

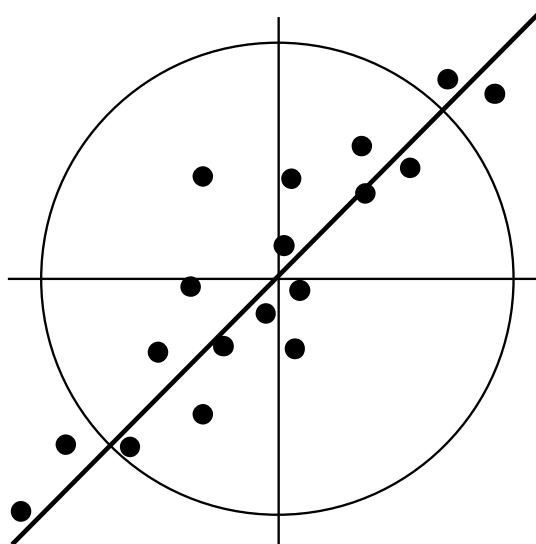


RAPPORT LNR 5201-2006

Sammenlignende laboratorieprøving (SLP)

Bestemmelse av PAH og PCB i
vann

PAHPCB-02



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

Midt-Norge

Postboks 1264 Pirsenteret
7462 Trondheim
Telefon (47) 73 87 10 34 / 44
Telefax (47) 73 87 10 10

Tittel SAMMENLIGNENDE LABORATORIEPRØVNINGER (SLP) – BESTEMMELSE AV PAH OG PCB I VANN PAHPCB-02	Løpenr. (for bestilling) 5201-2006	Dato 2006-04-27
	Prosjektnr. Undernr. O-92017	Sider Pris 74
Forfatter(e) Håvard Hovind	Fagområde Analytisk kjemi	Distribusjon
	Geografisk område Norge	Trykket NIVA

Oppdragsgiver(e) NIVA	Oppdragsreferanse
--------------------------	-------------------

Sammendrag: Under en sammenlignende laboratorieprøving gjennomført i januar - mars 2006 bestemte 11 laboratorier 16 PAH-forbindelser og 7 PCB-forbindelser i vann. Prøvene ble laget ved å tilsette kjente stoffmengder til naturlig springvann etter at dette var filtrert gjennom membranfilter med porevidde 0,45 µm. 63 % av resultatene i prøvepar AB ble vurdert som akseptable når man benyttet en generell akseptansegrense på ± 30 %. Bare 32 % av PAH-resultatene og 68 % av PCB-resultatene var akseptable i prøve C som inneholder partikulært materiale. Resultatene for PCB var gjennomgående bedre enn for PAH. De svakeste resultatene ble observert for enkelte PAH-forbindelser med 36 % akseptable resultater. Det er åpenbart langt større problemer knyttet til analyse av prøver med partikulært bundet PAH og PCB enn i rene vannprøver.

Fire norske emneord	Fire engelske emneord
1. Vannanalyse	1. Water analysis
2. Sammenlignende laboratorieprøving	2. Interlaboratory test comparison
3. Bestemmelse av PAH og PCB	3. Determination of PAH and PCB
4. Akkreditering	4. Accreditation


Håvard Hovind
Prosjektleder


Torgunn Sætre
Seksjonsleder


Jarle Nygard
Ansvarlig

Sammenlignende laboratorieprøvninger (SLP) –
Bestemmelse av PAH og PCB i vann

PAHPCB-02

Forord

Ansvar for gjennomføring av en nasjonal akkrediteringsordning for laboratorier er tillagt Norsk Akkreditering (NA), som nå er en selvstendig etat direkte underlagt Nærings- og handelsdepartementet. Ved akkreditering etter standarden NS-EN ISO 17025, står kravet til sporbarhet av målingene sentralt. For analyselaboratorier innebærer dette at nøyaktigheten av resultatene må dokumenteres blant annet gjennom deltagelse i sammenlignende laboratorieprøvinger, i det følgende betegnet slp.

Slp for vannanalyselaboratorier har vært gjennomført regelmessig av Norsk institutt for vannforskning (NIVA) siden 1973. For å kunne dekke hele spektret av vanntyper, analysevariabler og konsentrasjonsnivåer er det behov for et bredt slp-tilbud. Fra 1989 organiserer NIVA to slp'er pr. år, knyttet til den løpende kontroll med industriutslipp som blir foretatt av Statens forurensningstilsyn (SFT). I 1992 etablerte NIVA egne slp'er for vassdragsanalyse, spesielt med tanke på laboratorier som deltar i forurensningsovervåking. Fra og med 2004 er denne utvidet med seks nye analysevariable slik at slp'en også dekker drikkevannsanalyser.

For bestemmelse av PAH og PCB i vann har det vært vanskelig å finne sertifiserte materialer som kunne brukes til å tilfredsstille sporbarhetskravet, og det går dessuten svært lang tid mellom hver gang en slik slp blir organisert internasjonalt. Som et ledd i prosessen med å finne et egnet opplegg for kontroll av disse analysevariablene, ble det gjennomført en ny slp for disse to stoffgruppene i 2006.

Slp'ene er åpne for alle interesserte og finansieres i sin helhet av de deltagende laboratorier. Deltageravgiften er for tiden kr. 4 000 pr. slp, uavhengig av hvilke eller hvor mange analyser laboratoriene velger å utføre.

Oslo, 27. april 2006

Håvard Hovind

Innhold

Sammendrag	5
1. Organisering og gjennomføring	6
2. Resultater	9
3. Evaluering	45
3.1 Generelt	45
3.1. PAH	46
2.2. PCB	46
4. Konklusjon	47
5. Litteratur	52
Vedlegg A. Youdens metode	54
Enkeltprøve	55
Vedlegg B. Deltakere	56
Vedlegg C. Analyseresultater og statistikk	57
Vedlegg D. Statistikk for prøve C	73
Vedlegg E. Analyse av spikeløsning	74

Sammendrag

Denne andre slp for analyse av PAH og PCB i ferskvann, betegnet som PAHPCB 02, ble arrangert i januar - mars 2006 med 11 deltagere. Slp'en omfattet analyse av ett prøvesett som besto av to prøver, laget ved å tilsette kjente stoffmengder til naturlig springvann som på forhånd var filtrert gjennom membranfilter med porevidde 0,45 μm . I programmet inngikk 25 analysevariabler: 16 PAH-forbindelser og 7 PCB-forbindelser, samt summen av PAH og summen av PCB. Dessuten var det av interesse å se hvordan partikler påvirker analysekvaliteten, det ble derfor også tatt med en prøve som besto av en oppslemming av et finpulverisert sertifisert materiale i vann.

Ved evaluering av slp'en settes "sann" verdi lik medianen av deltagerens resultater etter at eventuelle sterkt avvikende resultater er utelatt. Akseptansegrensen ble i utgangspunktet fastlagt til $\pm 30\%$ av midlere sann verdi for de to prøvene som danner et par. Resultatene for prøvesett AB ble framstilt grafisk i et Youdendiagram (figur 1 - 25), hvor det er avsatt en sirkel med akseptansegrensen som radius. De verdier som ligger innenfor sirkelen har totalfeil (*Vedlegg A*) mindre enn grensen og regnes som akseptable, mens de som ligger utenfor denne grensen er her angitt som ikke akseptable. Hver enkelt deltaker må under evalueringen av sine resultater selv vurdere hvilke grenser som anses for å være akseptable ved laboratoriet.

Resultatene for den partikkelholdige prøven C ble avsatt i et diagram som funksjon av laboratoriets nummer (figur 26 – 50). Medianverdien er lagt inn som en egen linje i dette diagrammet, og de resultater som ligger innenfor $\pm 30\%$ fra denne linjen regnes som akseptable i denne rapporten.

Ialt er 63 % av deltagerens resultater for prøvepar AB ved slp'en PAHPCB-02 bedømt som akseptable, en andel som er ganske lav. Bare 32 % av PAH-resultatene og 68 % av PCB-resultatene var akseptable i prøve C som inneholder partikulært materiale. Resultatene for PCB var gjennomgående bedre enn for PAH. De svakeste resultatene ble observert for enkelte PAH-forbindelser med 36 % akseptable resultater. Det er åpenbart langt større problemer knyttet til analyse av prøver med partikulært bundet PAH og PCB enn i rene vannprøver.

Grove systematiske eller tilfeldige avvik preger resultatene fra enkelte laboratorier. En mulig årsak kan være mangelfull validering av metodene før disse er tatt i rutinemessig bruk. Det er viktig at alle ledd i analysekjeden må kvalitetssikres for å oppnå pålitelige data. Ved instrumentelle analyser, er systematiske avvik særlig fremtredende. I slike tilfeller bør feilsøkingen ha som mål å klarlegge om feilen er konstant og/eller konsentrasjonsavhengig for derved å få en indikasjon på årsaken (*Vedlegg A*). Resultatenes nøyaktighet kontrolleres hvis mulig med standard referansematerialer (SRM), alternativt ved reanalyse av prøver fra slp'er som laboratoriet tidligere har deltatt i.

1. Organisering og gjennomføring

De sammenlignende laboratorieprøvningene blir i utgangspunktet organisert etter en metode der deltagerne analyserer prøver 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-1*.

Denne gangen var det ønske om å teste effekten av partikler på bestemmelsen, og derfor ble det laget en egen prøve C som besto av en suspensjon av et finknust sertifisert referansemateriale i springvann. Det ble veid inn en egen porsjon referansemateriale til hver enkelt prøveflaske som ble sendt til deltakerne, slik at sann verdi i prinsippet kan variere litt fra en flaske til en annen, men det er allikevel svært små forskjeller mellom flaskene, og variasjonen er godt under fem prosent.. For denne prøven ble resultatet plottet i et diagram som funksjon av laboratoriets nummer. Dette er nærmere omtalt i *Vedlegg A-2*.

Denne slp'en omfatter bestemmelse av 16 PAH-forbindelser og 7 PCB-forbindelser i ferskvann, samt summen av hver av disse stoffgruppene. Som utgangspunkt for framstilling av prøvene ble det benyttet springvann. 50 liter springvann ble filtrert gjennom 0,45 µm membranfilter og lagret på polyetylen plastbeholdere inntil prøvene kunne framstilles. 1 liters brune medisinflasker av glass ble som avslutning på rengjøringen glødet ved 550 °C over natten, og korkene til disse inneholdt en teflonbelagt pakning.

Flaskene ble påfylt 900 ml av det filtrerte vannet, og tilsatt kjente mengder av 16 PAH-forbindelser og 7 PCB-forbindelser slik at det ble to sett prøver med noe ulike konsentrasjon. Vanligvis anbefaler man at prøveflaskene fylles helt fulle med prøvevann når de skal analyseres med hensyn på PAH og PCB, men her ble det valgt å sette av noe plass slik at man kunne ekstrahere hele prøven direkte i flasken, selv om dette kan tenkes å representere en viss risiko for tap av flyktige forbindelser.

Ved tillaging av prøvene A og B ble det tilsatt kjente mengder PAH og PCB. Til dette ble det benyttet to sertifiserte referansematerialer, NPD Cocktail fra Chiron med konsentrasjon 1000 µg/ml av de enkelte PAH-forbindelsene og SRM 2262 NIST med nominell konsentrasjon 2 µg/ml av de enkelte PCB-forbindelsene. Det ble laget en første fortykning av NPD Cocktailen ved å fortynne 100 µl i 10 ml toluen. Deretter ble det laget en arbeidsløsning ved å ta ut 0,5 ml av fortykningen, samt 0,75 ml av SRM 2262 i 10 ml etanol. Prøve A ble laget ved å tilsette 100 µl av denne arbeidsløsningen til 900 ml filtrert springvann, mens prøve B ble tilsatt 200 µl til 900 ml vann.

Til prøve C ble det også benyttet 900 ml filtrert springvann. Til hver av flaskene ble det tilsatt en innveid mengde på 20 mg av SRM 1944 fra NIST. Mengden varierte mindre enn $\pm 3\%$ fra 20 mg i de enkelte prøvene. Etersom konsentrasjonen av PCB i dette referansematerialet er meget lavt, ble det til hver prøve også tilsatt 200 µl av arbeidsløsning som besto av 0,75 ml SRM 2262 i 10 ml etanol.

Den beregnede konsentrasjon av hver enkelt forbindelse i alle tre prøvene er gjengitt i tabell 5.

Forts. side 9

Tabell 1. Statistisk sammendrag av deltakernes innsendte resultater for prøvepar AB

Analysevariable og metoder	Prøve- par	Medianverdi		Antall labor		Median		Middel/Std.av.		Middel/Std.av.		Rel. std.avv., %		Rel. feil, %	
		A	B	Ialt	Utelatt	A	B	Prøve 1	Prøve 2	A	B	A	B		
A. PAH - polyaromatiske hydrokarboner															
Naftalen, ng/l	AB	58,0	104,0	11	2	58,0	104,0	55,3	9,7	96,6	18,4	17,5	19,1	-4,7	-7,1
Acenaftylen, ng/l	AB	50,5	101,5	11	1	50,5	101,5	51,8	9,9	99,3	15,1	19,1	15,2	2,6	-2,1
Acenaften, ng/l	AB	53,0	100,0	11	0	53,0	100,0	54,2	6,4	104,7	10,6	11,9	10,2	2,2	4,7
Fluoren, ng/l	AB	51,0	105,5	11	1	51,0	105,5	52,2	6,7	109,5	15,1	12,9	13,8	2,3	3,8
Fenantren, ng/l	AB	54,5	110,0	11	1	54,5	110,0	54,9	10,3	106,2	16,2	18,7	15,3	0,8	-3,5
Antracen, ng/l	AB	41,0	86,0	11	2	41,0	86,0	42,4	9,0	87,5	16,6	21,2	19,0	3,4	1,7
Fluoranten, ng/l	AB	52,5	107,5	11	1	52,5	107,5	54,0	9,2	105,3	14,3	17,0	13,6	2,9	-2,1
Pyren, ng/l	AB	49,5	103,5	11	1	49,5	103,5	50,4	11,2	100,3	19,0	22,3	19,0	1,9	-3,1
Benz(a)antracen, ng/l	AB	46,5	94,2	11	1	46,5	94,2	47,7	8,4	92,4	18,1	17,6	19,6	2,6	-1,8
Krysen, ng/l	AB	51,4	101,5	11	1	51,4	101,5	51,0	10,7	100,5	14,8	21,0	14,7	-0,7	-0,9
Benzo(b,j)fluoranten, ng/l	AB	42,0	81,0	9	1	42,0	81,0	43,5	9,8	87,2	22,8	22,6	26,1	3,7	7,6
Benzo(k)fluoranten, ng/l	AB	42,5	92,0	9	1	42,5	92,0	43,5	10,4	87,6	21,7	24,0	24,7	2,4	-4,8
Benzo(a)pyren, ng/l	AB	33,0	67,0	11	4	29,0	62,0	30,6	9,1	60,8	12,7	29,9	20,9	-7,4	-9,3
Indeno(1,2,3cd)pyren, ng/l	AB	45,0	85,0	11	1	45,0	85,0	44,4	14,8	84,3	23,5	33,3	27,8	-1,2	-0,9
Dibenzo(a,c/a,h)antracen, ng/l	AB	51,0	92,0	11	4	51,0	92,0	49,6	14,2	90,3	20,2	28,6	22,4	-2,8	-1,9
Benzo(ghi)perylen, ng/l	AB	52,0	93,0	11	3	52,0	93,0	47,2	12,2	92,8	19,3	25,9	20,9	-9,3	-0,3
SUMPAH16, ng/l	AB	801,0	1556,0	11	1	801,0	1556,0	785,1	113,2	1443,7	260,6	14,4	18,0	-2,0	-7,2
B. PCB - polyklorerte bifenyler															
CB28, ng/l	AB	17,0	31,0	8	0	17,0	31,0	17,7	3,4	31,5	4,1	19,1	12,9	4,3	1,7
CB52, ng/l	AB	14,0	27,0	8	1	14,0	27,0	14,7	3,7	27,1	5,6	25,4	20,8	4,7	0,5
CB101, ng/l	AB	15,0	27,0	8	1	15,0	27,0	14,8	1,7	28,1	3,3	11,2	11,8	-1,3	4,2
CB118, ng/l	AB	15,0	28,0	7	0	15,0	28,0	16,1	3,1	30,9	6,7	19,5	21,5	7,4	10,4
CB138, ng/l	AB	14,5	28,0	8	0	14,5	28,0	15,0	2,9	28,1	6,0	19,6	21,3	3,5	0,2
CB153, ng/l	AB	14,0	26,0	8	1	14,0	26,0	14,7	2,7	27,7	4,9	18,5	17,7	4,8	6,5
CB180, ng/l	AB	15,0	27,0	8	1	15,0	27,0	15,5	2,9	28,7	5,4	18,9	18,8	3,5	6,3
SUMPCB7, ng/l	AB	106,0	194,0	8	0	106,0	194,0	110,8	23,0	205,5	38,9	20,8	18,9	4,5	5,9

Tabell 2. Informasjon om metodene som ble brukt ved laboratoriene.

Lab. Nr.	Ekstraksjon	Ekstr. i flasken ?	Oppkons.	Rensing	Indre std	
1	V/v med diklormetan	Nei	Dampet inn til 1 ml	Ingen	4 deutererte PAH	GC-MS, 70 eV, SIM-mode, 60 m x 0,25 mm, 0,25 mm film, pulsed splitless, 300 °C
3	V/v med diklormetan, 50 ml + 25 ml + 50 ml	Ja	Dampet inn til 1 ml	Ingen	5 deutererte PAH PCB52 og PCB138	PAH: Agilent 6890-GC, 5973-MSD, SIM-mode, 1 µl splitless, 30 m x 0,25 mm, 0,25 mm film, PCB: Agilent 5890 HC, 5971-MSD, SIM-mode, 2 µl splitless, 50 m x 0,25 mm, 0,40 mm film
4	V/v med diklormetan, en gang	Ja	Zymark, til 1 ml så 200 µl	GPC kunC H ₂ SO ₄ PCB	6 deutererte PAH og 2 PCB	PAH: GC-MSD, DB-5, 30 m x 0,25 mm, 0,25 µm PCB: GC-ECD, DB-5, 60 m x 0,25 mm, 0,25 µm
5	V/v med diklormetan	Ja	Ja	Ingen	5 deutererte PAH	Høyt oppløselig GC-MS
6	V/v med diklormetan, 3x60 ml	Nei	Tørket, deretter Turbovap	Ingen	7 deutererte PAH, PCB53	PAH: GC-MSD, 25 m HP-5 kolonne PCB: GC-ECD, 60 m HP-5 kolonne
7	V/v med n-hexan, 40 ml, to timer	Ja	Tørket, dampet til 3-4 ml, så 0,5 ml	Bond Elut Silica	5 deutererte PAH PCB53	PAH: GC-MS, 60 m x 0,25 mm, 320 °C PCB: GC-ECD, 50 m x 0,25 mm, 300 °C
8	V/v med cyclohexan, 25ml for PAH, PCB, dietyleter/hexan	Nei, delt i to	PAH → 1 ml PCB → 2 ml	PAH ingen PCB 2-propanol	4 deutererte PAH PCB53	PAH: GC-MS, 280 °C PCB: GC-ECD, 250 °C
9	V/v med cyclohexan	Ja	Turbovap → 0,5 ml	Ingen	9 deutererte PAH	GC-MS, SIM-mode, 300°C
10	V/v med diklormetan	Nei	Dampet inn til 10 ml	Ingen	2 deutererte PAH	GC-MSD, 320 °C
11	V/v med cyclohexan	Ja	→ 100 µl	Si sep.pak	5 deutererte PAH C13	GC-MS
12	Fast fase med etylacetat: acetone	Ja	→ 100 µl	Ingen	5 deutererte PAH C13, PCB101	GC-MS

9. desember 2005 ble det sendt ut en innbydelse til norske laboratorier om å delta i denne sammenlignende laboratorieprøvingen for bestemmelse av PAH og PCB i vann, og i alt 11 laboratorier ga beskjed om at de ville delta, men ett av disse trakk seg noe senere på grunn av tekniske problemer. Til gjengjeld sendte en av deltakerne inn resultater for to ulike metoder, og begge disse resultatsettene er tatt med under behandlingen av resultatene. 8 laboratorier ville delta med bestemmelse av begge stoffgruppene, og tre laboratorier ville bare bestemme PAH. Prøvene ble sendt til deltakerne 19. januar 2006, med svarfrist 3. mars 2006. En foreløpig sammenstilling av oppnådde resultater ved slp'en ble sendt deltagerne 30. mars 2006, slik at laboratorier med avvikende verdier kunne komme i gang med nødvendig feilsøking.

Vedlegg B inneholder en alfabetisk liste over deltagerne ved denne laboratorieprøvingen.

Deltagernes analyseresultater og statistiske data er samlet i *Vedlegg C* for prøvepar AB, og i *Vedlegg D* for prøve C.

Ved tillaging av prøvene ble tre paralleller av spikeløsningene analysert, se *Vedlegg E*, som viser resultatene fra analyser ved NIVAs eget laboratorium. Disse analysene ble utført for å få en indikasjon på om løsningene lå på antatt konsentrasjonsnivå, og om forholdet mellom konsentrasjonene mellom de ulike forbindelsene var som forventet i forhold til de sertifiserte verdiene. Resultatene ble ikke benyttet ved den statistiske behandling av resultatene fra laboratoriene. Analysene viser et betydelig avvik for antracen (- 24 %), benzo(a)pyren (- 31 %) og dibenz(ac+ah)antracen (- 31 %). Avviket for de øvrige forbindelsene varierte innenfor ± 20 % av teoretisk verdi.

2. Resultater

Analyseresultatene fra de deltakende laboratorier i PAHPCB 02 er framstilt grafisk for prøvepar AB i figurene 1 – 25. Den enkelte deltaker er representert med en liten sirkel, merket med tilhørende identitetsnummer. Hvis avviket fra sann verdi er vesentlig større enn feilgrensen, vil den lille sirkelen ofte ikke komme med i diagrammet.

For prøve C er resultatene framstilt grafisk i figurene 26 – 50. Her er laboratoriets resultat plottet som funksjon av identifikasjonsnummeret til laboratoriet. I disse figurene er medianen lagt inn som en midtlinje, og avstanden mellom denne og laboratoriets resultat gir et uttrykk for målefeilen. Også her vil sterkt avvikende resultater kunne ligge utenfor figurens område.

Et statistisk sammendrag av resultatene for prøvepar AB, listet etter analysevariabel, finnes i tabell 1. For prøve C er de enkelte resultater angitt sammen med sentrale statistiske størrelser i tabell D 1 i *Vedlegg D*. I tabell 2 er gjengitt noe informasjon om de metodene laboratoriene benyttet ved bestemmelsene.

I *Vedlegg B* er det gitt en alfabetisk oversikt over deltakerne ved slp PAHPCB 02. Det var i alt 10 laboratorier som deltok denne gangen. Ett laboratorium sendte inn resultater for to ulike metoder, og begge disse resultatsettene er tatt med i den statistiske behandlingen.

Deltakernes resultater ordnet etter stigende identitetsnummer framgår av tabell C1 i vedlegget, mens statistisk materiale for hver enkelt variabel er samlet i tabell C2 for prøve A og B, og i tabell D 1 for prøve C.

Flaskene med prøvene var ikke fylt helt fulle, og dette ble gjort for at deltakerne skulle få så like forhold som mulig, ved at de kunne ekstrahere prøvene direkte på de tilsendte flasker. Alternativet ville være å sende ut en ampulle med konsentrat og en flaske med vann som konsentratet skulle blandes med, men dette vil avvike for mye fra hvordan man håndterer rutineprøvene på laboratoriet. Laboratoriene ble derfor bedt om å tilsette ekstraksjonsmiddel og intern standard ved mottak av prøvene. Når prøveflaskene ikke er fylt helt fulle kan man risikere tap av flyktige forbindelser når flasken åpnes. Sannsynligvis representerer ikke dette noe stort problem her, da flaskene åpnes forholdsvis kort tid for påfylling av løsemiddel til ekstraksjonen, samt eventuell tilsetning av indre standard.

Fire av laboratoriene ekstraherte ikke direkte i prøveflasken, men løsningen ble overført til et annet kar før ekstraksjonen. Således har laboratorium nr. 6 et dominerende antall av sine resultater i nedre venstre kvadrant for prøvepar AB, både for PAH og PCB. For prøve C der PAH er bundet i partikulært materiale ble flere av resultatene for dette laboratoriet systematisk høye, mens de gjennomgående var for lave for PCB. Dette kan forklares ved at PCB også i prøve C forelå i løst form, mens PAH var partikulært bundet. Konsentrasjonen av PCB i det sertifiserte materiale som ble benyttet ved tillaging av prøvene var meget lav, slik at prøven ble spiket med løst PCB. Løste organiske forbindelser kan adsorberes til veggene i prøvebeholderen, slik at overføring til en annen beholder før ekstraksjon kan føre til tap av mange forbindelser, mens dette ikke er et tilsvarende problem når forbindelsene foreligger bundet i partikler.

Laboratorium nr. 8 ekstraherte heller ikke direkte i prøvebeholderen, også her er resultatene i hovedsak for lave, både for prøvepar AB og prøve C. Tilsvarende resultater ble **ikke** observert for laboratorium nr. 1, som i hovedsak lå øvre høyre kvadrant med systematisk høye resultater. Dette gjelder også prøve C hvor laboratoriets resultater var blant de høyeste. Her er det andre feilkilder som også må antas å være medvirkende til de høye resultatene.

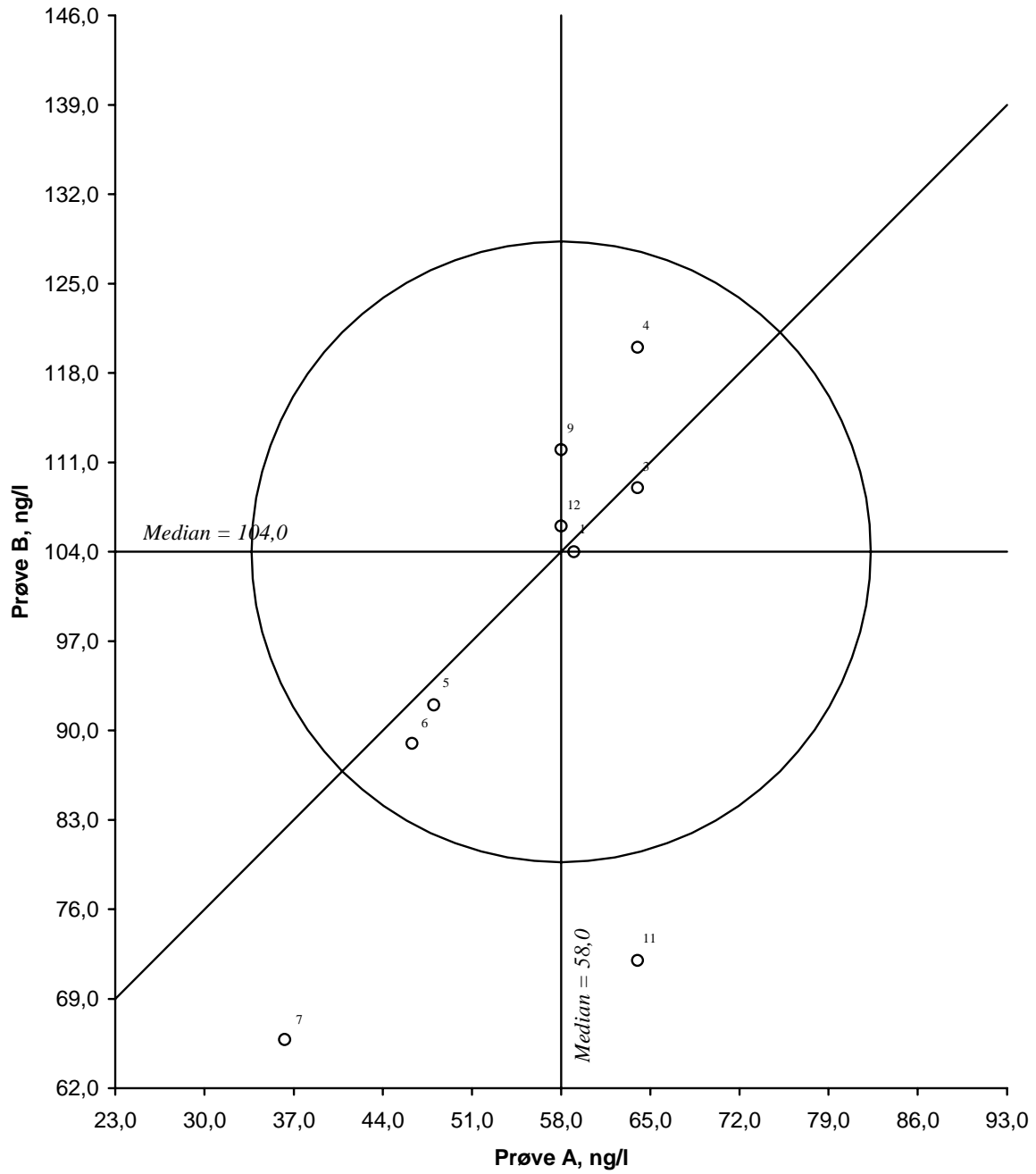
Laboratorium nr. 10 rapporterte til dels svært høye resultater for en del "lette" PAH-forbindelser, mens resultatene var systematisk lave for de "tyngre" forbindelsene. Det er derfor ingen entydighet i avvikene for de fire laboratoriene som overførte prøven til en annen beholder før ekstraksjon. Det kan være andre sider ved forbehandlingen som også vil ha dominerende effekt på eventuelle avvik.

Laboratorium nr. 4 benyttet GPC til rensing av ekstraktet for prøve C, og rapporterte jevnt over noe høyere resultater enn de "sanne" verdier. For prøvepar AB var resultatene for PAH relativt nær medianverdien mens de var jevnt over høyere for prøve C. For prøve PCB var bildet motsatt, resultatene lå relativt nær medianverdien i prøve C, mens resultatene var høyere i prøvepar AB.

De fleste laboratoriene benyttet diklormetan ved ekstraksjonen, mens to laboratorier benyttet cyclohexan. Laboratorium nr. 8 overførte prøven før ekstraksjon, og er omtalt ovenfor. Laboratorium nr. 9 bestemte bare PAH, og har jevnt over meget gode resultater, både for prøvepar AB og for prøve C. Laboratorium nr. 7 foretok ekstraksjonen med n-hexan, og har jevnt over lave resultater, unntatt for PCB i prøve C hvor resultatene er noe høyere, men stort sett akseptable. Etter at de statistiske beregninger var avsluttet, ble det opplyst fra laboratoriet at resultatene skal være ca. 10 % høyere, ettersom beregningene var gjort som om det var 1000 ml prøveløsning som ble ekstrahert.

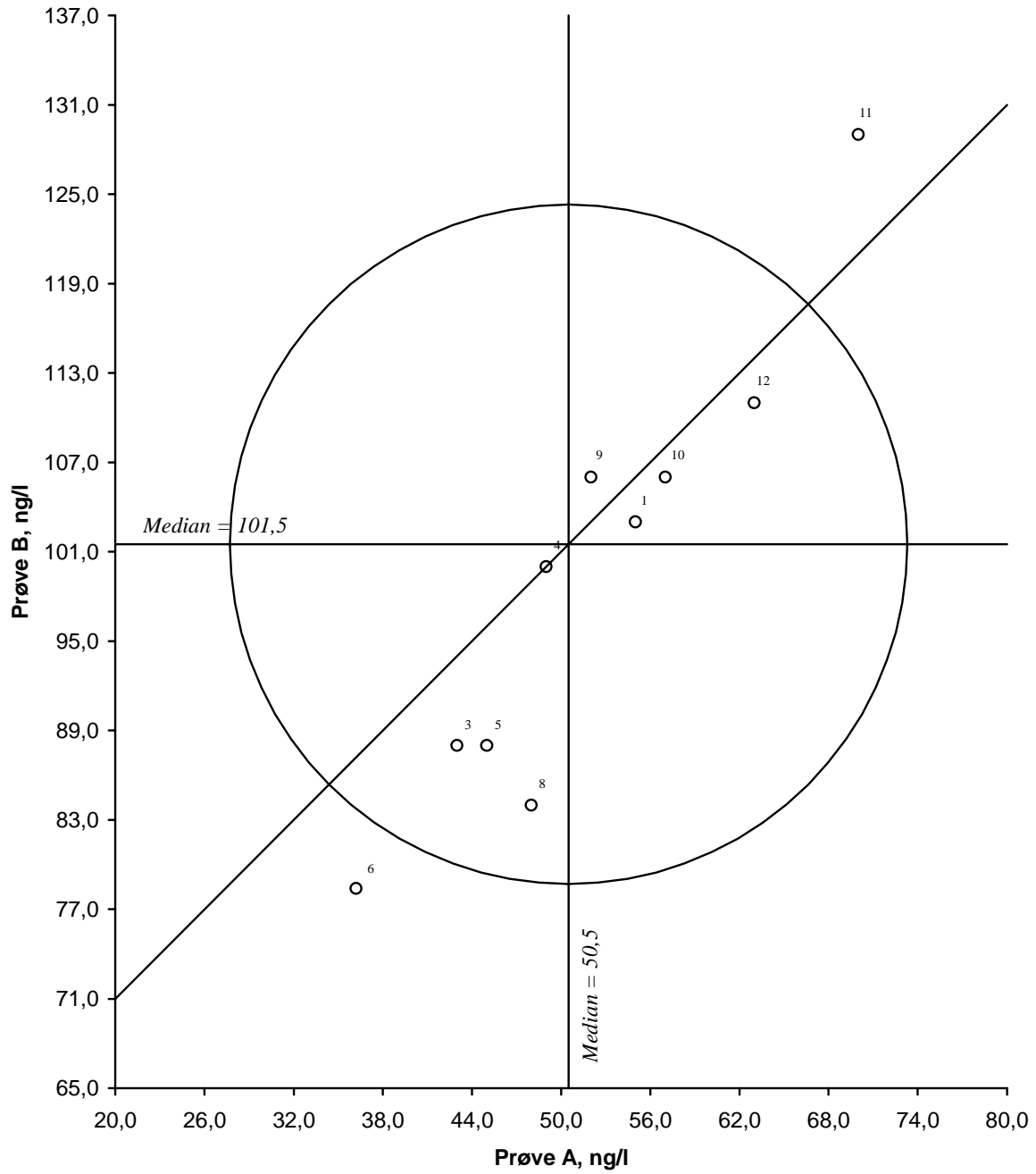
Forts. side 45

Naftalen



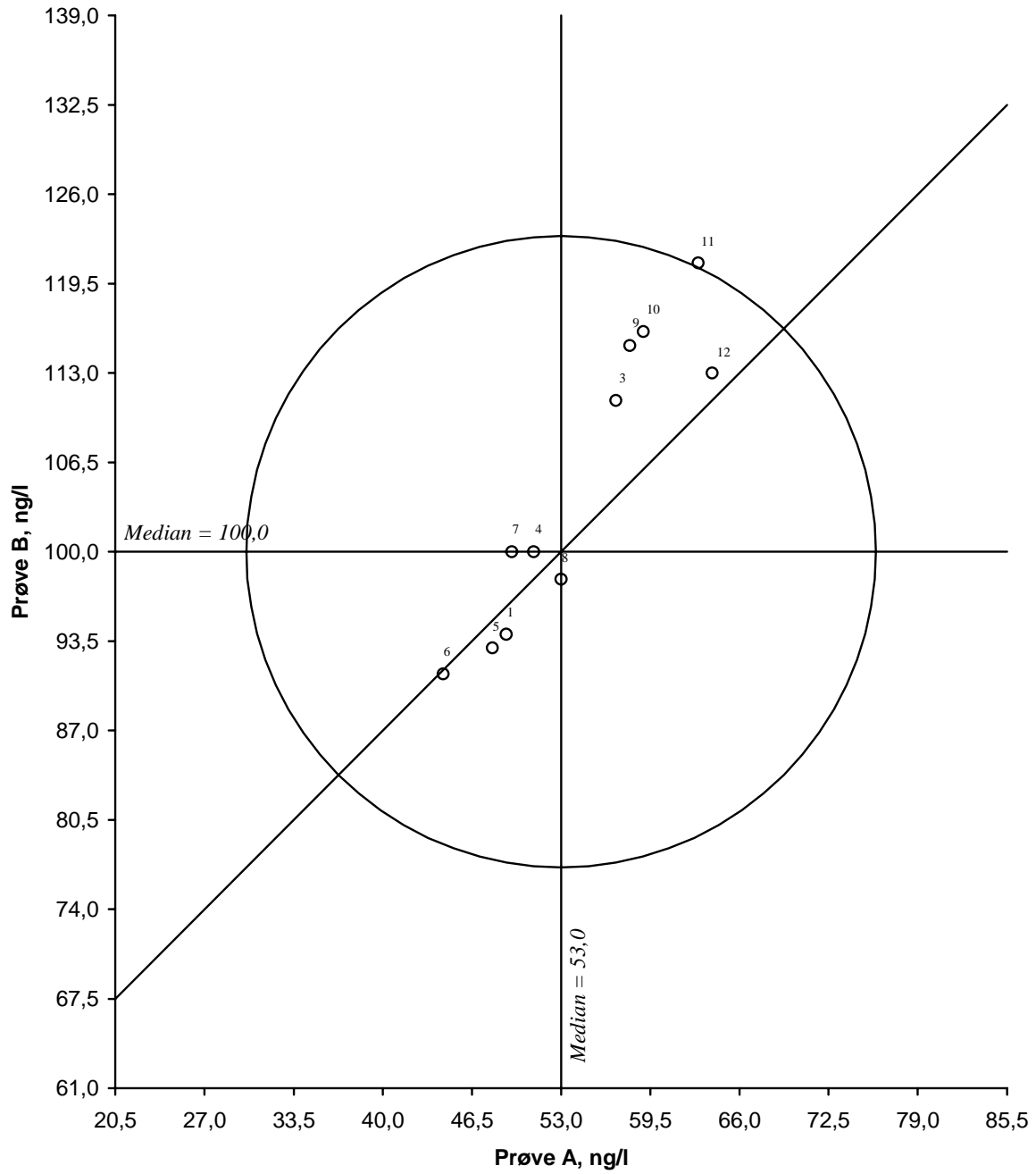
Figur 1. Youdendiagram for naftalen, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

Acenaftylen



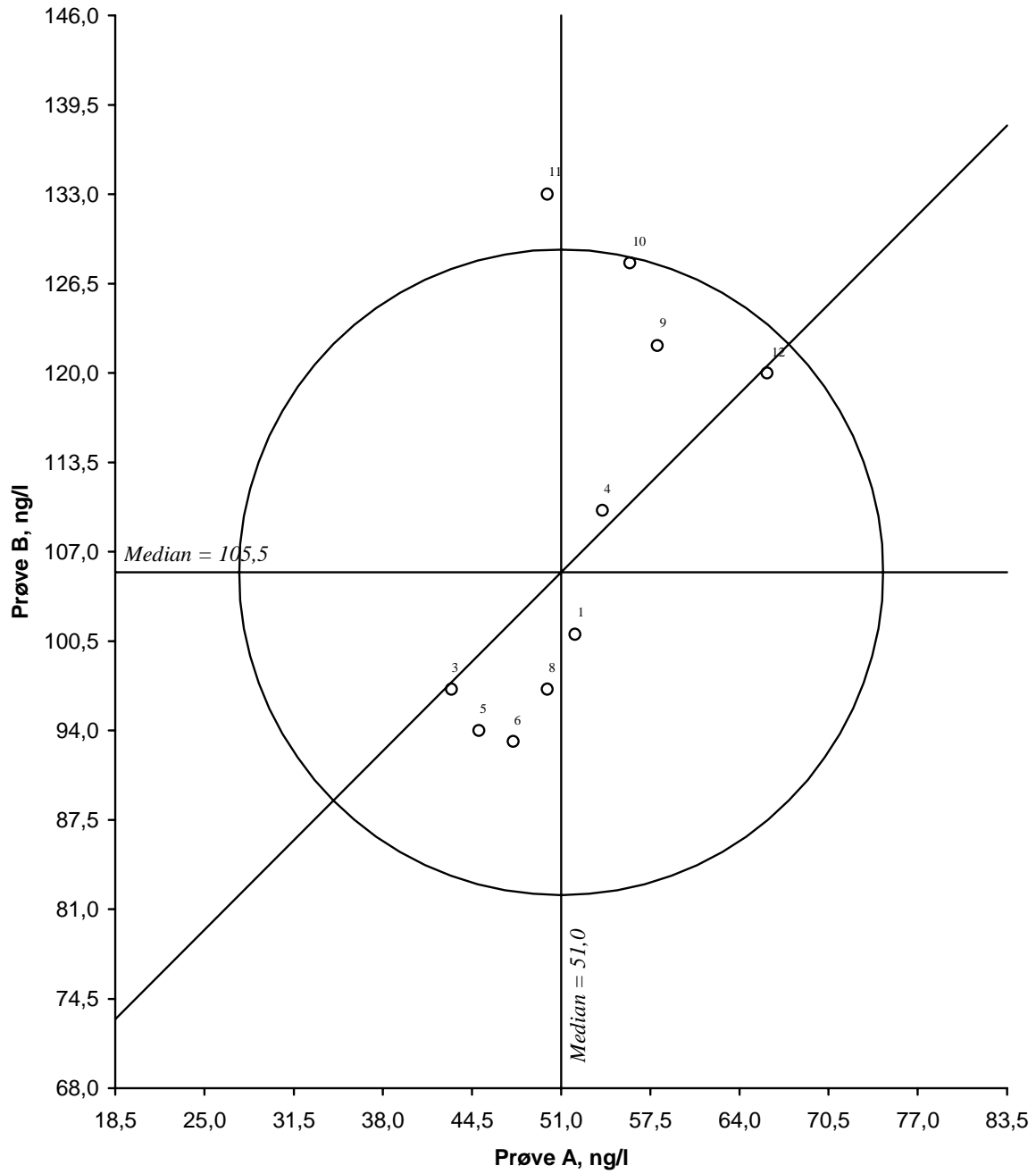
Figur 2. Youndendiagram for acenaftylen, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

Acenaften



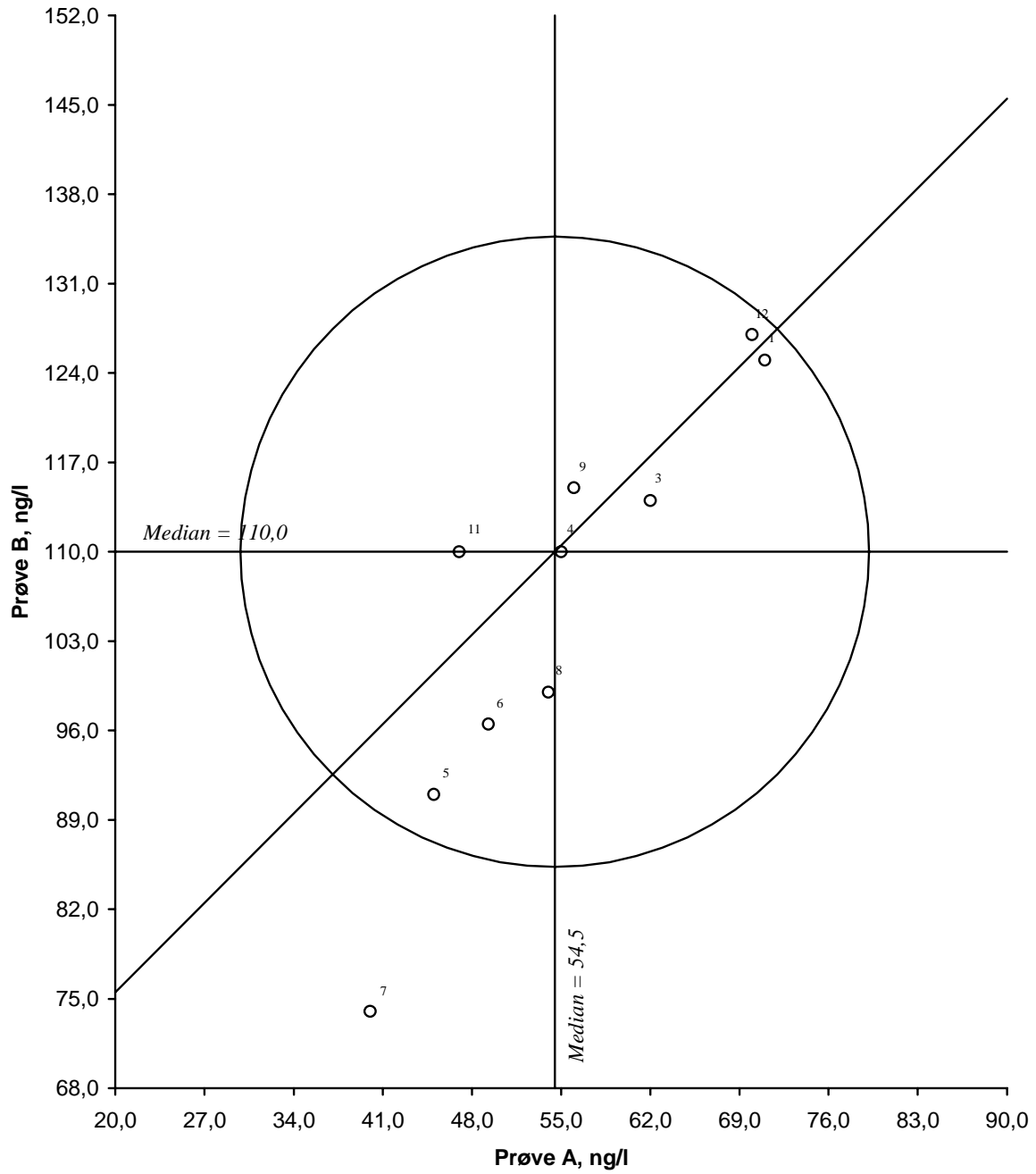
Figur 3. Youdendiagram for acenaften, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

Fluoren



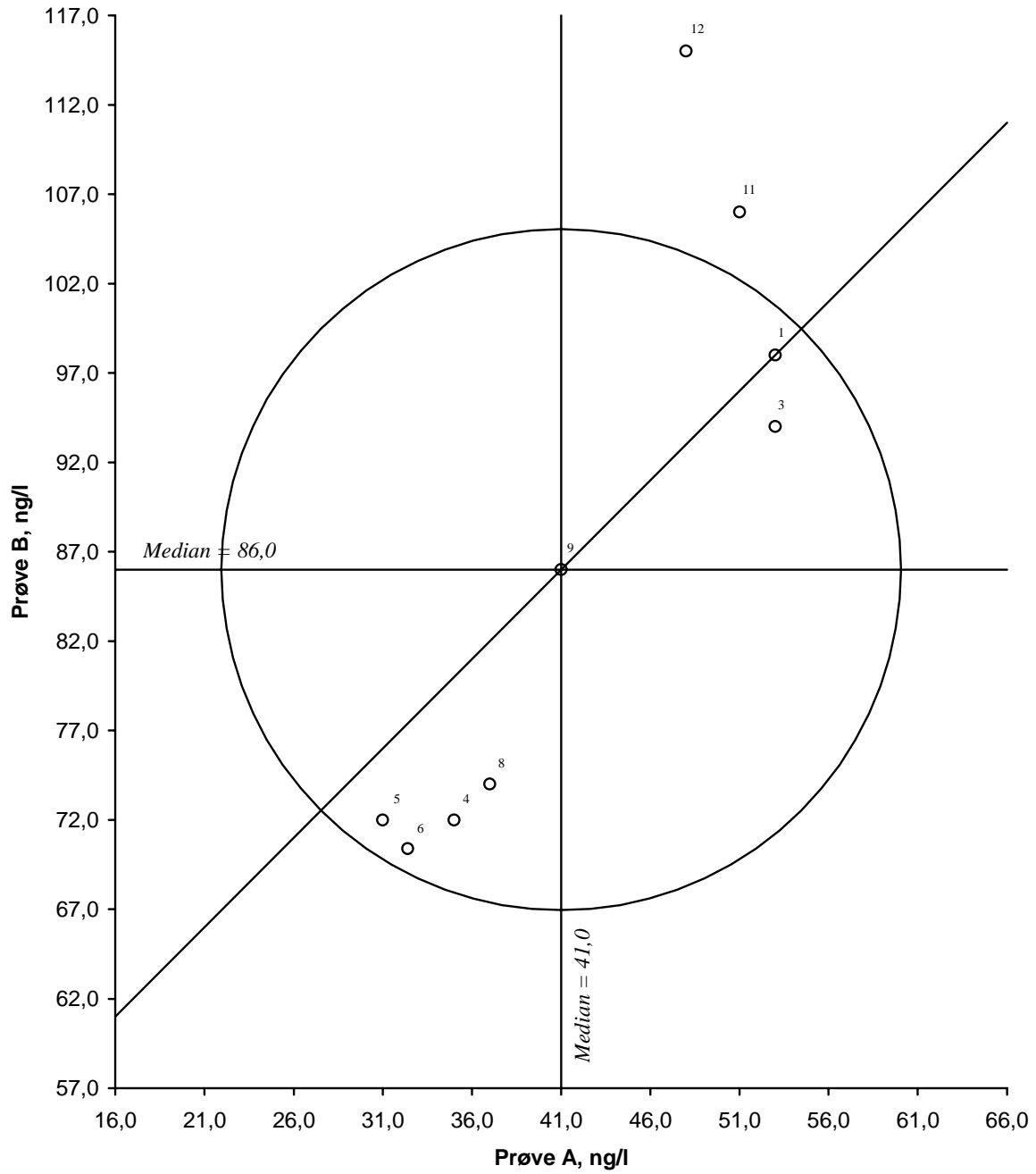
Figur 4. Youdendiagram for fluoren, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

Fenantren



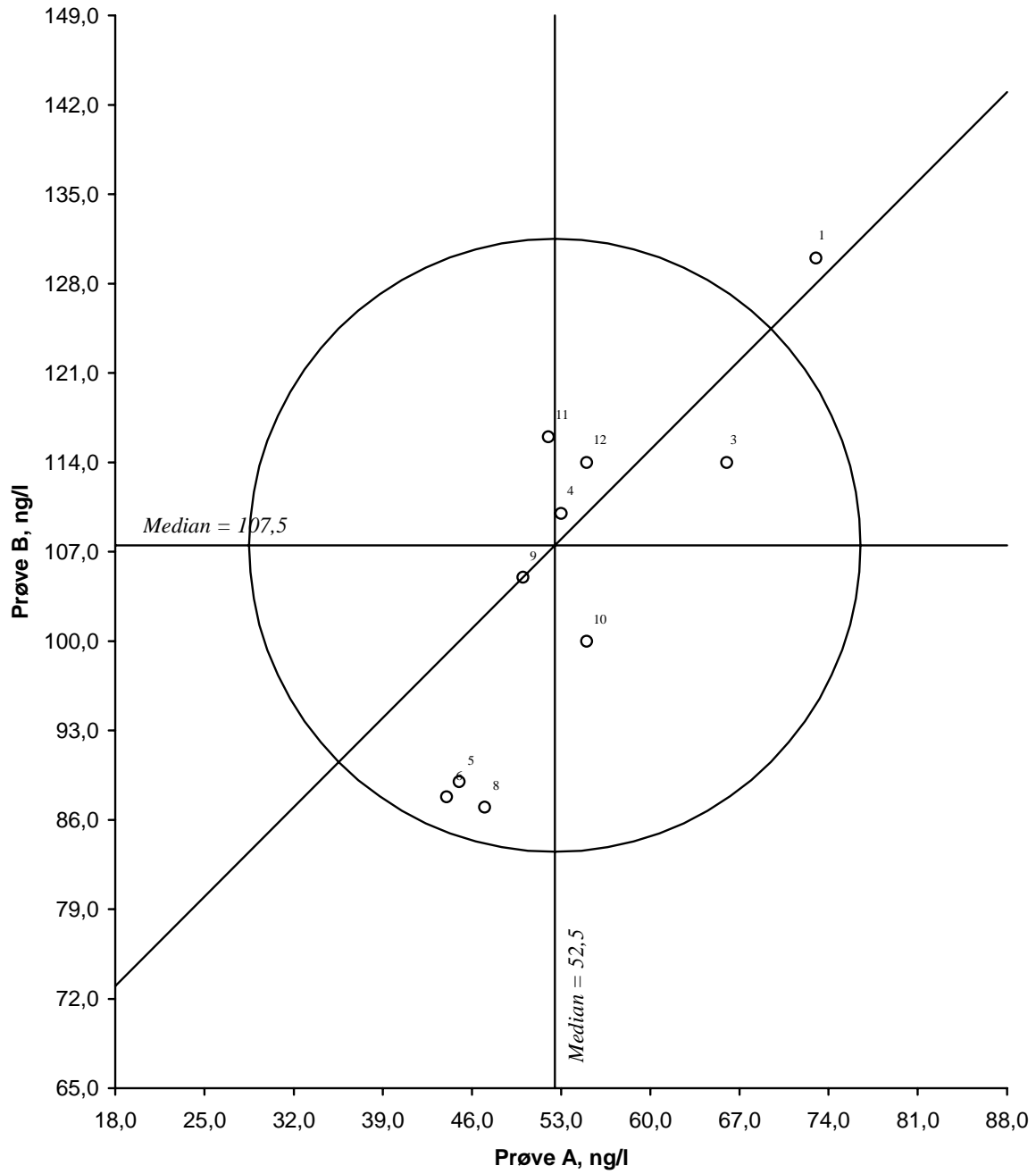
Figur 5. Youndendiagram for fenantren, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

Antracen



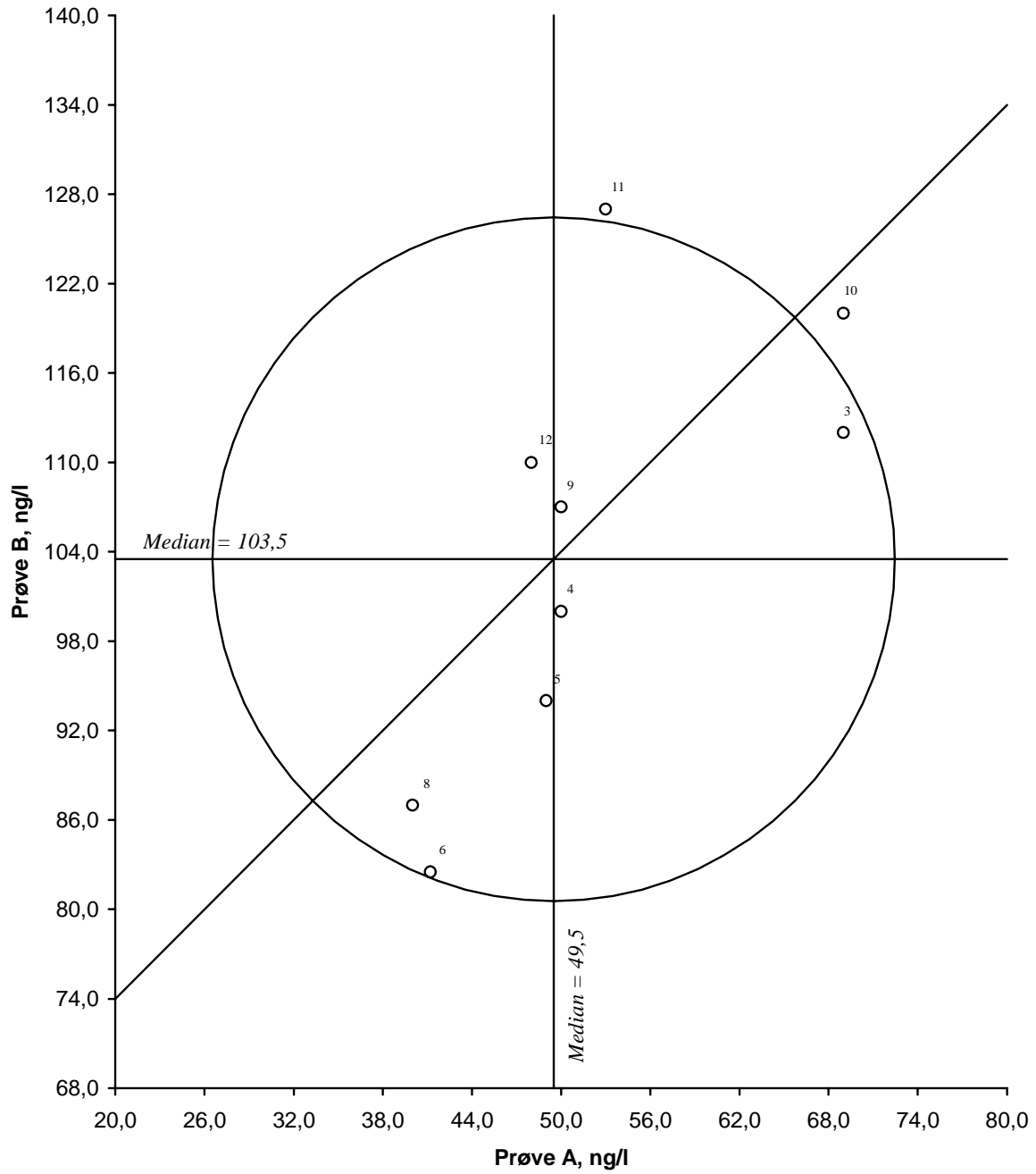
Figur 6. Youdendiagram for antracen, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

Fluoranten



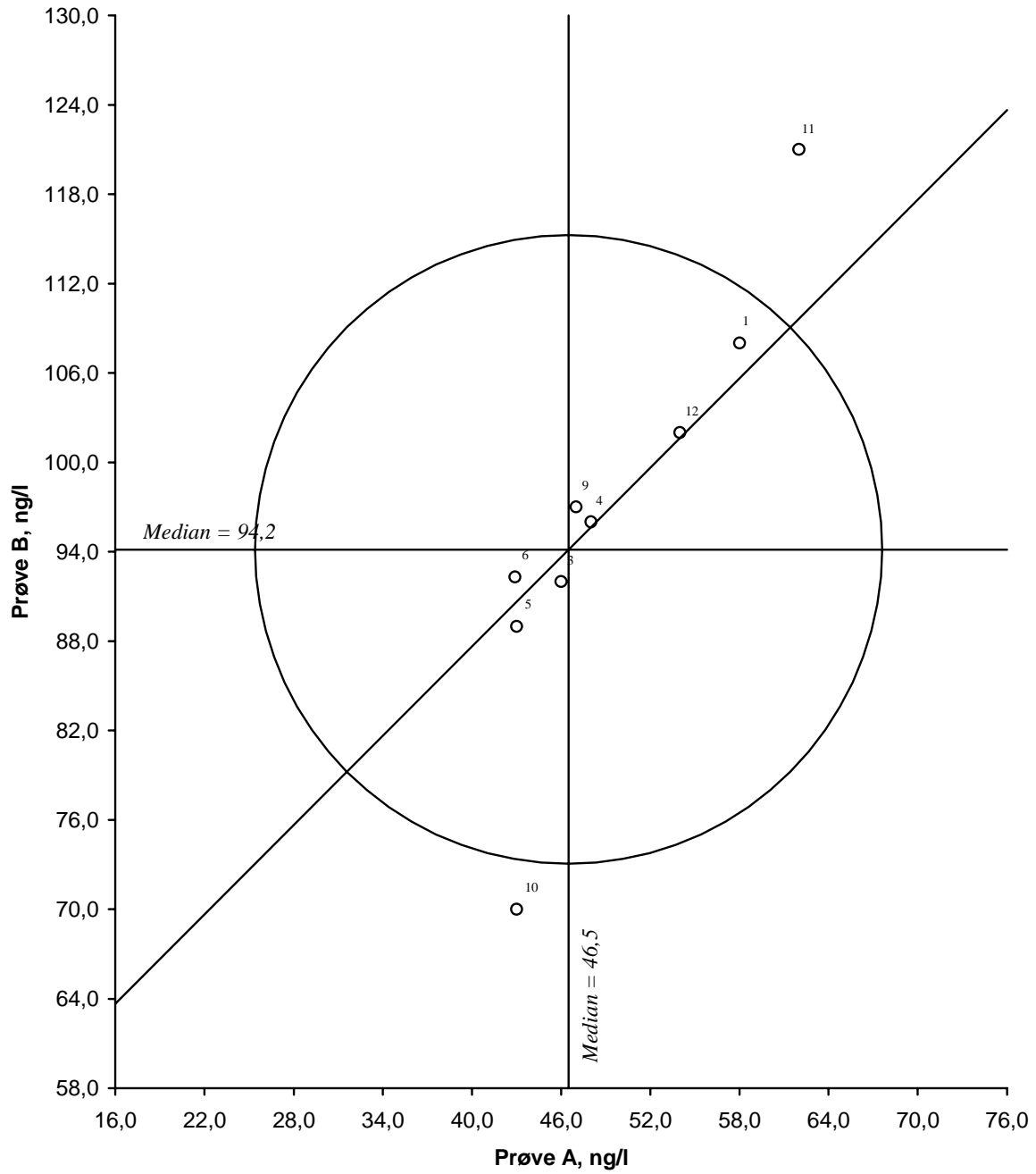
Figur 7. Youdendiagram for fluoranten, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

Pyren



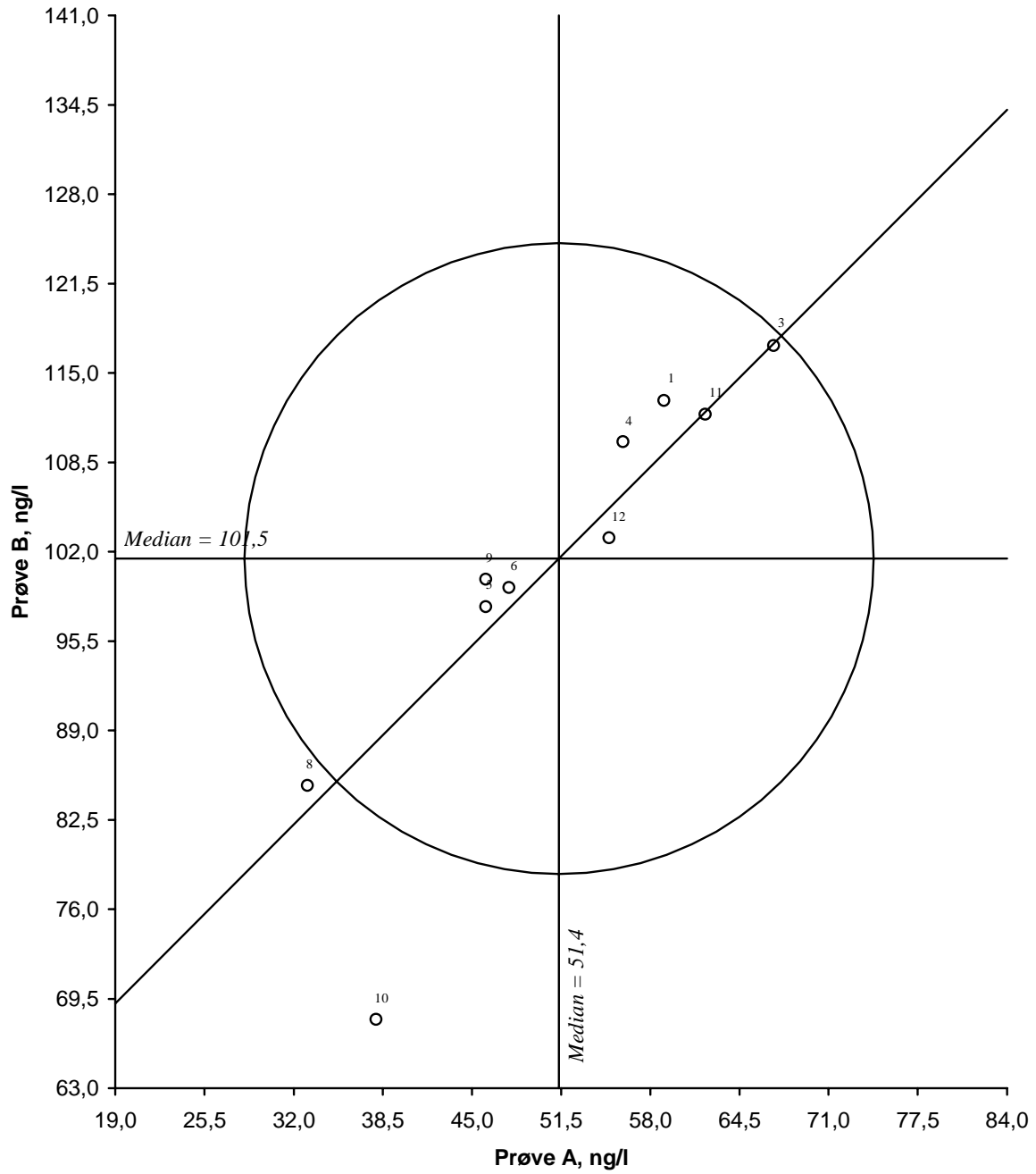
Figur 8. Youdendiagram for pyren, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

Benz(a)antracen



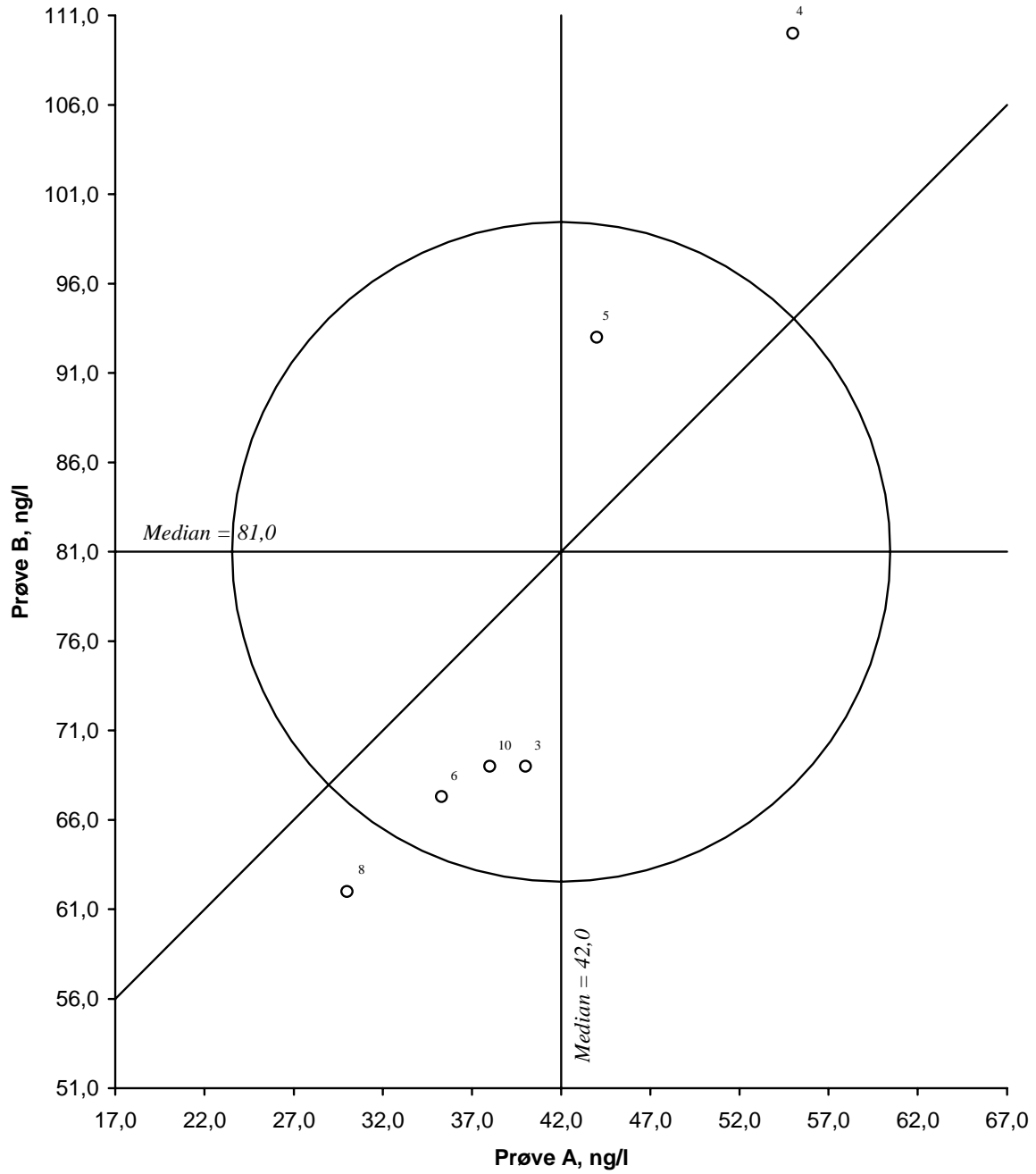
Figur 9. Youndendiagram for benz(a)antracen, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

Krysen



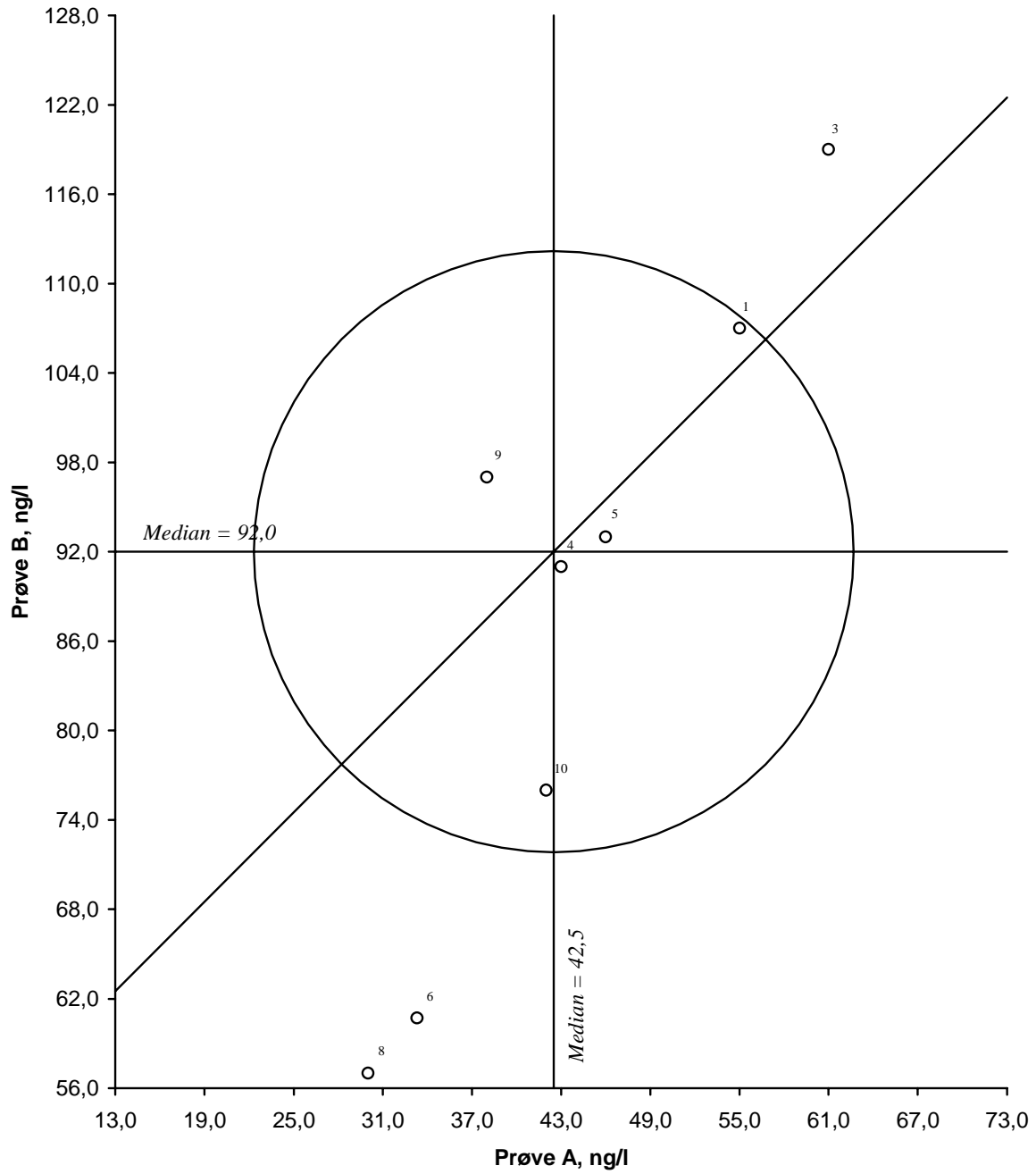
Figur 10. Youdendiagram for krysen, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

Benzo(b,j)fluoranten



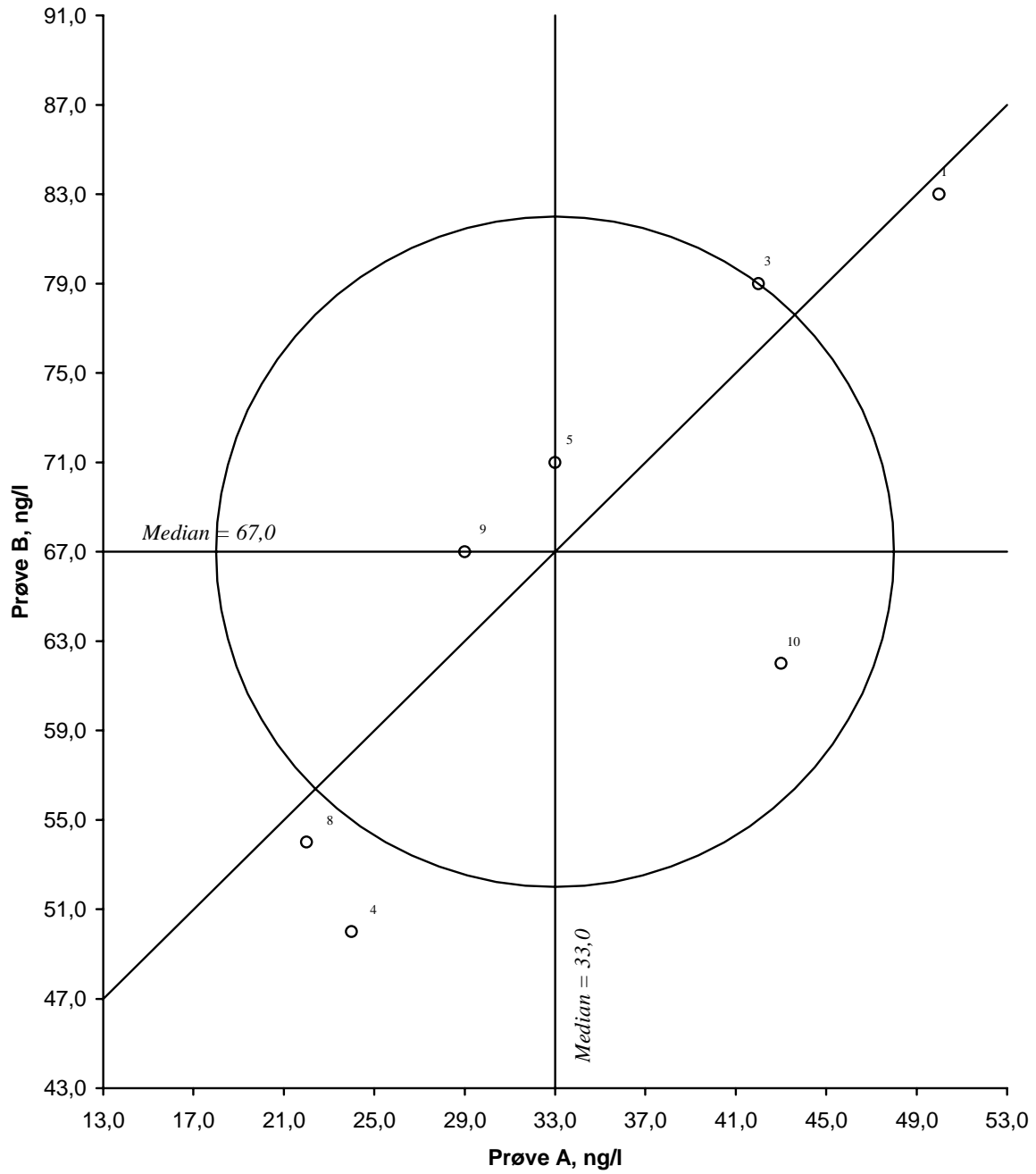
Figur 11. Youndendiagram for benzo(b,j)fluoranten, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

Benzo(k)fluoranten



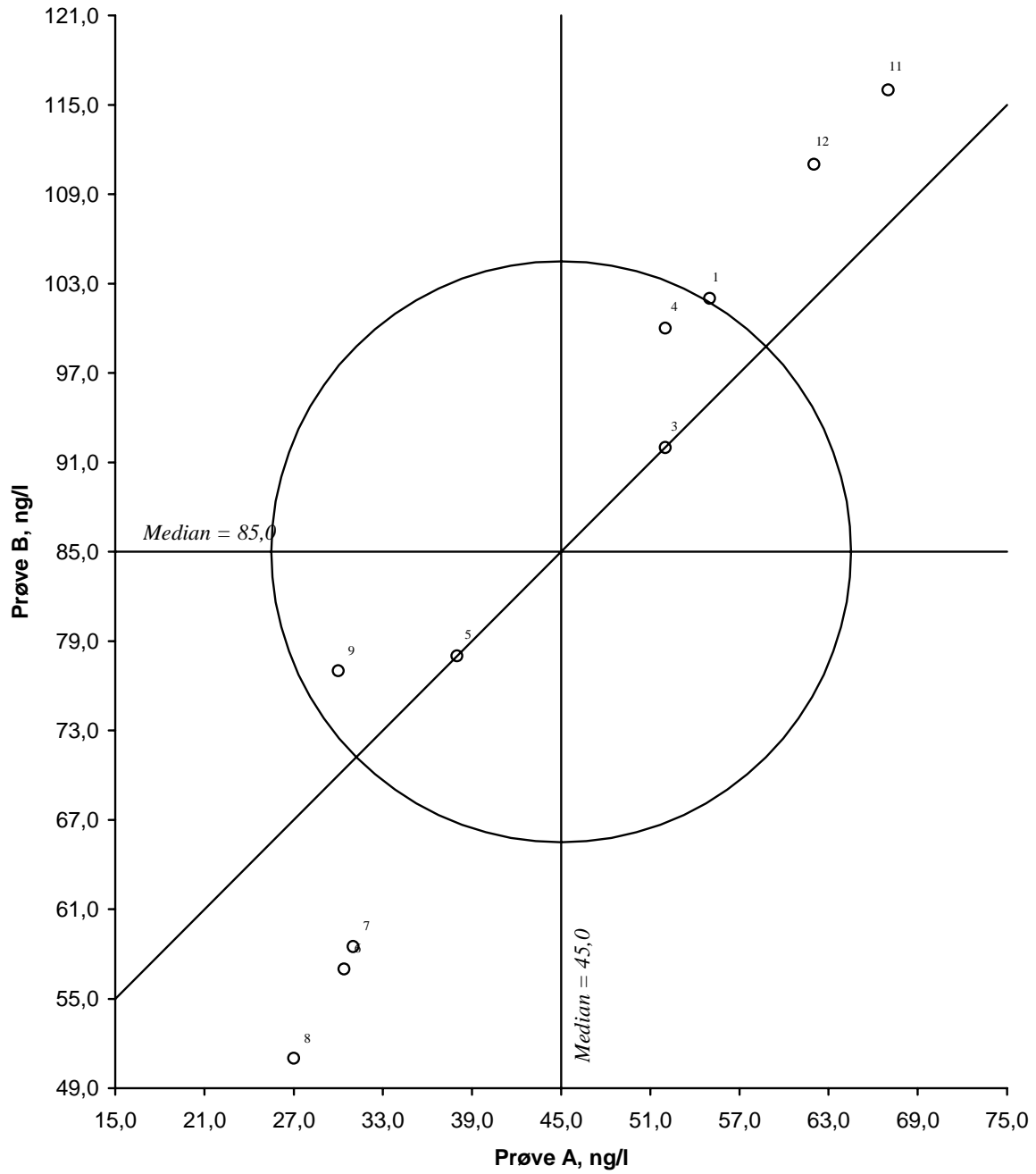
Figur 12. Youdendiagram for benzo(k)fluoranten, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

Benzo(a)pyren



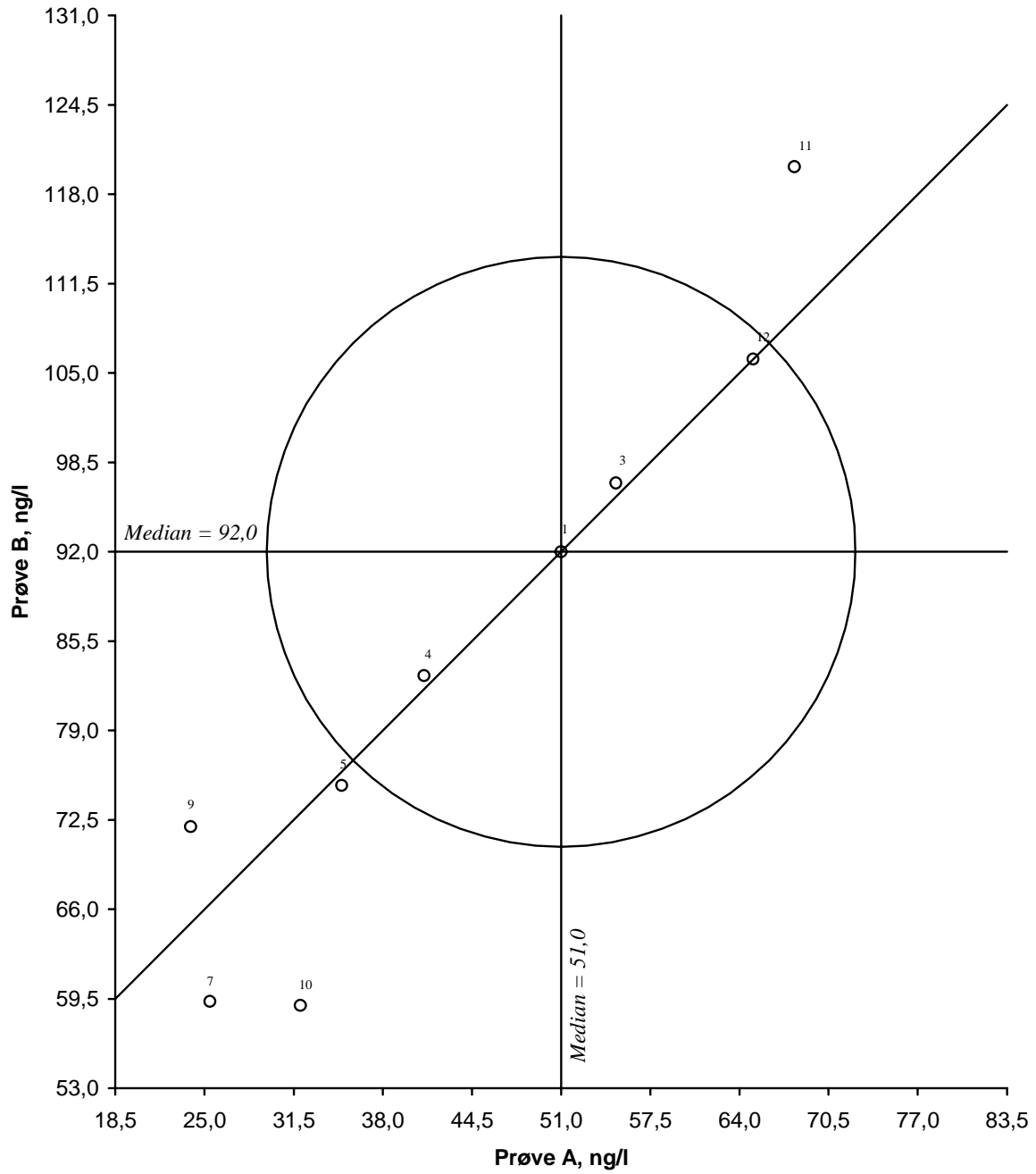
Figur 13. Youdendiagram for benzo(a)pyren, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

Indeno(1,2,3cd)pyren



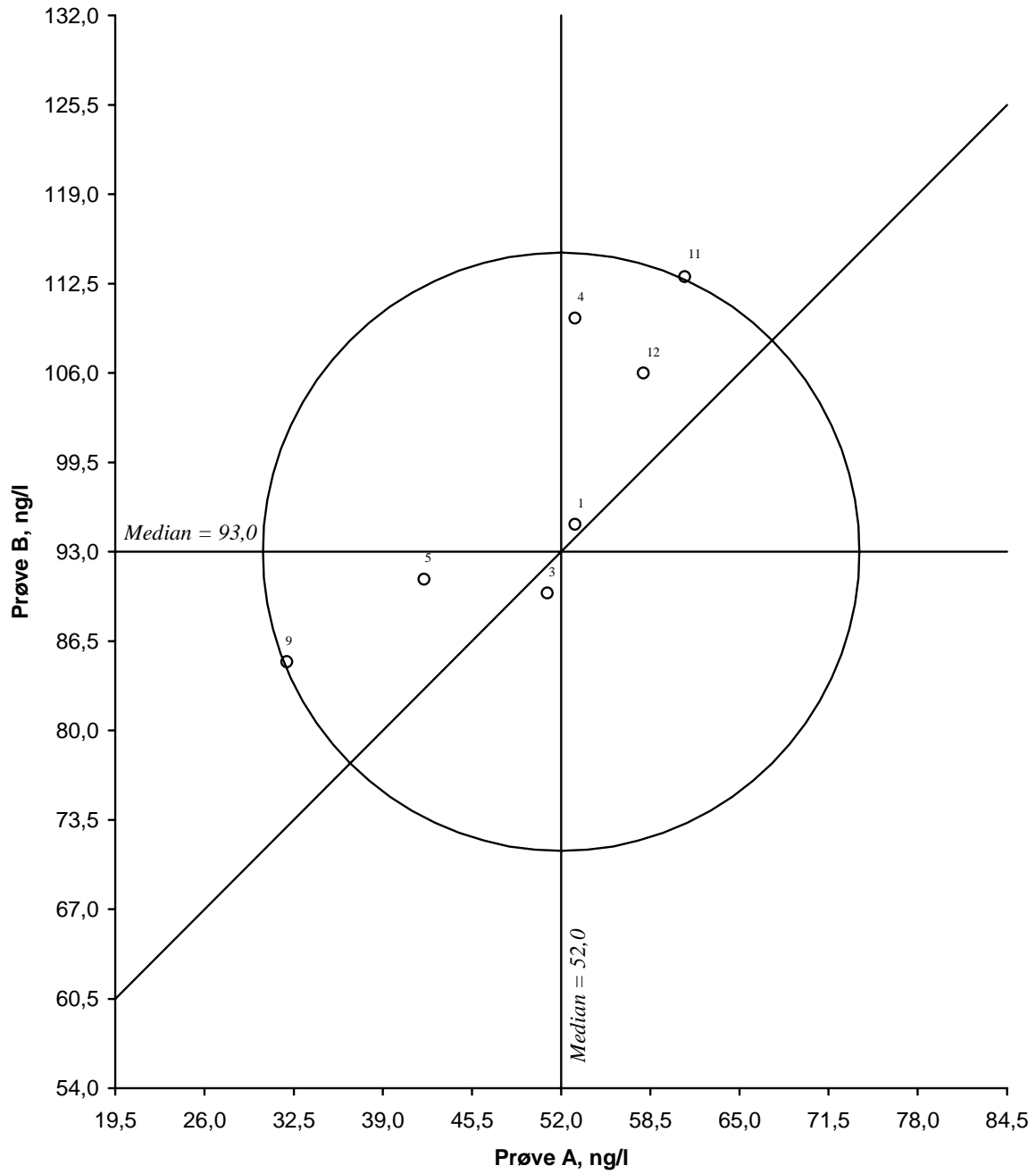
Figur 14. Youdendiagram for indeno(1,2,3cd)pyren, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

Dibenzo(a,c/a,h)antracen



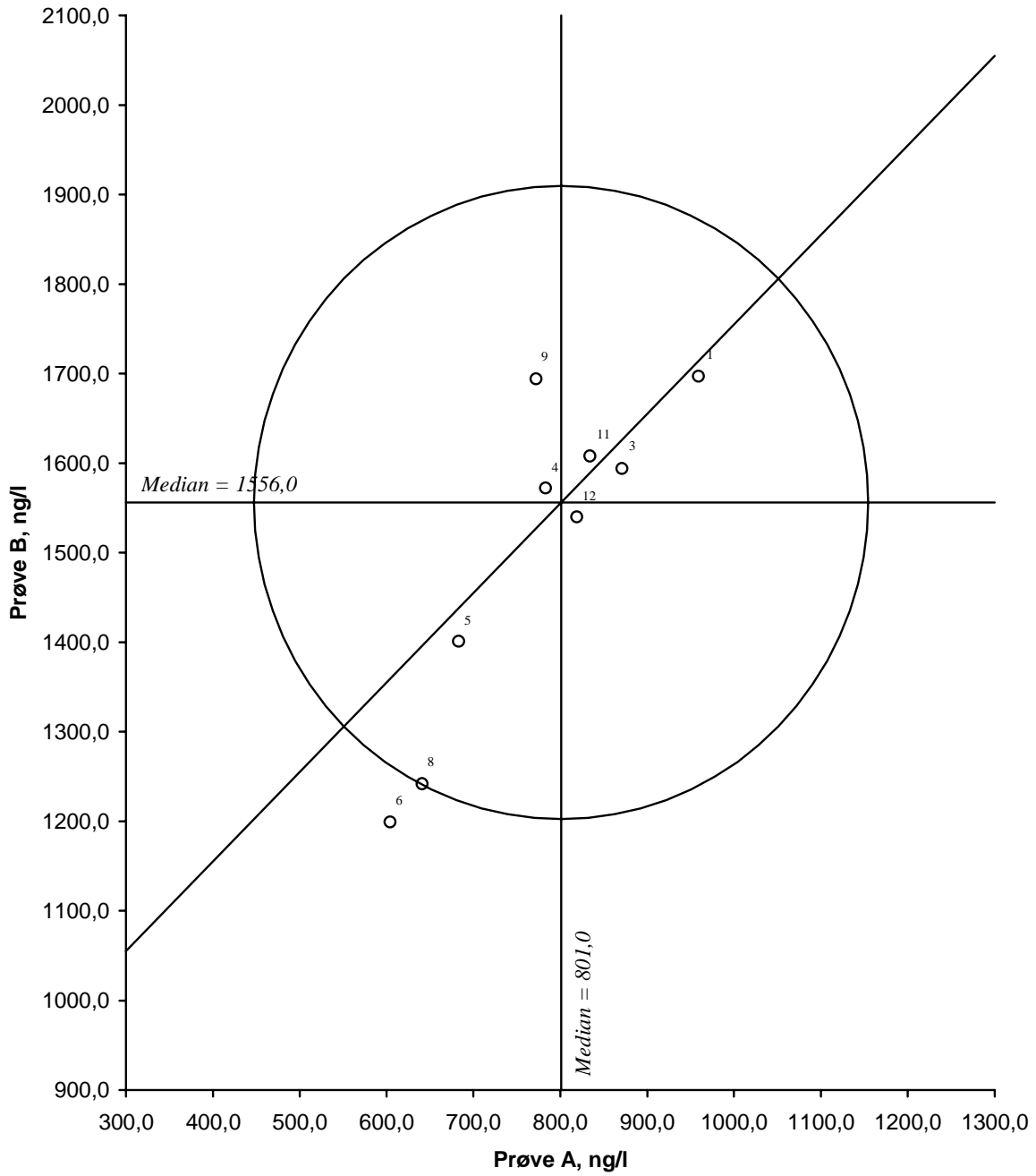
Figur 1523 Youdendiagram for dibenzo(a,c/a,h)antracen, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

Benzo(ghi)perylene



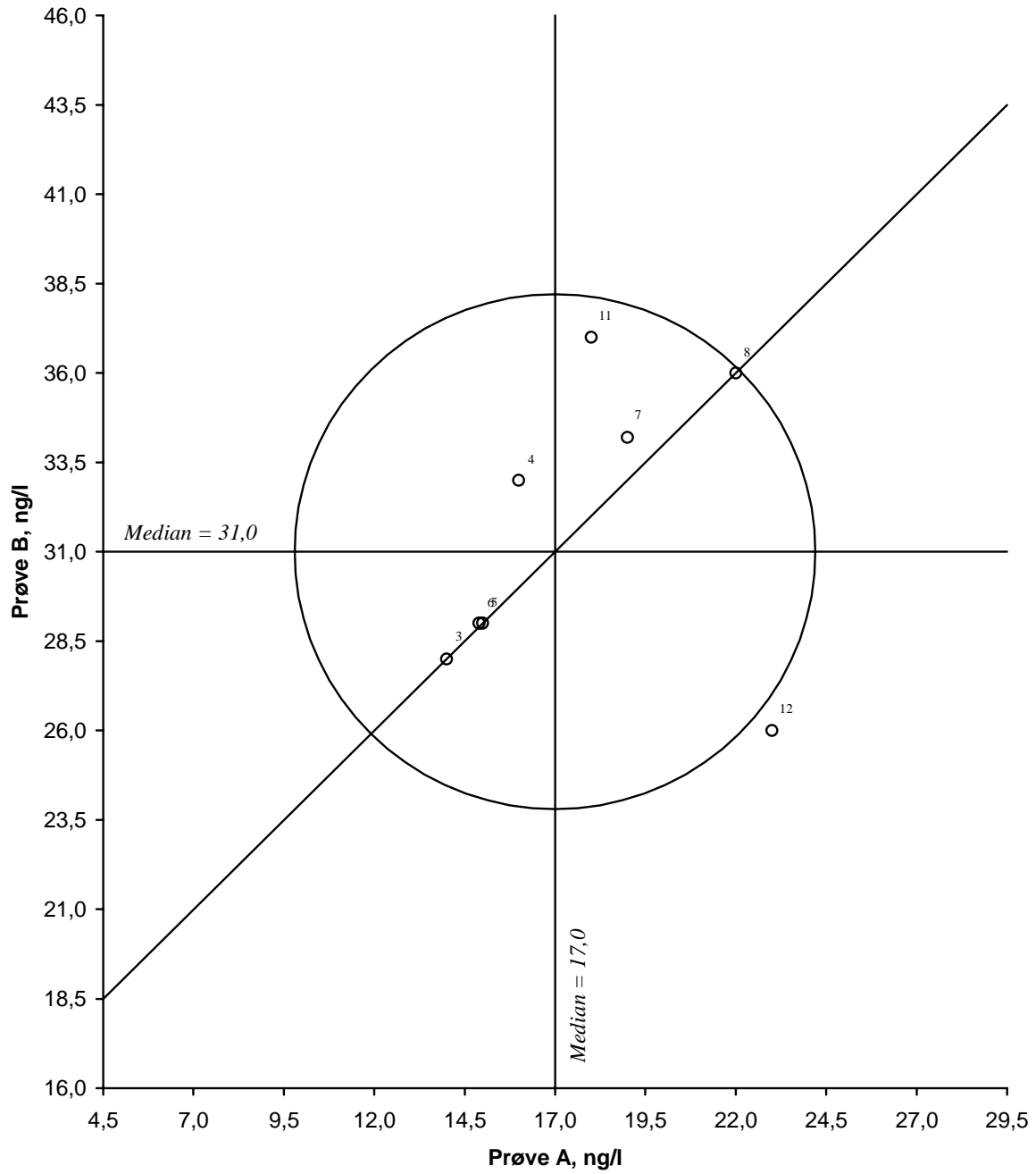
Figur 16. Youdendiagram for benzo(ghi)perylene, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

SUMPAH16



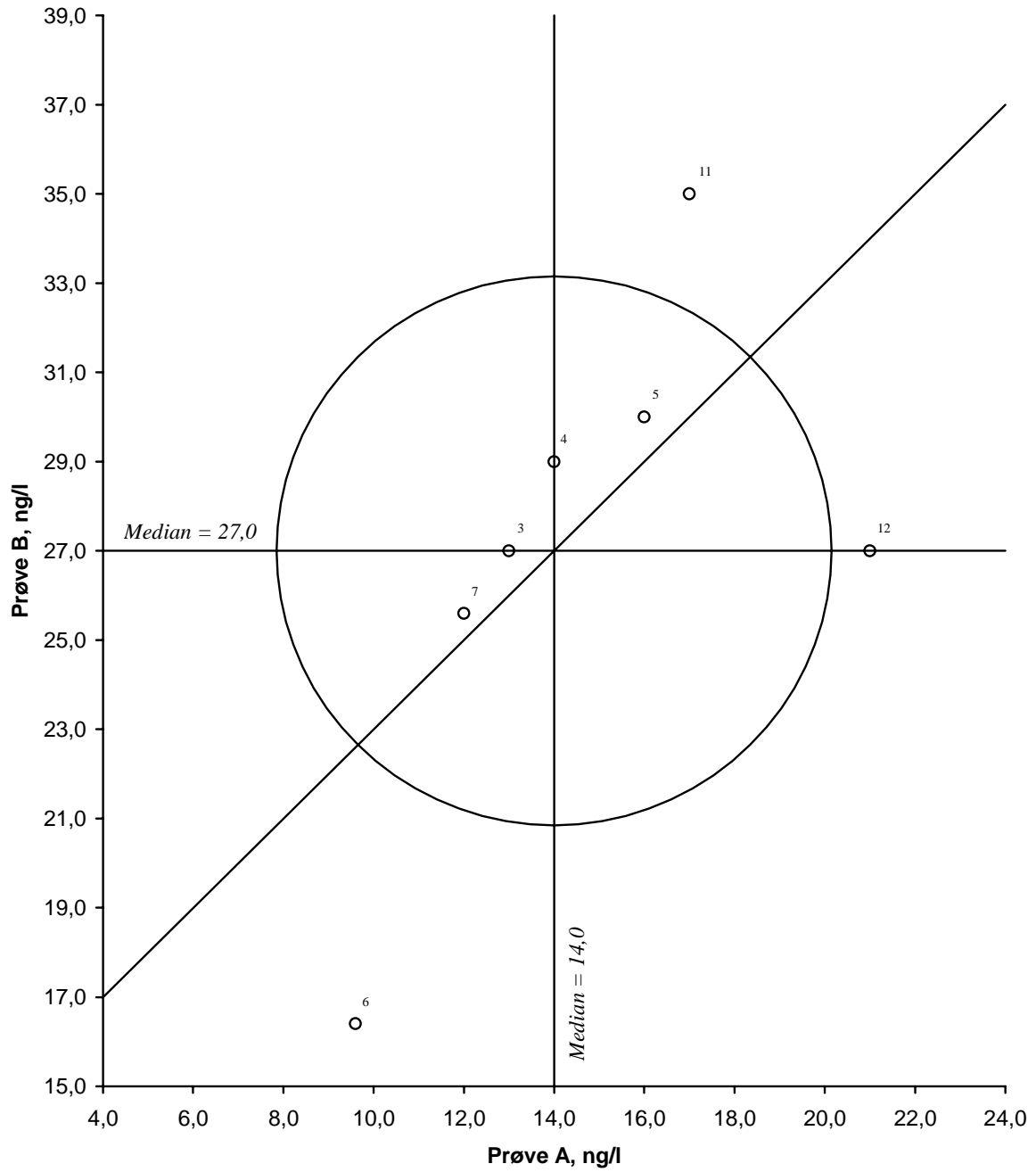
Figur 17. Youdendiagram for SumpaH16, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

CB28



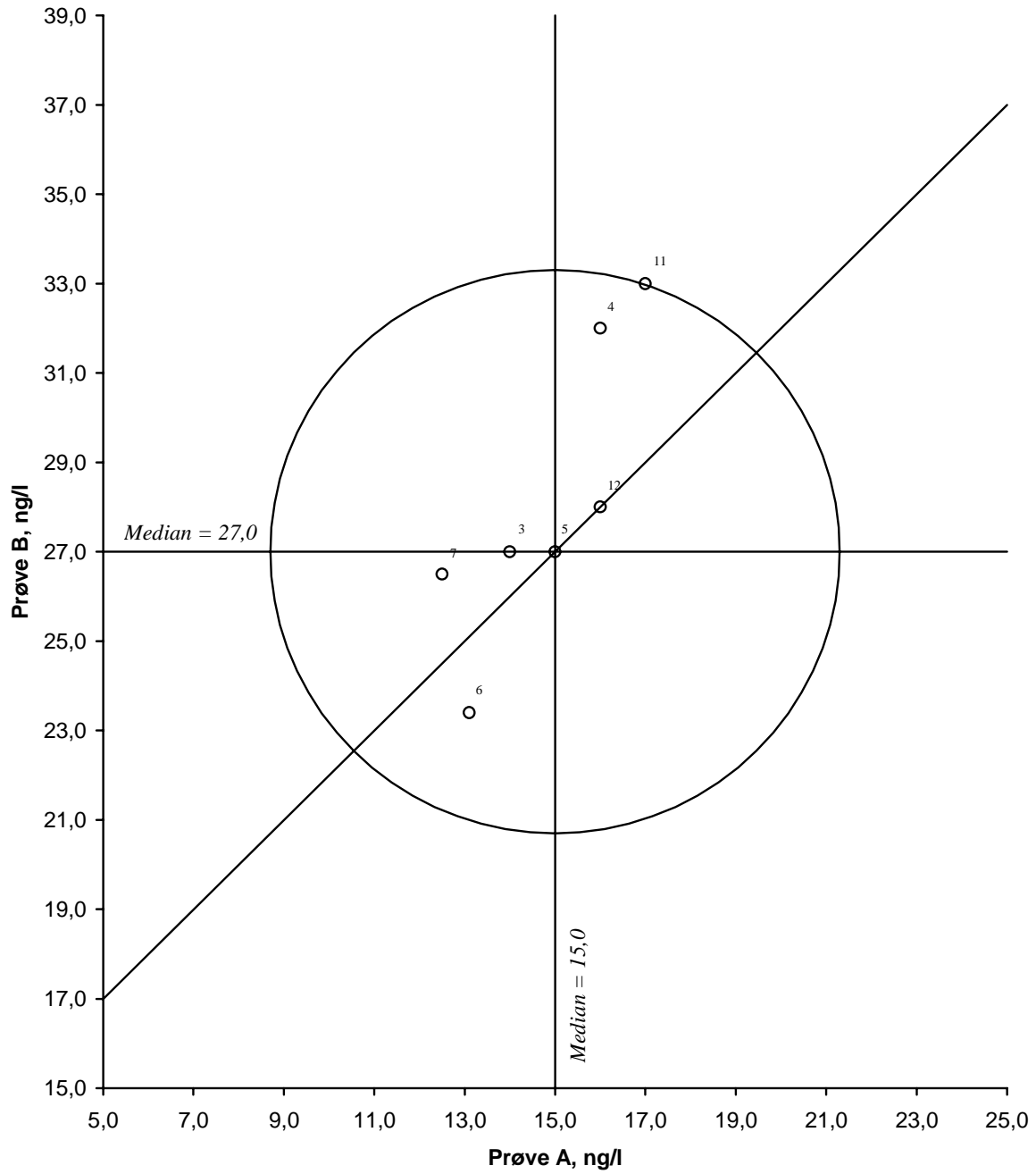
Figur 18. Youdendiagram for CB28, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

CB52



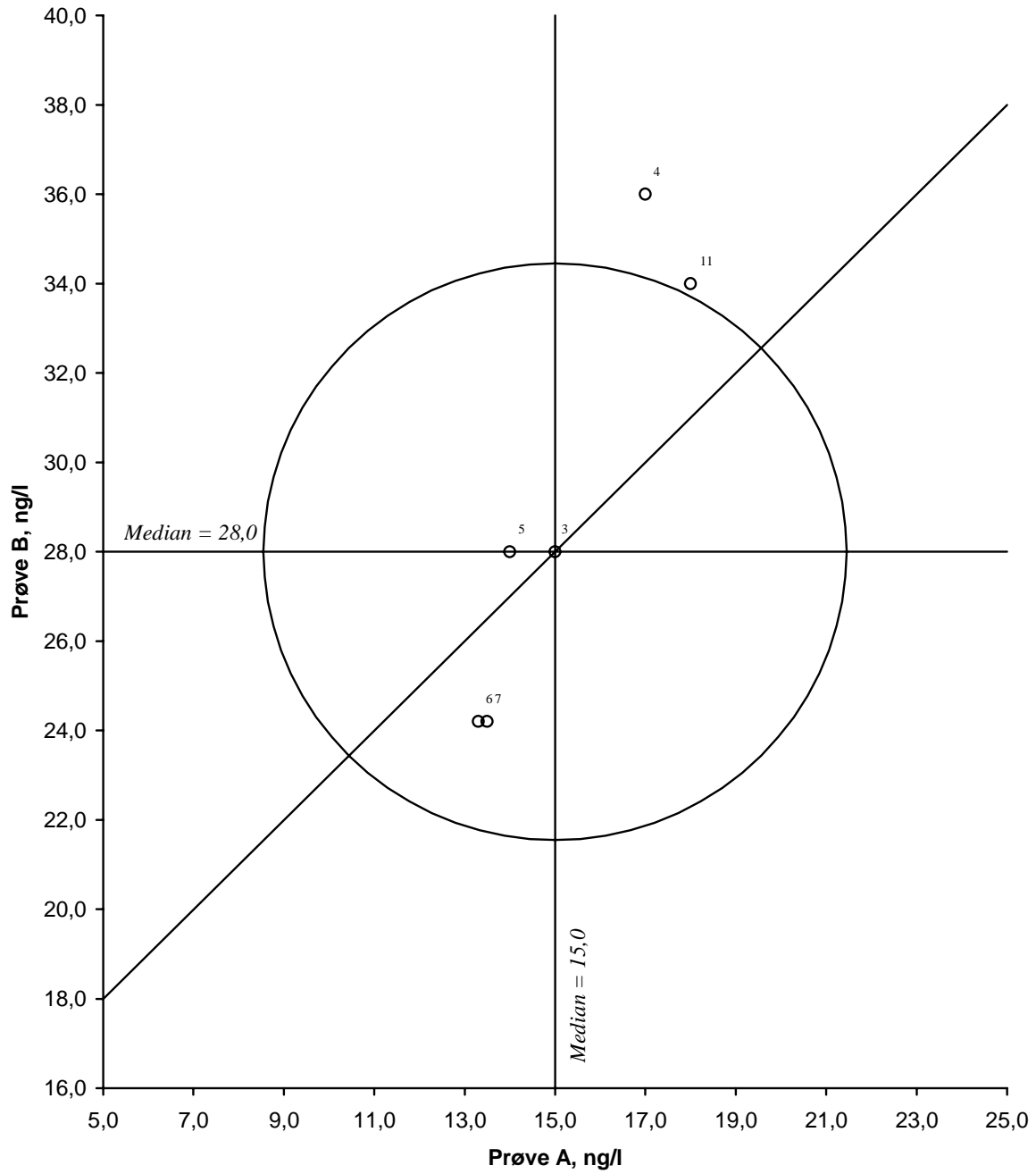
Figur 19. Youdendiagram for CB52, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

CB101



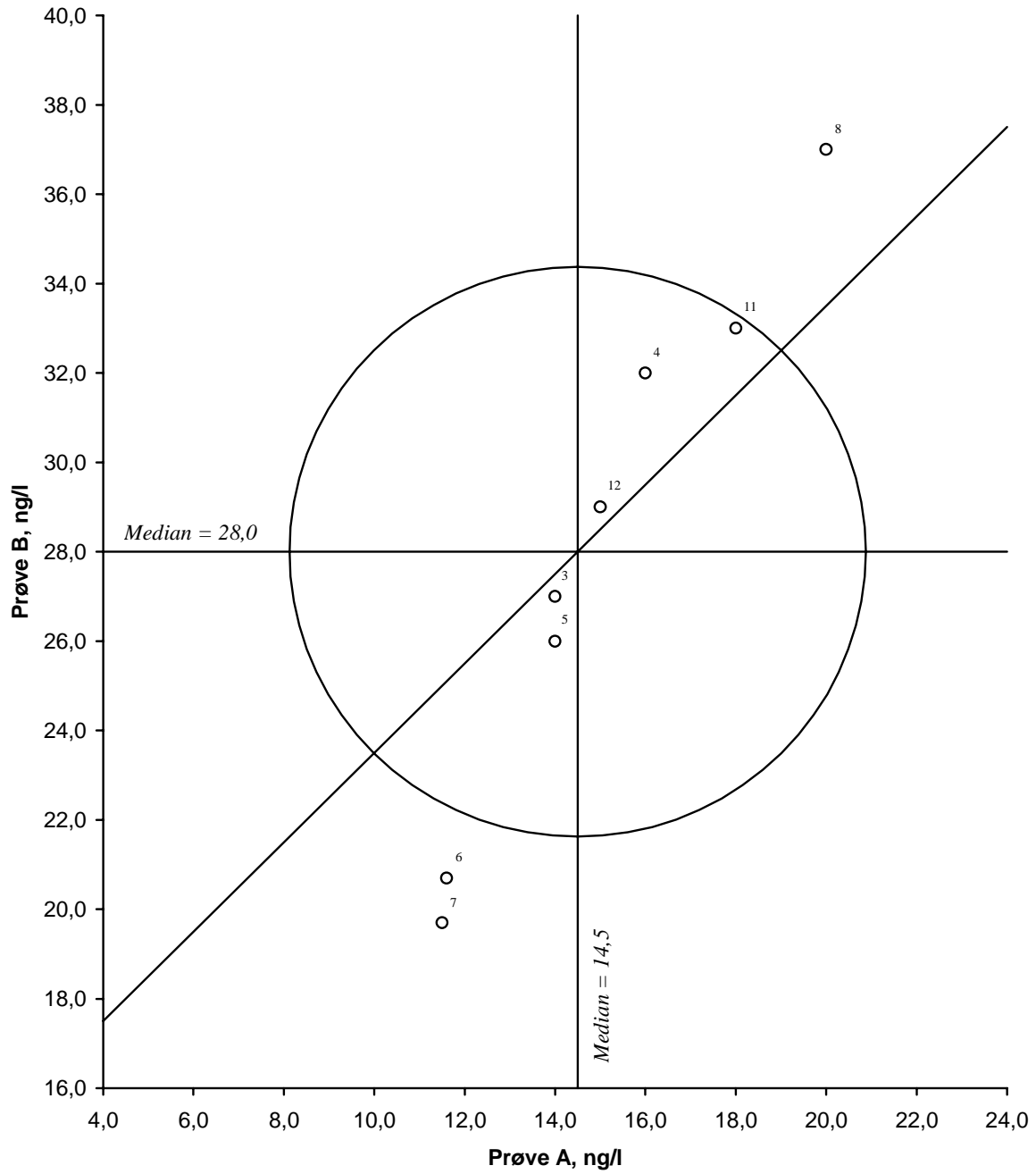
Figur 20. Youdendiagram for CB101, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

CB118



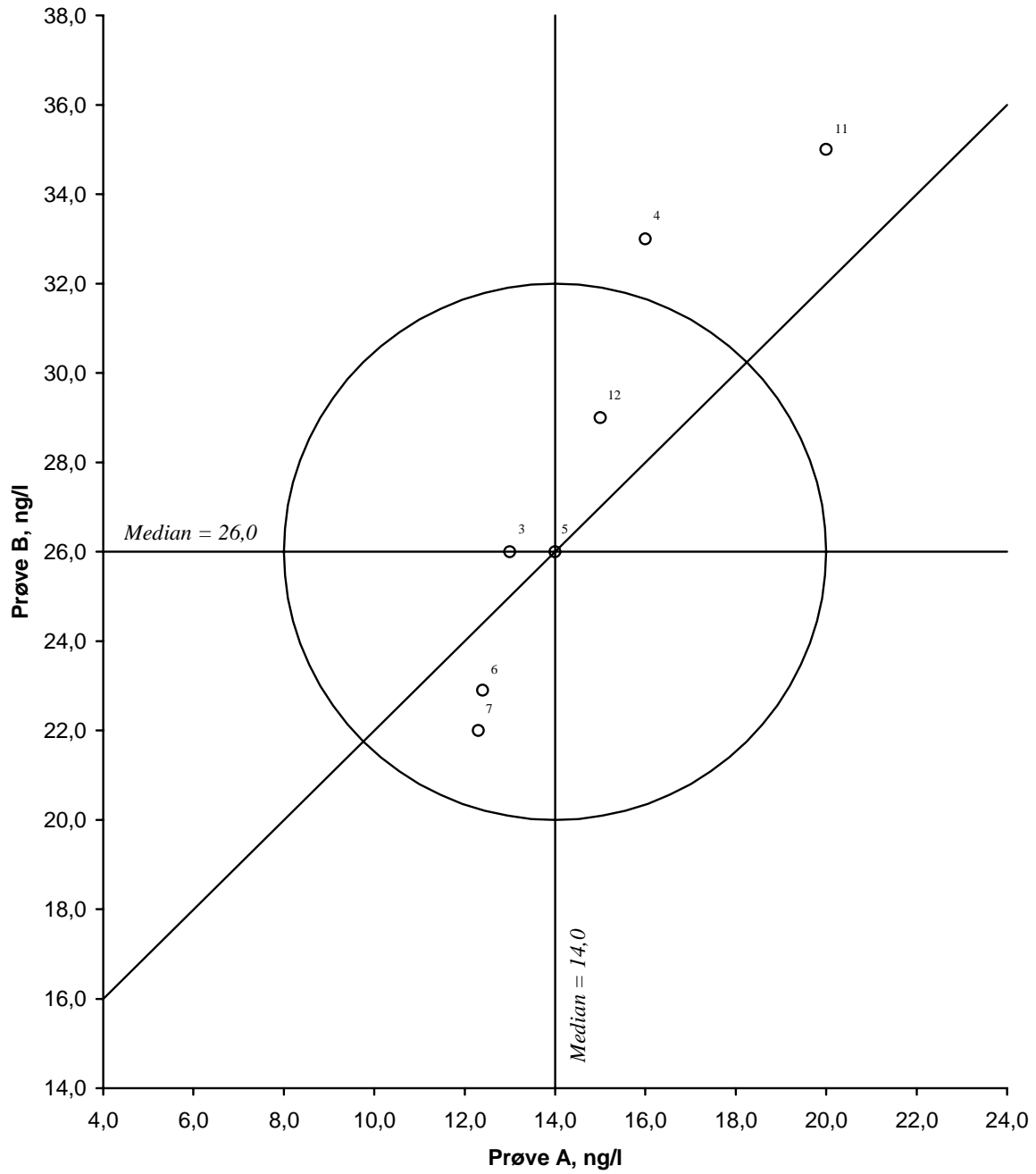
Figur 21. Youdendiagram for CB118, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

CB138



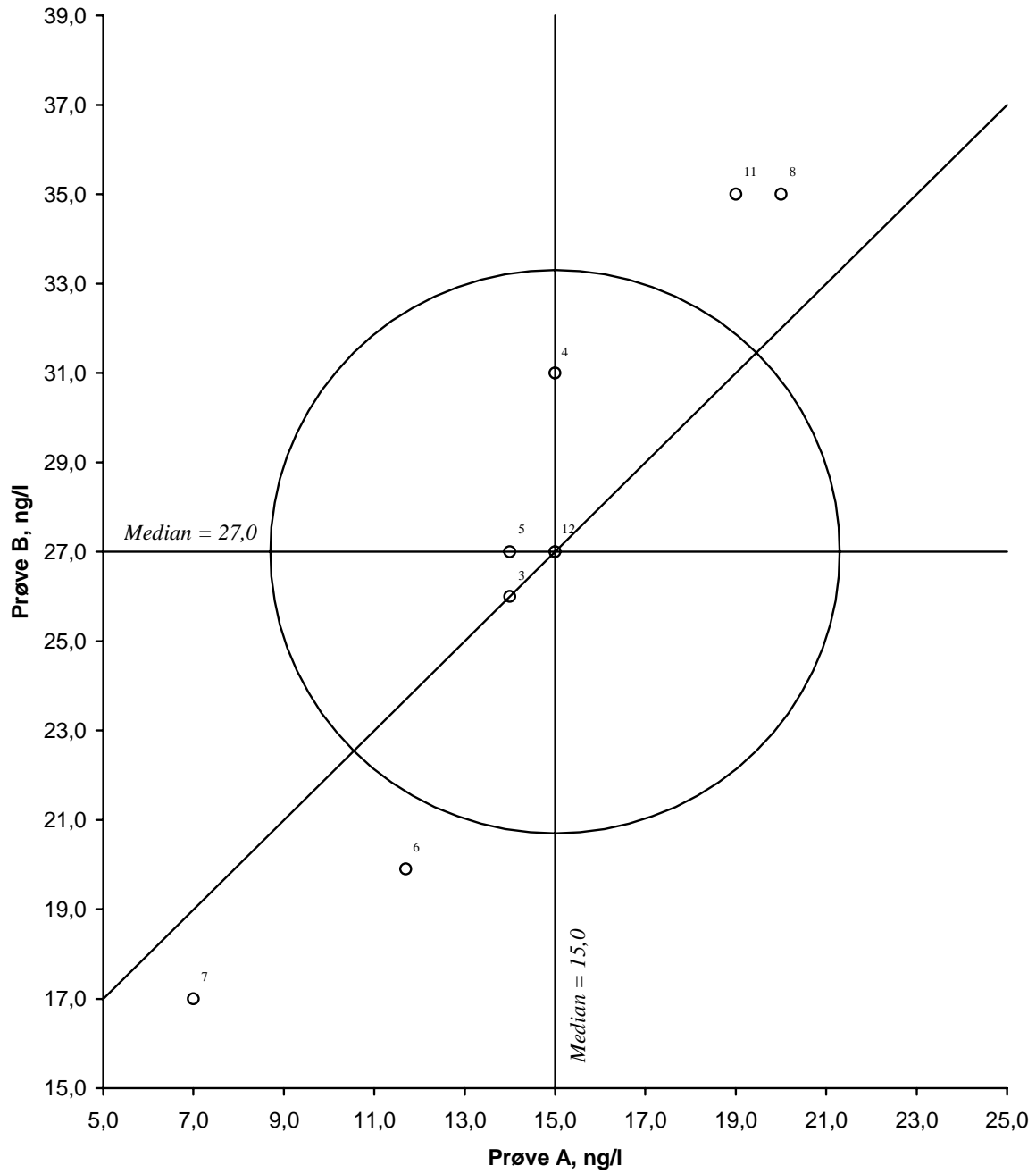
Figur 22. Youdendiagram for CB138, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

CB153



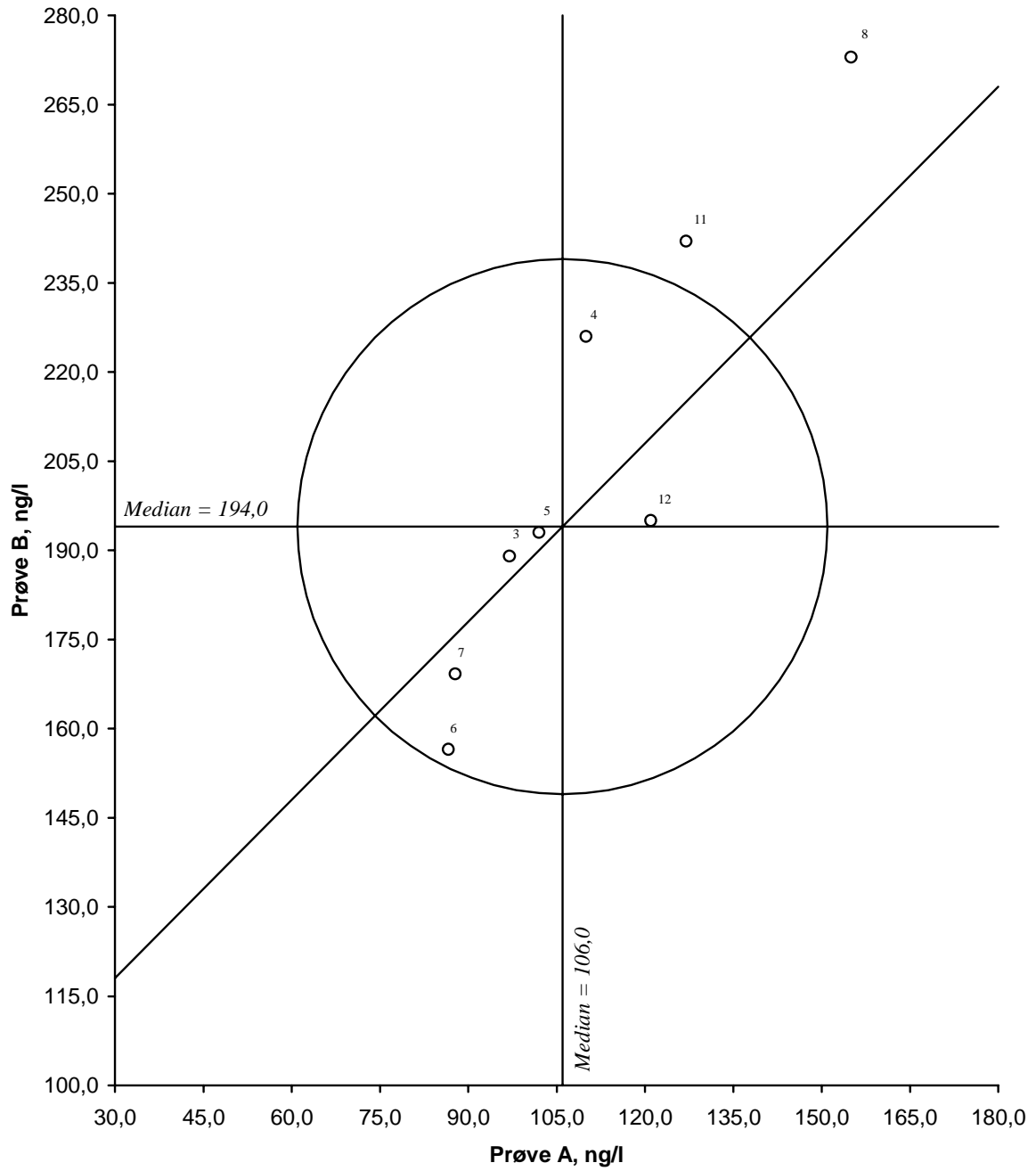
Figur 23. Youdendiagram for CB153, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

CB180

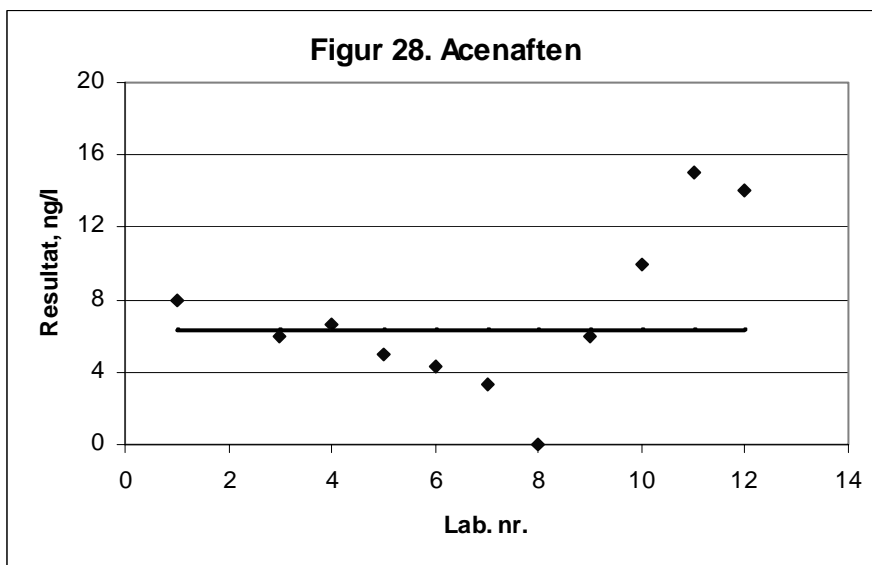
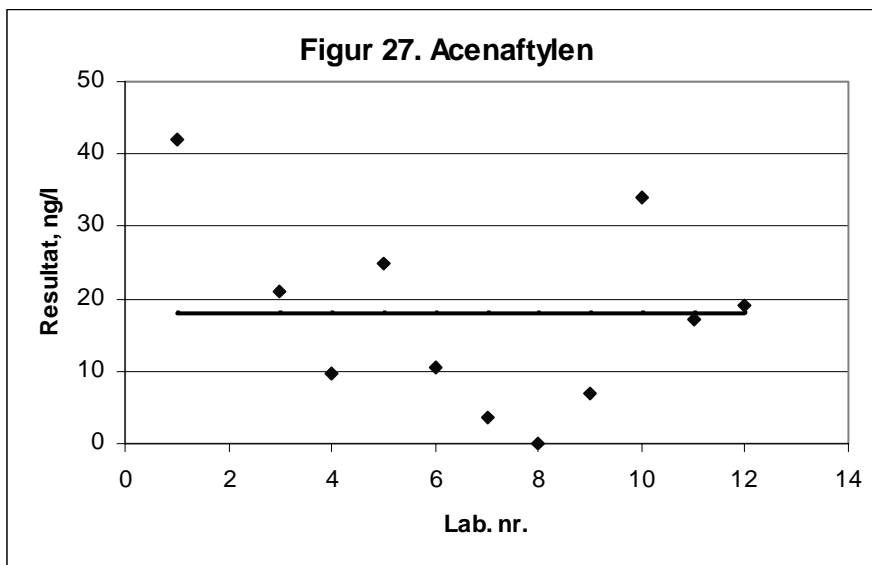
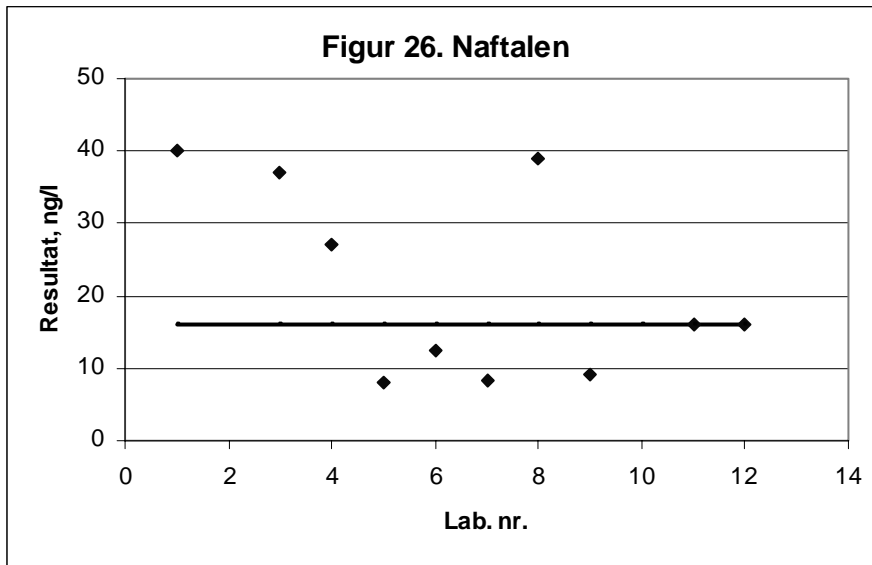


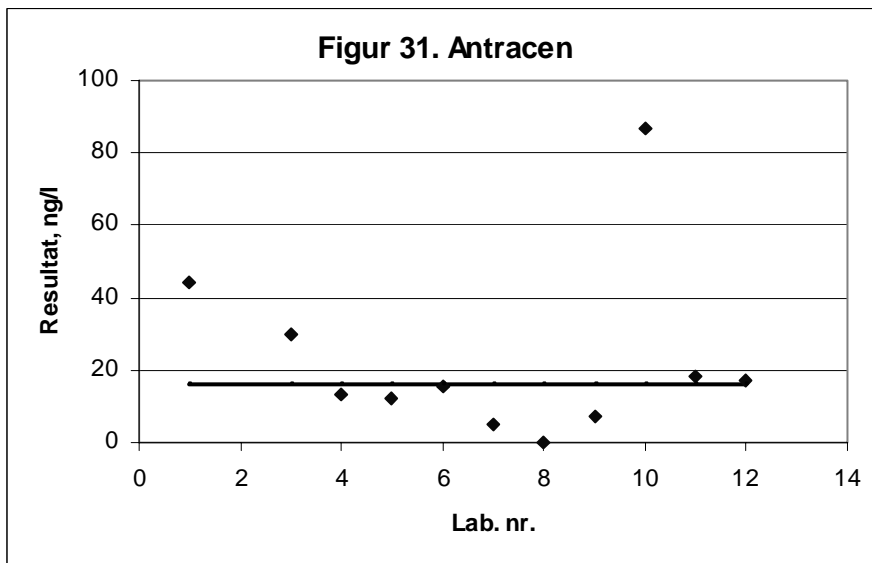
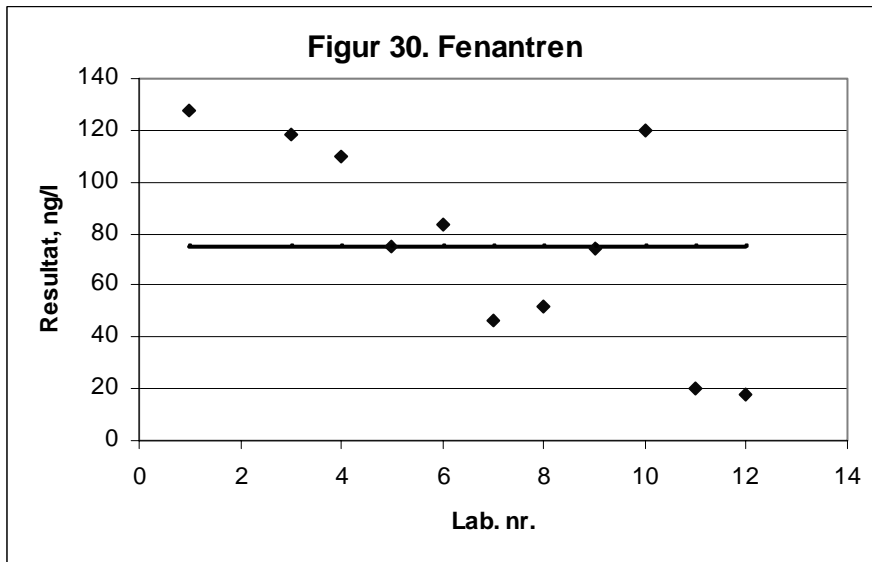
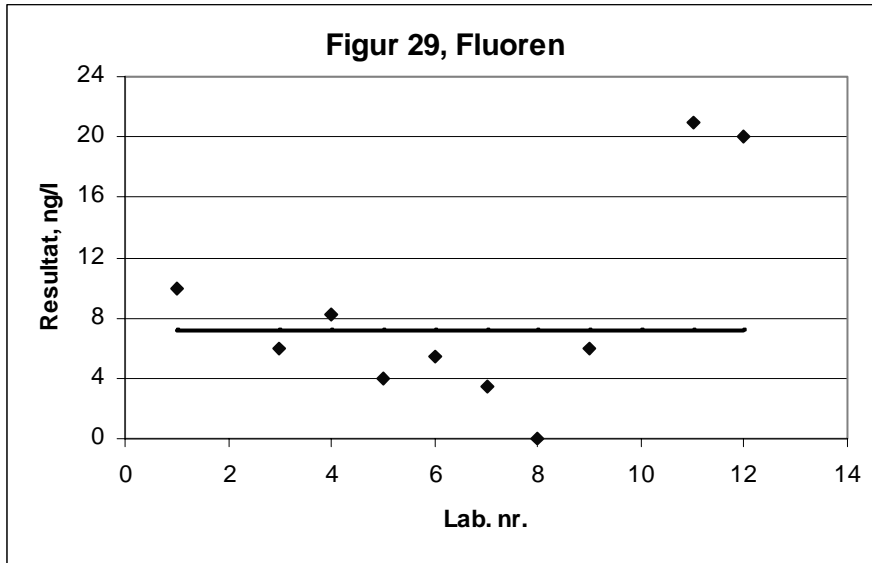
Figur 24. Youdendiagram for CB180, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

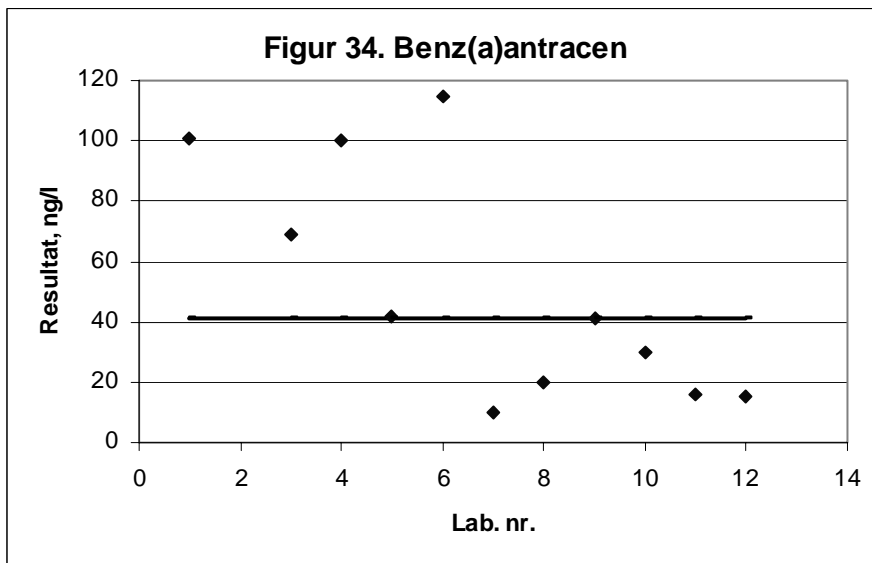
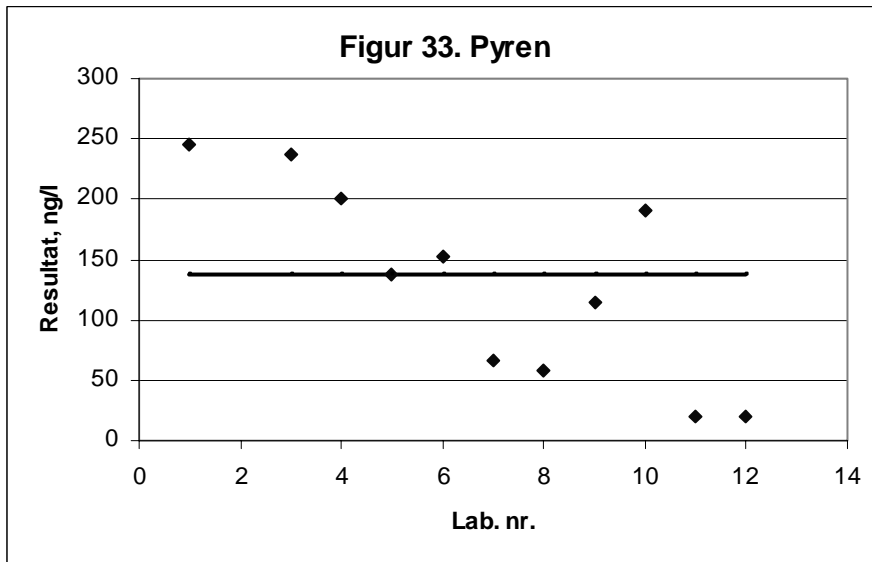
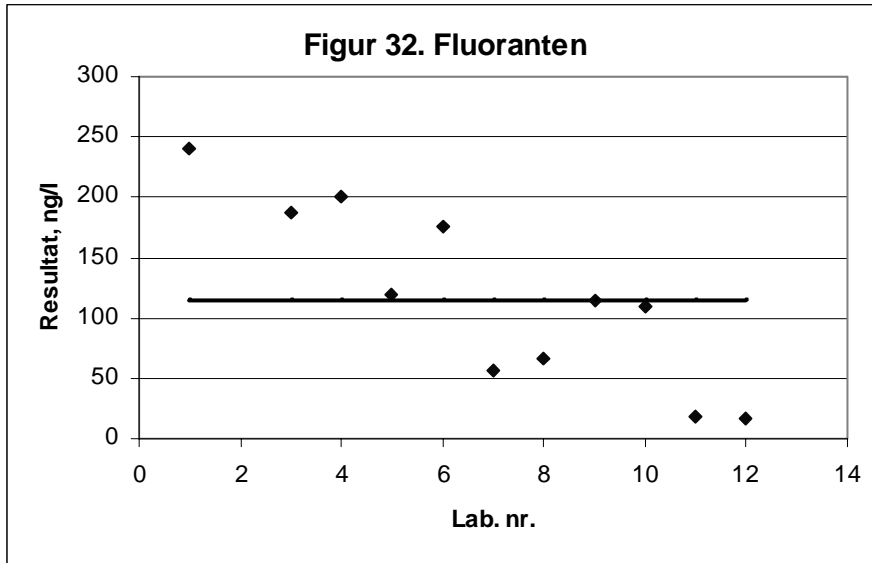
SUMPCB7

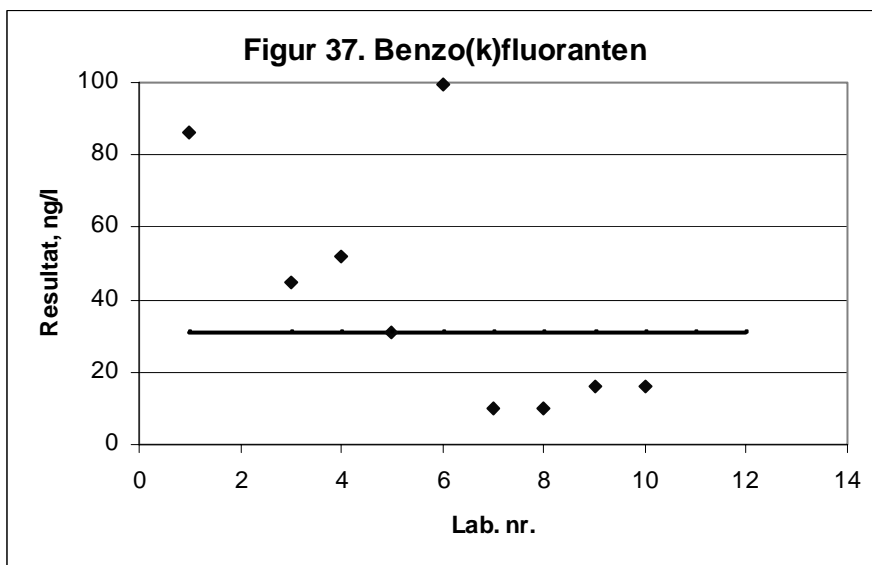
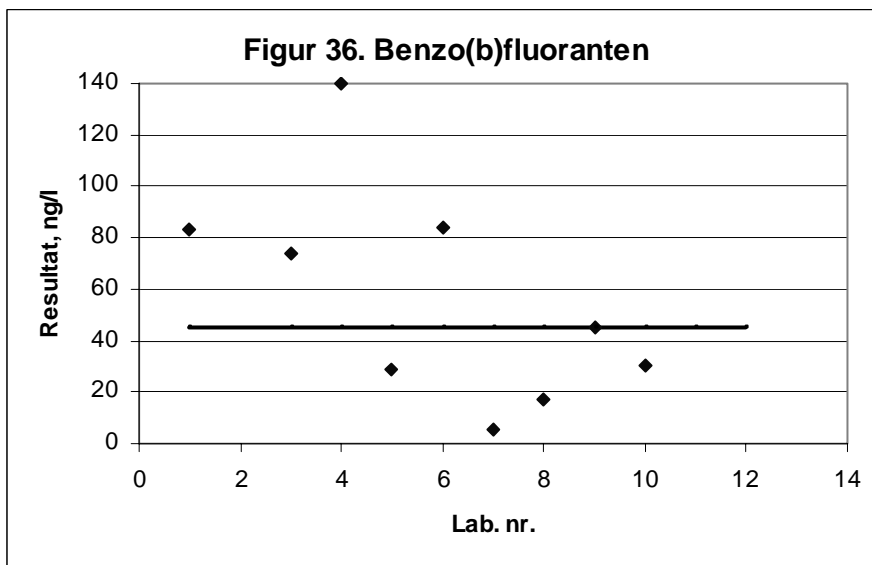
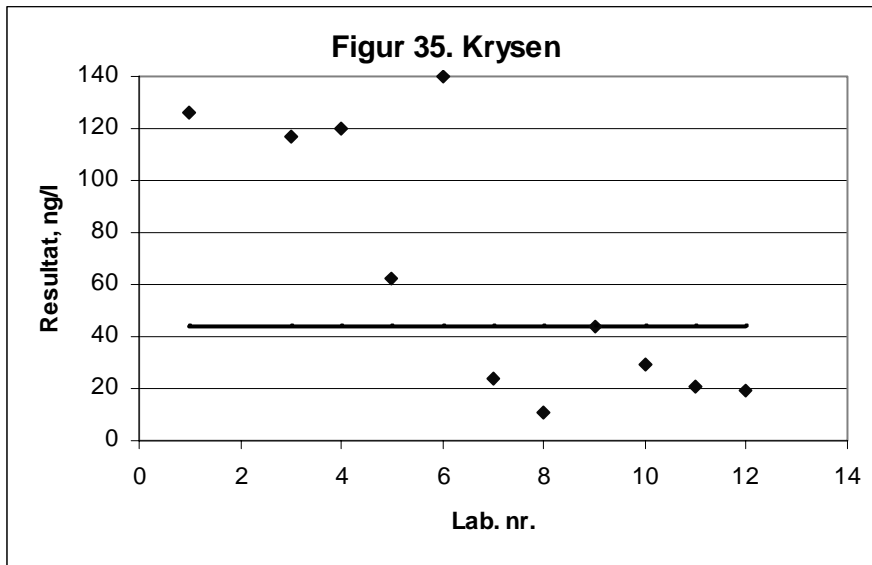


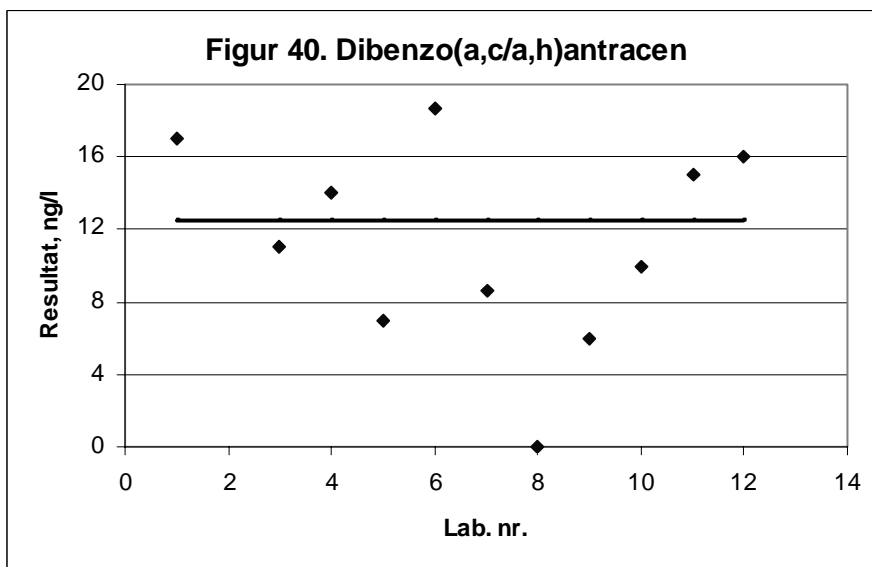
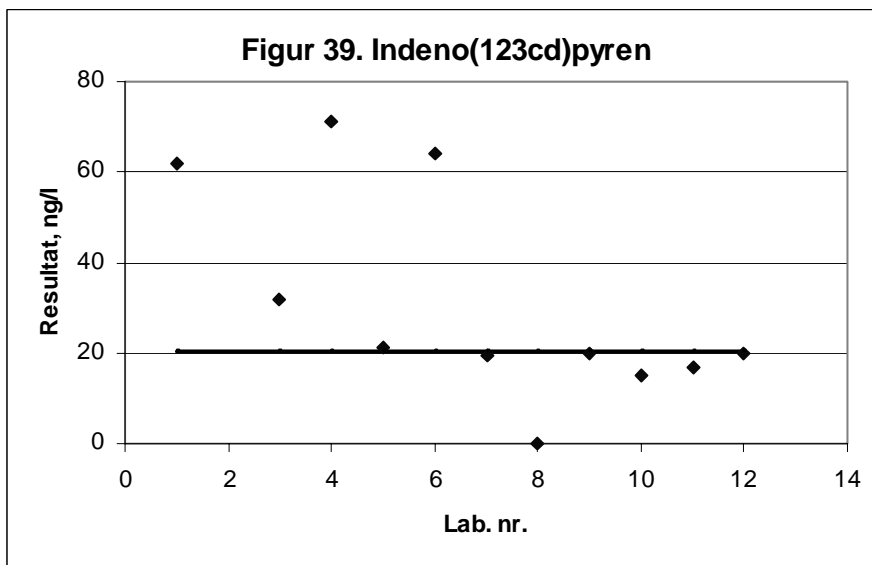
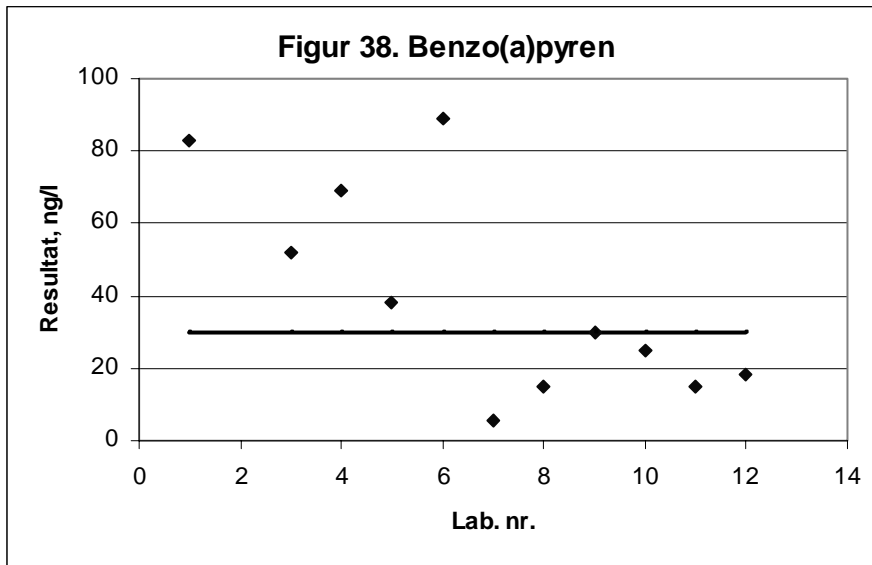
Figur 25. Youdendiagram for SUMPCB7, prøvepar AB
 Akseptansegrensen, angitt med en sirkel, er 30 %

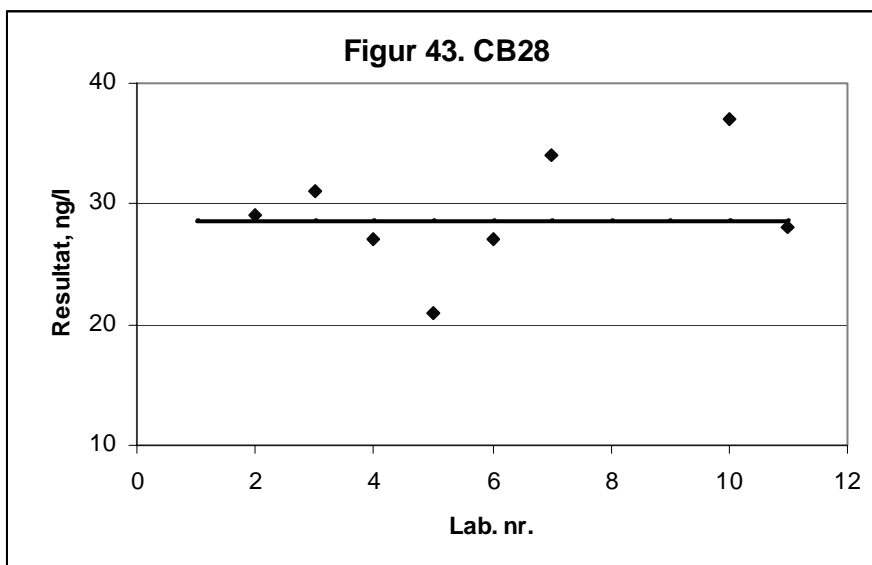
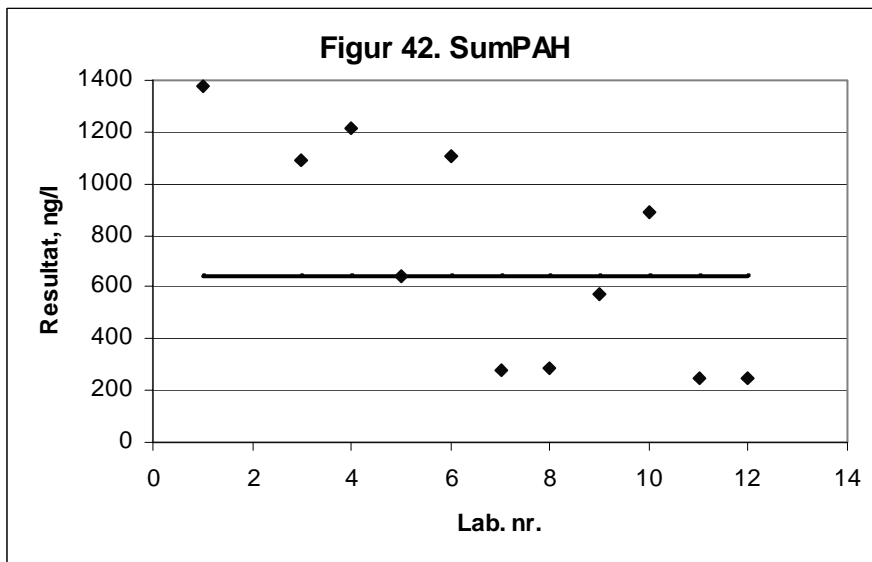
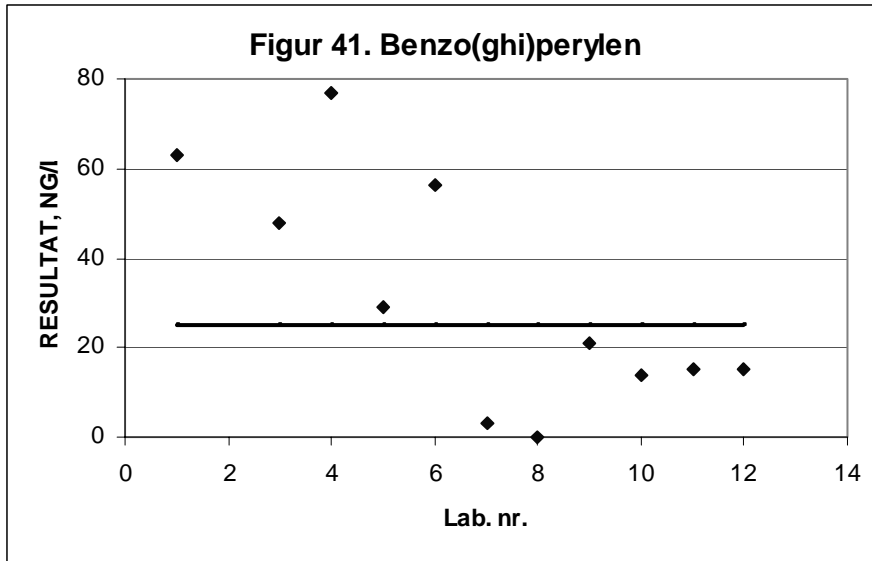


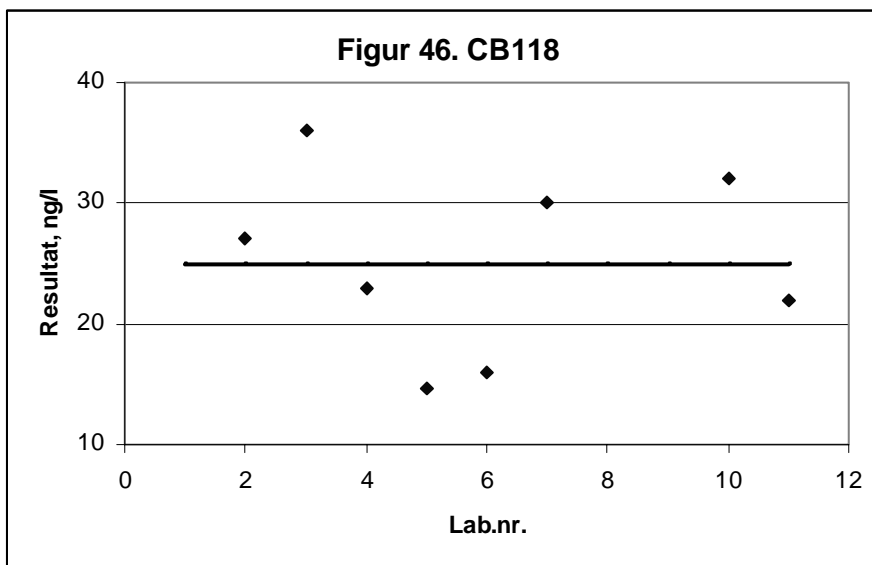
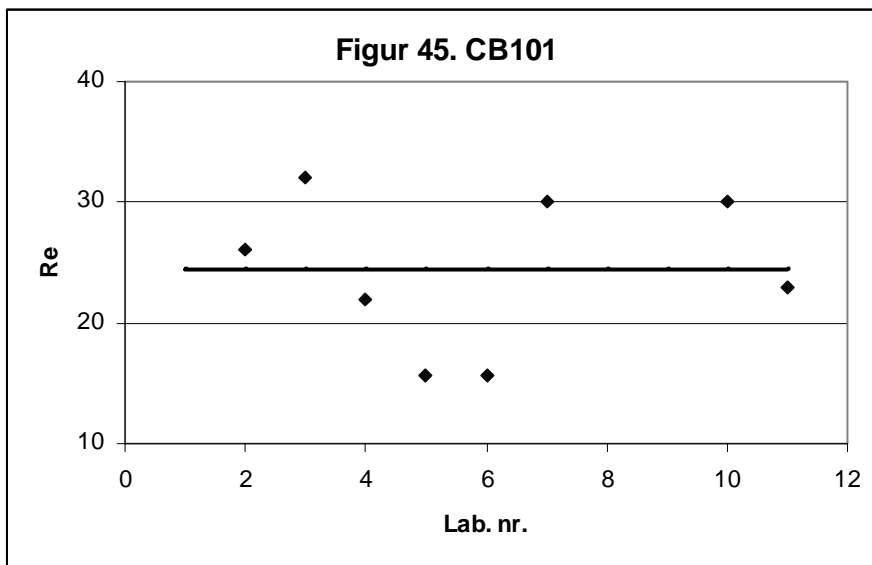
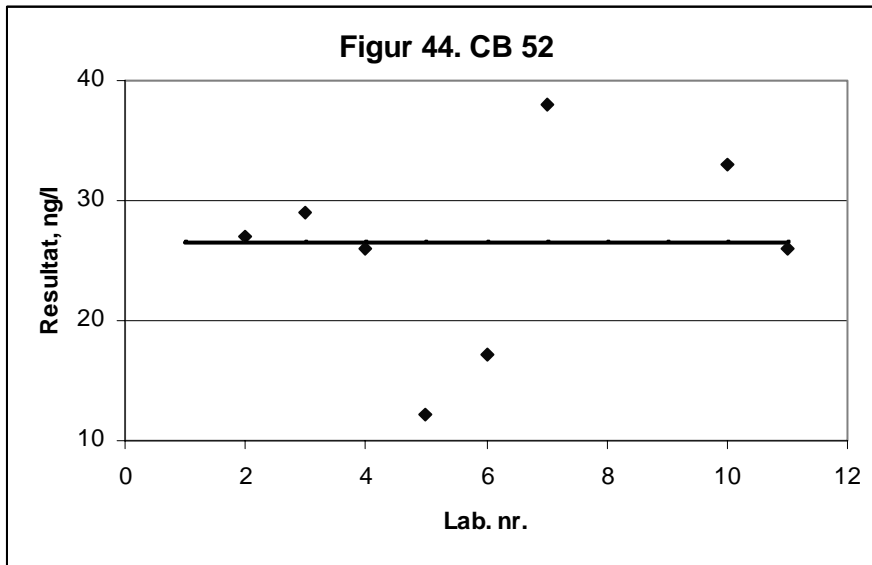


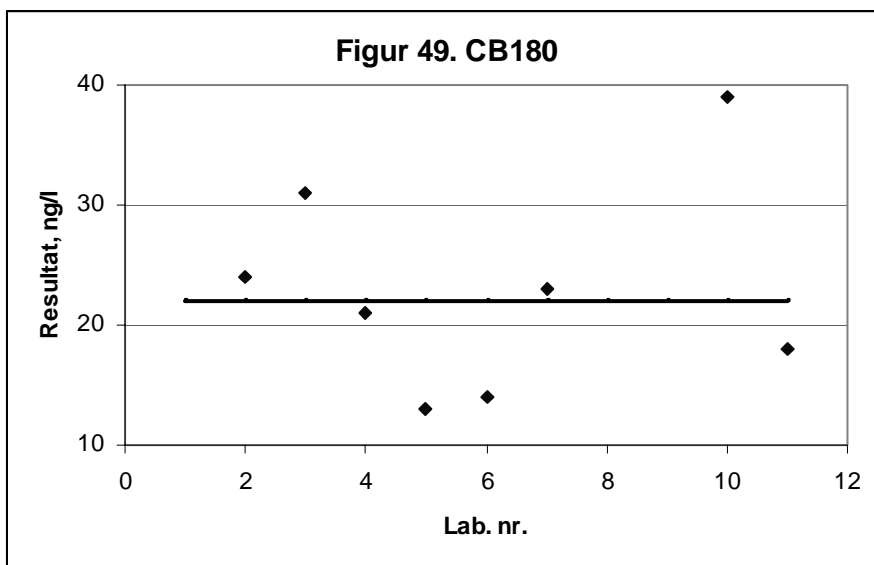
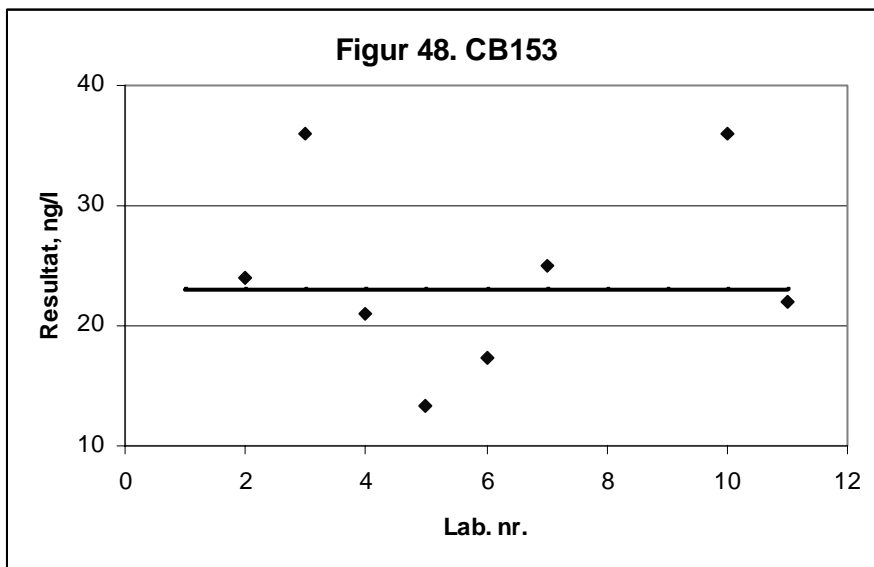
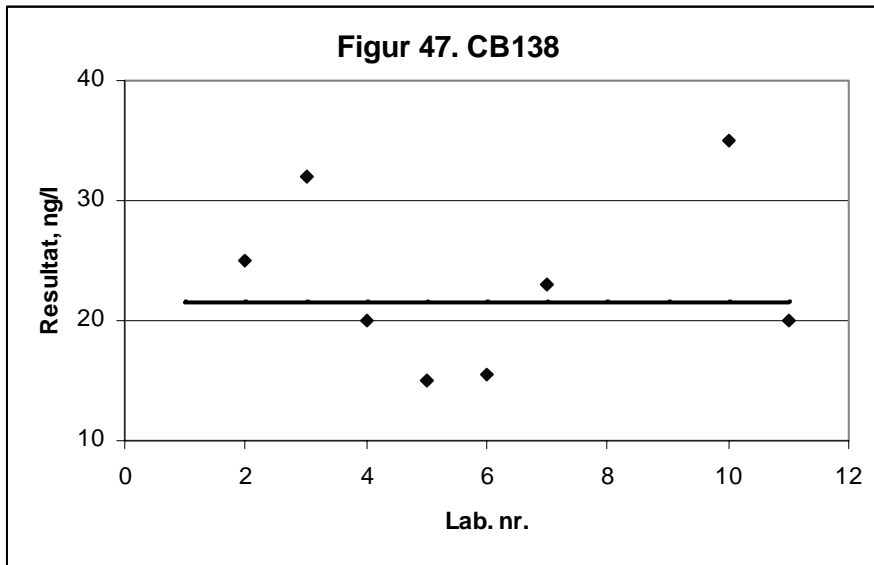


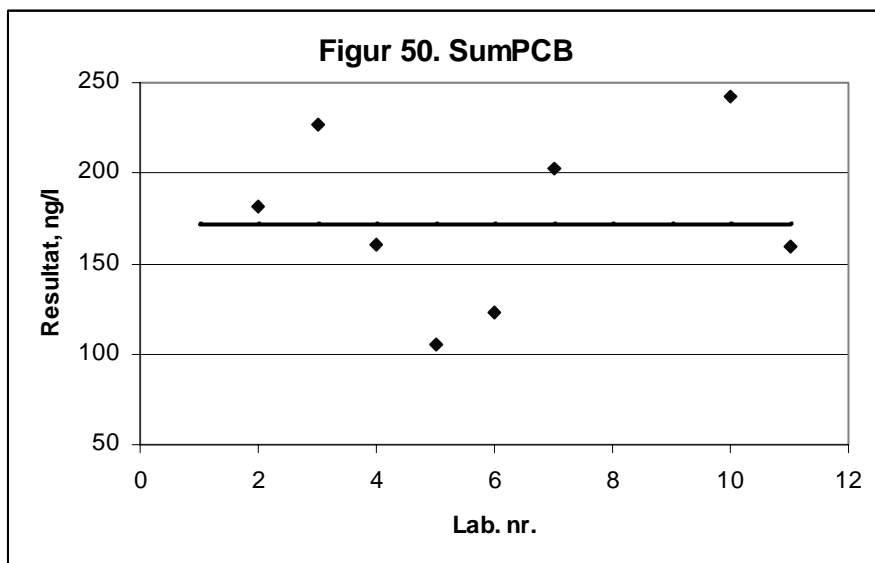












Ett laboratorium foretok både væske/væske ekstraksjon med cyclohexan, og fast fase ekstraksjon med etylacetat/acetone. Jevnt over ble resultatene med væske/væske ekstraksjon noe høyere enn fast fase ekstraksjonen, selv om det er noen unntak. Resultatene fra fast fase ekstraksjonen stemmer godt overens med medianverdiene.

3. Evaluering

3.1. Generelt

Før en analyse settes i gang er det vesentlig å ha klart for seg hva resultatene skal benyttes 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.

De sammenlignende laboratorieprøvingene har som mål å bedre kvaliteten av kjemiske analyser som inngår i ulike undersøkelser. Opplegget bygger på analyse av homogene vannprøver som er stabile i testperioden. Det er funnet mest hensiktsmessig å fastsette absolutte krav til resultatene. Kravene vil variere med analysevariabel, konsentrasjon og prøvenes øvrige sammensetning.

Ved slp'en PAHPCB 02 besto prøvene A og B av naturlig springvann som var tilsatt kjente stoffmengder. Akseptansegrensen var i utgangspunktet fastlagt til $\pm 30\%$ av midlere sann verdi for de to prøver som danner et par. Under evaluering av slp'en ble "sann" verdi satt lik medianen av deltagernes analyse-resultater og antall akseptable resultater beregnet i forhold til dette kravet. Resultatene av disse beregningene er presentert i tabell 3. Etersom den tilsatte mengde av de enkelte forbindelsene er kjent, kunne man også sammenligne medianverdien med den teoretiske verdi. Med enkelte unntak var det brukbar overensstemmelse mellom medianverdi og teoretisk (beregnet) konsentrasjon (tabell 4), selv om resultatene i gjennomsnitt lå systematisk lavere enn de teoretiske verdier.

I figurene 1 - 25 er det avsatt en sirkel med akseptansegrensen som radius. Resultatpar som faller innenfor sirkelen har totalfeil mindre enn denne grensen (*Vedlegg A*) og regnes som akseptable. Antall resultatpar i alt og andelen akseptable par er oppført i tabell 3. I alt er 63 % av deltagernes resultater for prøvene A og B ved denne slp'en bedømt som akseptable. Bestemmelse av PCB-forbindelser var gjennomgående noe bedre enn PAH, selv om konsentrasjonene var vesentlig lavere for PCB. For PAH er resultatene langt mer varierende, og det er noen forbindelser hvor andel akseptable resultater er bare 36 %. Noe av årsaken kan være at det er mye større forskjeller både i vannløselighet og flyktighet mellom de ulike PAH-forbindelsene enn det er mellom PCB-kongenerene.

Denne gangen var det ønske om å teste effekten av partikler på bestemmelsen, og derfor ble det laget en egen prøve C som besto av en suspensjon av et finknust sertifisert referansemateriale i springvann. For denne prøven ble resultatet plottet i et diagram som funksjon av laboratoriets nummer. Dette er nærmere omtalt i *Vedlegg A-2*. I tabell 4 er det foretatt en evaluering av resultatene for prøve C, og resultatene er langt svakere for PAH enn for prøvepar AB hvor forbindelsene forelå i løst form. I gjennomsnitt ble bare 32 % bedømt som akseptable i forhold til en sann verdi basert på medianverdien av de innsendte resultater. For PCB var andel akseptable resultater i prøve C 68 %, men her foreligger praktisk talt alt av PCB i løst form.

3.2. PAH

Ved evalueringen av resultatene for de enkelte forbindelsene er medianverdien av de innsendte resultatene fra laboratoriene benyttet som sann verdi, se tabellene 1 og 3 (side 7 og 49). For PAH-forbindelsene i prøvepar AB ligger standardavviket mellom laboratoriene hovedsakelig på 20 – 30 %. Enkelte forbindelser skiller seg ut med et noe lavere standard avvik (10 - 20 %), spesielt slike som acenaften, fluoren, fenantren og fluoranten. Dette er forbindelser som har relativt høy vannløselighet og som det heller ikke er knyttet spesielle kromatografiske problemer til. Det relative standardavviket er høyere for de tyngre forbindelsene hvor det også kan opptre flere isomerer. Gjennomgående er det relative standardavviket høyere i prøve A som har de laveste konsentrasjonene.

Sammenligner man medianverdien med den teoretisk beregnede verdien ut fra den overførte mengde sertifisert løsning og de sertifiserte verdier for PAH i SRM 1491, finner vi at medianverdiene ligger mindre enn 20 % lavere enn de beregnede verdier (se tabell 4 og 5). Det finnes et unntak for naftalen der medianverdien er høyere enn den beregnede verdi. For benzo(a)pyren avviker medianverdien med nesten 50 % fra den beregnede verdi. De noe lavere verdiene kan ha sammenheng med hvordan tillagingen av prøvene skjedde. Det sertifiserte materialet består av en blanding av 26 PAH-forbindelser løst i toluen. Spikeløsningen ble laget ved å blande en fortykning av denne med SRM 2262 (PCB i iso-oktan) og fortygne blandingen med etanol. Det kan være en viss mulighet for at løseligheten kan ha blitt overskredet i denne etanol-løsningen (se vedlegg E), eller at SRM-løsningen har forandret seg under lagring.

For prøve C hvor PAH er bundet til partikulært materiale ble resultatene vesentlig annerledes. Det er åpenbart at forskjellen mellom laboratoriene er vesentlig større når det gjelder håndtering av partikkelholdige prøver, se standardavvikene i tabell D 1. For mange av forbindelsene er det relative standardavviket av størrelsesorden rundt 100 %, noe som viser at det er stor forskjell i andelen PAH som ekstraheres under forbehandlingen ved de ulike laboratoriene. Tallverdiene i tabell D 1 viser at enkelte laboratorier ekstraherer en vesentlig mindre andel enn andre. Andelen PAH som ikke ekstraheres, når medianverdien til laboratorienes resultater beregnes i forhold til den utregnede konsentrasjonen, varierer fra 20 til 70 %.

For PAH baserer resultatene seg på på analyser fra maximum 11 laboratorier. Andelen av akseptable verdier (median \pm 30 %) er størst for forbindelser med høyest vannløselighet som f.eks. naftalen, fluoren, fenantren. For de tyngre forbindelsene, dvs forbindelser som eluerer fra og med benzo(a)antracen er andelen av akseptable verdier lavest. Noen av disse forbindelsene er vanskeligere å separere kromatografisk og de er også de minst vannløselige.

3.3. PCB

For PCB er standard avviket i prøve A og B relativt likt for alle kongenerene og varierer fra 11 – 25 %, med det laveste relative standardavviket for CB101. Også for disse forbindelsene er medianverdiene gjennomgående 10 – 20 % lavere enn de beregnede verdiene. Det kan være en mulighet for at lignende forhold ved tillaging av spikeløsning kan gjøre seg gjeldende for PCB på samme måte som for PAH.

Resultatene for PCB i prøve C avviker bare 20 – 40 % i forhold til beregnet innhold, og er derfor vesentlig bedre enn for PAH. Mye av årsaken til dette er trolig at den dominerende andel av PCB ble tilsatt i løst form, mens PAH var partikulært bundet i denne prøven.

For PCB baserer resultatene seg på analyser fra 8 laboratorier. For de fleste kongenerene er rundt to tredjedeler av resultatene innenfor akseptansegrensen på ± 30 %. Unntakene er PCB-52 og PCB-180 hvor bare 50 % av resultatene er akseptable i prøvepar AB. PCB-180 har den laveste vannløseligheten av alle de sju kongenerene.

4. Konklusjon

Grove systematiske eller tilfeldige avvik preger resultatene fra flere laboratorier. En mulig årsak kan være mangelfull validering av metodene før disse er tatt i rutinemessig bruk. Det illustrerer at alle ledd i analysekjeden må kvalitetssikres for å oppnå pålitelige data.

Ved enkelte instrumentelle analyser er systematiske avvik særlig fremtredende. I slike tilfeller bør feilsøkingen ha som mål å klarlegge om feilen er konstant og/eller konsentrasjonsavhengig for derved å få en indikasjon på årsaken (*Vedlegg A*). Intern kvalitetskontroll [Hovind 1986] er nødvendig for laboratoriets fortløpende evaluering av egne metoder og rutiner. Resultatenes nøyaktighet kontrolleres hvis mulig med standard referansematerialer (SRM), alternativt ved reanalyse av prøver fra slp'er som laboratoriet tidligere har deltatt i.

For både PCB og PAH kan det se ut som om det er en tendens til at standard avviket er noe lavere for prøvene med høyest konsentrasjon. Dette indikerer at for enkelte av laboratoriene representerer prøven med lavest konsentrasjon det nedre bestemmelsesområdet for analysen, og at det derfor er knyttet større usikkerhet til disse resultatene.

Med unntak av naftalen og fenantren ligger alle median-verdiene for PAH gjennomgående for lavt i forhold til teoretisk verdi i begge prøvene A og B. I prøve C er dette enda tydeligere, noe som indikerer at partikulært bundet PAH er vanskeligere å ekstrahere fra prøven. For PCB ligger de fleste verdiene 10-20 % for lavt.

For PAH er verdiene mye mer varierende i forhold til teoretisk verdi. Det største avviket er for de tyngre PAH-forbindelsene. Det er også sannsynlig at noen av laboratoriene ikke har hatt god nok separasjon og dermed bestemt summen av isomere forbindelser, dette kan for eksempel være tilfelle for benzo(k)fluoranten og benzo(b)fluoranten der (j)-isomeren kan være medbestemt.

Årsaken til at de fleste forbindelsene ligger for lavt og at variasjonene i forhold til teoretisk verdi er stor kan være mange:

1. En systematisk feil ved tillaging av spike-løsning eller ved spikingen av vannet.
2. Flaskene ble ikke fylt helt fulle, av årsaker som er beskrevet tidligere. Dette kan resultere i adsorpsjon av forbindelsene til deler av glassveggen, som ikke kommer i god nok kontakt med løsemiddelet under ekstraksjonen.
3. Adsorpsjon av forbindelsene til flaskekorken.

4. Det kan skyldes feil ved beregning av resultater, hvis man har regnet med at volumet er 1 liter, og ikke har målt det virkelige volumet og benyttet dette til beregningene.
5. Ved så vidt få deltakere som ved denne slp'en kan det oppstå problemer ved de statistiske beregningene, for eksempel hvis flere laboratorier gjør samme type feil kan dette føre til at de resultatene som er "mer riktig" kan bli forkastet.
6. Valg av intern standard til kvantifiseringen av de ulike forbindelsene, og kromatografiske forhold generelt vil kunne ha stor betydning for resultatene, særlig for PAH.

Tabell 3. Akseptansegrensener og evaluering av resultatene, prøvepar AB

Analysevariabel	Medianverdi		Aksept.- gr., %	Antall resultatpar		% akseptable	
	A, ng/l	B, ng/l		Ialt	Aksept.	02	01
Naftalen	58	104	30	11	7	64	75
Acenaftylen	50,5	101,5	30	11	8	73	50
Acenaften	53	100	30	11	10	91	50
Fluoren	51	105,5	30	11	9	82	63
Fenantren	54,5	110	30	11	9	82	78
Antracen	41	86	30	11	7	64	33
Fluoranten	52,5	107,5	30	11	9	82	56
Pyren	49,5	103,5	30	11	7	64	44
Benz(a)antracen	46,5	94,15	30	11	7	64	22
Krysen	51,35	101,5	30	11	8	73	33
Benzo(b)fluoranten	42	81	30	9	4	44	33
Benzo(j,k)fluoranten	42,5	92	30	9	5	56	50
Benzo(a)pyren	33	67	30	11	3	27	33
Indeno(1,2,3cd)pyren	45	85	30	11	4	36	33
Dibenzo(a,c/a,h)antracen	51	92	30	11	4	36	44
Benzo(ghi)perylene	52	93	30	11	6	55	33
Sum PAH16	801	1556	30	11	8	73	22
CB28	17	31	30	8	7	88	80
CB52	14	27	30	8	4	50	80
CB101	15	27	30	8	6	75	80
CB118	15	28	30	7	4	57	80
CB138	14,5	28	30	8	5	63	60
CB153	14	26	30	8	5	63	60
CB180	15	27	30	8	4	50	80
Sum PCB7	106	194	30	8	6	75	80
Totalt				246	156	63	63

Tabell 4. Evaluering av resultatene for prøve C

Analysevariable	Median	Teoretisk	Totalt antall	Antall akseptable innenfor $\pm 30\%$ av			
				median	% aks.	teoretisk	% aks.
A. PAH - polyaromatiske hydrokarboner							
Naftalen, ng/l	16,0	37,5	11	6	55	4	36
Acenaftylen, ng/l	18,0		11	3	27		
Acenaften, ng/l	6,3	13,0	11	5	45	3	27
Fluoren, ng/l	7,1	19,3	11	5	45	2	18
Fenantren, ng/l	75,0	119,9	11	4	36	4	36
Antracen, ng/l	16,1	40,3	11	5	45	2	18
Fluoranten, ng/l	115,0	203,0	11	3	27	4	36
Pyren, ng/l	138,0	220,7	11	3	27	4	36
Benz(a)antracen, ng/l	41,0	107,4	11	3	27	3	27
Krysen, ng/l	44,0	110,6	11	1	9	4	36
Benzo(b,j)fluoranten, ng/l	45,0	135,7	9	2	22	1	11
Benzo(k)fluoranten, ng/l	31,0	52,3	9	1	11	2	22
Benzo(a)pyren, ng/l	30,0	97,8	11	3	27	3	27
Indeno(1,2,3cd)pyren, ng/l	20,5	63,3	11	6	55	3	27
Dibenzo(a,c/a,h)antracen, ng/l	12,5	17,3	11	4	36	5	45
Benzo(ghi)perylen, ng/l	25,0	64,6	11	3	27	4	36
SumPAH16, ng/l	645	1302,7	11	2	18	4	36
Totalt			183	59	32	52	28
B. PCB - polyklorerte bifenylar							
CB28, ng/l	28,5	36,3	8	8	100	7	88
CB52, ng/l	26,5	36,3	8	5	63	6	75
CB101, ng/l	24,5	35,7	8	5	63	4	50
CB118, ng/l	25,0	35,7	7	5	71	4	57
CB138, ng/l	21,5	35,7	8	6	75	3	38
CB153, ng/l	23,0	35,2	8	5	63	3	38
CB180, ng/l	22	35,3	8	4	50	2	25
SUMPCB7, ng/l	171	250,2	8	5	63	4	50
Totalt			63	43	68	33	52

Tabell 5. Sammenligning av medianverdien av deltakernes resultater og den beregnede verdi for de enkelte forbindelser.

Analysevariable	Median			Teoretisk			Avvik, ng/l			Avvik %		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C
A. PAH - polyaromatiske hydrokarboner												
Naftalen, ng/l	58,0	104,0	16,0	55,6	111,0	37,5	2,4	-7,0	-21,5	4,3	-6,3	-57,3
Acenaftylen, ng/l	50,5	101,5	18,0	55,6	111,0		-5,1	-9,5	18,0	-9,2	-8,6	
Acenaften, ng/l	53,0	100,0	6,3	55,6	111,0	13,0	-2,6	-11,0	-6,7	-4,7	-9,9	-51,5
Fluoren, ng/l	51,0	105,5	7,1	55,6	111,0	19,3	-4,6	-5,5	-12,2	-8,3	-5,0	-63,2
Fenantren, ng/l	54,5	110,0	75,0	55,6	111,0	119,9	-1,1	-1,0	-44,9	-2,0	-0,9	-37,4
Antracen, ng/l	41,0	86,0	16,1	55,6	111,0	40,3	-14,6	-25,0	-24,2	-26,3	-22,5	-60,0
Fluoranten, ng/l	52,5	107,5	115,0	55,6	111,0	203,0	-3,1	-3,5	-88,0	-5,6	-3,2	-43,3
Pyren, ng/l	49,5	103,5	138,0	55,6	111,0	220,7	-6,1	-7,5	-82,7	-11,0	-6,8	-37,5
Benz(a)antracen, ng/l	46,5	94,2	41,0	55,6	111,0	107,4	-9,1	-16,8	-66,4	-16,4	-15,1	-61,8
Krysen, ng/l	51,4	101,5	44,0	55,6	111,0	110,6	-4,2	-9,5	-66,6	-7,6	-8,6	-60,2
Benzo(b,j)fluoranten, ng/l	42,0	81,0	45,0	55,6	111,0	135,7	-13,6	-30,0	-90,7	-24,5	-27,0	-66,8
Benzo(k)fluoranten, ng/l	42,5	92,0	31,0	55,6	111,0	52,3	-13,1	-19,0	-21,3	-23,6	-17,1	-40,7
Benzo(a)pyren, ng/l	29,0	62,0	30,0	55,6	111,0	97,8	-26,6	-49,0	-67,8	-47,8	-44,1	-69,3
Indeno(1,2,3cd)pyren, ng/l	45,0	85,0	20,5	55,6	111,0	63,3	-10,6	-26,0	-42,8	-19,1	-23,4	-67,6
Dibenzo(a,c/a,h)antracen, ng/l	51,0	92,0	12,5	55,6	111,0	17,3	-4,6	-19,0	-4,8	-8,3	-17,1	-27,7
Benzo(ghi)perylen, ng/l	52,0	93,0	25,0	55,6	111,0	64,6	-3,6	-18,0	-39,6	-6,5	-16,2	-61,3
SUMPAH16, ng/l	801	1556	645	889,6	1776,0	1302,7	-88,6	-220,0	-657,7	-10,0	-12,4	-50,5
B. PCB - polyklorerte bifenyler												
CB28, ng/l	17,0	31,0	28,5	17,3	34,5	36,3	-0,3	-3,5	-7,8	-1,7	-10,1	-21,5
CB52, ng/l	14,0	27,0	26,5	17,3	34,5	36,3	-3,3	-7,5	-9,8	-19,1	-21,7	-27,0
CB101, ng/l	15,0	27,0	24,5	17,0	34,0	35,7	-2,0	-7,0	-11,2	-11,8	-20,6	-31,4
CB118, ng/l	15,0	28,0	25,0	17,2	34,3	35,7	-2,2	-6,3	-10,7	-12,8	-18,4	-30,0
CB138, ng/l	14,5	28,0	21,5	17,0	34,0	35,7	-2,5	-6,0	-14,2	-14,7	-17,6	-39,8
CB153, ng/l	14,0	26,0	23,0	16,9	33,8	35,2	-2,9	-7,8	-12,2	-17,2	-23,1	-34,7
CB180, ng/l	15,0	27,0	22	17,2	34,3	35,3	-2,2	-7,3	-13,3	-12,8	-21,3	-37,7
SUMPCB7, ng/l	104,5	194,0	171	119,9	239,4	250,2	-15,4	-45,4	-79,2	-12,8	-19,0	-31,7

5. Litteratur

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

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

Vedlegg

A. Youdens metode

Prinsipp og presentasjon
Tolking av resultater
Årsaker til analysefeil

B. Deltakere

C. Datamateriale

Deltagernes analyseresultater
Statistikk, analysevariabler

D. Statistikk for prøve C

E. Analyse av spikeløsning

Vedlegg A. 1. Youdens metode

Prinsipp og presentasjon

Youdens metode bygger på at deltagerne analyserer parvise prøver med tilnærmet lik sammensetning [Youden og Steiner 1975]. Det foretas én bestemmelse pr. analysevariabel og prøve. Resultatene for hvert prøvepar fremstilles grafisk ved at det enkelte laboratoriums resultater blir avsatt i diagrammet som et punkt, merket med tilhørende identitetsnummer (figur 1-25).

Tolking av resultater

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

Grensen for akseptable resultater angis som en sirkel med sentrum i skjæringspunktet mellom linjene som markerer de 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 parett:

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

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).

Behandling av slp-data

Ved registrering og behandling av data fra de sammenlignende laboratorieprøvingene brukes følgende programvare, *Microsoft Access*, *Excel*, *Word*. Administrativ informasjon om deltagerne og samtlige data fra de enkelte slp'er lagres i *Access*. Ved hjelp av makroer foretas statistiske beregninger og det 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. Deltagernes resultater – ordnet etter stigende identitetsnummer – er sammenstilt i tabell C1. Statistisk materiale fra den siste beregningsomgangen er oppført i tabell C2. Resultatene listes etter stigende verdier, og utelatte enkeltresultater merkes med U.

2. Enkeltprøve

For hver enkelt analysevariabel og prøve er medianverdien av alle laboratorienes resultater bestemt, dessuten ble også middelerdien og standardavviket av disse beregnet. Laboratorier med middelerdier som avviker mer enn $\pm 50\%$ fra medianverdien blir vanligvis utelatt ved beregning av de endelige statistiske størrelser. Dette ble ikke gjort her, på grunn av det lave antall deltakere og den relativt store spredningen i resultatene.

Medianverdien av deltakernes resultater for de enkelte analysevariable ble brukt som sann verdi ved vurdering av de enkelte deltakernes resultater. Medianverdien benyttes fordi den påvirkes i mindre grad av sterkt avvikende resultater enn middelerdien.

For prøve C er resultatene framstilt grafisk i figurene 26 – 50. Her er laboratorienes resultater plottet som funksjon av deres identifikasjonsnumre. I disse figurene er medianen lagt inn som en linje, og avstanden mellom denne og laboratoriets resultat gir et uttrykk for målefeilen. Også her vil sterkt avvikende resultater kunne ligge utenfor figurens område.

Vedlegg B. Deltakere

Deltakerne i sammenlignende laboratorieprøving PAHPCB 02 ordnet alfabetisk.

Laboratorium

Akvamiljø AS
AnalyCen A/S
Bioforsk Lab
Chemlab Services AS
Geolab Nor AS
Intertek West-Lab A/S
Labnett, Skien, metode 1
Labnett, Skien, metode 2
Norsk institutt for vannforskning
SINTEF Materiel og Kjemi
Unilab Analyse AS

Kontaktperson

Atle Nævdal
Lab.leder Bjørn Tore Kildahl
FoU-leder Agnethe Christiansen
Tommie Christensen
Lise Støver
Fagleder Torbjørn Tyvold
Avd.leder Per Vetle Heldal
Avd.leder Per Vetle Heldal
Håvard Hovind
Kristin Rist Sørheim
Linda Hanssen

Vedlegg C. Analyseresultater og statistikk

Tabell C1. Deltakernes resultater i ng/l

Lab.	Naftalen			Acenaftylen			Acenaften			Fluoren		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C
1	59,0	104,0	40,0	55,0	103,0	42,0	49,0	94,0	8,0	52,0	101,0	10,0
3	64,0	109,0	37,0	43,0	88,0	21,0	57,0	111,0	6,0	43,0	97,0	6,0
4	64,0	120,0	27,0	49,0	100,0	9,6	51,0	100,0	6,6	54,0	110,0	8,2
5	48,0	92,0	8,0	45,0	88,0	25,0	48,0	93,0	5,0	45,0	94,0	4,0
6	46,3	89,0	12,5	36,2	78,4	10,5	44,4	91,1	4,3	47,5	93,2	5,5
7	36,3	65,8	8,4	11,7	19,2	3,5	49,4	100,0	3,3	28,2	44,5	3,4
8	98,0	160,0	39,0	48,0	84,0	<1	53,0	98,0	<10	50,0	97,0	<10
9	58,0	112,0	9,0	52,0	106,0	7,0	58,0	115,0	6,0	58,0	122,0	6,0
10	350,0	640,0	300,0	57,0	106,0	34,0	59,0	116,0	10,0	56,0	128,0	41,0
11	64,0	72,0	16,0	70,0	129,0	17,0	63,0	121,0	15,0	50,0	133,0	21,0
12	58,0	106,0	16,0	63,0	111,0	19,0	64,0	113,0	14,0	66,0	120,0	20,0

Lab.	Fenantren			Antracen			Fluoranten			Pyren		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C
1	71,0	125,0	128,0	53,0	98,0	44,0	73,0	130,0	240,0	107,0	128,0	246,0
3	62,0	114,0	118,0	53,0	94,0	30,0	66,0	114,0	188,0	69,0	112,0	237,0
4	55,0	110,0	110,0	35,0	72,0	13,0	53,0	110,0	200,0	50,0	100,0	200,0
5	45,0	91,0	75,0	31,0	72,0	12,0	45,0	89,0	119,0	49,0	94,0	138,0
6	49,3	96,5	83,8	32,4	70,4	15,2	44,0	87,8	175,5	41,2	82,5	152,9
7	40,0	74,0	46,8	18,3	28,5	5,0	30,0	52,8	56,0	35,0	63,5	65,7
8	54,0	99,0	52,0	37,0	74,0	<10	47,0	87,0	67,0	40,0	87,0	58,0
9	56,0	115,0	74,0	41,0	86,0	7,0	50,0	105,0	115,0	50,0	107,0	114,0
10	98,0	180,0	120,0	111,0	210,0	87,0	55,0	100,0	110,0	69,0	120,0	190,0
11	47,0	110,0	20,0	51,0	106,0	18,0	52,0	116,0	18,0	53,0	127,0	20,0
12	70,0	127,0	18,0	48,0	115,0	17,0	55,0	114,0	17,0	48,0	110,0	20,0

Lab.	Benz(a)antracen			Krysen			Benzo(b,j)fluoranten			Benzo(k)fluoranten		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C
1	58,0	108,0	101,0	59,0	113,0	126,0	59,0	114,0	83,0	55,0	107,0	86,0
3	46,0	92,0	69,0	67,0	117,0	117,0	40,0	69,0	74,0	61,0	119,0	45,0
4	48,0	96,0	100,0	56,0	110,0	120,0	55,0	110,0	140,0	43,0	91,0	52,0
5	43,0	89,0	42,0	46,0	98,0	62,0	44,0	93,0	29,0	46,0	93,0	31,0
6	42,9	92,3	114,5	47,7	99,4	139,8	35,3	67,3	83,7	33,3	60,7	99,7
7	9,6	14,7	9,9	24,4	20,8	23,8	9,3	19,6	5,7	14,5	28,2	10,0
8	33,0	57,0	20,0	33,0	85,0	11,0	30,0	62,0	17,0	30,0	57,0	10,0
9	47,0	97,0	41,0	46,0	100,0	44,0	47,0	113,0	45,0	38,0	97,0	16,0
10	43,0	70,0	30,0	38,0	68,0	29,0	38,0	69,0	30,0	42,0	76,0	16,0
11	62,0	121,0	16,0	62,0	112,0	21,0						
12	54,0	102,0	15,0	55,0	103,0	19,0						

Lab.	Benzo(a)pyren			Indeno(123cd)pyren			Dibenzo(a,c/a,h)antracen			Benzo(ghi)perylene		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C
1	50,0	83,0	83,0	55,0	102,0	62,0	51,0	92,0	17,0	53,0	95,0	63,0
3	42,0	79,0	52,0	52,0	92,0	32,0	55,0	97,0	11,0	51,0	90,0	48,0
4	24,0	50,0	69,0	52,0	100,0	71,0	41,0	83,0	14,0	53,0	110,0	77,0
5	33,0	71,0	38,0	38,0	78,0	21,0	35,0	75,0	7,0	42,0	91,0	29,0
6	21,0	42,6	89,2	30,4	57,0	64,3	24,9	39,0	18,7	27,3	52,0	56,5
7	9,5	17,7	5,8	31,0	58,5	19,6	25,4	59,3	8,6	4,3	15,6	3,0
8	22,0	54,0	15,0	27,0	51,0	<10	18,0	40,0	<10	21,0	50,0	<10
9	29,0	67,0	30,0	30,0	77,0	20,0	24,0	72,0	6,0	32,0	85,0	21,0
10	43,0	62,0	25,0	30,0	20,0	15,0	32,0	59,0	10,0	20,0	41,0	14,0
11	64,0	112,0	15,0	67,0	116,0	17,0	68,0	120,0	15,0	61,0	113,0	15,0
12	53,0	96,0	18,0	62,0	111,0	20,0	65,0	106,0	16,0	58,0	106,0	15,0

Lab.	SumPAH16		
	A	B	C
1	959,0	1697,0	1379,0
3	871,0	1594,0	1093,0
4	783,0	1572,0	1217,0
5	683,0	1401,0	645,0
6	604,1	1199,2	1107,0
7	376,9	682,8	278,4
8	641,0	1242,0	289,0
9	772,0	1694,0	570,0
10	885,0	890,0	890,0
11	834,0	1608,0	244,0
12	819,0	1540,0	244,0

Lab.	CB28			CB52			CB101			CB118		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C
1												
3	14,0	28,0	29,0	13,0	27,0	27,0	14,0	27,0	26,0	15,0	28,0	27,0
4	16,0	33,0	31,0	14,0	29,0	29,0	16,0	32,0	32,0	17,0	36,0	36,0
5	15,0	29,0	27,0	16,0	30,0	26,0	15,0	27,0	22,0	14,0	28,0	23,0
6	14,9	29,0	20,9	9,6	16,4	12,1	13,1	23,4	15,6	13,3	24,2	14,7
7	19,0	34,2	27,0	12,0	25,6	17,2	12,5	26,5	15,7	13,5	24,2	16,0
8	22,0	36,0	37,0	26,0	40,0	38,0	24,0	41,0	30,0	22,0	42,0	30,0
9												
10												
11	18,0	37,0	37,0	17,0	35,0	33,0	17,0	33,0	30,0	18,0	34,0	32,0
12	23,0	26,0	28,0	21,0	27,0	26,0	16,0	28,0	23,0	16	29	22,0

Lab.	CB138			CB153			CB180			SumPCB7		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C
1												
3	14,0	27,0	27	13,0	26,0	24	14,0	26,0	24	97,0	189,0	182
4	16,0	32,0	32	16,0	33,0	36	15,0	31,0	31	110,0	226,0	227
5	14,0	26,0	26	14,0	26,0	21	14,0	27,0	21	102,0	193,0	160
6	11,6	20,7	20,7	12,4	22,9	13,4	11,7	19,9	13	86,6	156,5	104,7
7	11,5	19,7	19,7	12,3	22,0	17,4	7,0	17,0	14	87,8	169,2	122,8
8	20,0	37,0	37	21,0	42,0	25	20,0	35,0	23	155,0	273,0	203
9												
10												
11	18,0	33,0	33	20,0	35,0	36	19,0	35,0	39	127,0	242,0	242
12	15,0	29,0	29	15,0	29,0	22	15,0	27,0	18	121,0	195,0	159

Tabell C 2.1. Statistikk - Naftalen, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	27,7
Antall utelatte resultater	2	Varians	93,8
Sann verdi	58,0	Standardavvik	9,7
Middelverdi	55,3	Rel. standardavvik	17,5%
Median	58,0	Rel. feil	-4,7%
Analyseresultater i stigende rekkefølge:			
7	36,3	12	58,0
6	46,3	1	59,0
5	48,0	3	64,0
9	58,0	11	64,0
		4	64,0
		8	98,0 U
		10	350,0 U

Prøve B

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	54,2
Antall utelatte resultater	2	Varians	339,3
Sann verdi	104,0	Standardavvik	18,4
Middelverdi	96,6	Rel. standardavvik	19,1%
Median	104,0	Rel. feil	-7,1%
Analyseresultater i stigende rekkefølge:			
7	65,8	1	104,0
11	72,0	12	106,0
6	89,0	3	109,0
5	92,0	9	112,0
		4	120,0
		8	160,0 U
		10	640,0 U

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.2. Statistikk - Acenaftylene, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	33,8
Antall utelatte resultater	1	Varians	98,1
Sann verdi	50,5	Standardavvik	9,9
Middelverdi	51,8	Rel. standardavvik	19,1%
Median	50,5	Rel. feil	2,6%
Analyseresultater i stigende rekkefølge:			
7	11,7 U	8	48,0
6	36,2	4	49,0
3	43,0	9	52,0
5	45,0	1	55,0
		10	57,0
		12	63,0
		11	70,0

Prøve B

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	50,6
Antall utelatte resultater	1	Varians	227,7
Sann verdi	101,5	Standardavvik	15,1
Middelverdi	99,3	Rel. standardavvik	15,2%
Median	101,5	Rel. feil	-2,1%
Analyseresultater i stigende rekkefølge:			
7	19,2 U	5	88,0
6	78,4	4	100,0
8	84,0	1	103,0
3	88,0	10	106,0
		9	106,0
		12	111,0
		11	129,0

U = Utelatte resultater

Tabell C2.3. Statistikk - Acenaften, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	19,6
Antall utelatte resultater	0	Varians	41,5
Sann verdi	53,0	Standardavvik	6,4
Middelverdi	54,2	Rel. standardavvik	11,9%
Median	53,0	Rel. feil	2,2%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

6	44,4	4	51,0	10	59,0
5	48,0	8	53,0	11	63,0
1	49,0	3	57,0	12	64,0
7	49,4	9	58,0		

Prøve B

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	29,9
Antall utelatte resultater	0	Varians	113,3
Sann verdi	100,0	Standardavvik	10,6
Middelverdi	104,7	Rel. standardavvik	10,2%
Median	100,0	Rel. feil	4,7%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

6	91,1	7	100,0	9	115,0
5	93,0	4	100,0	10	116,0
1	94,0	3	111,0	11	121,0
8	98,0	12	113,0		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.4. Statistikk - Fluoren, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	23,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	45,6
Sann verdi	51,0	Standardavvik	6,7
Middelverdi	52,2	Rel. standardavvik	12,9%
Median	51,0	Rel. feil	2,3%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	28,2	U	8	50,0	10	56,0
3	43,0		11	50,0	9	58,0
5	45,0		1	52,0	12	66,0
6	47,5		4	54,0		

Prøve B

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	39,8
Antall utelatte resultater	1	Varians	228,0
Sann verdi	105,5	Standardavvik	15,1
Middelverdi	109,5	Rel. standardavvik	13,8%
Median	105,5	Rel. feil	3,8%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	44,5	U	3	97,0	9	122,0
6	93,2		1	101,0	10	128,0
5	94,0		4	110,0	11	133,0
8	97,0		12	120,0		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.5. Statistikk - Fenantren, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	31,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	105,9
Sann verdi	54,5	Standardavvik	10,3
Middelverdi	54,9	Rel. standardavvik	18,7%
Median	54,5	Rel. feil	0,8%
Analyseresultater i stigende rekkefølge:			
7	40,0	8	54,0
5	45,0	4	55,0
11	47,0	9	56,0
6	49,3	3	62,0
		12	70,0
		1	71,0
		10	98,0 U

Prøve B

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	53,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	263,0
Sann verdi	110,0	Standardavvik	16,2
Middelverdi	106,2	Rel. standardavvik	15,3%
Median	110,0	Rel. feil	-3,5%
Analyseresultater i stigende rekkefølge:			
7	74,0	11	110,0
5	91,0	4	110,0
6	96,5	3	114,0
8	99,0	9	115,0
		1	125,0
		12	127,0
		10	180,0 U

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.6. Statistikk - Antracen, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	22,0
Antall utelatte resultater	2	Varians	80,7
Sann verdi	41,0	Standardavvik	9,0
Middelverdi	42,4	Rel. standardavvik	21,2%
Median	41,0	Rel. feil	3,4%
Analyseresultater i stigende rekkefølge:			
7	18,3 U	8	37,0
5	31,0	9	41,0
6	32,4	12	48,0
4	35,0	11	51,0
		3	53,0
		1	53,0
		10	111,0 U

Prøve B

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	44,6
Antall utelatte resultater	2	Varians	276,1
Sann verdi	86,0	Standardavvik	16,6
Middelverdi	87,5	Rel. standardavvik	19,0%
Median	86,0	Rel. feil	1,7%
Analyseresultater i stigende rekkefølge:			
7	28,5 U	8	74,0
6	70,4	9	86,0
5	72,0	3	94,0
4	72,0	1	98,0
		11	106,0
		12	115,0
		10	210,0 U

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.7. Statistikk - Fluoranten, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	29,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	84,2
Sann verdi	52,5	Standardavvik	9,2
Middelverdi	54,0	Rel. standardavvik	17,0%
Median	52,5	Rel. feil	2,9%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	30,0	U	9	50,0	12	55,0
6	44,0		11	52,0	3	66,0
5	45,0		4	53,0	1	73,0
8	47,0		10	55,0		

Prøve B

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	43,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	203,7
Sann verdi	107,5	Standardavvik	14,3
Middelverdi	105,3	Rel. standardavvik	13,6%
Median	107,5	Rel. feil	-2,1%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	52,8	U	10	100,0	12	114,0
8	87,0		9	105,0	11	116,0
6	87,8		4	110,0	1	130,0
5	89,0		3	114,0		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.8. Statistikk - Pyren, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	34,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	126,3
Sann verdi	49,5	Standardavvik	11,2
Middelverdi	50,4	Rel. standardavvik	22,3%
Median	49,5	Rel. feil	1,9%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	35,0		5	49,0	3	69,0
8	40,0		9	50,0	10	69,0
6	41,2		4	50,0	1	107,0
12	48,0		11	53,0		

Prøve B

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	63,5
Antall utelatte resultater	1	Varians	362,7
Sann verdi	103,5	Standardavvik	19,0
Middelverdi	100,3	Rel. standardavvik	19,0%
Median	103,5	Rel. feil	-3,1%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	63,5		4	100,0	10	120,0
6	82,5		9	107,0	11	127,0
8	87,0		12	110,0	1	128,0
5	94,0		3	112,0		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.9. Statistikk - Benz(a)antracen, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	29,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	70,8
Sann verdi	46,5	Standardavvik	8,4
Middelverdi	47,7	Rel. standardavvik	17,6%
Median	46,5	Rel. feil	2,6%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	9,6	U	5	43,0	12	54,0
8	33,0		3	46,0	1	58,0
6	42,9		9	47,0	11	62,0
10	43,0		4	48,0		

Prøve B

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	64,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	328,2
Sann verdi	94,2	Standardavvik	18,1
Middelverdi	92,4	Rel. standardavvik	19,6%
Median	94,2	Rel. feil	-1,8%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	14,7	U	3	92,0	12	102,0
8	57,0		6	92,3	1	108,0
10	70,0		4	96,0	11	121,0
5	89,0		9	97,0		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.10. Statistikk - Krysen, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	34,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	115,1
Sann verdi	51,4	Standardavvik	10,7
Middelverdi	51,0	Rel. standardavvik	21,0%
Median	51,4	Rel. feil	-0,7%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	24,4	U	9	46,0	1	59,0
8	33,0		6	47,7	11	62,0
10	38,0		12	55,0	3	67,0
5	46,0		4	56,0		

Prøve B

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	49,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	217,9
Sann verdi	101,5	Standardavvik	14,8
Middelverdi	100,5	Rel. standardavvik	14,7%
Median	101,5	Rel. feil	-0,9%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	20,8	U	6	99,4	11	112,0
10	68,0		9	100,0	1	113,0
8	85,0		12	103,0	3	117,0
5	98,0		4	110,0		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.11. Statistikk - Benzo(b,j)fluoranten, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	9	Variasjonsbredde	29,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	96,7
Sann verdi	42,0	Standardavvik	9,8
Middelverdi	43,5	Rel. standardavvik	22,6%
Median	42,0	Rel. feil	3,7%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	9,3	U	10	38,0	9	47,0
8	30,0		3	40,0	4	55,0
6	35,3		5	44,0	1	59,0

Prøve B

Antall deltagere	9	Variasjonsbredde	52,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	518,7
Sann verdi	81,0	Standardavvik	22,8
Middelverdi	87,2	Rel. standardavvik	26,1%
Median	81,0	Rel. feil	7,6%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	19,6	U	3	69,0	4	110,0
8	62,0		10	69,0	9	113,0
6	67,3		5	93,0	1	114,0

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.12. Statistikk - Benzo(k)fluoranten, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	9	Variasjonsbredde	31,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	109,1
Sann verdi	42,5	Standardavvik	10,4
Middelverdi	43,5	Rel. standardavvik	24,0%
Median	42,5	Rel. feil	2,4%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	14,5	U	9	38,0	5	46,0
8	30,0		10	42,0	1	55,0
6	33,3		4	43,0	3	61,0

Prøve B

Antall deltagere	9	Variasjonsbredde	62,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	469,4
Sann verdi	92,0	Standardavvik	21,7
Middelverdi	87,6	Rel. standardavvik	24,7%
Median	92,0	Rel. feil	-4,8%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	28,2	U	10	76,0	9	97,0
8	57,0		4	91,0	1	107,0
6	60,7		5	93,0	3	119,0

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.13. Statistikk - Benzo(a)pyren, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	22,0
Antall utelatte resultater	4	Varians	83,6
Sann verdi	33,0	Standardavvik	9,1
Middelverdi	30,6	Rel. standardavvik	29,9%
Median	29,0	Rel. feil	-7,4%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	9,5	U	9	29,0	1	50,0	U
6	21,0		5	33,0	12	53,0	U
8	22,0		3	42,0	11	64,0	U
4	24,0		10	43,0			

Prøve B

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	36,4
Antall utelatte resultater	4	Varians	161,5
Sann verdi	67,0	Standardavvik	12,7
Middelverdi	60,8	Rel. standardavvik	20,9%
Median	62,0	Rel. feil	-9,3%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	17,7	U	10	62,0	1	83,0	U
6	42,6		9	67,0	12	96,0	U
4	50,0		5	71,0	11	112,0	U
8	54,0		3	79,0			

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.14. Statistikk - Indeno(1,2,3cd)pyren, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	40,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	219,4
Sann verdi	45,0	Standardavvik	14,8
Middelverdi	44,4	Rel. standardavvik	33,3%
Median	45,0	Rel. feil	-1,2%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

8	27,0		7	31,0	1	55,0
10	30,0	U	5	38,0	12	62,0
9	30,0		3	52,0	11	67,0
6	30,4		4	52,0		

Prøve B

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	65,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	550,0
Sann verdi	85,0	Standardavvik	23,5
Middelverdi	84,3	Rel. standardavvik	27,8%
Median	85,0	Rel. feil	-0,9%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

10	20,0	U	9	77,0	1	102,0
8	51,0		5	78,0	12	111,0
6	57,0		3	92,0	11	116,0
7	58,5		4	100,0		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.15. Statistikk - Dibenzo(a,c/a,h)antracen, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	36,0
Antall utelatte resultater	4	Varians	200,6
Sann verdi	51,0	Standardavvik	14,2
Middelverdi	49,6	Rel. standardavvik	28,6%
Median	51,0	Rel. feil	-2,8%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

8	18,0 U	10	32,0	3	55,0
9	24,0 U	5	35,0	12	65,0
6	24,9 U	4	41,0	11	68,0
7	25,4 U	1	51,0		

Prøve B

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	61,0
Antall utelatte resultater	4	Varians	407,2
Sann verdi	92,0	Standardavvik	20,2
Middelverdi	90,3	Rel. standardavvik	22,4%
Median	92,0	Rel. feil	-1,9%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

6	39,0 U	9	72,0 U	3	97,0
8	40,0 U	5	75,0	12	106,0
10	59,0	4	83,0	11	120,0
7	59,3 U	1	92,0		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.16. Statistikk - Benzo(ghi)perylene, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	33,7
Antall utelatte resultater	3	Varians	149,0
Sann verdi	52,0	Standardavvik	12,2
Middelverdi	47,2	Rel. standardavvik	25,9%
Median	52,0	Rel. feil	-9,3%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	4,3 U	9	32,0	4	53,0
10	20,0 U	5	42,0	12	58,0
8	21,0 U	3	51,0	11	61,0
6	27,3	1	53,0		

Prøve B

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	61,0
Antall utelatte resultater	3	Varians	374,2
Sann verdi	93,0	Standardavvik	19,3
Middelverdi	92,8	Rel. standardavvik	20,9%
Median	93,0	Rel. feil	-0,3%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	15,6 U	9	85,0	12	106,0
10	41,0 U	3	90,0	4	110,0
8	50,0 U	5	91,0	11	113,0
6	52,0	1	95,0		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.17. Statistikk - SumPAH16, ng/l

		PrøveA	
Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	354,9
Antall utelatte resultater	1	Varians	12807,4
Sann verdi	801,0	Standardavvik	113,2
Middelverdi	785,1	Rel. standardavvik	14,4%
Median	801,0	Rel. feil	-2,0%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	376,9	U	9	772,0	3	871,0
6	604,1		4	783,0	10	885,0
8	641,0		12	819,0	1	959,0
5	683,0		11	834,0		

Prøve B

Antall deltagere	11	Variasjonsbredde	807,0
Antall utelatte resultater	1	Varians	67888,9
Sann verdi	1556,0	Standardavvik	260,6
Middelverdi	1443,7	Rel. standardavvik	18,0%
Median	1556,0	Rel. feil	-7,2%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	682,8	U	5	1401,0	11	1608,0
10	890,0		12	1540,0	9	1694,0
6	1199,2		4	1572,0	1	1697,0
8	1242,0		3	1594,0		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.18. Statistikk - CB28, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	8	Variasjonsbredde	9,0
Antall utelatte resultater	0	Varians	11,4
Sann verdi	17,0	Standardavvik	3,4
Middelverdi	17,7	Rel. standardavvik	19,1%
Median	17,0	Rel. feil	4,3%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

3	14,0	4	16,0	8	22,0
6	14,9	11	18,0	12	23,0
5	15,0	7	19,0		

Prøve B

Antall deltagere	8	Variasjonsbredde	11,0
Antall utelatte resultater	0	Varians	16,4
Sann verdi	31,0	Standardavvik	4,1
Middelverdi	31,5	Rel. standardavvik	12,9%
Median	31,0	Rel. feil	1,7%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

12	26,0	6	29,0	8	36,0
3	28,0	4	33,0	11	37,0
5	29,0	7	34,2		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.19. Statistikk - CB52, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	8	Variasjonsbredde	11,4			
Antall utelatte resultater	1	Varians	13,9			
Sann verdi	14,0	Standardavvik	3,7			
Middelverdi	14,7	Rel. standardavvik	25,4%			
Median	14,0	Rel. feil	4,7%			
Analyseresultater i stigende rekkefølge:						
	6	9,6	4	14,0	12	21,0
	7	12,0	5	16,0	8	26,0 U
	3	13,0	11	17,0		

Prøve B

Antall deltagere	8	Variasjonsbredde	18,6			
Antall utelatte resultater	1	Varians	31,9			
Sann verdi	27,0	Standardavvik	5,6			
Middelverdi	27,1	Rel. standardavvik	20,8%			
Median	27,0	Rel. feil	0,5%			
Analyseresultater i stigende rekkefølge:						
	6	16,4	12	27,0	11	35,0
	7	25,6	4	29,0	8	40,0 U
	3	27,0	5	30,0		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.20. Statistikk - CB101, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	8	Variasjonsbredde	4,5			
Antall utelatte resultater	1	Varians	2,8			
Sann verdi	15,0	Standardavvik	1,7			
Middelverdi	14,8	Rel. standardavvik	11,2%			
Median	15,0	Rel. feil	-1,3%			
Analyseresultater i stigende rekkefølge:						
	7	12,5	5	15,0	11	17,0
	6	13,1	4	16,0	8	24,0 U
	3	14,0	12	16,0		

Prøve B

Antall deltagere	8	Variasjonsbredde	9,6			
Antall utelatte resultater	1	Varians	11,0			
Sann verdi	27,0	Standardavvik	3,3			
Middelverdi	28,1	Rel. standardavvik	11,8%			
Median	27,0	Rel. feil	4,2%			
Analyseresultater i stigende rekkefølge:						
	6	23,4	5	27,0	11	33,0
	7	26,5	12	28,0	8	41,0 U
	3	27,0	4	32,0		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.21. Statistikk - CB118, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	7	Variasjonsbredde	8,7
Antall utelatte resultater	0	Varians	9,9
Sann verdi	15,0	Standardavvik	3,1
Middelverdi	16,1	Rel. standardavvik	19,5%
Median	15,0	Rel. feil	7,4%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

6	13,3	3	15,0	8	22,0
7	13,5	4	17,0		
5	14,0	11	18,0		

Prøve B

Antall deltagere	7	Variasjonsbredde	17,8
Antall utelatte resultater	0	Varians	44,2
Sann verdi	28,0	Standardavvik	6,7
Middelverdi	30,9	Rel. standardavvik	21,5%
Median	28,0	Rel. feil	10,4%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	24,2	5	28,0	8	42,0
6	24,2	11	34,0		
3	28,0	4	36,0		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.22. Statistikk - CB138, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	8	Variasjonsbredde	8,5
Antall utelatte resultater	0	Varians	8,7
Sann verdi	14,5	Standardavvik	2,9
Middelverdi	15,0	Rel. standardavvik	19,6%
Median	14,5	Rel. feil	3,5%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	11,5	5	14,0	11	18,0
6	11,6	12	15,0	8	20,0
3	14,0	4	16,0		

Prøve B

Antall deltagere	8	Variasjonsbredde	17,3
Antall utelatte resultater	0	Varians	35,7
Sann verdi	28,0	Standardavvik	6,0
Middelverdi	28,1	Rel. standardavvik	21,3%
Median	28,0	Rel. feil	0,2%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

7	19,7	3	27,0	11	33,0
6	20,7	12	29,0	8	37,0
5	26,0	4	32,0		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.23. Statistikk - CB153, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	8	Variasjonsbredde	7,7			
Antall utelatte resultater	1	Varians	7,4			
Sann verdi	14,0	Standardavvik	2,7			
Middelverdi	14,7	Rel. standardavvik	18,5%			
Median	14,0	Rel. feil	4,8%			
Analyseresultater i stigende rekkefølge:						
	7	12,3	5	14,0	11	20,0
	6	12,4	12	15,0	8	21,0 U
	3	13,0	4	16,0		

Prøve B

Antall deltagere	8	Variasjonsbredde	13,0			
Antall utelatte resultater	1	Varians	24,1			
Sann verdi	26,0	Standardavvik	4,9			
Middelverdi	27,7	Rel. standardavvik	17,7%			
Median	26,0	Rel. feil	6,5%			
Analyseresultater i stigende rekkefølge:						
	7	22,0	5	26,0	11	35,0
	6	22,9	12	29,0	8	42,0 U
	3	26,0	4	33,0		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.24. Statistikk - CB180, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	8	Variasjonsbredde	8,3			
Antall utelatte resultater	1	Varians	8,7			
Sann verdi	15,0	Standardavvik	2,9			
Middelverdi	15,5	Rel. standardavvik	18,9%			
Median	15,0	Rel. feil	3,5%			
Analyseresultater i stigende rekkefølge:						
	7	7,0 U	5	14,0	11	19,0
	6	11,7	4	15,0	8	20,0
	3	14,0	12	15,0		

Prøve B

Antall deltagere	8	Variasjonsbredde	15,1			
Antall utelatte resultater	1	Varians	29,2			
Sann verdi	27,0	Standardavvik	5,4			
Middelverdi	28,7	Rel. standardavvik	18,8%			
Median	27,0	Rel. feil	6,3%			
Analyseresultater i stigende rekkefølge:						
	7	17,0 U	5	27,0	8	35,0
	6	19,9	12	27,0	11	35,0
	3	26,0	4	31,0		

U = Utelatte resultater

Tabell C 2.25 Statistikk - SUMPCB7, ng/l, Prøve A

Antall deltagere	8	Variasjonsbredde	68,4
Antall utelatte resultater	0	Varians	529,0
Sann verdi	106,0	Standardavvik	23,0
Middelverdi	110,8	Rel. standardavvik	20,8%
Median	106,0	Rel. feil	4,5%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

6	86,6	5	102,0	11	127,0
7	87,8	4	110,0	8	155,0
3	97,0	12	121,0		

Prøve B

Antall deltagere	8	Variasjonsbredde	116,5
Antall utelatte resultater	0	Varians	1509,5
Sann verdi	194,0	Standardavvik	38,9
Middelverdi	205,5	Rel. standardavvik	18,9%
Median	194,0	Rel. feil	5,9%

Analyseresultater i stigende rekkefølge:

6	156,5	5	193,0	11	242,0
7	169,2	12	195,0	8	273,0
3	189,0	4	226,0		

U = Utelatte resultater

Tabell D 1. Statistikk for prøve C

Nr.	Naftalen		Acenaften		Fenantren		Fluoranten		Benz(a)antracen	
		Acenaftylen		Fluoren		Antracen				Pyren
1	40,0	42,0	8,0	10,0	128,0	44,0	240,0	246,0	101,0	
3	37,0	21,0	6,0	6,0	118	30,0	188,0	237,0	69,0	
4	27,0	9,6	6,6	8,2	110,0	13,0	200,0	200,0	100,0	
5	8,0	25,0	5,0	4,0	75,0	12,0	119,0	138,0	42,0	
6	12,5	10,5	4,3	5,5	83,8	15,2	175,5	152,9	114,5	
7	8,4	3,5	3,3	3,4	46,8	5,0	56,0	65,7	9,9	
8	39,0	<10	<10	<10	52,0	<10	67,0	58,0	20,0	
9	9,0	7,0	6,0	6,0	74,0	7,0	115,0	114,0	41,0	
10	300,0	34,0	10,0	41,0	120,0	87	110,0	190,0	30,0	
11	16,0	17,0	15,0	21,0	20,0	18	18,0	20,0	16,0	
12	16,0	19,0	14,0	20,0	18,0	17,0	17,0	20,0	15,0	
Median	16,0	18,0	6,3	7,1	75,0	16,1	115,0	138,0	41,0	
Middel	46,6	18,9	7,8	12,5	76,9	24,8	118,7	131,1	50,8	
Stdav	85,0	12,2	4,0	11,8	39,4	24,7	75,2	82,3	38,8	
Nr.	Krysen	Benzo(k)fluoranten		Indeno(123cd)pyren		Benzo(ghi)perylene		SumPAH16		
	Benzo(b,j)fluoranten	Benzo(a)pyren	Dibenzo(a,c/a,h)antracen							
1	126,0	83,0	86,0	83,0	62,0	17,0	63,0	1379		
3	117,0	74,0	45,0	52,0	32,0	11,0	48,0	1093		
4	120,0	140,0	52,0	69,0	71,0	14,0	77,0	1217		
5	62,0	29,0	31,0	38,0	21,0	7,0	29,0	645		
6	139,8	83,7	99,7	89,2	64,3	18,7	56,5	1106,6		
7	23,8	5,7	10,0	5,8	19,6	8,6	3,0	278,4		
8	11,0	17,0	10,0	15,0	<10	<10	<10	289		
9	44,0	45,0	16,0	30,0	20,0	6,0	21,0	570		
10	29,0	30,0	16,0	25,0	15,0	10,0	14,0	890		
11	21,0			15,0	17,0	15,0	15,0	244		
12	19,0			18,0	20,0	16,0	15,0	244		
Median	44,0	45,0	31,0	30,0	20,5	12,5	25,0	645,0		
Middel	64,8	56,4	40,6	40,0	34,2	12,3	34,2	723,3		
Stdav	50,5	42,5	33,3	29,1	22,3	4,4	25,1	431,4		
Nr.	CB28	CB52	CB101	CB118	CB138	CB153	CB180	SumPCB7		
1										
3	29,0	27,0	26,0	27,0	25,0	24,0	24,0	182,0		
4	31,0	29,0	32,0	36,0	32,0	36,0	31,0	227,0		
5	27,0	26,0	22,0	23,0	20,0	21,0	21,0	160,0		
6	20,9	12,1	15,6	14,7	15,0	13,4	13,0	104,7		
7	27,0	17,2	15,7	16,0	15,5	17,4	14,0	122,8		
8	34,0	38,0	30,0	30,0	23,0	25,0	23,0	203,0		
9										
10										
11	37,0	33,0	30,0	32,0	35,0	36,0	39,0	242,0		
12	28,0	26,0	23,0	22,0	20,0	22,0	18,0	159,0		
Median	28,5	26,5	24,5	25,0	21,5	23,0	22,0	171,0		
Middel	29,2	26,0	24,3	25,1	23,2	24,4	22,9	175,1		
Stdav	4,9	8,2	6,4	7,6	7,2	8,1	8,7	48,1		

Vedlegg E. Analyse av spikeløsning

Analyse av spikeløsning 1, brukt til spiking av prøve A og B. Middelerverdi av tre paralleller.

Forbindelser	Teoretisk verdi ng/ml	Middelerverdi ng/ml	% stdav	% Avvik fra teoretisk verdi
Naftalen	500	532	2,2	6,5
Acenaftylen	500	475	1,6	-4,9
Acenaften	500	503	2,1	0,6
Fluoren	500	509	2,4	1,8
Fenantren	500	512	2,5	2,3
Antracen	500	381	3,7	-24
Fluoranten	500	467	3,5	-6,6
Pyren	500	503	2,9	0,6
Benzo(a)antracen	500	446	2,7	-11
Chrysen	500	517	1,3	3,5
Benzo(b,j)fluoranten	500	489	3,0	-2,2
Benzo(k)fluoranten	500	426	1,7	-15
Benzo(a)pyren	500	343	2,6	-31
Indeno(1,2,3-cd)pyren	500	437	3,4	-13
Dibenz(ac/ah)antracen	500	346	1,3	-31
Benzo(ghi)perylene	500	501	3,6	0,2
CB28	155	159	0,6	2,4
CB52	155	147	0,5	-5,1
CB101	153	177	1,4	16
CB118	155	166	1,3	8,2
CB153	153	174	2,9	14
CB138	152	176	0,4	16
CB180	155	165	2,3	6,4

Analyse av spikeløsning 2, brukt til spiking av prøve C. Middelerverdi av tre paralleller.

Forbindelser	Teoretisk verdi ng/ml	Middelerverdi ng/ml	% stdav	% Avvik fra teoretisk verdi
CB28	155	159	2,5	2,5
CB52	155	148	3,3	-4,2
CB101	153	180	2,0	18
CB118	155	168	3,4	8,7
CB153	153	179	0,2	18
CB138	152	180	3,2	18
CB180	155	168	3,6	8,6