

Miljøstyrelsen

Stabilitetsundersøgelse af udvalgte sporelementer i grundvandsprøver

Rapport, oktober 2000

DHI
Agern Allé 11
2970 Hørsholm

Tel.: +45 45 16 92 00
Fax: +45 45 16 92 92
E-mail: lra@vki.dk
Web: www.vki.dk

Tilknyttet Akademiet for
de tekniske Videnskaber

Miljøstyrelsen

Stabilitetsundersøgelse af udvalgte sporelementer i grundvandsprøver

Rapport, oktober 2000

Projektleder: Lis Rasmussen

DHI sag: 50621

Dato: 17. oktober 2000

INDHOLDSFORTEGNELSE

1.	Indledning	1
1.1	Baggrund.....	1
2.	Sølv, tin og thallium.....	2
2.1	Erfaringer med konservering og stabilitet.....	2
2.2	Plan for stabilitetsundersøgelse, Ag, Sn og Tl.....	2
3.	Kviksølv.....	4
3.1	Erfaringer med konservering og stabilitet.....	4
3.2	Plan for stabilitetsundersøgelsen, Hg.....	6
4.	Prøvefremstilling	7
5.	Resultater	8
5.1	Sølv	8
5.2	Tin.....	8
5.3	Thallium.....	8
5.4	Kviksølv.....	8
.		
6.	Resume og konklusion.....	10
6.1	Sølv, tin og thallium.....	10
6.2	Kviksølv.....	10
7.	Referencer	11

BILAGSFORTEGNELSE

Bilag 1	Prøvefremstilling
Bilag 2	Resultater for sølv
Bilag 3	Resultater for tin
Bilag 4	Resultater for thallium
Bilag 5	Resultater for kviksølv

1. INDLEDNING

Nærværende rapport er udarbejdet af Miljøstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske Miljøanalyser.

1.1 Baggrund

Den hidtil opnåede viden om sølv (Ag), kviksølv (Hg), tin (Sn) og thallium (Tl) i grundvandsovervågningen (GRUMO) samt de foreslåede koncentrationsniveauer i en kommende række af grundvandspræstationsprøvninger (GRUMO PP) er sammenstillet i nedenstående tabel. De opgivne GRUMO-data er fra årsrapporten "GEUS, Grundvands- overvågningen 1999" /1/. Det skal bemærkes, at analyser under detektionsgrænsen er medregnet med dennes værdi ved fastlæggelse af median og 90% fraktil.

Spor- element	Antal analyser i GRUMO/antal positive fund	Median, GRUMO	90% fraktil, GRUMO	Koncentrationsniveau i kommende GRUMO PP
Ag	189/16	0,10 µg/L	0,10 µg/L	0,3-2 µg/L
Sn	189/22	0,10 µg/L	0,20 µg/L	0,1-1 µg/L
Tl	233/74	0,050 µg/L	0,40 µg/L	0,5-5 µg/L
Hg	864/734	1,1 ng/L	3,9 ng/L	2-20 ng/L

Der er ikke tidligere gennemført præstationsprøvninger for Ag, Hg, Sn og Tl i grundvand på disse koncentrationsniveauer. Tidligere gennemførte præstationsprøvninger for de fire sporelementer i forskellige rene vandtyper er anført i nedenstående tabel. Alle tidligere erfaringer er ved alt for høje koncentrationer i forhold til det forventede i grundvand, med undtagelse af sølv i et syntetisk prøvepar, hvor den generelle analysekvalitet var utilfredsstillende.

Sporelement	Matrix	Koncentration, µg/L	Årstal
Ag	Syntetisk	0,9 (CV _R 39%)	97
Sn	Syntetisk	434 7,5	86 97
Tl			Ej gennemført
Hg	Syntetisk	3,0-28	79, 83, 86, 97
	Grundvand	1,1	86
	Fersk recipientvand	0,30	79
	Drikkevand	0,19	86

Koncentrationsniveauerne i grundvand for Hg på den ene side og Ag, Sn og Tl på den anden er vidt forskellige, ligesom konserveringsmetoder og stabilitetsproblemer er forskellige. Stabilitetsundersøgelsen gennemføres derfor i separate forløb for henholdsvis Hg og Ag, Sn og Tl.

2. SØLV, TIN OG THALLIUM

2.1 Erfaringer med konservering og stabilitet

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 19th Edition 1995 (SM) /2/ anbefaler at opbevare vandprøver til Ag-analyse i lysabsorberende beholdere. Ydermere anbefaler SM generelt at konservere vandprøver til sporelementanalyse med ekstra ren salpetersyre til pH < 2. Det er velkendt, at saltsyre er en fordel for Sn. Referencelaboratoriet har tidligere i forbindelse med referencematerialefremstilling for højere koncentrationer af Sn undersøgt forskellige syrekonserveringer og i denne sammenhæng fundet, at en blanding af salpetersyre (3 mL/L) og saltsyre (10 mL/L) var den optimale konservering for Sn i en opløsning indeholdende andre sporelementer. Ved høje koncentrationer af Sn og udelukkende med salpetersyrekonservering kan der forekomme udfældninger med tab af tin til følge.

2.2 Plan for stabilitetsundersøgelse, Ag, Sn og Tl

Der fremstilles et naturligt prøvepar ved anvendelse af grundvand samt en syntetisk prøve. Den naturlige prøve spikses efter en indledende analyse for Ag, Sn og Tl. Prøverne fremstilles i to sæt, hvoraf det ene sæt konserveres med salpetersyre (3 mL/L) og det andet med en blanding af salpetersyre (3 mL/L) og saltsyre (10 mL/L). Følgende prøver og koncentrationer søges anvendt:

Matrix	Naturligt prøvepar		Syntetisk prøve
Prøve	Prøve 1	Prøve 2	Prøve 3
Planlagt koncentration ved spikning:			
Ag	0,20 µg/L	0,24 µg/L	1,0 µg/L
Sn	0,20 µg/L	0,24 µg/L	1,0 µg/L
Tl	0,20 µg/L	0,24 µg/L	1,0 µg/L

For at gennemføre stabilitetsundersøgelsen med færrest mulige ressourcer og maksimal analysekvalitet, og derved den størst mulige sikkerhed for undersøgelsens konklusioner, gennemføres følgende design af stabilitetsundersøgelsen:

Opbevaring	Antal dage
Køl	14 dage
Stuetemperatur	14 dage
Stuetemperatur og 37 °C	7 dage og 7 dage
37 °C	14 dage

Der fremstilles 4 flasker af hver prøve for hver sæt opbevaringsbetingelser, i alt 16 flasker pr. prøve. Alle prøver analyseres randomiseret i samme analyseserie for indhold af Ag, Sn og Tl, og alle prøver måles med dobbeltbestemmelse. De forskellige kombinationer af opbevaringstemperaturer og opbevaringstider repræsenterer forskellige opbevaringstider ved stuetemperatur. Med dette design opnås prøver repræsenterende 4 forskellige opbevaringstider ved stuetemperatur.

3. KVIKSØLV

3.1 Erfaringer med konservering og stabilitet

For kviksølvs vedkommende er der mange meninger. Men der er overensstemmelse angående en begrænset holdbarhed, stor risiko for kontaminering, risiko for tab af kviksølv ved adsorption eller diffusion samt anbefalinger af beholdermateriale. Der anbefales prøvebeholdere lavet af polytetrafluorethylen (PTFE), perfluoro(ethylenpropylen) (FEP), kvarts eller borosilikatglas. Da de to teflontyper er vanskelige at fremskaffe samt er meget dyre, er det besluttet at anvende flasker fremstillet af borosilikatglas i form af 250 mL Blue Cap flasker med teflonhælder. Det er samme flasketype, som blev anvendt i en CEN-metodeundersøgelsen på ppt-niveau afholdt i december 1999 – januar 2000 i en række Europæiske lande, og hvori DHI deltog.

SM 3010B /2/ anbefaler til Hg-konservering: 2 mL/L 20% (W/V) $K_2Cr_2O_7$ opløst i (1+1) HNO_3 . Dette giver følgende koncentrationer i vandprøven: 0,4 g/L $K_2Cr_2O_7$ + 1 mL/L HNO_3 .

Der eksisterer et CEN-metodeforslag (prEN 13506:2000 /3/) til bestemmelse af lave kviksølvs koncentrationer ved atomfluorescensspektrometri. I dette metodeforslag er der lidt modstridende anbefalinger angående konservering. Det anbefales heri dels at anvende 1% (V/V) til konservering af vandprøver af en konserveringsopløsning bestående af 5,0 g/L $K_2Cr_2O_7$ opløst i (1+1) HNO_3 . Det giver følgende koncentrationer i vandprøven: 0,05 g/L $K_2Cr_2O_7$ + 5 mL/L HNO_3 . Dels er der en anbefaling om at konservere vandprøver med salpetersyre til pH < 2 (normalt 3 mL/L) og dernæst at tilsætte dichromatopløsning til en koncentration på 0,5 g/L $K_2Cr_2O_7$ i den endelige opløsning. Det betyder tilsætning af 100 mL af den forømtalte konserveringsopløsning per liter prøve, hvilket lyder usandsynligt. Ligeledes vil det betyde en salpetersyrekoncentration på 53 mL/L.

I forbindelse med udarbejdelse af prEN 13506:2000 blev der i december 1999 – januar 2000 afholdt en metodeundersøgelse mellem laboratorier i en række Europæiske lande. De udsendte prøver var konserveret i overensstemmelse med CEN-metodeforslaget. Prøverne var stabile, men der sås en tendens til forhøjede Hg-indhold i prøverne i forhold til de planlagte koncentrationer på basis af prøvefremstillingen. Den laveste prøve var fremstillet til 10 ng Hg/L, men det fundne gennemsnit var 16,8 ng/L /4/.

Patrick Thomas fra Institut Pasteur de Lille og Bridget Gibson fra BP Amoco Chemicals har i forbindelse med CEN Hg-standardiseringsarbejdet gennemført en stabilitetsundersøgelse /5/. Prøver med uorganisk Hg på 0,1 ppb, 1 ppb og 10 ppb samt organisk Hg på 0,2 ppb og en blanding af uorganisk og organisk Hg begge på 0,2 ppb er konserveret med henholdsvis saltsyre, salpetersyre og kaliumdichromat. Alle tre konserveringer er gennemført med tre forskellige koncentrationer. Prøverne er opbevaret ved henholdsvis stuetemperatur og på køl i 6 måneder. Konklusionerne var følgende: prøver skal opbevares på køl, og salpetersyre er uegnet som konserveringsmiddel. De to konserveringer 5-10 g/L $K_2Cr_2O_7$ og 50 mL/L saltsyre sammen med køling er anbefalet i denne undersøgelse.

I artiklen ”Kvikksølv i 155 norske elver (1993-97). En analyseteknisk udfordring” /6/ er beskrevet en stabilitetsundersøgelse af naturligt vand tilsat 20 ng Hg/L. I denne undersøgelse anbefales at anvende salpetersyre og 5 g NaCl/500 mL. I den første uge måles fejlagtige resultater, men i perioden 1-8 uger efter fremstillingen opnås tilfredsstillende resultater.

I nedenstående tabel er sammenstillet anbefalede konserveringer af vandprøver til kviksølvanalyse.

Kilde	K ₂ Cr ₂ O ₇ koncentration i vandprøven	Syrekoncentration i vandprøven	Bemærkning
SM 3010B /2/	0,4 g/L	1 mL/L HNO ₃ .	Køl
prEN 13506:2000 /3/	0,05 g/L eller 0,5 g/L	5 mL/L HNO ₃ eller 53 mL/L HNO ₃	Køl
CEN-metode-undersøgelse	0,5 g/L	50 mL/L HNO ₃	Køl, 2-8 °C
Thomas & Gibson /5/	5-10 g/L	-	Køl, 5 °C
Thomas & Gibson /5/	-	50 mL/L HCl	Køl, 5 °C
Holtan et al /6/		Ej oplyst koncentration af HNO ₃ Se evt. NS 4768	5g NaCl/L anbefales Metoden er kun anvendelig til lave Hg-koncentrationer, < 100 ng/L

Det sammenfaldende aspekt ved de udførte stabilitetsundersøgelser er køling. Derfor skal prøverne til den kommende præstationsprøvning og dermed også i denne stabilitetsundersøgelse opbevares i kontamineringsfrit køleskab. Imidlertid kan prøverne under transport tænkes at nå stuetemperatur. Derfor vil prøverne i stabilitetsundersøgelsen blive opbevaret i 2 døgn ved stuetemperatur, hvilket svarer til transporttiden i det værst tænkelige tilfælde.

Der er hverken i SM /2/ eller Bernhard Welz ”Atomic Absorption Spectrometry” /7/ for måling af Hg ved CVAAS nævnt mulighed for interferens fra K₂Cr₂O₇.

Opløseligheden af kaliumdichromat er 4,9 g/100 cc koldt vand og 102 g/100 cc varmt vand. Mercks reneste kaliumdichromatvare garanterer, at der maksimalt er 10 µg Hg/kg K₂Cr₂O₇. De kviksølvrene, analyserene kvaliteter af salpetersyre og saltsyre indeholder maksimalt 5 µg/L, hvilket er samme garanti som for suprapur-kvaliteterne.

For at mindske risikoen for kontaminering, eksisterer der en generel anbefaling om at anvende færrest mulige kemikalier og udstyr i forbindelse med sporelementanalyser. Derfor er der valgt at anvende 0,05 g/L kaliumdichromat og 5 mL/L salpetersyre til stabilitetsundersøgelsen for kviksølv. Da der skal fremstilles vandprøver på meget lavt

niveau, er det vigtigt at mindske kontamineringsrisikoen mest muligt. Samtidig burde prøverne nemmere kunne stabiliseres, da koncentrationen af Hg er lav. Der er dog den mulighed, at den valgte konservering ikke er tilstrækkelig, men der er inden for de økonomiske rammer for denne stabilitetsundersøgelse ikke mulighed for at undersøge effekten af flere konserveringsmetoder.

3.2 Plan for stabilitetsundersøgelsen, Hg

Der fremstilles et naturligt prøvepar ved anvendelse af grundvand samt en syntetisk prøve. Den naturlige prøve gennembobles i 15 minutter med argon og spikes dernæst med uorganisk kviksølv. Prøven konserveres med kaliumdichromat (0,05 g/L) og salpetersyre (5 mL/L). Følgende prøver og koncentrationer søges anvendt:

Matrix	Naturligt prøvepar		Syntetisk prøve
Prøve	Prøve 1	Prøve 2	Prøve 3
Planlagt koncentration ved spikning:			
Hg	3,0 ng/L	4,0 ng/L	5,0 ng/L

Der foreslås følgende design af stabilitetsundersøgelsen. Der fremstilles 4 flasker af hver prøve til hver analysedag. Analyse af kviksølv på ppt-niveau er tidsmæssig meget krævende. Der kan maksimalt analyseres 12 prøver i løbet af en analysedag. Til brug ved statistisk test skal der anvendes inden-for-dagen-standardafvigelsen.

Tid	Opbevaring	
Dag 1	Opbevaring på køl. Recirkulering ved pumpning i 2 timer.	Prøvefremstilling
Dag 1-5	Opbevaring på køl	
Dag 6-7	Opbevaring ved stuetemperatur	
Dag 8		Analyse, dag 1 i stabilitetsundersøgelsen
Dag 8-14	Opbevaring på køl	
Dag 14		Analyse, dag 2 i stabilitetsundersøgelsen
Dag 14-19	Opbevaring på køl	
Dag 19		Analyse, dag 3 i stabilitetsundersøgelsen

4. PRØVEFREMSTILLING

Prøverne er fremstillet som anført i bilag 1. I forhold til det oprindeligt planlagte forløb er splittet for tin forøget begrundet i den indledende screening af råvandet, hvor der blev fundet 0,12 µg/L Sn, <0,02 µg/L Ag og <0,02 µg/L Tl. På grund af omstændigheder er opbevaring af prøverne ligeledes ændret til følgende:

Datomærkning	Temperatur	Opbevaring i antal dage
W	Køl, 4 °C	81
Y	Stuetemperatur	81
Z	37 °C	81

Efter 81 dages opbevaring er alle prøver efterfølgende opbevaret ved stuetemperatur. Prøver opbevaret 1 uge ved stuetemperatur og efterfølgende ved 37 °C er ikke målt, hvilket er begrundet med, at disse prøvers opbevaringsbetingelser på grund af den forlængede opbevaring er kommet meget tæt på prøver opbevaret udelukkende ved 37 °C. Kviksølvkoncentrationerne er lidt forøgede for at mindske indflydelsen af blindniveauet. Prøverne er udelukkende opbevaret på køl.

5. RESULTATER

5.1 Sølv

Resultaterne for sølv findes i bilag 2. Prøver udelukkende konserveret med salpetersyre (3 mL/L) er analyseret. Resultaterne viser, at alle prøver er stabile.

Ligeledes ses, at der genfindes henholdsvis 255% i den syntetiske prøve og 120% af splittet i det naturlige prøvepar for prøver konserveret med salpetersyre (prøve 1-3). Der er efterfølgende undersøgt for mulige årsager til den forhøjede genfinding i den syntetiske prøve. De øvrige standarder (Sn og Tl) er undersøgt for indhold af sølv, og der er udelukkende fundet sporindhold: 1,00 µg/L Sn indeholder 0,08 µg/L Ag, 1,00 µg/L Tl indeholder <0,02 µg/L Ag. Blindprøve af rens vand udtaget fra fremstillingsbeholderen forud for prøvefremstillingen er undersøgt, og der blev fundet 0,16 µg/L Ag. Da splittet i det naturlige prøvepar genfindes, må standard Ag-2 brugt til prøvefremstillingen være i orden. Tilbage refter muligheden for dobbelt tilsætning af standard til fremstillingsbeholderen med den syntetiske prøve samt blindbidrag fra prøveflasker. Baggrunds niveauet i råvandet er efter korrektion for de tilsatte spikes fundet til 0,46 µg/L Ag sammenlignet med screening af råvandet til <0,02 µg/L Ag. Dette tyder på et blindbidrag fra prøveflaskerne på ca. 0,2 µg/L Ag (0,46 minus ovennævnte blindbidrag på 0,08 - 0,16 - 2 x < 0,02 µg/L Ag).

5.2 Tin

Resultaterne for tin findes i bilag 3. Prøver konserveret med henholdsvis salpetersyre (3 mL/L) og en blanding af salpetersyre og saltsyre (3 mL/L HNO₃ og 10 mL/L HCl) er analyseret. Resultaterne viser, at alle prøver er stabile.

Ligeledes ses, at der kun genfindes henholdsvis 84% i den syntetiske prøve og 47% af splittet i det naturlige prøvepar for prøver konserveret med salpetersyre (prøve 1-3). Derimod er genfindingen på henholdsvis 96% i den syntetiske prøve og 83% af splittet i det naturlige prøvepar for prøver konserveret med en blanding af salpetersyre og saltsyre (prøve 4-6). Nogle resultater for prøver konserveret med en blanding af salpetersyre og saltsyre mangler på grund af at apparatet stoppede inden afslutningen af målingen.

5.3 Thallium

Resultaterne for thallium findes i bilag 4. Prøver udelukkende konserveret med salpetersyre (3 mL/L) er analyseret. Resultaterne viser, at alle prøver er stabile.

Ligeledes ses, at der genfindes henholdsvis 110% i den syntetiske prøve og 105% af splittet i det naturlige prøvepar for prøver konserveret med salpetersyre (prøve 1-3).

5.4 Kviksølv

Resultaterne for kviksølv findes i bilag 5. Resultaterne viser, at alle prøve er stabile.

Ligeledes ses, at der genfindes henholdsvis 107% i den syntetiske prøve og 97% af splittet i det naturlige prøvepar.

.

6. RESUME OG KONKLUSION

6.1 Sølv, tin og thallium

Alle tre analyseparametre er fundet tilstrækkeligt stabile. For at opnå bedst mulig genfinding af tin anbefales at fremstille separate prøver til tin og hertil anvende en blanding af salpetersyre (3 mL/L) og saltsyre (10 mL/L) som konserveringsmiddel. De øvrige analyseparametre (Ag og Tl) fremstilles sammen og konserveres med 3 mL/L salpetersyre.

For at mindske risikoen for væsentlige blindbidrag fra sølv, anbefales en udbygget rengøring af prøveflasker og prøvefremstillingsbeholder i forbindelse med en grundvandspræstationsprøvning. I forbindelse med en GRUMO-præstationsprøvning bør der gennemføres en forundersøgelse til at eftervise, at en planlagt tilsat mængde sølv kan genfindes, samt at rengøring af prøveflaskerne er tilstrækkelig.

6.2 Kviksølv

Kviksølv på det undersøgte koncentrationsniveau er fundet tilstrækkeligt stabil. Genfinding af det nominelle indhold ud fra fremstillingen i den syntetiske prøve samt splittet i det naturlige prøvepar er fundet særdeles tilfredsstillende, især taget det meget lave koncentrationsniveau i betragtning. Det må således konkluderes, at den valgte konservering er tilstrækkelig til at opnå stabile prøver uden at påvirke kviksølvblindniveauet i nævneværdig grad.

7. REFERENCER

- /1/ Danmarks- og Grønlands Geologiske Undersøgelse, GEUS (1999): Grundvandsovervågning 1999
- /2/ Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 19th Edition 1995
- /3/ European Standard Final Draft prEN 13506 (2000): Water quality. Determination of mercury by atomic fluorescence spectrometry
- /4/ Ulrich Borchers (2000): Interlaboratory trial for validation of the CEN-standard for determination of mercury by atom fluorescence spectrometry (AFS); prEN 13506:March 1999. - Result and statistical evaluation of data.
- /5/ CEN/TC 230 Water analysis, working document (1999): Patrick Thomas & Bridget Gipson: Investigation of Stabilisers
- /6/ Gertrud Holtan, Håvard Hovind, Terje Hopen & Bente Hiorth Lauritzen (1999): Kvikksølv i 155 norske elver (1993-1997). En analyseteknisk utfordring. *Vann 3B*, 656-664
- /7/ Bernhard Welz (1985): Atomic Absorption Spectrometry

BILAGSFORTENGELSE

Bilag 1 Prøvefremstilling

Bilag 2 Resultater for sølv

Bilag 3 Resultater for tin

Bilag 4 Resultater for thallium

Bilag 5 Resultater for kviksølv

BILAG 1 PRØVEFREMSTILLING

Fremstilling af standardopløsninger

Standard-opløsning	Fremstillet af	Koncentration
Ag-1	1,00 mL BDH-standard*, 300 µL suprapur salpetersyre og Milli-Q vand til 100 mL	10,0 mg/L Ag
Ag-2	10,0 mL standardopløsning Ag-1, 300 µL suprapur salpetersyre og Milli-Q vand til 100 mL	1,00 mg/L Ag
Hg-1	1,00 mL BDH-standard*, 1,00 mL konserveringsopløsning og Milli-Q vand til 100 mL	10,0 mg/L Hg
Hg-2	1,00 mL Hg-1 standardopløsning, 1,00 mL konserveringsopløsning og Milli-Q vand til 100 mL	100 µg/L Hg
Hg-3	10,0 mL Hg-2 standardopløsning, 1,00 mL konserveringsopløsning og Milli-Q vand til 100 mL	10,0 µg/L Hg
Hg-4	1,00 mL Hg-2 standardopløsning, 1,00 mL konserveringsopløsning og Milli-Q vand til 100 mL	1,00 µg/L Hg
Sn-1	1,00 mL BDH-standard*, 300 µL suprapur salpetersyre og Milli-Q vand til 100 mL	10,0 mg/L Sn
Sn-2	10,0 mL standardopløsning Sn-1, 300 µL suprapur salpetersyre og Milli-Q vand til 100 mL	1,00 mg/L Sn
Tl-1	1,00 mL PE-standard**, 300 µL suprapur salpetersyre og Milli-Q vand til 100 mL	10,0 mg/L Tl
Tl-2	10,0 mL standardopløsning Tl-1, 300 µL suprapur salpetersyre og Milli-Q vand til 100 mL	1,00 mg/L Tl

BDH-Standard* : BDH SpectrosoL standard solution, 1000 mg/L Ag, 1000 mg/L Hg og 1001 mg/L Sn

PE-standard** : Perkin Elmer AAS Standard 1001 mg/L

Konserveringsopløsning (Hg) : 2,5 g kaliumdichromat opløst i 250 mL analyse-ren salpetersyre (Hg low) og fortynding til 500 mL med Milli-Q vand.

Fremstilling af prøver, sølv, tin og thallium

Prøve	Prøvetype	Fremstillet af	Beregnet koncentration
1	Grundvand	5,00 mL Ag-2 standardopløsning 5,00 mL Sn-2 standardopløsning 5,00 mL Tl-2 standardopløsning 74 mL suprapur salpetersyre On-line filtreret (0,65 µm) grundvand taget fra samlebrønden fra kilderne til Islevbro Vandværk til 24,68 kg	A+0,203 µg/L Ag B+0,203 µg/L Sn C+0,203 µg/L Tl
2	Prøve 1 spiket	500 µL Ag-2 standardopløsning 750 µL Sn-2 standardopløsning 500 µL Tl-2 standardopløsning Prøve 1 til 12,50 kg	A+0,203+0,040 µg/L Ag B+0,203+0,060 µg/L Sn C+0,203+0,040 µg/L Tl
3	Syntetisk	5,00 mL Ag-2 standardopløsning 5,00 mL Sn-2 standardopløsning 5,00 mL Tl-2 standardopløsning 15 mL suprapur salpetersyre Milli-Q vand til 5,00 kg	1,00 µg/L Ag 1,00 µg/L Sn 1,00 µg/L Tl
4	Grundvand	5,00 mL Ag-2 standardopløsning 5,00 mL Sn-2 standardopløsning 5,00 mL Tl-2 standardopløsning 75 mL suprapur salpetersyre 250 mL suprapur saltsyre On-line filtreret (0,65 µm) grundvand taget fra samlebrønden fra kilderne til Islevbro Vandværk til 25,29 kg	A+0,198µg/L Ag B+0,198 µg/L Sn C+0,198 µg/L Tl
5	Prøve 4 spiket	500 µL Ag-2 standardopløsning 750 µL Sn-2 standardopløsning 500 µL Tl-2 standardopløsning Prøve 4 til 12,50 kg	A+0,198+0,040 µg/L Ag B+0,198+0,060 µg/L Sn C+0,198+0,040 µg/L Tl
6	Syntetisk	5,00 mL Ag-2 standardopløsning 5,00 mL Sn-2 standardopløsning 5,00 mL Tl-2 standardopløsning 15 mL suprapur salpetersyre 50 mL suprapur saltsyre Milli-Q vand til 5,00 kg	1,00 µg/L Ag 1,00 µg/L Sn 1,00 µg/L Tl

Fremstilling af prøver, kviksølv

Prøve	Prøvetype	Fremstillet af	Beregnet koncentration
1	Grundvand	4,50 mL Hg-3 standardopløsning 100 mL konserveringsopløsning On-line filtreret (0,45 µm) grundvand taget fra samlebrønden fra kilderne til Islevbro Vandværk til 10,04 kg	D+4,48 ng/L Hg
2	Prøve 1 spiket	5,00 mL Hg-4 standardopløsning Prøve 1 til 5,00 kg	D+4,48+1,00 ng/L Hg
3	Syntetisk	7,50 mL Hg-3 standardopløsning 100 mL konserveringsopløsning Milli-Q vand til 10,01 kg	7,49 ng/L Hg

BILAG 2 RESULTATER FOR SØLV

Prøve 1		Sølv i naturlig prøve, spiket med 0,203 ug/L						
Dato	Prøve	Sølv, ug/L			Middelværdi flaske	Varsians indenfor flaske	X-bar periode	Varsians periode
W	1-15						0,690	0,0033
kø 14 °C	1-7	0,630	0,656		0,643	0,000		
	1-10	0,796	0,711		0,754	0,004		
	1-6	0,682	0,662		0,672	0,000		
Y	1-4	0,656	0,689		0,673	0,001	0,649	0,0003
stuetemp.	1-17	0,659	0,617		0,638	0,001		
	1-19	0,653	0,627		0,640	0,000		
	1-2	0,640	0,650		0,645	0,000		
Z	1-12	0,614	0,643		0,629	0,000	0,642	0,0001
37 °C	1-13	0,653	0,633		0,643	0,000		
	1-9	0,662	0,627		0,645	0,001		
	1-8	0,659	0,643		0,651	0,000		
Middelværdi					0,657	0,001		
Standardafvigelse mellem dage					0,026			
Antal frihedsgrader					2			
Standardafvigelse indenfor dagen, poolet (mellem flasker)					0,031			
Antal frihedsgrader					8			
Standardafvigelse indenfor flasken					0,026			
Antal frihedsgrader					11			
Stabilitet								
F-test, testværdi					1,00			
F-kritisk værdi, tabelværdi (95% niveau)					3,98			
Konklusion:								
Stabilitet: Prøven er stabil (F-test, 95% niveau). Ved test er anvendt indenfor flasken standardafvigelse.								

Prøve 2 Sølv i naturlig prøve, spiket med 0,203 + 0,040 ug/L								
Dato	Prøve	Sølv, ug/L			Middelværdi flaske	Varsians indenfor flaske	X-bar periode	Varsians periode
W	2-2	0,708	0,717		0,713	0,0000	0,725	0,0007
køl 4 °C	2-20	0,742	0,648		0,695	0,0044		
	2-16	0,739	0,726		0,733	0,0001		
	2-6	0,742	0,774		0,758	0,0005		
Y	2-9	0,714	0,657		0,686	0,0016	0,696	0,0002
stuetemp.	2-3	0,717	0,717		0,717	0,0000		
	2-17	0,704	0,682		0,693	0,0002		
	2-12	0,708	0,667		0,688	0,0008		
Z	2-10	0,664	0,701		0,683	0,0007	0,694	0,0001
37 °C	2-18	0,730	0,686		0,708	0,0010		
	2-4	0,704	0,679		0,692	0,0003		
	2-13	0,679	0,711		0,695	0,0005		
Middelværdi					0,705	0,0009		
Standardafvigelse mellem dage					0,017			
Antal frihedsgrader					2			
Standardafvigelse indenfor dagen, poollet (mellem flasker)					0,017			
Antal frihedsgrader					9			
Standardafvigelse indenfor flasken					0,029			
Antal frihedsgrader					12			
Stabilitet								
F-test, testværdi					0,34			
F-kritisk værdi, tabelværdi (95% niveau)					3,89			
Konklusion:								
Stabilitet: Prøven er stabil (F-test, 95% niveau). Ved test er anvendt indenfor flasken standardafvigelse.								

Prøve 3 Sølv i syntetisk prøve, fremstillet til 1,00 ug/L								
Dato	Prøve	Sølv, ug/L			Middelværdi flaske	Varians indenfor flaske	X-bar periode	Varians periode
W	3-14	2,68	2,74		2,71	0,002	2,50	0,097
kø 14 °C	3-9	2,04	2,04		2,04	0,000		
	3-4	2,53	2,61		2,57	0,003		
	3-1	2,76	2,59		2,68	0,014		
Y	3-6	2,78	2,74		2,76	0,001	2,67	0,027
stuetemp.	3-19	2,78	2,74		2,76	0,001		
	3-13	2,38	2,46		2,42	0,003		
	3-20	2,78	2,68		2,73	0,005		
Z	3-15	2,39	2,32		2,36	0,002	2,48	0,023
37 °C	3-7	2,73	2,63		2,68	0,005		
	3-12	2,40	2,33		2,37	0,002		
	3-17	2,54	2,49		2,52	0,001		
Middelværdi					2,55	0,003		
Standardafvigelse mellem dage					0,104			
Antal frihedsgrader					2			
Standardafvigelse indenfor dagen, poollet (mellem flasker)					0,222			
Antal frihedsgrader					9			
Standardafvigelse indenfor flasken					0,058			
Antal frihedsgrader					12			
Stabilitet								
F-test, testværdi					3,19			
F-kritisk værdi, tabelværdi (95% niveau)					3,89			
Konklusion:								
Stabilitet: Prøven er stabil (F-test, 95% niveau). Ved test er anvendt indenfor flasken standardafvigelse.								

BILAG 3 RESULTATER FOR TIN

Prøve 1	Tin i naturlig prøve, spiket med 0,203 ug/L						
Konservering: HNO ₃							
Dato	Prøve	Tin, ug/L		Middelværdi flaske	Varians indenfor flaske	X-bar periode	Varians periode
W	1-15	0,161		0,161		0,151	0,0004
køl 4 °C	1-7	0,154	0,156	0,155	0,0000		
	1-10	0,141	0,192	0,166	0,0013		
	1-6	0,100	0,146	0,123	0,0011		
Y	1-4	0,162	0,134	0,148	0,0004	0,138	0,0002
stuetemp.	1-17	0,144	0,158	0,151	0,0001		
	1-19	0,131	0,143	0,137	0,0001		
	1-2	0,112	0,079	0,162 0,118	0,0017		
Z	1-12	0,097	0,108	0,103	0,000	0,116	0,0001
37 °C	1-13	0,125	0,128	0,127	0,000		
	1-9	0,119	0,118	0,118	0,000		
	1-8	0,088	0,146	0,117	0,002		
Middelværdi				0,135	0,001		
Standardafvigelse mellem dage				0,018			
Antal frihedsgrader				2			
Standardafvigelse indenfor dagen, poolet (mellem flasker)				0,015			
Antal frihedsgrader				9			
Standardafvigelse indenfor flasken				0,024			
Antal frihedsgrader				12			
Stabilitet							
F-test, testværdi				0,53			
F-kritisk værdi, tabelværdi (95% niveau)				3,89			
Konklusion:							
Stabilitet: Prøven er stabil (F-test, 95% niveau). Ved test er anvendt indenfor flasken standardafvigelse.							

Prøve 2	Tin i naturlig prøve, spiket med 0,203 + 0,060 ug/L						
	Konservering: HNO3						
					Middelværdi	Varians	X-bar
Dato	Prøve	Tin, ug/L			flaske	indenfor	Varians
						flaske	periode
W	2-2	0,159	0,176		0,168	0,0002	0,158
kø 14 °C	2-20	0,192	0,168		0,180	0,0003	
	2-16	0,157	0,186	0,117	0,153	0,0012	
	2-6	0,113	0,152		0,132	0,0008	
Y	2-9	0,171	0,165		0,168	0,0000	0,171
stuetemp.	2-3	0,163	0,194		0,178	0,0005	
	2-17	0,173	0,151		0,162	0,0003	
	2-12	0,162	0,186		0,174	0,0003	
Z	2-10	0,139	0,125		0,132	0,000	0,160
37 °C	2-18	0,171			0,171		
	2-4	0,161	0,186		0,174	0,000	
	2-13	0,169	0,160		0,164	0,000	
Middelværdi					0,163	0,000	
Standardafvigelse mellem dage					0,007		
Antal frihedsgrader					2		
Standardafvigelse indenfor dagen, poolet (mellem flasker)					0,017		
Antal frihedsgrader					9		
Standardafvigelse indenfor flasken					0,019		
Antal frihedsgrader					12		
Stabilitet							
F-test, testværdi					0,12		
F-kritisk værdi, tabelværdi (95% niveau)					3,89		
Konklusion:							
Stabilitet: Prøven er stabil (F-test, 95% niveau). Ved test er anvendt indenfor flasken standardafvigelse.							

Prøve 3	Tin i syntetisk prøve, fremstillet til 1,00 ug/L						
	Konservering: HNO3						
				Middelværdi	Varians	X-bar	Varians
Dato	Prøve	Tin, ug/L		flaske	indenfor	periode	periode
					flaske		
W	3-14	0,840	0,988	0,914	0,0109	0,842	0,0024
kø14 °C	3-9	0,788	0,826	0,807	0,0007		
	3-4	0,731	0,905	0,818	0,0152		
	3-1	0,764	0,893	0,828	0,0084		
Y	3-6	0,768	0,912	0,840	0,0105	0,844	0,0010
stuetemp.	3-19	0,825	0,866	0,846	0,0009		
	3-13	0,825	0,788	0,806	0,0007		
	3-20	0,872	0,896	0,884	0,0003		
Z	3-15	0,814	0,895	0,855	0,003	0,836	0,0042
37 °C	3-7	0,853	0,846	0,849	0,000		
	3-12	0,728	0,761	0,744	0,001		
	3-17	0,959	0,834	0,896	0,008		
Middelværdi				0,841	0,005		
Standardafvigelse mellem dage				0,004			
Antal frihedsgrader				2			
Standardafvigelse indenfor dagen, poolet (mellem flasker)				0,050			
Antal frihedsgrader				9			
Standardafvigelse indenfor flasken				0,070			
Antal frihedsgrader				12			
Stabilitet							
F-test, testværdi				0,003			
F-kritisk værdi, tabelværdi (95% niveau)				3,89			
Konklusion:							
Stabilitet: Prøven er stabil (F-test, 95% niveau). Ved test er anvendt indenfor flasken standardafvigelse.							

Prøve 4	Tin i naturlig prøve, spiket med 0,198 ug/L							
	Konservering: HNO3 / HCl							
					Middelværdi	Varians	X-bar	Varians
Dato	Prøve	Tin, ug/L			flaske	indenfor	periode	periode
						flaske		
W	4-4						0,201	0,0004
kø 14 °C	4-19	0,216			0,216			
	4-8	0,219	0,200		0,210	0,0002		
	4-13	0,177			0,177			
Y	4-2	0,248	0,221		0,235	0,0004	0,236	0,0000
stuetemp.	4-18							
	4-9	0,252	0,228		0,240	0,0003		
	4-16	0,254	0,211		0,233	0,0009		
Z	4-11	0,234			0,234		0,239	0,0002
37 °C	4-5	0,254			0,254			
	4-20	0,237	0,257	0,189	0,228	0,0012		
	4-6							
Middelværdi					0,225	0,0006		
Standardafvigelse mellem dage					0,021			
Antal frihedsgrader					2			
Standardafvigelse indenfor dagen, poolet (mellem flasker)					0,014			
Antal frihedsgrader					6			
Standardafvigelse indenfor flasken					0,025			
Antal frihedsgrader					6			
Stabilitet								
F-test, testværdi					0,73			
F-kritisk værdi, tabelværdi (95% niveau)					5,14			
Konklusion:								
Stabilitet: Prøven er stabil (F-test, 95% niveau). Ved test er anvendt indenfor flasken standardafvigelse.								

Prøve 5	Tin i naturlig prøve, spiket med 0,198 + 0,060 ug/L						
	Konservering: HNO3 / HCl						
				Middelværdi	Varians	X-bar	Varians
Dato	Prøve	Tin, ug/L		flaske	indenfor flaske	periode	periode
W	5-6	0,246		0,246		0,285	0,0012
kø14 °C	5-16	0,298	0,295	0,296	0,0000		
	5-13	0,313		0,313			
	5-19						
Y	5-15	0,279		0,279		0,263	0,0013
stuetemp.	5-4	0,306	0,270	0,288	0,0007		
	5-14	0,221		0,221			
	5-18						
Z	5-10	0,265		0,265		0,276	0,0004
37 °C	5-8	0,280		0,280			
	5-7	0,285	0,320	0,303	0,0006		
	5-5	0,254		0,254			
Middelværdi				0,275	0,0004		
Standardafvigelse mellem dage				0,011			
Antal frihedsgrader				2			
Standardafvigelse indenfor dagen, poolet (mellem flasker)				0,030			
Antal frihedsgrader				7			
Standardafvigelse indenfor flasken				0,021			
Antal frihedsgrader				3			
Stabilitet							
F-test, testværdi				0,31			
F-kritisk værdi, tabelværdi (95% niveau)				9,55			
Konklusion:							
Stabilitet: Prøven er stabil (F-test, 95% niveau). Ved test er anvendt indenfor flasken standardafvigelse.							

Prøve 6	Tin i syntetisk prøve, fremstillet til 1,00 ug/L						
	Konservering: HNO3 / HCl						
				Middelværdi	Varians	X-bar	Varians
Dato	Prøve	Tin, ug/L		flaske	indenfor	periode	periode
					flaske		
W	6-5	0,962	0,907	0,934	0,0016	0,928	0,0042
kø 14 °C	6-3	1,073	0,961	1,017	0,0063		
	6-15	0,851	0,908	0,880	0,0016		
	6-2	0,880		0,880			
Y	6-14	0,984	0,955	0,970	0,0004	0,971	0,0005
stuetemp.	6-7	0,960	0,932	0,946	0,0004		
	6-9	1,000		1,000			
	6-16	0,983	0,952	0,967	0,0005		
Z	6-20	1,071	0,984	1,028	0,004	0,990	0,0011
37 °C	6-17	0,970	0,986	0,978	0,000		
	6-1	0,952		0,952			
	6-19	1,041	0,965	1,003	0,003		
Middelværdi				0,963	0,002		
Standardafvigelse mellem dage				0,032			
Antal frihedsgrader				2			
Standardafvigelse indenfor dagen, poolet (mellem flasker)				0,044			
Antal frihedsgrader				9			
Standardafvigelse indenfor flasken				0,044			
Antal frihedsgrader				9			
Stabilitet							
F-test, testværdi				0,52			
F-kritisk værdi, tabelværdi (95% niveau)				4,26			
Konklusion:							
Stabilitet: Prøven er stabil (F-test, 95% niveau). Ved test er anvendt indenfor flasken standardafvigelse.							

BILAG 4 RESULTATER FOR THALLIUM

Prøve 1	Thallium i naturlig prøve, spiket med 0,203 ug/L				Middelværdi	Varsians	X-bar	Varsians
Dato	Prøve	Thallium,	ug/L		flaske	indenfor	periode	periode
						flaske		
W	1-15	0,291			0,291		0,307	0,0002
kø14 °C	1-7	0,298	0,346		0,322	0,001		
	1-10	0,293	0,328		0,310	0,001		
	1-6	0,334	0,275		0,305	0,002		
Y	1-4	0,324	0,299		0,311	0,000	0,307	0,0002
stuetemp.	1-17	0,348	0,298		0,323	0,001		
	1-19	0,289	0,302		0,296	0,000		
	1-2	0,293	0,340	0,264	0,299	0,001		
Z	1-12	0,276	0,341		0,308	0,002	0,309	0,0005
37 °C	1-13	0,334	0,328	0,170	0,277	0,009		
	1-9	0,300	0,337		0,318	0,001		
	1-8	0,334	0,330		0,332	0,000		
Middelværdi					0,308	0,002		
Standardafvigelse mellem dage					0,001			
Antal frihedsgrader					2			
Standardafvigelse indenfor dagen, poolet (mellem flasker)					0,017			
Antal frihedsgrader					9			
Standardafvigelse indenfor flasken					0,041			
Antal frihedsgrader					13			
Stabilitet								
F-test, testværdi					0,001			
F-kritisk værdi, tabelværdi (95% niveau)					3,81			
Konklusion:								
Stabilitet: Prøven er stabil (F-test, 95% niveau). Ved test er anvendt indenfor flasken standardafvigelse.								

Prøve 2 Thallium i naturlig prøve, spiket med 0,203 + 0,040 ug/L								
Dato	Prøve	Thallium, ug/L			Middelværdi flaske	Varians indenfor flaske	X-bar periode	Varians periode
W	2-2	0,355	0,314		0,335	0,0008	0,338	0,0000
kø 14 °C	2-20	0,356	0,313		0,334	0,0009		
	2-16	0,326	0,321	0,354	0,334	0,0003		
	2-6	0,357	0,339		0,348	0,0002		
Y	2-9	0,350	0,330		0,340	0,0002	0,354	0,0002
stuetemp.	2-3	0,342	0,355		0,349	0,0001		
	2-17	0,405	0,313		0,359	0,0042		
	2-12	0,351	0,387		0,369	0,0006		
Z	2-10	0,384	0,386		0,385	0,0000	0,357	0,0004
37 °C	2-18	0,327	0,366		0,346	0,0007		
	2-4	0,336	0,343		0,340	0,0000		
	2-13	0,390	0,329		0,359	0,0018		
Middelværdi					0,350	0,0008		
Standardafvigelse mellem dage					0,010			
Antal frihedsgrader					2			
Standardafvigelse indenfor dagen, poollet (mellem flasker)					0,015			
Antal frihedsgrader					9			
Standardafvigelse indenfor flasken					0,029			
Antal frihedsgrader					13			
Stabilitet								
F-test, testværdi					0,13			
F-kritisk værdi, tabelværdi (95% niveau)					3,81			
Konklusion:								
Stabilitet: Prøven er stabil (F-test, 95% niveau). Ved test er anvendt indenfor flasken standardafvigelse.								

Prøve 3 Thallium i syntetisk prøve, fremstillet til 1,00 ug/L								
Dato	Prøve	Thallium, ug/L			Middelværdi flaske	Varsians indenfor flaske	X-bar periode	Varsians periode
W	3-14	0,88	1,09		0,99	0,023	1,105	0,006
kø 14 °C	3-9	1,15	1,15		1,15	0,000		
	3-4	1,11	1,17		1,14	0,002		
	3-1	1,10	1,18		1,14	0,004		
Y	3-6	1,17	1,07		1,12	0,004	1,149	0,003
stuetemp.	3-19	1,24	1,22		1,23	0,000		
	3-13	1,24	1,01		1,13	0,026		
	3-20	1,21	1,02		1,12	0,017		
Z	3-15	1,13	1,23		1,18	0,004	1,032	0,014
37 °C	3-7	1,10	0,90		1,00	0,022		
	3-12	0,95	0,85		0,90	0,005		
	3-17	1,23	0,88		1,05	0,062		
Middelværdi					1,10	0,014		
Standardafvigelse mellem dage					0,059			
Antal frihedsgrader					2			
Standardafvigelse indenfor dagen, poollet (mellem flasker)					0,087			
Antal frihedsgrader					9			
Standardafvigelse indenfor flasken					0,119			
Antal frihedsgrader					12			
Stabilitet								
F-test, testværdi					0,25			
F-kritisk værdi, tabelværdi (95% niveau)					3,89			
Konklusion:								
Stabilitet: Prøven er stabil (F-test, 95% niveau). Ved test er anvendt indenfor flasken standardafvigelse.								

BILAG 5 RESULTATER FOR KVIKSØLV

Prøve 1	Kviksølv i naturlig prøve, fremstillet til d + 4,48 ng/L							
					Middelværdi	Varsians	X-bar	Varsians
Dato	Prøve	Kviksølv, ng/L			flaske	indenfor flaske	periode	periode
18-08-2000	prøve 1 -3	5,45	5,33	5,22	5,33	0,012	4,93	0,088
	prøve 1 -6	4,70	4,40		4,55	0,046		
	prøve 1 -8	5,14	4,84		4,99	0,045		
	prøve 1 -14	4,82	4,42		4,62	0,081		
	prøve 1 -17	5,40	4,82	4,90	5,04	0,101		
	prøve 1-19	5,07	5,06		5,06	0,000		
24-08-2000	prøve 1 -2	5,17	5,17		5,17	0,000	4,93	0,075
	prøve 1 -7	4,63	4,74		4,69	0,006		
	prøve 1 -13	4,85	5,17		5,01	0,053		
	prøve 1 -16	5,07	4,86		4,96	0,023		
	prøve 1 -20	5,28	5,18		5,23	0,006		
	prøve 1 -23	4,53	4,53		4,53	0,000		
29-08-2000	prøve 1 -1	4,58	4,76		4,67	0,017	4,66	0,010
	prøve 1 -5	4,73	4,43		4,58	0,043		
	prøve 1 -10	4,66	4,65		4,66	0,000		
	prøve 1 -12	4,81	4,51		4,66	0,043		
	prøve 1 - 18	4,74	4,92		4,83	0,017		
	prøve 1 -22	4,60	4,50		4,55	0,005		
Middelværdi					4,84	0,028		
Standardafvigelse mellem dage					0,159			
Antal frihedsgrader					2			
Standardafvigelse indenfor dagen, poolet (mellem flasker)					0,240			
Antal frihedsgrader					15			
Standardafvigelse indenfor flasken					0,167			
Antal frihedsgrader					20			
Stabilitet								
F-test, testværdi					0,91			
F-kritisk værdi, tabelværdi (95% niveau)					3,49			
Konklusion:								
Stabilitet: Prøven er stabil (F-test, 95% niveau). Ved test er anvendt indenfor flasken standardafvigelse.								

Prøve 2	Kviksølv i naturlig prøve, split, fremstillet til d + 4,48 + 1,00 ng/L							
					Middelværdi	Varsians	X-bar	Varsians
Dato	Prøve	Kviksølv, ng/L			flaske	indenfor flaske	periode	periode
18-08-2000	prøve 2 -4	5,98	5,68		5,83	0,044	5,77	0,126
	prøve 2 -6	5,99	5,15	5,23	5,46	0,215		
	prøve 2 -11	5,73	5,35	5,33	5,47	0,052		
	prøve 2 -15	6,16	6,24		6,20	0,003		
	prøve 2 -20	6,33	6,03		6,18	0,044		
	prøve 2 -22	5,11	6,02	5,27	5,47	0,237		
24-08-2000	prøve 2 2	6,60	5,95	6,28	6,28	0,106	6,24	0,014
	prøve 2 -7	6,18	6,29		6,23	0,006		
	prøve 2 -10	6,28	5,96		6,12	0,053		
	prøve 2 -16	5,86	6,84	6,62	6,44	0,267		
	prøve 2 -19	6,18	6,07		6,12	0,006		
	prøve 2 -24	5,75	6,52	6,41	6,22	0,172		
29-08-2000	prøve 2 -1	5,59	5,49		5,54	0,005	5,43	0,039
	prøve 2 -5	5,35	5,25		5,30	0,005		
	prøve 2 -9	5,10	5,38		5,24	0,037		
	prøve 2 -13	5,98	5,51		5,74	0,112		
	prøve 2 -17	5,27	5,26		5,27	0,000		
	prøve 2 -21	5,41	5,58		5,49	0,015		
Middelværdi					5,81	0,077		
Standardafvigelse mellem dage					0,405			
Antal frihedsgrader					2			
Standardafvigelse indenfor dagen, poolet (mellem flasker)					0,244			
Antal frihedsgrader					15			
Standardafvigelse indenfor flasken					0,277			
Antal frihedsgrader					24			
Stabilitet								
F-test, testværdi					2,14			
F-kritisk værdi, tabelværdi (95% niveau)					3,40			
Konklusion:								
Stabilitet: Prøven er stabil (F-test, 95% niveau). Ved test er anvendt indenfor flasken standardafvigelse.								

Prøve 3	Kviksølv i syntetisk prøve, fremstillet til 7,49 ng/L							
					Middelværdi	Varians	X-bar	Varians
Dato	Prøve	Kviksølv, ng/L			flaske	indenfor flaske	periode	periode
18-08-2000	prøve 3 -1	7,78	8,11		7,95	0,052	8,58	0,633
	prøve 3 -6	9,74	10,08		9,91	0,059		
	prøve 3 -9	7,90	8,63	8,38	8,30	0,139		
	prøve 3 -12	7,88	7,74		7,81	0,010		
	prøve 3 -16	8,20	8,63		8,42	0,095		
	prøve 3 -23	8,82	9,15	9,40	9,12	0,084		
24-08-2000	prøve 3 -2	8,74	8,58		8,66	0,014	8,02	0,130
	prøve 3 -8	7,97	7,71		7,84	0,034		
	prøve 3 -10	8,30	7,93		8,12	0,070		
	prøve 3 -15	7,65	7,69		7,67	0,001		
	prøve 3 -18	8,08	8,13		8,11	0,001		
	prøve 3 -24	7,94	7,58		7,76	0,063		
29-08-2000	prøve 3 -4	7,00	7,50		7,25	0,122	7,53	0,030
	prøve 3 -7	7,55	7,58		7,57	0,000		
	prøve 3 -13	7,71	7,18		7,45	0,142		
	prøve 3 -17	7,51	8,03		7,77	0,130		
	prøve 3 -20	7,21	7,90		7,55	0,239		
	prøve 3 -22	7,28	7,89		7,59	0,186		
Middelværdi					8,05	0,080		
Standardafvigelse mellem dage					0,528			
Antal frihedsgrader					2			
Standardafvigelse indenfor dagen, poolet (mellem flasker)					0,514			
Antal frihedsgrader					15			
Standardafvigelse indenfor flasken					0,283			
Antal frihedsgrader					20			
Stabilitet								
F-test, testværdi					3,47			
F-kritisk værdi, tabelværdi (95% niveau)					3,49			
Konklusion:								
Stabilitet: Prøven er stabil (F-test, 95% niveau). Ved test er anvendt indenfor flasken standardafvigelse.								