



Bergvesenet

Postboks 3021, 7002 Trondheim

Rapportarkivet

Bergvesenet rapport nr BV 159	Intern Journal nr	Internt arkiv nr	Rapport lokalisering Trondheim	Gradering Åpen
Kommer fra ..arkiv Trondheimske	Ekstern rapport nr NGU 2113/1983	Oversendt fra	Fortrolig pga	Fortrolig fra dato:
Tittel Utvidet program for analyse av geologiske materialer basert på syreekstrasjon og plasmasppektrometi				
Forfatter Magne Ødegård		Dato 19	Bedrift NGU	
Kommune	Fylke Norge	Bergdistrikt Trondheimske	1: 50 000 kartblad	1: 250 000 kartblad
Fagområde Kjemisk analyse	Dokument type	Forekomster		
Råstofftype	Emneord			
Sammendrag				

NGU-rapport nr. 2113

Utvidet program for
analyse av geologiske materialer
basert på syreekstraksjon og
plasmapektrometri.

1983



Norges geologiske undersøkelse

Leiv Eiriksons vei 39
Tlf. (075) 15860

Postboks 3006
7001 Trondheim

Postgironr. 5168232
Bankgironr. 0633.05.70014

Rapport nr. 2113		Åpen/XXXXXXXXXXXX	
Tittel: Utvidet program for analyse av geologiske materialer basert på syreekstraksjon og plasmaskpektrometri.			
Oppdragsgiver: NGU		Forfatter: Magne Ødegård	
Forekomstens navn og koordinater:		Kommune:	
Fylke:		Kartbladnr. og -navn (1:50 000):	
Utført: Forsøk og analyser: 1981-83 Rapportering: 1983		Sidetall: 30 Tekstbilag: 6 Kartbilag:	
Prosjektnummer og -navn:			
Prosjektleder:			
Sammendrag: Rapporten gir en beskrivelse av den rutine som i dag benyttes ved analyse av geologiske materialer basert på syreekstraksjon og plasmaskpektrometri. I forhold til tidligere metode, som er beskrevet i Journal of Geochemical Exploration, vol.14 (1981) s.119-130, er metoden en del modifisert og dekker nå 29 elementer. Det er lagt spesiell vekt på testing av rutiner for ekstraksjon og lagring, og konklusjoner er her bl.a. at alternative materialer for ekstraksjon bør overveies, da store mengder B samt en del andre elementer innføres fra Pyrexglass. Ved lagring av løsninger i glassemballasje innføres store mengder Ba ved siden av en del andre elementer. Disse oppdagelser har ført til at glass er forlatt som materiale for lagring og plast er tatt i bruk. Rapporten berører også rutiner for rengjøring av emballasje, problemer med avdamping fra prøveløsninger og testing av vannkvaliteter. Emner som kalibrering, korreksjon for spektrale interferenser, bruk av referanseelement, fastlegging av nedre bestemmelsesgrenser, samt en del rutiner for kontroll av ekstraksjon og analyse er viet spesiell omtale.			
Nøkkelord	Plasmaanalyser		Bergarter
	Ekstraksjonsmetoder		Forurensninger
	Bekkesedimenter		Kontrollrutiner

Ved referanse til rapporten oppgis forfatter, tittel og rapportnr.

Innholdsfortegnelse

	Side
Innledning	4
Ekstraksjon av geologiske materialer	5
NGUs standard ekstraksjonsmetode for geokjemiske prøver som bekkesedimenter m.m.	6
NGUs standard ekstraksjonsmetode for bergartsprøver m.m. .	7
Testing av forurensning fra glassmaterialet ved ekstraksjon	7
Testing av forurensning fra glassemballasje ved lagring	9
Konsentrasjonsøkning ved avdamping fra prøveløsninger. .	14
Rutiner for rengjøring av emballasje for analyseløsninger	15
Instrumentering og instrumentparametre	16
Elementer og analyselinjer	17
Bruk av referanseelement	18
Standardløsninger for kalibrering	19
Kalibreringskurver	22
Bakgrunnskorreksjon	24
Korreksjon for spektral interferens	24
Deteksjonsgrenser/nedre bestemmelsesgrenser og instrumentpresisjon	26
Rutiner ved analyse	28
Kontrollprøver for ekstraksjon/analyse	29
Rapportering av analysedata	29

Innledning

Hensikten med denne rapporten er å gi en beskrivelse med en del kommentarer av den metode som i dag brukes i rutine for analyse av geologiske materialer basert på syreekstraksjon og plasma-spektrometri. Den tidligere brukte metode (frem til juni 1981) dekket i alt 20 elementer og er beskrevet i Journal of Geochemical Exploration, vol. 14 (1981) s. 119-130. Metoden er nå utvidet med de 9 elementene P, Zr, Ag, B, Be, Li, Sc, Ce og La til 29 elementer, og har således nå en meget god elementdekning. Spesielt i prospekteringssammenheng burde nå en stor del av de mest interessante mineraliseringer kunne oppfanges.

Utvidelsen til 29 elementer representerer den praktiske øvre grense for det antall elementer som kan bestemmes i rutine i geologiske materialer med våre faste kanaler og linjevalg. De elementene vi har kanaler for, men som ikke er inkludert i analyseprogrammet, er elementer som for det første vanligvis finnes i meget lave konsentrasjoner, og i tillegg enten har svært høye deteksjonsgrenser på grunn av lav spektral følsomhet, høyt bakgrunnsnivå, sterk spektral linjeinterferens eller er meget ustabile i løsning (eks. As, Sb, Bi, Hg, W, Sn, U, Nb). At disse elementene ikke blir analysert etter vårt rutineprogram betyr ikke at kanalene er overflødige. Etter spesiell prøvebehandlingsteknikk (separasjonsteknikk/anriknings-teknikk), eller i spesielle matrisser vil det kunne være aktuelt å analysere på flere av disse elementene.

Denne rapporten er først og fremst beregnet på brukere av data fra plasmaanalyser basert på syreekstraksjon, og tanken er at den skal bidra til å gi en bedre forståelse for de muligheter og de begrensninger som ligger i en slik kombinert ekstraksjons- og analysemetode. Ellers er utarbeidelse av denne rapporten aktualisert ved at en del av rutinene nå er under omlegging. Spesielt gjelder dette overgang til ny emballasje for løsninger, innføring av kontrollprøver samt en del justeringer av deteksjonsgrenser.

Ekstraksjon av geologiske materialer

Ekstraksjon av geologiske materialer har gjennom tidene vært behandlet fra en rekke innfallsvinkler og er forholdsvis godt beskrevet i litteraturen. Ved NGU har ekstraksjon av bekkesedimenter og liknende materialer vært drevet helt siden 1950-årene, da geokjemisk malmprospektering basert på lettløselige metaller ble tatt i bruk.

Kolorimetriske analysemetoder var enerådende den første tiden og ekstraksjonsmetodene var nøye tilpasset disse. Ved overgang til atomabsorpsjonsspektrometri i siste halvdel av 1960-årene ble en rekke forskjellige ekstraksjonsmetoder utprøvd, og de viktigste kravene som ble satt var først og fremst effektiv utluting av de sulfiddannende elementer, god reproduserbarhet og ikke minst velegnet for rutine. Den metode som ble valgt og som fortsatt brukes i rutine i dag ble utviklet og satt i system av G. Næss og J.R. Krog, og bygger på 7N HNO_3 som ekstraksjonsmiddel. Siden den gang har også en god del arbeide vært nedlagt ved NGU for å studere ekstraksjon av geologiske materialer, og særlig i de senere år er flere arbeider på dette feltet publisert i NGU-rapporter, bl.a. rapportene 1494 R og 1494 J ved R.T. Ottesen/B. Bølviken, 1662 B og 1662 C ved A. Flårønning/B. Bølviken, 1662 D ved O. Sæther/A. Flårønning, 1687 C ved G.Chr. Faye og 1865 ved P.R. Graff. Selv om ikke alle disse arbeidene er innbyrdes koordinerte og systematiserte, ligger det mye verdifull informasjon i materialet. Den betydelige utvidelse i elementdekning som innføring av plasmaspektrometri har ført til, betyr at en rekke elementer, i tillegg til de typisk sulfiddannende, har fått interesse i prospekteringssammenheng. Ved valg av ekstraksjonsmiddel bør derfor også dette forhold tas med i betraktning. Den etablerte metode med bruk av 7N HNO_3 som ekstraksjonsmiddel synes imidlertid å være akseptabel også i denne sammenheng, og bør på ingen måte uten videre forlates. Den vesentlige innvending vi måtte ha til metoden er at den ofte løser ut store mengder Al fra primære Al-mineraler (se rapportene 1687 C v/G.Chr. Faye og 1865 v/P.R. Graff). Fra vårt synspunkt er dette uheldig da store mengder Al skaper en del analytiske problemer. Alle forhold tatt i betraktning bør det etablerte

system, med en del mindre omlegginger og justeringer, og anvendt på en fornuftig måte, kunne registrere en stor del av de mest interessante mineraliseringer, noe som vel fortsatt må være hovedformålet med de geokjemiske undersøkelser som drives etter disse prinsippene. I en viss utstrekning vil sikkert data fra slike undersøkelser kunne være av interesse også innen andre fagområder, som for eksempel forurensningsproblematikk, geomedisin m.m. Når det gjelder det siste fagområdet, geomedisin, så må det vel være klart at hvis lokale geologiske forhold i det hele tatt skulle ha noen innflytelse på den helsemessige situasjon, så burde dette registreres i de materialer som naturen selv presenterer for næringsopptak for mennesker og dyr, nemlig i planter og vann. Det ses da bort fra eventuelle lokale luftforurensninger og stråling. Å basere geomedisinske undersøkelser på indirekte analysemetoder, som f.eks. å analysere et bekkesedimentekstrakt i stedet for bekkevannet, når vi vet at det ikke vil være mulig å finne en ekstraksjonsteknikk som selektivt og kvantitativt løser ut de sekundære anrikninger av elementer uten å angripe de primære mineraler, er trolig største betenkeligheten i denne sammenheng.

NGUs standard ekstraksjonsmetode for geokjemiske prøver som bekkesedimenter m.m.

1 g prøve av fraksjonen < 180 μ m behandles med 5 ml 7N HNO_3 (Merck p.a.) ved 110°C i 3.5 timer i reagensrør av merke Pyrex. Løsningen tynnes til 20 ml og filtreres gjennom 0.02 mm nylonduk, eventuelt sentrifugeres og dekanteres. Denne løsningen, som både blir brukt for lagring og for analyse av eventuelle elementer med atomabsorpsjon, tynnes videre i forholdet 1:4 med en referanse-elementløsning som inneholder 20 μ g Y/ml. Analyseløsningen inneholder således 16 μ g Y/ml, og har en tynningsfaktor på 100 i forhold til innveid prøve.

NGUs standard ekstraksjonsmetode for bergartsprøver m.m.

For bergartsprøver og synlig malmmineralholdige (impregnerte) prøver blir følgende ekstraksjonsmetode benyttet: 0.5 g prøve veies inn i 50 ml målekolber av merke Pyrex, tilsettes 5 ml 7N HNO_3 og står natten over. Videre svak koking på plate i 30 min. Deretter tilsettes 10 ml vann og kokes videre i 15 min. Tilslutt avkjøles løsningen, tynnes til merket og filtreres gjennom blåttbåndsfiler. I likhet med den første metoden tynnes løsningen også her videre med referanseelementløsning, men tynningsfaktoren av analyseløsningen i forhold til innveid prøve blir her 250.

Testing av forurensning fra glassmaterialet ved ekstraksjon

For å finne ut hva som eventuelt introduseres av forurensninger fra glassmaterialet ved ekstraksjon etter de to metodene som brukes ved NGU, ble 5 ml 7N HNO_3 uten prøve kokt i henholdsvis kolber og reagensrør i samsvar med forskriftene, tynnet til de angitte volum og analysert på plasmasppektrometret. For hver metode ble det tatt to paralleller, og en prøve av den anvendte salpetersyre ble tatt med som blindprøve. Elementkonsentrasjoner er beregnet tilbake til innveid prøve etter de innvekter og tynninger som er angitt som standard etter de to metodene.

Resultat:

1. Blindprøve. HNO_3 , Merck (p.a.). Tynningsfaktor 100.
Alle elementer under deteksjonsgrensen.

2. HNO_3 -koking i kolbe. Tynningsfaktor 250

Parallell I	105	ppm Si
	33	" Na
	39	" B
	3,6	" Cu

Parallell II	57	ppm Si
	36	" Na
	10	" B

3. HNO_3 -koking i reagensrør. Tynningsfaktor 100.

Parallell I	14	ppm Si
	5.1	" Na
	6.2	" B
	1.0	" Cu

Parallell II	30	ppm Si
	20	" Al
	7.4	" Ca
	3.6	" Na
	1.4	" Mn
	3.7	" Cu
	3.9	" B

Blindprøven gir som en ser konsentrasjoner under deteksjonsgrensen for alle elementer. Dette er også som ventet da tilsvarende prøve blir brukt som null-løsning ved standardiseringen. Koking med 7N HNO_3 i kolber og reagensrør av Pyrexglass derimot, viser at til dels betydelige mengder av flere elementer er lutet ut fra glassmaterialet.

Pyrexglass er oppgitt å inneholde:

80.60 % SiO_2
12.60 % B_2O_3
4.20 % Na_2O
2.20 % Al_2O_3
0.04 % Fe_2O_3
0.10 % CaO
0.05 % MgO
0.10 % Cl

Forsøkene viser at utluting fra glassmaterialet er en selektiv prosess (dette er et kjent fenomen), og at utlutet stoffmengde kan variere under like ytre betingelser. Disse ting er det der-

for umulig å foreta korreksjoner for ved analysen. De feilkilder og usikkerhetsmomenter som ekstraksjon i Pyrexglass representerer er for flere elementer såvidt betydelig at alternative materialer absolutt bør overveies. For B spesielt, er bidraget fra glassmaterialet så stort at analyse på dette elementet i geokjemiske prøver, som for eksempel bekkesedimenter, ikke har noen mening.

Ellers viser forsøkene at det i tillegg til utluting fra glassmaterialet foreligger forurensninger, spesielt av Cu. Erfaringsmessig er Cu et klassisk forurensningselement, noe som også klart demonstreres ved 8 forskjellige oppslutninger av de to kontrollprøvene KTPR-G (granitt) og KTPR-S (skifer)

10 analyser av samme løsning gir et standardavvik for Cu på henholdsvis 0.91% (ved 5.3 ppm Cu) og 0.50% (ved 8.5 ppm Cu) for de to prøvene, mens 8 forskjellige oppslutninger av de to prøvene tilsvarende gir 27.8% og 12.7% i standardavvik.

Standardavvik beregnet for andre elementer i de to kontrollprøvene viser at det er svært liten sannsynlighet for at forholdet skyldes at prøvematerialet ikke er homogent.

Testing av forurensning fra glassemballasje ved lagring

For oppbevaring av prøveekstrakter og videre som emballasje for ferdigpreparerte analyseløsninger har NGU hittil brukt glass med trykk-kork av plast. Glassene har vært av to forskjellige fabrikat, en type produsert i England (engelske glass) som vesentlig ble brukt i de tidligere år, og en type produsert i Tyskland (tyske glass) som har vært mest brukt i de senere år. De to glasstypene har vært brukt om hverandre og har heller ikke vært holdt atskilt ved vask.

Ved reanalyse av løsninger, både av prøveekstrakter og ferdigpreparerte analyseløsninger, som har stått oppbevart på glass, har det vist seg at konsentrasjonen av flere elementer har forandret seg. Forandringen har stort sett bestått i en økning i

konsentrasjon, men minskning er også registrert, særlig for Ti og muligens noen andre elementer, noe som trolig skyldes utfelling. Økningen i konsentrasjon har for enkelte elementer vært prosentvis meget stor, spesielt for Ba. Det ble derfor funnet nødvendig å foreta en systematisk undersøkelse av bruk av glass som emballasje for prøveekstrakter og ferdigpreparerte analyseløsninger, en undersøkelse som aldri før hadde vært foretatt.

Undersøkelsen ble lagt opp slik at det først ble foretatt en totalanalyse med røntgenfluorescens både på hovedelementer og sporelementer av de to glasstypene. Videre ble det gjort utlutingsforsøk med den type glass som har vært mest brukt etter at plasmaanalyser ble startet opp i 1978, nemlig tyske glass. Syrestyrker på henholdsvis 1.75 N HNO_3 og 0.35 N HNO_3 ble brukt ved utlutingsforsøkene, tilsvarende de syrestyrker en har i prøveekstrakter og i ferdigpreparerte analyseløsninger. Med visse mellomrom ble løsningene analysert på plasm spektrometret, og utlutet mengde av de forskjellige elementer som funksjon av oppbevaringstid i glassene ble registrert. Syreløsninger oppbevart i plast ble tatt med som blindprøver.

Analyse av hovedelementer og sporelementer i de to glassprøvene ga følgende resultat (analysert av B. Nilsen):

	<u>Tyske glass</u>	<u>Engelske glass</u>
SiO_2	67.19 %	70.56 %
Al_2O_3	4.43 %	2.65 %
Fe_2O_3	< 0.01 %	< 0.01 %
TiO_2	0.12 %	0.02 %
MgO	2.06 %	2.98 %
CaO	4.27 %	5.49 %
Na_2O	13.0 %	14.2 %
K_2O	1.96 %	1.43 %
MnO	< 0.01 %	< 0.01 %
P_2O_5	0.02 %	0.01 %
Ba	3.52 %	1.34 %
Sr	661 ppm	279 ppm
Rb	54 "	53 "
V	76 "	27 "

Zr	25	"	28	"
Cu	11	"	5	"
Zn	17	"	7	"
Ni	6	"	< 5	"
Pb	45	"	17	"
As	237	"	257	"
Ce	37	"	10	"
Glødetap	0.20	%	0.22	%

Resultatene av utlutingsforsøkene er oppsatt i nedenstående tabell. Alle konsentrasjoner er basert på innveid prøve etter normal prosedyre for analyse av bekkesedimenter. Blindprøvene lagret i plastflasker viste ingen målbare forandringer i konsentrasjon for noen elementer.

Lagrings- tid i dager	Utlutet mengde elementer i ppm av tyske prøveglass											
	Na		Si		Ca		Al		Mg		Ba	
	1.75N HNO ₃	0.35N HNO ₃	1.75N HNO ₃	0.35N HNO ₃	1.75N HNO ₃	0.35N HNO ₃	1.75N HNO ₃	0.35N HNO ₃	1.75N HNO ₃	0.35N HNO ₃	1.75N HNO ₃	0.35N HNO ₃
1 dag	(ppm) 103	(ppm) 113	(ppm) 17	(ppm) -	(ppm) -	(ppm) -	(ppm) -	(ppm) -	(ppm) -	(ppm) -	(ppm) 19	(ppm) 18
5 dager	141	125	31	17	-	-	-	-	-	-	24	21
7 "	152	168	47	48	-	-	15	-	-	-	28	24
32 "	285	193	183	51	24	-	25	-	15	-	45	33
45 "	330	251	276	103	40	-	29	16	21	8	54	46
52 "	575	262	352	135	55	12	39	17	26	14	70	52

Som det fremgår av tabellen er det betydelig utluting av flere av elementene i glasset, og i likhet med utluting fra Pyrexglass har en også her en tydelig selektiv effekt.

Forskjellen i utluting med 0.35 N HNO_3 og 1.75 N HNO_3 synes stort sett å ligge i en tidsfaktor. I bilag 1 til 6 er utlutet mengde av de 6 elementene oppsatt grafisk som funksjon av lagringstid. Det fremgår her at prosessen ikke har noe rettlinjert forløp. Løsningene ble rystet før hver analyse for å få homogen løsning.

Problemene med utluting fra prøveglass ble først virkelig oppdaget og forstått ved at konsentrasjonen av flere elementer var avhengig av hvor i glasset oppsugingsslangen var plassert. Å tilskrive dette fenomenet utluting fra glasset var på ingen måte opplagt. Særlig de store svingningene i Ba-konsentrasjon kunne tyde på at fenomenet hadde sammenheng med utfelling av tungløselig BaSO_4 . Adsorpsjon av ioner til glassveggene, og ikke minst den kjensgjerning at prøveløsningene i realiteten er finpartikulære suspensjoner, er videre ting som bidrar til å komplisere bildet. Med de systematiske undersøkelsene vi nå har foretatt, både totalanalyse av glassmaterialet som bl.a. avslørte meget høyt Ba-innhold, og utlutingsforsøkene, anser vi imidlertid problemet med utluting for løst. Dette har fått som konsekvens at vi nå har gått helt over til plastemballasje både for ekstrakter og ferdigpreparerte analyseløsninger.

For å få en indikasjon på hva utluting fra prøveglass kan ha hatt å bety for vanlige bekkesedimentprøver har vi i løpet av 1983 reanalysert i alt 1754 prøver som tidligere er analysert i 1980. Disse er fordelt på tre forskjellige oppdrag, nemlig 415 prøver fra oppdrag 113/80 + 118/80 som er reanalysert under oppdrag 38/83, 525 prøver fra oppdrag 159/80 som er reanalysert under oppdrag 41/83 og 814 prøver fra oppdrag 160/80 som er reanalysert under oppdrag 40/83. For samtlige prøver er det regnet ut gjennomsnittsverdier for Ba og Na oppnådd ved henholdsvis første og siste analysering. Differansen mellom disse verdiene utgjør, når en ser bort fra analysefeil og eventuell økning i konsentrasjon

som skyldes inndampning av prøveekstraktene, økning i konsentrasjon p.g.a. utluting fra glassmaterialet. For det første av ovennevnte oppdrag ble også beregninger foretatt for Si, Ca og Mg. For de to siste oppdrag var dette ikke mulig da Si, Ca og Mg var oppgitt i forskjellige enheter ved første og siste analysering (h.h.v. prosent og ppm).

Nedenfor vises en oversikt over resultatene fra denne undersøkelsen.

	<u>Gjennomsnittsverdier</u>		<u>Konsentrasjonsøkning</u>
	113/80 + 118/80	38/83	
Na	283.0 ppm	497.0 ppm	214.0 ppm
Ba	52.4 "	93.6 "	41.2 "
Si	132.0 "	412.0 "	280.0 "
Ca	0.414 %	0.418 %	0.004 %
Mg	0.228 "	0.234 "	0.006 "
	159/80	41/83	
Na	267.0 ppm	537.0 ppm	270.0 ppm
Ba	82.4 "	122.9 "	40.5 "
	160/80	40/83	
Na	307.0 ppm	527.0 ppm	220.0 ppm
Ba	63.8 "	101.0 "	37.2 "

Disse reanalysene viser at økningen i Ba-konsentrasjon holder seg på et ganske fast nivå, uavhengig av gjennomsnittsnivået. Dette betyr at den prosentvise feil på grunn av utluting fra glasset vil være omvendt proporsjonal med Ba-konsentrasjonen. Det samme

vil gjelde for de andre elementene som lutes ut fra glasset. Sammenliknet med utlutingsforsøkene som ble gjort med 1.75 N HNO_3 kunne en kanskje ha ventet enda noe sterkere utluting i de naturlige bekkersedimentekstraktene som har stått lagret i såvidt lang tid. Men dette har åpenbart sammenheng med at prøveløsningene har stått i ro på glass i ca. 3 år uten noen bevegelse i løsningen og derfor ingen utskifting av væskeskiktet nærmest glassveggen.

Konsentrasjonsøkning ved avdamping fra prøveløsninger

Ved reanalyse av prøveekstrakter har det enkelte ganger vist seg at konsentrasjonen av samtlige elementer har økt. Dette har særlig vært registrert i ekstrakter som først har vært analysert på ett eller flere elementer med atomabsorpsjon. I slike tilfelle er ofte en god del av prøveløsningen på 20 ml forbrukt og volumet derfor sterkt redusert. Når slike små volum har vært stående tildels uten kork vil avdamping finne sted og konsentrasjonen av alle elementene i løsningen vil øke. I varmt sommervær, og særlig ved direkte solbestråling, vil denne prosessen kunne gå særlig fort. I vinterhalvåret er relativ fuktighet innendørs ofte meget lav, slik at faren for avdamping også da absolutt er tilstede. I ekstreme tilfelle har det vært registrert konsentrasjonsøkninger på flere hundre prosent. Prøvevolumene har da alltid vært meget små (< 1 ml). I forbindelse med overgang til plastemballasje, så kan det også være verd å merke seg at plastmaterialer har en merkbar porøsitet overfor gasser, så som H_2O - og HNO_3 -damp, slik at vandige løsninger som lagres over lengre tid i polyetylenflasker minker i volum og dermed øker i konsentrasjon (ca. 1 % pr. år).

Avdamping fra ferdigpreparerte analyseløsninger er ikke noe problem da disse er tilsatt Y som referanseelement. Konsentrasjonen av Y vil ved avdamping øke i takt med de andre elementene, slik at forholdet mellom analyseelement og referanseelement holder seg uendret.

Rutiner for rengjøring av emballasje for analyseløsninger

For rengjøring av emballasje for analyseløsninger er to litt forskjellige rutiner i bruk. Felles for begge er at emballasjen ligger i Decon-løsning minimum natten over etter at analyseløsningen først er hellet ut og en grovskylning er foretatt med kaldt kranvann. Ved den ene rutinen foretas skylning i vaskemaskin, bestående i 5 skyllinger med kaldt kranvann og tilslutt 2 skyllinger i ionebyttet vann. Ved den andre rutinen foretas skylningen med kaldt kranvann ved kontinuerlig spyling i ca. 10 minutter og tilslutt 3 skyllinger manuelt i dobbelt kvartsdestillert vann.

Begge disse rutinene er funnet å være akseptable forutsatt at forskriftene blir fulgt. Det er svært viktig ved skylningen etter Deconbehandlingen at det ikke blir brukt varmt kranvann, da dette forurensrer emballasjen med Cu som ikke lar seg fjerne igjen ved etterfølgende skylning i kaldt kranvann og destillert vann. Dette er et eksempel på at et subjektivt skjønn ikke alltid er godt nok ved slike rutiner. Varmt kranvann ville en tro skulle være et sikkert og effektivt første middel for å skylle vekk Deconløsningen som fukter emballasjen. Dette er nok også riktig, men problemet er tydeligvis at Cu tilført fra varmt kranvann av en eller annen grunn har en sterk tendens til å bindes til emballasjeoverflaten. Dette er testet kun for glassemballasje, men for å være sikker unngås varmt kranvann også ved skylning av plastemballasje.

Nedenstående analyser illustrerer forurensningsfaren når det gjelder Cu:

Varmt kranvann	1.00 ppm Cu
Kaldt - " -	0.14 " "

Dest. vann påfylt et glass som har inneholdt varmt kranvann uten etterfølgende skylning	0.14 " "
---	----------

Dest. vann påfylt et glass som har inneholdt kaldt kranvann uten etterfølgende skylling

0.04 ppm Cu

Dest. vann påfylt et glass rengjort i Deconløsning og etterfølgende skylling med varmt kranvann og 2 skyllinger med dest. vann

0.05 " "

Dest. vann påfylt et glass rengjort i Deconløsning og etterfølgende skylling med kaldt kranvann og 2 skyllinger med dest. vann

0.004 " "

Ser en bort fra analyseusikkerhet viser tallene tydelig faren ved å bruke varmt kranvann i skylleprosessen.

Instrumentering og instrumentparametre

Vårt plasmasppektrometer er av Jarrell Ash fabrikat, modell 975 ICAP AtomComp. Dette har en brennvidde på 0.75 m, som sammen med vårt gitter med 2400 linjer pr. mm, gir en dispersjon på 0.53 nm pr. mm i første orden. Instrumentet er utstyrt med faste kanaler for 38 elementer. I tillegg er anskaffet en egen monokromator med scanningmuligheter. Denne har en brennvidde på 0.5 m og et gitter med 1180 linjer pr. mm, som gir en dispersjon på 1.6 nm pr. mm i første orden.

Som forstøver anvendes nå en pneumatisk "cross flow" forstøver med faste dyser av Jarrell Ash konstruksjon. For å sikre konstant væskeoppsug brukes en peristaltisk pumpe av Rainin fabrikat. Elektroniske mass flow controllers av Tylan fabrikat er anskaffet for å sikre høy stabilitet på gasstrømmene.

RF-generatoren er en Plasma Therm generator av type HFP 2000 D med krystallstyrt frekvens på 27.12 MHz.

Instrumentet er styrt av en Digital Equipment PDP 8M datamaskin som nylig er utstyrt med floppy disk system. Likeså er det nå anskaffet en automatisk hardware bootstrap loader, slik at en nå slipper tidkrevende manuell inntogling av slim loader programmet.

Ved multielementanalyser på et simultaninstrument må en basere valg av instrumentparametre på et kompromiss. Ved denne type analyser er det lagt vesentlig vekt på maksimal intensitet og et best mulig linje til bakgrunn forhold for sporelementene. Følgende instrumentparametre brukes:

Plasma: Tilført effekt: 1.1 kW

Reflektert effekt: <5 W

Argongass: Kjølegass: 15.5 l/min

Prøvegass: 0.65 l/min

Løftegass: 0.3 l/min

Prøveoppsug: ca. 1.2 ml/min

Observasjonshøyde i plasma: 17 mm over induksjonsspolen

Eksponeringstid: 12 sek. på linje

8 sek. på bakgrunn (bakgrunnskorreksjon bare
for sporelementer)

Elementer og analyselinjer

Nedenfor gis en oversikt over de 29 elementer som bestemmes etter vår rutinemetode samt de anvendte analyselinjer. I tillegg er tatt med bølgelengden for Y, som brukes som referanseelement, og bølgelengden for Hg-monitoren som brukes for profilering.

Element	Analyselinje (nm) (I=atomlinje, II=ionelinje)
Si I	288.1
Al I	309.2
Fe II	259.9
Ti II	334.9
Mg I	383.2

Ca	II	317.9	
Na	I	588.9	
K	I	766.4	
Mn	II	257.6	
P	I	214.9	2.orden
Cu	I	324.7	
Zn	I	213.8	
Pb	II	220.3	
Ni	II	231.6	2.orden
Co	II	228.6	
V	II	292.4	
Mo	II	202.0	
Cd	I	228.8	2.orden
Cr	II	267.7	
Ba	II	493.4	
Sr	II	421.5	
Zr	II	339.1	
Ag	I	328.0	
B	I	249.7	
Be	I	234.8	
Li	I	670.7	
Sc	II	361.3	
Ce	II	418.6	
La	II	379.4	
Y	II	371.0	Referanseelement
Hg	I	435.8	Monitor for profilering

Bruk av referanseelement

De inngående studier vi har gjort når det gjelder bruk av referanseelementer ved plasmaanalyser har vist at dette har en rekke fordeler og svært få ulemper. Et fornuftig valg av referanseelement vil først og fremst forbedre presisjonen og virke korrigerende for matrisseeffekter. Dessuten vil stabiliteten på de spektrale influensfaktorene bli bedre. Dette siste er meget viktig i store multielements-systemer med mange influensfak-

torer, da fremstilling av løsninger for dette formål, måling av faktorer og innføring av disse i analyseprogrammet er meget tidkrevende. En videre fordel med referanseelement er at dette under analyse straks vil avsløre uregelmessigheter ved instrumentet, spesielt problemer i forstøver og torch. Faren ved avdamping av analyseløsningen er også eliminert ved bruk av referanseelement.

En ulempe ved bruk av referanseelement er at en selvfølgelig ikke kan analysere på dette element. Videre må elementet være tilsatt i så stor mengde at det som måtte finnes i prøvene av dette element ikke vil få noen innflytelse av betydning. Dette kan bety at en særlig ved referanseelementer med linjerike spektra får innført en del ekstra kompliserende spektrallinjer. Ved vår rutine, der prøveekstraktene fortynnes før analyse, er merarbeidet med å bruke referanseelement helt ubetydelig da dette elementet er tilsatt i tynningsmidlet.

Ved vår tidligere rutinemetode for geokjemiske prøver, som omfattet 20 elementer, ble Li og Y brukt som referanseelementer. Li ble brukt kun for Na og K, da analyselinjene for disse 3 alkalienelementene har svært like eksitasjonspotensialer.

På grunn av stor interesse for å analysere også på Li har vi derfor nå sluttet å bruke Li som referanseelement. Na og K bestemmes derfor nå uten referanseelement, mens alle de andre elementene bestemmes mot Y. Y blir tilsatt både standarder og prøver slik at konsentrasjonen i analyseløsningen blir 16 ug Y/ml. Dette skjer ved å tynne prøver og standarder 1:4 med en referanseelementløsning som inneholder 20 ug Y/ml.

Standardløsninger for kalibrering

Ved plasmaanalyser er det tilstrekkelig å bruke bare to standarder for kalibrering for hvert element, en høy standard og en lav (vanligvis 0-løsning). Forutsetningen for dette er

selvfølgelig at konsentrasjonene er nøyaktige, noe som vanligvis ikke er noe problem når det gjelder løsninger. Multielementstandarder kan i prinsippet brukes, forutsatt at ingen av elementene i standarden påvirker intensitetene til analyselinjene for andre elementer i standarden. For komplekse prøver og analyseprogrammer av noe størrelse vil slik påvirkning nesten alltid forekomme, slik at naturlige prøver sjelden kan brukes for kalibrering. Det som skjer i instrumentet er nemlig at intensitetene for den lave og høye standarden blir brukt for å fastlegge vinkelkoeffisient og konsentrasjonsakseavskjæring for kalibreringskurvene for de forskjellige elementene. Vårt program med 29 elementer har hele 33 spektrale influensfaktorer innebygget i analyseprogrammet, noe som gjør at naturlige referanseprøver ikke kan brukes for kalibrering. Så lenge det dreier seg om analyse av ekstrakter, og ikke totalanalyser, ville heller ikke naturlige prøver ha vært egnet for kalibrering, da ekstraksjonsutbyttet erfaringsmessig ikke lar seg reproducere godt nok.

Kjemisk stabilitet er et forhold det må tas maksimalt hensyn til ved valg av standarder. Dette gjelder ikke minst multielementstandarder der faren for reaksjoner og utfellinger er spesielt stor. For noen elementer er problemet såvidt stort at friske standarder lages på nytt ved hver kalibrering. For alle multielementstandarder i dette arbeidet er det sjekket at disse gir samme emisjonssignal som enkeltelementstandarder. De fleste standardene er laget av standardløsninger for atomabsorpsjonsspektroskopi fra BDH Chemicals Ltd. Noen er laget av "Specpure"-reagenser fra Johnson, Matthey & Co. P.a. HNO_3 fra Merck er brukt i alle standarder, inkl. 0-løsningen, noe som gir en automatisk korreksjon for eventuelle forurensninger som tilføres fra syren. Dobbelts kvartsdestillert vann blir brukt overalt i dette arbeidet. Denne vannkvaliteten er ved en anledning kontrollert mot Milli-Q-vann på plasm-spektrometret, ved at de to typer vann ble kjørt vekselvis flere ganger og intensitet på de 29 analyselinjene skrevet ut. Denne testen viste at Milli-Q-vann hadde signifikant høyere signal på Cu og Zn. For alle andre elementer var prøvene svært like. Forklaringen på dette kan muligens ligge

i det høye Cu- og Zn-innholdet i kranvann som går rett inn på Milli-Q-anlegget. De to vannkvalitetene bør etter vårt syn sjekkes, spesielt på Cu og Zn, og da også helst med uavhengige metoder.

Nedenfor vises en oversikt over de standarder som brukes for kalibrering av vårt analyseprogram for geokjemiske prøver.

1. 0-løsning.	16 ug Y/ml i 0.35 N HNO ₃			
2. 2 ug Cu, Zn, Pb, Ni/ml	og 16 ug Y/ml i 0.35 N HNO ₃			
3. 1 ug Ag, Be, Li/ml	"	- "	-	- " -
4. 2 ug Cd, Cr, Sr, Ba/ml	"	- "	-	- " -
5. 1 ug Ce/ml	"	- "	-	- " -
6. 1 ug B, Sc/ml	"	- "	-	- " -
7. 2 ug Zr/ml	"	- "	-	- " -
8. 1 ug La/ml	"	- "	-	- " -
9. 2 ug V, Mo, Co/ml	"	- "	-	- " -
10. 100 ug Ca, Mg/ml	"	- "	-	- " -
11. 100 ug Fe, Al/ml	"	- "	-	- " -
12. 100 ug Mn, Na/ml	"	- "	-	- " -
13. 100 ug K, Ti/ml	"	- "	-	- " -
14. 100 ug Si, P/ml	"	- "	-	- " -

Alle standarder ovenfor er testet på langtidsstabilitet. Standard nr.5 og 14 er spesielt ustabile og lages på nytt for hver kalibrering. Standard nr. 7 har også sterkt begrenset holdbarhet og lagres ikke lengre tid enn 1 uke. Hver gang nye stan-

darder blir laget blir disse som rutine sjekket mot de gamle for å gardere seg mot prepareringsfeil.

Kalibreringskurver

Ved plasmaeksitasjon er kalibreringskurvene vanligvis rettlinjet over store konsentrasjonsområder. For samtlige elementer i dette analyseprogrammet er kurveforløpene sjekket over de konsentrasjonsområdene som er aktuelle. For elementene Si, Al, Fe, Mg, Mn, Cu, Zn og Ce avviker kurvene fra rettlinjet forløp. For alle disse elementne er derfor kalibreringskurvene tegnet opp på millimeterpapir og de krumme kurvene erstattet med rettlinjete segmenter. Denne segmenteringsmetoden vil gi meget nøyaktige kalibreringskurver forutsatt at segmentene ikke gjøres for lange.

De segmenteringsparametrene som brukes for de 8 elementene er gjengitt nedenfor.

Element	Tilsynelatende konsentrasjon	Virkelig konsentrasjon
Si	767 ppm	800 ppm
	396 "	400 "
	100 "	100 "
	53 "	50 "
	11 "	10 "
	0 "	0 "
Al	2000	2000
	100	100
	55	50
	11	10
	0	0

Element	Tilsynelatende konsentrasjon	Virkelig konsentrasjon
Fe	2100	2600
	1400	1600
	1000	1100
	500	500
	205	200
	100	100
	54	50
	11	10
	0	0
Mg	2190	2000
	1560	1500
	880	900
	460	500
	170	200
	100	100
	48	50
	9.5	10
	0	0
Mn	175	200
	140	150
	100	100
	63	60
	10.8	10
	0	0
Cu	186	200
	141	150
	96	100
	49	50
	2	2
	0	0

Element	Tilsynelatende konsentrasjon	Virkelig konsentrasjon
Zn	135.5	200
	108	150
	69	90
	24	30
	10	10
	0	0
Ce	62	50
	12	10
	1	1
	0	0

Bakgrunnskorreksjon

Ved hjelp av en refraktorplate som er plassert bak primærspalten på spektrometret er det mulig å måle sann bakgrunn ved siden av spektrallinjen. Korreksjon for bakgrunn er nødvendig bare for sporelementene. For enkelte elementer kan det være sterk spektral interferens på bakgrunnsposisjonen. I slike tilfelle er det valgt å ikke bruke bakgrunnskorreksjon, selv om systemet med korreksjon for spektral interferens også da vil fungere. De sporelementene som det er innført bakgrunnskorreksjon for i dette analyseprogrammet er Zn, Pb, Ni, Co, Cd, Cr, Ba, Sr, Sc og La.

Korreksjon for spektral interferens

Spektral interferens er erfaringsmessig den mest vanlige årsak til analysefeil ved emisjonsanalyser. Spesielt gjelder dette ved analyse av komplekse prøver som f.eks. geologiske materialer. Plasmaeksitasjon gir i likhet med bue- og gnisteksitasjon svært linjerike spektra, slik at faren for interferenser også her absolutt er tilstede. Matrisseeffekter ellers, derimot, er beskjedne ved plasmaeksitasjon, vesentlig på grunn av den svært høye temperaturen.

Etablering av korreksjonsfaktorer for spektrale interferenser er et meget tidkrevende arbeid. Det viktigste er å ha spektrografisk rene løsninger, slik at en kan være helt sikker på at ikke linjer fra forurensninger blir forvekslet med interferenslinjer. Dette kan en langt på vei gardere seg mot ved at en ved mikrometerforskyvning av primærspalten kan fastlegge bølgelengden for interferenslinjen i forhold til den aktuelle analyselinje. Hvis det her er full koinsidens vil det være stor mulighet for at det dreier seg om forurensning.

Nedenfor er listet opp samtlige spektrale interferensfaktorer som er i bruk i vårt analyseprogram for geokjemiske prøver.

Interfererende element	Påvirket element	Faktor	Interfererende element	Påvirket element	Faktor
Fe	P	0.00240	Al	P	0.00318
	B	0.00190		Pb	0.00057
	Be	0.00021		Mo	0.00068
	La	0.00177	Mn	Ag	0.00020
	Mo	0.00013		P	0.00118
	Zn	0.00014		B	0.00015
	Pb	0.00010		Mo	0.00014
	V	0.00020		Cr	0.00016
	Zr	0.00004	Cu	P	0.02239
	Ce	0.00012		Zn	0.00418
Mg	P	0.00323	Zr	Ag	0.00465
	Mo	0.00006	Ni	Ce	0.05945
	Al	0.00348		Zn	0.00300
V	Al	0.05755	Sr	Ce	-0.00206
	Ag	0.00115	Cr	Ce	-0.00080
	La	0.00628	Ca	Ce	0.00100
	Zn	-0.00321			

Deteksjonsgrenser/nedre bestemmelsesgrenser og instrumentpresisjon

Ved de fleste instrumentelle analysemetoder blir deteksjonsgrensen definert som den konsentrasjon som gir et netto signal lik to ganger standardavviket på bakgrunnssignalet, vanligvis målt på en nulløsning. For prøver med bakgrunnsnivå høyere enn nulløsningen, og spesielt for linjer med spektral interferens, kan deteksjonsgrensene bli betydelig høyere enn de som er basert på en nulløsning. For komplekse geokjemiske prøveekstrakter vil deteksjonsgrensene derfor for de aller fleste elementene være en funksjon av sammensetningen på prøvene. Dette må det tas hensyn til ved fastlegging av nedre bestemmelsesgrense. Videre må en være klar over at det å bruke ovennevnte definisjon på deteksjonsgrense forutsetter at analysen kun er beheftet med tilfeldige feil. Denne forutsetning vil i praksis aldri være oppfylt, og ved spektrometriske analyser vil systematiske analysefeil i størrelsesorden av flere σ lett kunne forekomme.

De nedre bestemmelsesgrenser vi har lagt oss på er fremkommet ved at standardavviket oppnådd på 10 analyser av nulløsningen er multiplisert med en faktor som i gjennomsnitt ligger mellom 4 og 5 (varierer på grunn av avrunding), og videre multiplisert med tynningsfaktoren 100. Ved liknende typer analyser blir ofte nedre bestemmelsesgrense (limit of determination) satt til 5 ganger deteksjonsgrensen (limit of detection) som igjen settes til 2 ganger standardavviket på nulløsningen. Vi ligger dermed fortsatt på omlag halvparten av det som de fleste ville bruke som nedre grense. Dette gjør vi da vi regner med at det tross alt kan ligge en del informasjon i verdier mellom 5 og 10 ganger standardavviket som ellers ville gått tapt.

Grensene som er oppført i tabellen nedenfor er justert pr. 15 juli 1983. Avvik fra tidligere oppgitte grenser, utover det som nå ligger i en større sikkerhet, skyldes vesentlig at fotomultiplikatorrørene svekkes med tiden (høyere mørkestrøm og større ustabilitet). Dette siste er realiteter en langt på vei må leve

med, da de fotomultiplikatorrør vi bruker koster fra 4000 - 10 000 kr pr. stk. slik at utskifting av rør fort vil bli en betydelig økonomisk belastning.

Instrumentets presisjon, som også er oppført i nedenstående tabell, er for alle elementer basert på 10 kjøringer av høyeste standard som brukes for kalibrering. Det er viktig å være klar over at disse tabellene representerer presisjon oppnådd ved 10 kjøringer på samme tidspunkt. Selv om dette er helt vanlig måte å oppgi instrumentpresisjon på, så er ikke tallene fullt realistiske. Ved analyse av de samme løsninger på forskjellige tidspunkter og basert på forskjellige kalibreringer ville ikke verdiene ha blitt reproduisert så godt som tabellen gir uttrykk for. Den gjennomgående gode presisjon skyldes delvis bruk av referanseelement. Vår erfaring er at presisjon uten bruk av referanseelement i gjennomsnitt vil ligge på omlag det dobbelte av det en får når en bruker referanseelement.

Ele- ment	Nedre be- stemmelses- grense i ppm	Instrument- presisjon i %	Ele- ment	Nedre be- stemmelses- grense i ppm	Instrument- presisjon i %
Si	10.0	0.23	V	0.5	0.26
Al	5.0	0.87	Mo	1.0	0.54
Fe	0.6	0.28	Cd	1.0	0.26
Ti	0.3	0.16	Cr	2.0	0.58
Mg	5.0	0.20	Ba	0.3	0.17
Ca	5.0	0.54	Sr	0.1	1.13
Na	2.0	0.34	Zr	0.3	0.18
K	25.0	0.54	Ag	0.5	0.29
Mn	0.3	0.31	B	0.3	0.27
P	10.0	0.22	Be	0.1	0.36
Cu	0.2	0.16	Li	0.2	0.49
Zn	0.5	0.70	Sc	0.2	0.13
Pb	5.0	1.50	Ce	3.0	1.37
Ni	2.0	1.18	La	1.0	0.31
Co	1.0	0.55			

Rutiner ved analyse

For at et plasm spektrometer skal fungere tilfredsstillende er det en forutsetning at en rekke parametre blir kontrollert og justert med visse mellomrom. Dette gjelder ting som tuning av generator, optimalisering av generatoreffekt, prøvegass, kjølegass, løftegass, observasjonshøyde i plasma, mørkestrømstest og white light test av fotomultiplikatorrør, kontroll av profiler m.m. Dette er ting som ikke gjøres daglig.

Den rutine som følges daglig er at instrumentet først får en oppvarming på minimum 1/2 time etter at plasmaet er tent. Etter profilering med Hg-monitoren sjekkes nulløsningen og et utvalg standarder for å se om restandardisering er nødvendig. Hvis dette er nødvendig foretas full restandardisering etter at friske standarder er laget for de elementer som er ustabile i løsning.

Under analyse følges intensiteten på referanselinjen nøye, da eventuelle uregelmessigheter i for eksempel forstøver eller torch vanligvis vil avsløres ved endring i intensitet på referanselinjen. For å gardere seg mot instrumentdrift som ikke avsløres av signalet på referanselinjen blir nulløsningen og et utvalg standarder kontrollert med visse mellomrom. Spesielle problemer har vi med Al, der restandardisering kan være nødvendig forholdsvis ofte. Problemer med Al er velkjent og synes delvis å ha sammenheng med utformingen av toppen av sentralrøret i torchen. Analysekapasiteten for geokjemiske prøver er 200 prøver pr. dag, som tilsvarer 5800 enkeltbestemmelser. Forutsetningen er da at analyseinstrumentet fungerer tilfredsstillende og at prøveløsningene er setnrifugert/filtrert forskriftsmessig slik at ikke partikkelmateriale er tilstede og blokkerer forstøveren.

Kontrollprøver for ekstraksjon/analyse

Av årsaker behandlet tidligere vil naturlige bergartsprøver ikke kunne brukes for kalibrering av vårt analyseprogram for geokjemiske prøver. Dette betyr ikke at naturlige prøver ikke med fordel kan legges inn som kontroll for å avsløre eventuelle uregelmessigheter i prøvepreparering og/eller analysering. Et slikt system er nå under etablering og etter initiativ av G.Chr. Faye er to større bergartsprøver finknust og homogenisert for dette formålet. De to prøvene er en granitt (Rapakivigranitt) og en skifer (Rød Tanaskifer). Begge disse prøvene veies inn, oppsluttes og analyseres rutinemessig for hver 100 prøver. I analyseverdiene for disse prøvene vil i tillegg til rene analysefeil også inngå feil som skriver seg fra prøvepreparering (inhomogenitet på prøven, veiefeil, svingninger i ekstraksjonsutbytte, tynnefeil, forurensninger, tap etc.). Analyseverdiene for kontrollprøvene vil bli behandlet statistisk, og på grunnlag av standardavvik vil det bli etablert akseptable grenseverdier for de forskjellige elementene. Da systemet nylig er startet opp foreligger det hittil for lite materiale for statistisk behandling.

Rapportering av analysedata

Terminalen som er tilknyttet analyseinstrumentets datamaskin er av type Texas Silent 700 ASR, utstyrt med to kassetstasjoner. Ved siden av at analysedataene blir skrevet ned på papir under analyse, blir disse også registrert på kassett. Ved hjelp av en bryter kan terminalen også brukes som terminal mot NGUs sentrale dataanlegg HP-3000. For sending av data til HP-3000 er det laget en egen brukerdefinert kommando. Dette er nødvendig for å endre overføringshastigheten fra terminalen ved sending. For oppbygging av brukerfil for oppdragsgiver og utskrift av analyserapport er det laget to programmer, PLSAM og GENRAPP. Alt data-messig arbeid i denne forbindelse er utført av B. Nilsen.

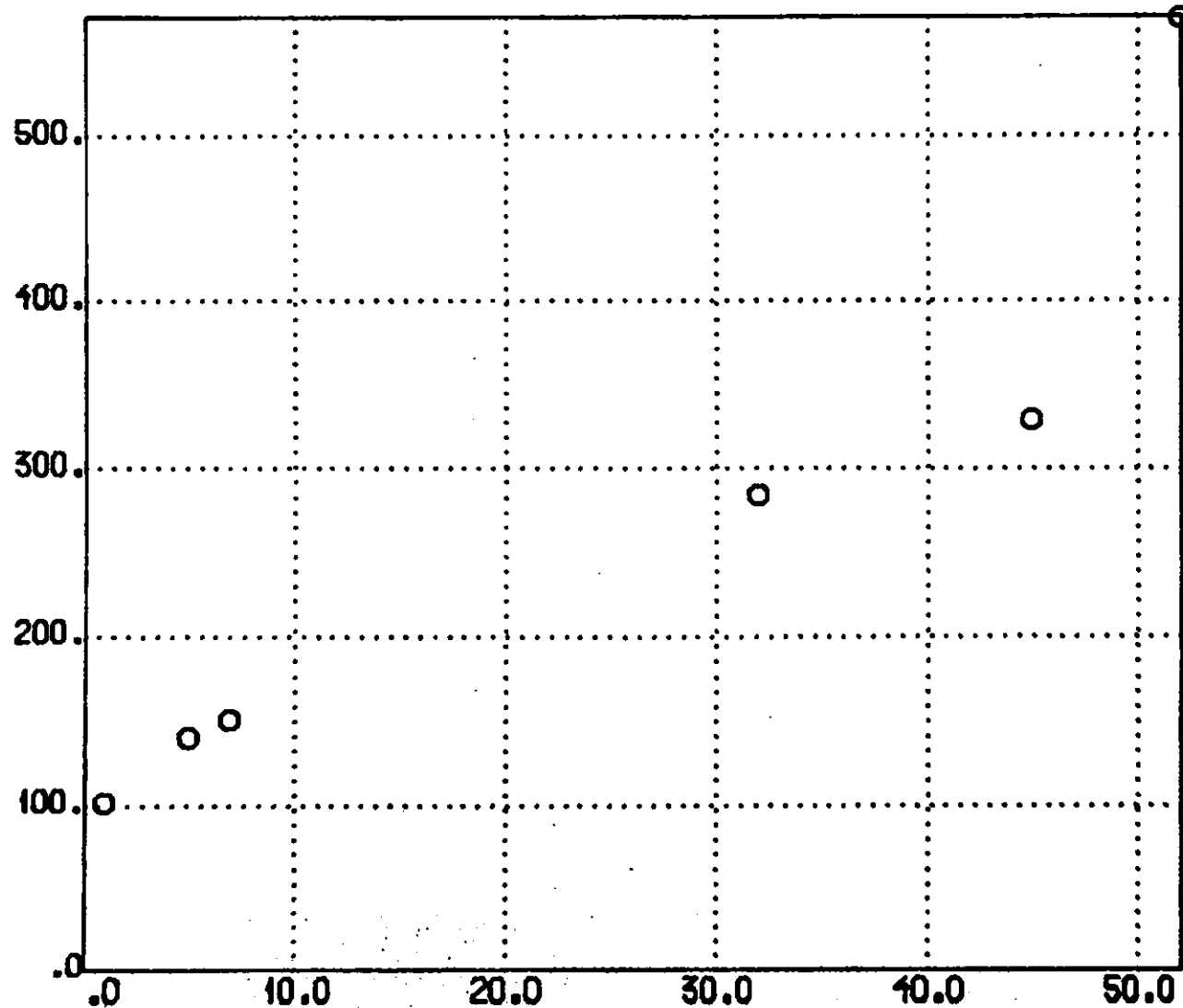
PLSAM brukes for å bygge opp en komprimert samlefil av alle delfiler fra plasm-spektrometret.

GENRAPP brukes for å lage en brukerfil, slik at oppdragsgiver skal ha analysedataene tilgjengelig i en hensiktsmessig form for f.eks. statistisk behandling, automatisk kartfremstilling m.m. og at dataene skal være klargjort for rapportutskrift. GENRAPP brukes videre for utskriving av analyserapport og gir en rekke valgmuligheter med hensyn til redigering.

BILAG 1

NA

UTLUTING AV NA I PPM



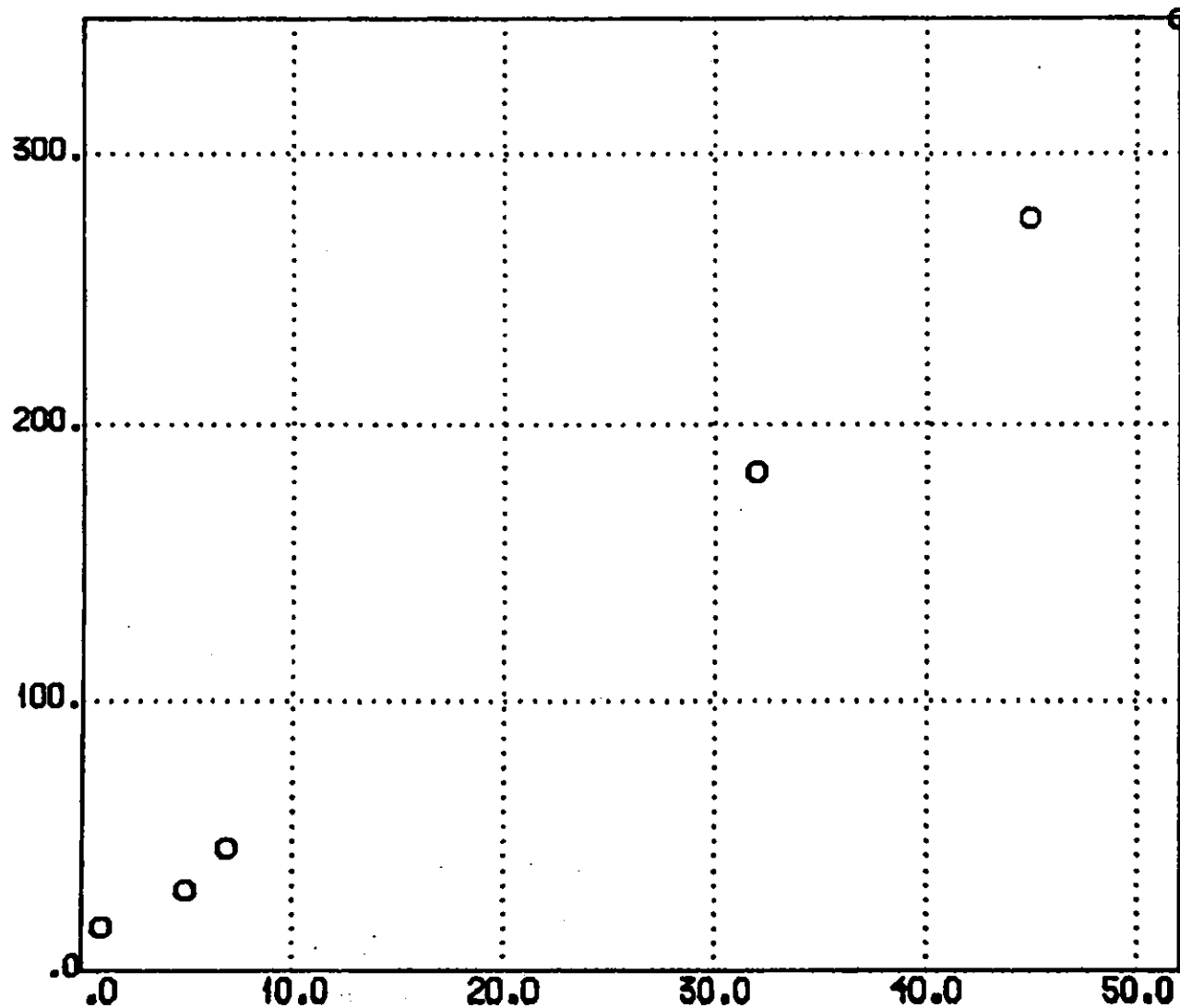
N = 6
R = .93

LAGRINGSTID I DAGER

BILAG 2

SI

UTLUTING AV SI I PPM



N = 6

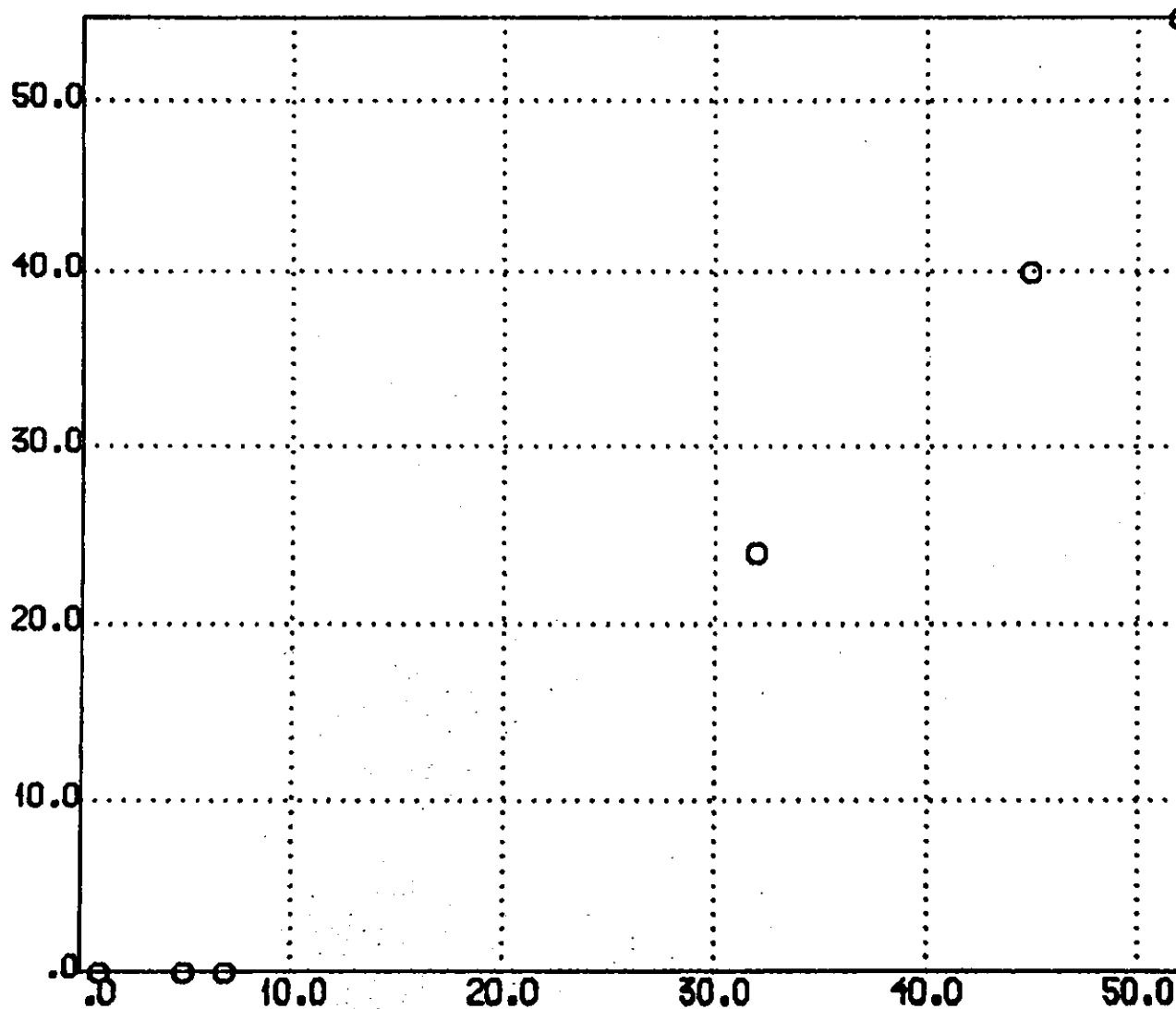
R = .99

LAGRINGSTID I DAGER

BILAG 3

CA

UTLUTING AV CA I PPM



N =

6

R =

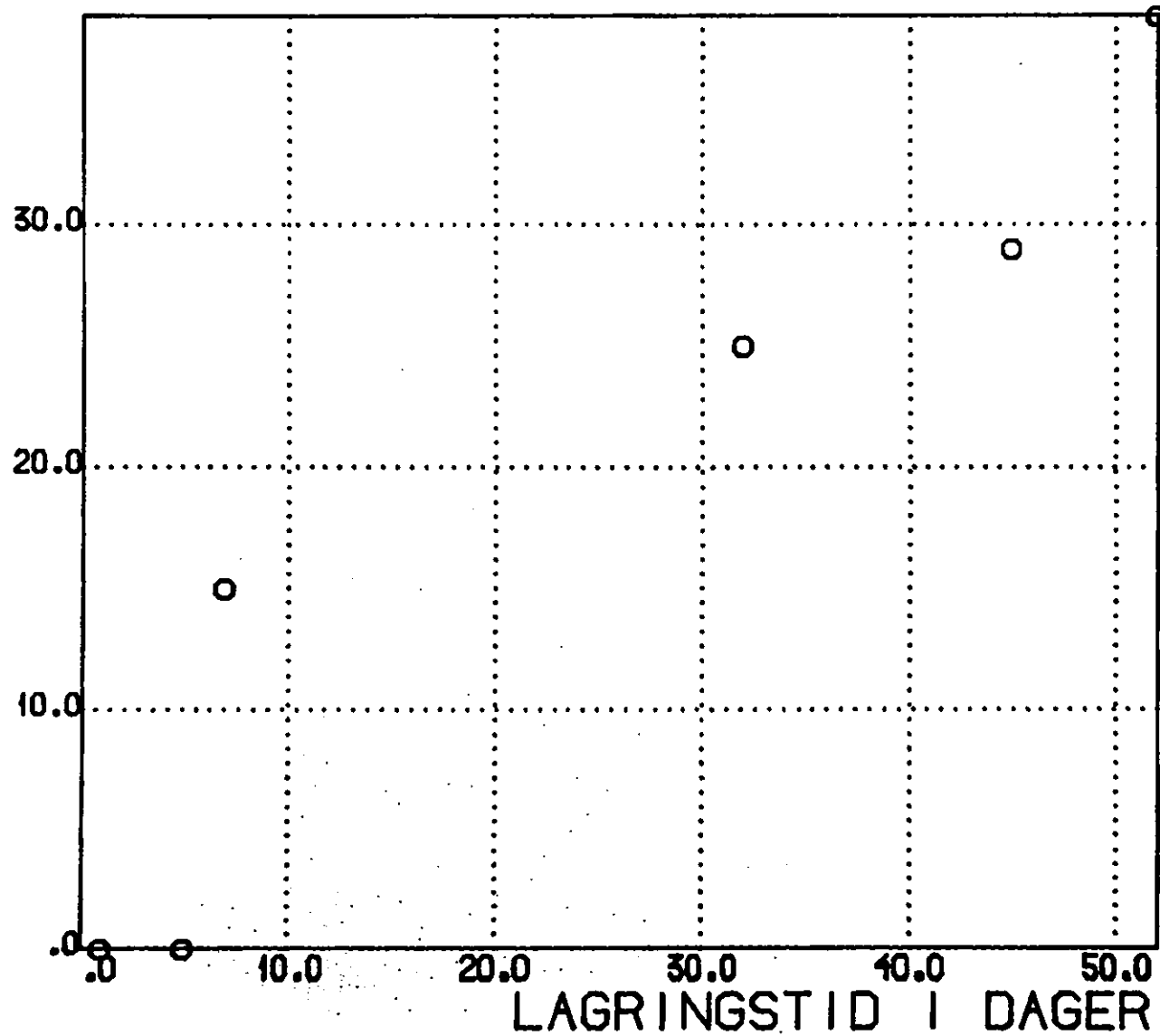
.99

LAGRINGSTID I DAGER

BILAG 4

AL

UTLUTING AV AL I PPM



N =

6

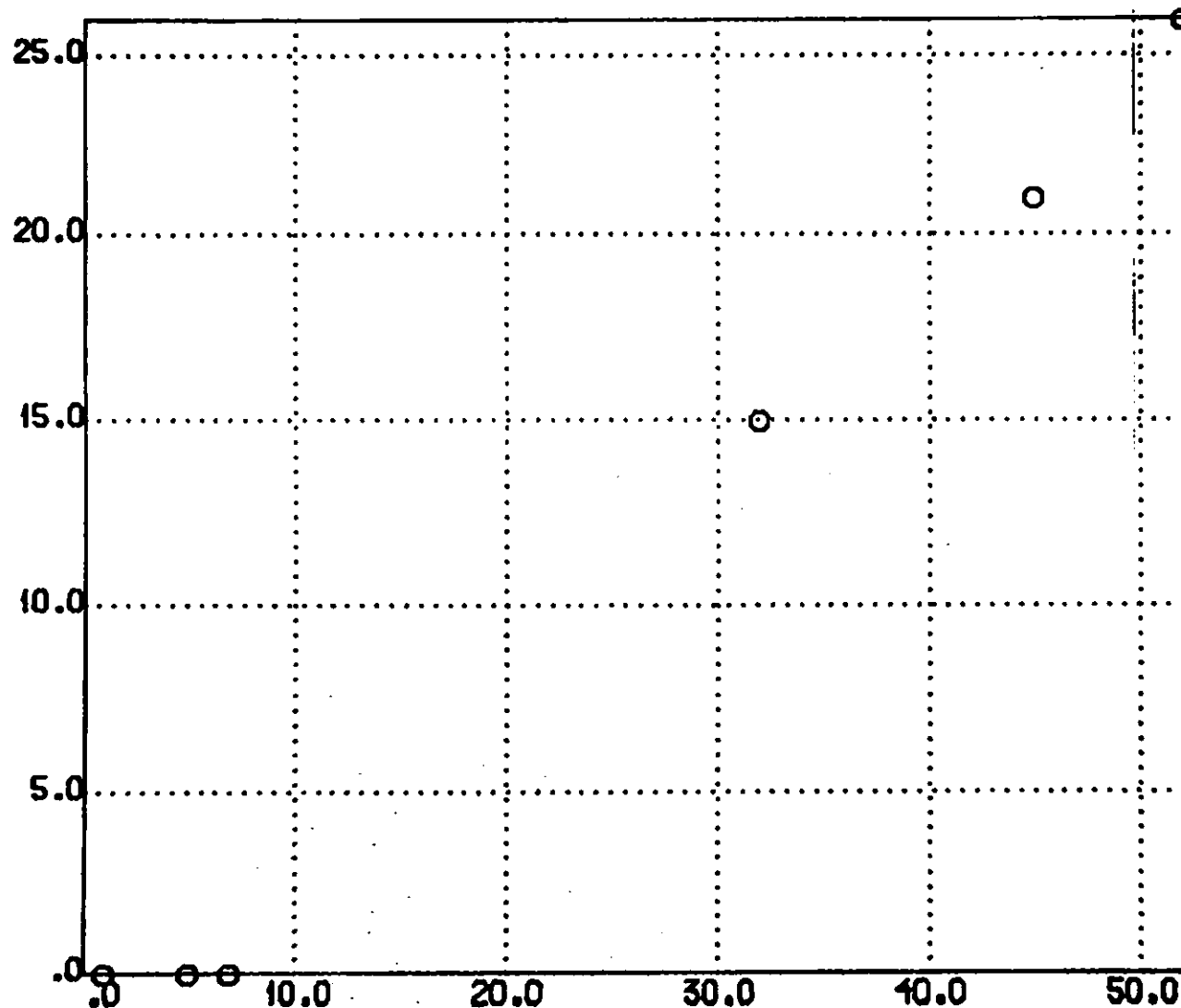
R =

.95

BILAG 5

MG

UTLUTING AV MG I PPM



N =

6

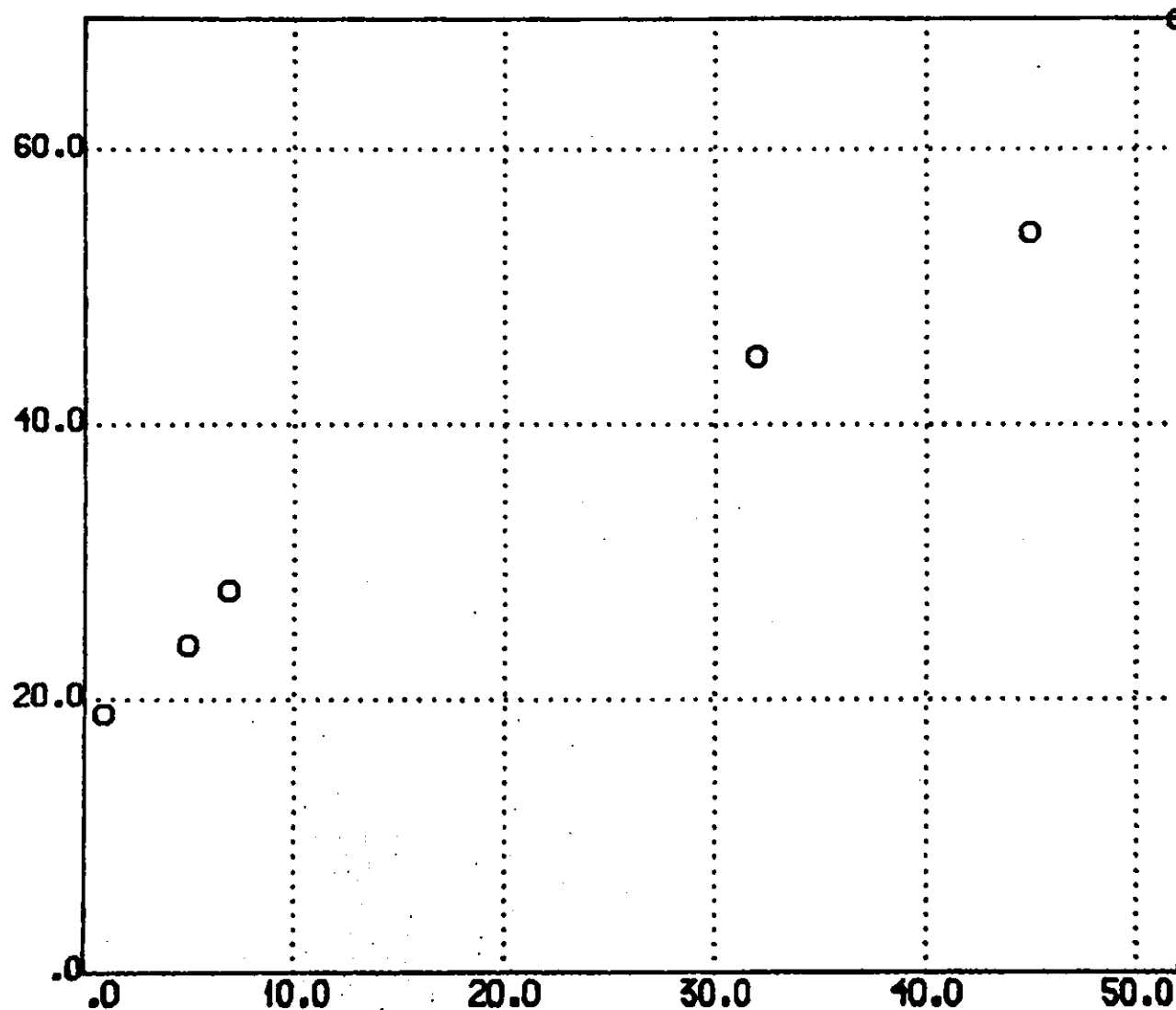
R =

1.00

BILAG 6

BA

UTLUTING AV BA I PPM



N = 6
R = .98

LAGRINGSTID I DAGER