-	*	S-	S+		100
6	S+	S+	S+	*	*		S+	S+	*	*	S-		100
7	*	*	S-	*	*		S+	S+	*	S+	(S+)		90
8	*	*	*	*	*		*	*	*	S-	(S-)		90
9	*	*	S-	*	S+		T	S+	S+	*	S+		100
10	*	*	(S-)	*	*		(S-)	(S-)	(S-)	S-	*		60
11	*	*	*	*	S+		*	S+	*	*	S+		100
12	(S+)	*	U	S+	(S+)		T	(S-)	U	*	S+		63
13	(S+)	(S+)	U	T	S-		(S+)	(S+)	U	(T)	S+		26
14	S+	(S+)	(S+)	S+	S+		*	*	T	*	*		80
15	*	*	S+	*	*		S-	S-	S-	S-	S-		100
16	T	T	U	T	(S+)		S-	T	U	S-	S-		88
17	(S-)	(S-)	(S+)	S-	S-		(T)	(S-)	(S+)	(S+)	(S+)		20
18	*	*	S+	*	S+		S-	S-	S-	S-	(S-)		90

Resultater i parentes er ikke akseptable.

LITTERATUR

1. NORGES STANDARDISERINGSFORBUND: Norsk Standard, NS 4724 - Vannundersøkelse. Bestemmelse av fosfat. 2. utg., februar 1984.
2. NORGES STANDARDISERINGSFORBUND: Norsk Standard, NS 4725 - Vannundersøkelse. Bestemmelse av totalfosfor. 3. utg., februar 1984.
3. NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING: Rapport, 0-8101501 - Laboratorieintern kvalitetskontroll. Kontrolldiagrammer som hjelpemiddel i kontrollen av kjemiske analysedata. Oslo, 8. oktober 1981.
4. NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING: Miniringtester for overvåkingsformål - Miniringtest 8101. Ortofosfat, Totalfosfor, nitrat og totalniltrogen. 0-81014-02, 25. juni 1981.
5. NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING: Rapport; 0-8101402 - Miniringtester for overvåkingsformål. Miniringtest 8202: Ortofosfat, totalfosfor, nitrat, ammonium og totalnitrogen. Oslo, 26. april 1982.
6. NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING: Miniringtester for overvåkingsformål - Miniringtest 8203. Ortofosfat, totalfosfor, nitrat, ammonium og totalnitrogen. 0-81014-02, 27. august 1982.
7. NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING: Miniringtester for overvåkingsformål - Miniringtest 8306. Ortofosfat, totalfosfor, nitrat, ammonium og totalnitrogen. 0-81014-02, 24. juni 1983.
8. NORSK INSTITUTT FOR VANNFORSKNING: Miniringtester for overvåkingsformål - Miniringtest 8409. Fosfat, totalfosfor, nitrat, ammonium og totalniltrogen. 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

Det er til nå gjennomført ti miniringtester, hvorav fem (8101, 8202, 8203, 8306 og 8409) omfatter fosfor- og nitrogenvariabler.

I denne ellefte miniringtesten (8511) inngår bestemmelse av fosfat og totalfosfor.

Deltakerne ble bedt om å følge Norsk Standard ved bestemmelse av begge variable (1,2).

Det var også anledning til å bruke automatiserte metoder ved analysene. For totalfosfor blir prøvene i slike tilfeller oppsluttet manuelt etter Norsk Standard (2) før den fotometriske sluttbestemmelsen.

Vannprøver og kontrollanalyser

Til miniringtestene ble det sendt ut syv vannprøver. Prøvene A, B og X var syntetiske og ble fremstilt ved å løse nøyaktig innveide mengder av rene salter i destillert vann. Til prøvepar CD ble benyttet humusholdig ferskvann og til prøvepar EF sjøvann. Både ferskvannet og sjøvannet ble tilsatt kjente mengder av de aktuelle komponenter. Tilsetning av fosfat skjedde i form av en løsning av kaliumdihydrogenfosfat. Organisk bundet fosfor ble tilsatt som en løsning av dinatrium-adenosin-5'-monofosfat. Før analyse skulle de enkelte laboratorier lage fire nye løsninger ved å fortynne prøven merket x slik: henholdsvis 4, 5, 20 og 25 ml tilsettes 10 ml 4M svovelsyre og fortynnes til 1000 ml med avionisert vann. De fortynnede løsningene utgjør prøvepar GH og IJ. Foruten å plote resultatene for disse løsningene parvis i Youdendiagrammer, kunne de også plottes som funksjon av sann verdi etter fortytning. Dette er i realiteten en kalibreringskurve, og vil for laboratorier med avvikende resultater gi informasjon om årsaken til disse avvikene.

Det naturlige vannet som ble brukt til fremstilling av ringtestprøvene var lagret i to måneder ved værelsestemperatur. Etter filtrering gjennom glassfiberfilter ble vannet tilsatt 1 ml svovelsyre (4 mol/l) pr. 100 ml løsning, og lagret noen dager i

store polyetylenbeholdere. Avionisert vann ble også tilsatt konserveringssyre og oppbevart på samme måte.

Av disse løsningene ble det tatt ut delprøver til bestemmelse av bakgrunnskonsentrasjonen av fosfat og totalfosfor, før kjente mengder fosforforbindelser ble tilsatt. Ringtestprøvene ble laget i disse beholderne, og fordelt på 250 ml polyetylenflasker noen dager før utsendelse til deltagerne.

Før og under ringtestperioden ble det tatt ut fire prøveserier til kontrollanalyser ved NIVA, og resultatene av disse viser at delprøvene var stabile under hele ringtestperioden.

Forventede konsentrasjoner beregnet på grunnlag av målte bakgrunnsverdier og tilsatte stoffmengder ("sanne verdier"), samt konsentrasjonsdifferansene for hvert prøvepar ("sanne differanser") er gjengitt i tabell 1.1 og 1.2 for henholdsvis fosfat og totalfosfor. På samme sted er også gitt en oversikt over resultatene ved NIVAs kontrollanalyser.

Det er akseptabel overensstemmelse mellom de forventede "sanne verdier" og middelverdien av kontrollresultatene. Som sann verdi for prøvepar GH og IJ ble den beregnede konsentrasjon benyttet, mens medianverdien av de innsendte resultater ble benyttet som sann verdi for de øvrige prøvene.

Tabell 1.1. Fosfat ($\mu\text{g/l PO}_4\text{-P}$). Målte bakgrunnsverdier, beregnede konsentrasjoner og konsentrasjonsdifferanser, og sammendrag av NIVAs kontrollanalyser.

Prøve	Målte bakgr. verd.	Beregn. mengde tilsatt	Forvent. "sann verdi"	Sann diff.	Kontrollresultater (n=4)		
					Middelverdi	Standard avvik	Rel.stnd. avvik %
A	0,4	5,0	5,4	0,0	5,3	0,10	1,9
B	0,4	5,0	5,4		5,3	0,10	1,9
C	1,2	7,0	8,2	1,0	8,1	0,10	1,2
D	0,6	6,0	6,6		6,5	0,05	0,8
E	9,6	0	9,6	2,0	9,8	0,37	3,8
F	9,6	2,0	11,6		12,0	0,15	1,3
G	-	6,4	6,4	1,6	6,5	0,17	2,6
H	-	8,0	8,0		8,3	0,34	4,1
I	-	32,0	32,0	8,0	31,9	0,24	0,8
J	-	40,0	40,0		40,4	0,33	0,8

Tabell 1.2. Totalfosfor (µg/l TOT-P). Målte bakgrunnsverdier, beregnede konsentrasjoner og konsentrasjonsdifferanser, og sammendrag av NIVAs kontrollanalyser

Prøve	Målte bakgr. verdier	Beregn. mengde tilsatt	Forvent "sann verdi"	Sann diff.	Kontrollresultater (n = 4)		
					Middel verdi	Stand. avvik	Rel. stand. avvik
A	0,6	8,0	8,6	0,0	8,7	0,12	1,4
B	0,6	8,0	8,6		8,6	0,13	1,5
C	1,6	11,0	12,6	2,0	12,2	0,10	0,8
D	1,2	9,0	10,2		10,2	0,13	1,3
E	12,8	4,0	16,8	1,0	17,4	0,78	4,5
F	13,5	5,0	18,5		18,9	0,71	3,8
G	-	8,2	8,2	2,1	8,5	0,57	6,7
H	-	10,3	10,3		10,6	0,46	4,3
I	-	41,0	41,0	10,8	40,9	0,44	1,1
J	-	51,8	51,8		50,8	0,54	1,1

Prøveutsendelse og resultatrapportering

Prøvene ble sendt fra NIVA mandag 25. februar 1985. Tidsfristen for rapportering av analyseresultatene var satt til onsdag 13. mars 1985. Det ble sendt innbydelse til i alt 20 laboratorier, hvorav 18 returnerte analyseresultater.

TILLEGG 2: BEHANDLING AV ANALYSEDATA

Selve 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 rett-vinklet koordinatsystem. Alle resultatparene markeres i diagrammet med et symbol, f.eks. et lite kors (jfr. figur 1-10).

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 kvadrantene. I praksis derimot har korsene en tendens til å samle seg i nedre venstre og øvre høyre kvadrant og danner et karakteristisk ellipseformet mønster langs 45^0 -linjen, som angir konsentrasjonsdifferansen mellom prøvene. Dette gjenspeiler det forhold at mange 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 45^0 -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 ti

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 + 50 % forkastes. Av de gjenstående resultater beregnes middelvei (\bar{x}) og standardavvik (s). Resultatpar hvor én eller begge verdier faller utenfor $\bar{x} + 3s$ utelates. Av de resterende resultater beregnes de forskjellige statistiske variable. Tallmaterialet fra den avsluttende beregningsomgangen er gjengitt i tabellene 3.2 - 3.11. Enkelresultater 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.

TILLEGG 3 DELTAKERNES RESULTATER

Tabell 3.1.

DE ENKELTE DELTAGERES ANALYSERESULTATER:

	FO4-P MIKG/L		FO4-P MIKG/L		FO4-P MIKG/L		FO4-P MIKG/L		FO4-P MIKG/L	
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1	5.30	5.10	8.00	6.50	10.3	12.6	6.30	7.90	31.9	40.2
2	5.30	5.10	8.70	7.50	10.4	12.9	6.20	7.70	32.0	40.1
3	5.00	6.00	8.00	7.00	8.00	10.0	8.00	8.00	32.0	41.0
4	5.20	5.30	7.90	6.40	9.90	11.8	6.50	8.20	32.0	40.1
5	5.50	5.80	8.10	6.20	9.20	11.6	6.40	8.40	32.5	41.0
6	5.80	5.80	8.70	7.20	10.8	12.6	6.50	7.80	32.2	39.8
7	5.40	5.30	7.50	6.50	8.80	11.2	6.40	7.90	32.0	40.0
8	5.30	5.40	7.80	6.40	9.30	11.8	6.30	7.80	31.6	39.7
9	5.00	5.00	8.00	6.00	9.00	11.5	6.50	7.50	32.5	41.0
10	5.30	5.20	7.50	6.40	7.90	9.80	6.40	7.90	32.0	40.0
11	5.20	5.00	7.80	6.10	9.70	11.5	6.60	8.10	32.6	40.7
12	7.50	6.00	8.50	7.00			7.00	9.00	36.0	45.0
13	7.40	10.4	8.50	10.4				7.80	31.1	39.4
14	6.70	6.20	9.50	7.70	11.4	14.0	8.00	9.90	33.5	41.3
15	5.00	4.80	8.40	7.00	10.1	12.6	6.30	8.00	31.8	40.0
16	6.00	5.00	7.00	7.00			7.00	8.00	35.0	41.0
17	2.00	2.50	5.00	4.00	13.5	16.5	5.50	7.00	30.5	39.5
18	5.50	5.40	8.30	6.80	10.1	12.5	6.40	8.10	33.0	41.0

	TOT-P MIKG/L		TOT-P MIKG/L		TOT-P MIKG/L		TOT-P MIKG/L		TOT-P MIKG/L	
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1	8.70	8.40	12.7	10.2	17.8	19.0	7.90	9.80	41.1	52.1
2	8.80	8.50	13.1	10.9	18.1	19.5	8.30	10.2	42.5	52.9
3	7.00	6.00	12.0	9.00	16.0	19.0	7.00	9.00	42.0	53.0
4	11.4	11.6	15.4	13.5	20.9	22.6	8.60	10.6	42.4	53.0
5	8.60	8.90	12.3	9.50	16.8	18.3	7.00	9.00	41.1	53.7
6	9.10	9.30	12.7	10.9	17.3	18.5	8.00	10.3	40.6	50.8
7	9.00	9.70	12.8	11.0	17.0	18.7	9.20	11.4	42.6	55.0
8	8.40	8.80	12.5	9.80	16.8	18.4	7.10	9.10	35.8	50.2
9	9.50	8.50	14.0	10.5	18.0	19.5	8.50	10.0	41.5	53.5
10	6.10	6.20	9.50	7.80	14.0	15.0	7.30	9.10	41.0	52.0
11	8.40	8.10	13.2	10.8	17.7	18.9	8.40	10.5	42.0	52.2
12	9.00	7.50	9.50	8.50			8.50	10.5	42.0	53.0
13	12.5	17.0	16.3	12.5			-	10.7	43.1	53.6
14	8.50	8.90	12.0	10.0	18.3	18.7	8.70	10.4	40.9	51.1
15	7.80	7.60	11.6	9.20	16.7	18.1	7.20	9.80	40.9	49.8
16	7.00	7.00	10.0	11.0			7.00	10.0	40.0	50.0
17	5.50	10.5	8.50	7.00	20.0	22.5	11.0	13.0	49.0	64.0
18	7.80	7.40	11.0	9.40	16.7	18.0	7.00	9.00	36.0	46.0

Tabell 3.2.

STATISTIKK, FOSFAT

PRØVE A

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	2.50
ANTALL UTELATTE RES.:	2	VARIANS:	0.45
SANN VERDI:	5.30	STANDARDVVIK:	0.67
MIDDELVERDI:	5.56	RELATIVT STANDARDVVIK:	12.12 %
MEDIAN:	5.30	RELATIV FEIL:	4.95 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

17	2.00 U	:	10	5.30	:	18	5.50
3	5.00	:	8	5.30	:	6	5.80
15	5.00	:	2	5.30	:	16	6.00
9	5.00	:	1	5.30	:	14	6.70
4	5.20	:	7	5.40	:	13	7.40 U
11	5.20	:	5	5.50	:	12	7.50

U = UTELATTE RESULTATER

PRØVE B

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	1.40
ANTALL UTELATTE RES.:	2	VARIANS:	0.18
SANN VERDI:	5.30	STANDARDVVIK:	0.43
MIDDELVERDI:	5.40	RELATIVT STANDARDVVIK:	7.94 %
MEDIAN:	5.30	RELATIV FEIL:	1.89 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

17	2.50 U	:	1	5.10	:	5	5.80
15	4.80	:	10	5.20	:	6	5.80
9	5.00	:	4	5.30	:	3	6.00
16	5.00	:	7	5.30	:	12	6.00
11	5.00	:	8	5.40	:	14	6.20
2	5.10	:	18	5.40	:	13	10.4 U

U = UTELATTE RESULTATER

STATISTIKK, FOSFAT

PRØVE C

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	2.50
ANTALL UTELATTE RES.:	2	VARIANS:	0.34
SANN VERDI:	8.00	STANDARDVAVIK:	0.59
MIDDELVERDI:	8.11	RELATIVT STANDARDVAVIK:	7.23 %
MEDIAN:	8.00	RELATIV FEIL:	1.33 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

17	5.00 U	:	4	7.90	:	15	8.40
16	7.00	:	3	8.00	:	12	8.50
7	7.50	:	1	8.00	:	13	8.50 U
10	7.50	:	9	8.00	:	2	8.70
8	7.80	:	5	8.10	:	6	8.70
11	7.80	:	18	8.30	:	14	9.50

U = UTELATTE RESULTATER

STATISTIKK, FOSFAT

PRØVE D

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	1.70
ANTALL UTELATTE RES.:	2	VARIANS:	0.25
SANN VERDI:	6.65	STANDARDVAVIK:	0.50
MIDDELVERDI:	6.73	RELATIVT STANDARDVAVIK:	7.37 %
MEDIAN:	6.65	RELATIV FEIL:	1.22 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

17	4.00 U	:	4	6.40	:	3	7.00
9	6.00	:	1	6.50	:	12	7.00
11	6.10	:	7	6.50	:	6	7.20
5	6.20	:	18	6.80	:	2	7.50
10	6.40	:	15	7.00	:	14	7.70
8	6.40	:	16	7.00	:	13	10.4 U

U = UTELATTE RESULTATER

STATISTIKK, FOSFAT

PRØVE E

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	15	VARIASJONSBREDDE:	5.60
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	1.93
SANN VERDI:	9.90	STANDARDVVIK:	1.39
MIDDELVERDI:	9.89	RELATIVT STANDARDVVIK:	14.04 %
MEDIAN:	9.90	RELATIV FEIL:	-0.07 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

10	7.90	:	8	9.30	:	1	10.3
3	8.00	:	11	9.70	:	2	10.4
7	8.80	:	4	9.90	:	6	10.8
9	9.00	:	15	10.1	:	14	11.4
5	9.20	:	18	10.1	:	17	13.5

U = UTELATTE RESULTATER

STATISTIKK, FOSFAT

PRØVE F

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	15	VARIASJONSBREDDE:	6.70
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	2.57
SANN VERDI:	11.8	STANDARDVVIK:	1.60
MIDDELVERDI:	12.19	RELATIVT STANDARDVVIK:	13.16 %
MEDIAN:	11.8	RELATIV FEIL:	3.33 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

10	9.80	:	5	11.6	:	15	12.6
3	10.0	:	4	11.8	:	6	12.6
7	11.2	:	8	11.8	:	2	12.9
9	11.5	:	18	12.5	:	14	14.0
11	11.5	:	1	12.6	:	17	16.5

U = UTELATTE RESULTATER

STATISTIKK, FOSFAT

PRØVE G

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	2.50
ANTALL UTELATTE RES.:	1	VARIANS:	0.38
SANN VERDI:	6.40	STANDARDVVIK:	0.62
MIDDELVERDI:	6.61	RELATIVT STANDARDVVIK:	9.32 %
MEDIAN:	6.40	RELATIV FEIL:	3.22 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

13	-	U	:	7	6.40	:	6	6.50
17	5.50		:	5	6.40	:	11	6.60
2	6.20		:	10	6.40	:	12	7.00
8	6.30		:	18	6.40	:	16	7.00
15	6.30		:	9	6.50	:	3	8.00
1	6.30		:	4	6.50	:	14	8.00

U = UTELATTE RESULTATER

STATISTIKK, FOSFAT

PRØVE H

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	2.90
ANTALL UTELATTE RES.:	1	VARIANS:	0.39
SANN VERDI:	8.00	STANDARDVVIK:	0.62
MIDDELVERDI:	8.07	RELATIVT STANDARDVVIK:	7.71 %
MEDIAN:	8.00	RELATIV FEIL:	0.88 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

17	7.00	:	10	7.90	:	11	8.10	
9	7.50	:	7	7.90	:	18	8.10	
2	7.70	:	1	7.90	:	4	8.20	
8	7.80	:	15	8.00	:	5	8.40	
13	7.80	U	:	16	8.00	:	12	9.00
6	7.80	:	3	8.00	:	14	9.90	

U = UTELATTE RESULTATER

STATISTIKK, FOSFAT

PRØVE I

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	4.50
ANTALL UTELATTE RES.:	1	VARIANS:	0.96
SANN VERDI:	32.0	STANDARDVVIK:	0.98
MIDDELVERDI:	32.25	RELATIVT STANDARDVVIK:	3.04 %
MEDIAN:	32.0	RELATIV FEIL:	0.77 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

17	30.5	:	10	32.0	:	5	32.5
13	31.1	:	4	32.0	:	11	32.6
8	31.6	:	3	32.0	:	18	33.0
15	31.8	:	2	32.0	:	14	33.5
1	31.9	:	6	32.2	:	16	35.0
7	32.0	:	9	32.5	:	12	36.0 U

U = UTELATTE RESULTATER

STATISTIKK, FOSFAT

PRØVE J

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	1.90
ANTALL UTELATTE RES.:	1	VARIANS:	0.38
SANN VERDI:	40.0	STANDARDVVIK:	0.61
MIDDELVERDI:	40.34	RELATIVT STANDARDVVIK:	1.52 %
MEDIAN:	40.1	RELATIV FEIL:	0.85 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

13	39.4	:	10	40.0	:	3	41.0
17	39.5	:	4	40.1	:	16	41.0
8	39.7	:	2	40.1	:	5	41.0
6	39.8	:	1	40.2	:	18	41.0
7	40.0	:	11	40.7	:	14	41.3
15	40.0	:	9	41.0	:	12	45.0 U

U = UTELATTE RESULTATER

Tabell 3.3.

STATISTIKK, TOTALFOSFOR

PRØVE A

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	5.90
ANTALL UTELATTE RES.:	1	VARIANS:	1.86
SANN VERDI:	8.50	STANDARDVVIK:	1.36
MIDDELVERDI:	8.27	RELATIVT STANDARDVVIK:	16.49 %
MEDIAN:	8.50	RELATIV FEIL:	-2.7 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

17	5.50	:	8	8.40	:	12	9.00
10	6.10	:	11	8.40	:	7	9.00
16	7.00	:	14	8.50	:	6	9.10
3	7.00	:	5	8.60	:	9	9.50
15	7.80	:	1	8.70	:	4	11.4
18	7.80	:	2	8.80	:	13	12.5 U

U = UTELATTE RESULTATER

STATISTIKK, TOTALFOSFOR

PRØVE B

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	5.60
ANTALL UTELATTE RES.:	1	VARIANS:	2.06
SANN VERDI:	8.50	STANDARDVVIK:	1.43
MIDDELVERDI:	8.41	RELATIVT STANDARDVVIK:	17.07 %
MEDIAN:	8.50	RELATIV FEIL:	-1.11 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

3	6.00	:	11	8.10	:	5	8.90
10	6.20	:	1	8.40	:	6	9.30
16	7.00	:	2	8.50	:	7	9.70
18	7.40	:	9	8.50	:	17	10.5
12	7.50	:	8	8.80	:	4	11.6
15	7.60	:	14	8.90	:	13	17.0 U

U = UTELATTE RESULTATER

STATISTIKK, TOTALFOSFOR

PRØVE C

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDE:	7.80
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	4.00
SANN VERDI:	12.4	STANDARDVVIK:	2.00
MIDDELVERDI:	12.17	RELATIVT STANDARDVVIK:	16.44 %
MEDIAN:	12.4	RELATIV FEIL:	-1.84 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

17	8.50	:	3	12.0	:	7	12.8
12	9.50	:	14	12.0	:	2	13.1
10	9.50	:	5	12.3	:	11	13.2
16	10.0	:	8	12.5	:	9	14.0
18	11.0	:	1	12.7	:	4	15.4
15	11.6	:	6	12.7	:	13	16.3

U = UTELATTE RESULTATER

STATISTIKK, TOTALFOSFOR

PRØVE D

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDE:	6.50
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	2.43
SANN VERDI:	10.1	STANDARDVVIK:	1.56
MIDDELVERDI:	10.08	RELATIVT STANDARDVVIK:	15.46 %
MEDIAN:	10.1	RELATIV FEIL:	-0.17 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

17	7.00	:	5	9.50	:	6	10.9
10	7.80	:	8	9.80	:	2	10.9
12	8.50	:	14	10.0	:	7	11.0
3	9.00	:	1	10.2	:	16	11.0
15	9.20	:	9	10.5	:	13	12.5
18	9.40	:	11	10.8	:	4	13.5

U = UTELATTE RESULTATER

STATISTIKK, TOTALFOSFOR

PRØVE E

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	15	VARIASJONSBREDDE:	6.90
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	2.59
SANN VERDI:	17.3	STANDARDVVIK:	1.61
MIDDELVERDI:	17.47	RELATIVT STANDARDVVIK:	9.21 %
MEDIAN:	17.3	RELATIV FEIL:	1.00 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

10	14.0	:	5	16.8	:	9	18.0
3	16.0	:	7	17.0	:	2	18.1
15	16.7	:	6	17.3	:	14	18.3
18	16.7	:	11	17.7	:	17	20.0
8	16.8	:	1	17.8	:	4	20.9

U = UTELATTE RESULTATER

STATISTIKK, TOTALFOSFOR

PRØVE F

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	15	VARIASJONSBREDDE:	7.60
ANTALL UTELATTE RES.:	0	VARIANS:	3.20
SANN VERDI:	18.7	STANDARDVVIK:	1.79
MIDDELVERDI:	18.98	RELATIVT STANDARDVVIK:	9.43 %
MEDIAN:	18.7	RELATIV FEIL:	1.50 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

10	15.0	:	6	18.5	:	3	19.0
18	18.0	:	7	18.7	:	9	19.5
15	18.1	:	14	18.7	:	2	19.5
5	18.3	:	11	18.9	:	17	22.5
8	18.4	:	1	19.0	:	4	22.6

U = UTELATTE RESULTATER

STATISTIKK, TOTALFOSFOR

PRØVE G

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	4.00
ANTALL UTELATTE RES.:	1	VARIANS:	1.12
SANN VERDI:	8.20	STANDARDVVIK:	1.06
MIDDELVERDI:	8.04	RELATIVT STANDARDVVIK:	13.18 %
MEDIAN:	8.00	RELATIV FEIL:	-1.94 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

13	-	U	:	15	7.20	:	9	8.50
3	7.00		:	10	7.30	:	12	8.50
5	7.00		:	1	7.90	:	4	8.60
16	7.00		:	6	8.00	:	14	8.70
18	7.00		:	2	8.30	:	7	9.20
8	7.10		:	11	8.40	:	17	11.0

U = UTELATTE RESULTATER

STATISTIKK, TOTALFOSFOR

PRØVE H

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDDE:	4.00
ANTALL UTELATTE RES.:	1	VARIANS:	1.04
SANN VERDI:	10.3	STANDARDVVIK:	1.02
MIDDELVERDI:	10.1	RELATIVT STANDARDVVIK:	10.1 %
MEDIAN:	10.0	RELATIV FEIL:	-1.94 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

5	9.00	:	1	9.80	:	11	10.5
3	9.00	:	16	10.0	:	12	10.5
18	9.00	:	9	10.0	:	4	10.6
10	9.10	:	2	10.2	:	13	10.7 U
8	9.10	:	6	10.3	:	7	11.4
15	9.80	:	14	10.4	:	17	13.0

U = UTELATTE RESULTATER

STATISTIKK, TOTALFOSFOR

PRØVE I

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDE:	7.30
ANTALL UTELAITE RES.:	1	VARIANS:	4.22
SANN VERDI:	41.0	STANDARDVVIK:	2.05
MIDDELVERDI:	40.91	RELATIVT STANDARDVVIK:	5.02 %
MEDIAN:	41.1	RELATIV FEIL:	-0.22 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

8	35.8	:	10	41.0	:	3	42.0
18	36.0	:	1	41.1	:	4	42.4
16	40.0	:	5	41.1	:	2	42.5
6	40.6	:	9	41.5	:	7	42.6
14	40.9	:	11	42.0	:	13	43.1
15	40.9	:	12	42.0	:	17	49.0 U

U = UTELAITE RESULTATER

STATISTIKK, TOTALFOSFOR

PRØVE J

ANALYSEMETODE: ALLE METODER

ENHET: MIKROGRAM/LITER

ANTALL DELTAGERE:	18	VARIASJONSBREDE:	9.00
ANTALL UTELAITE RES.:	1	VARIANS:	4.41
SANN VERDI:	51.8	STANDARDVVIK:	2.10
MIDDELVERDI:	51.88	RELATIVT STANDARDVVIK:	4.05 %
MEDIAN:	52.2	RELATIV FEIL:	0.15 %

ANALYSERESULTATER I STIGENDE REKKEFØLGE:

18	46.0	:	10	52.0	:	4	53.0
15	49.8	:	1	52.1	:	9	53.5
16	50.0	:	11	52.2	:	13	53.6
8	50.2	:	2	52.9	:	5	53.7
6	50.8	:	3	53.0	:	7	55.0
14	51.1	:	12	53.0	:	17	64.0 U

U = UTELAITE RESULTATER