

## Valideringsrapport – tilleggssrapport

Bestemming av fosforinnhold i fôr, fôringrediensar, fisk og feces ved bruk av ICP-OES og mikrobølgeovnsoppslutning



Illustrasjon: Nofima

Nofima er et ledende matforskningsinstitutt som driver med forskning og utvikling for akvakulturnæringen, fiskerinæringen og matindustrien. Vi leverer internasjonal anerkjent forskning og løsninger som gir næringslivet konkurransefortrinn langs hele verdikjeden.

«Bærekraftig mat til alle» er vår visjon.

### Kontaktinformasjon

Telefon: 77 62 90 00

post@nofima.no

www.nofima.no

NO 989 278 835 MVA



#### Hovedkontor Tromsø

Muninbakken 9–13

Postboks 6122

NO-9291 Tromsø



#### Stavanger

Måltidets hus

Richard Johnsensgate 4

Postboks 8034

NO-4068 Stavanger



#### Sunnalsøra

Sjølsengvegen 22

NO-6600 Sunndalsøra



#### Ås

Osloveien 1

Postboks 210

NO-1433 ÅS



#### Bergen

Kjerreidviken 16

Postboks 1425 Oasen

NO-5844 Bergen

# Rapport

<i>Rapportnummer:</i> 33/2022	<i>ISBN:</i> 978-82-8296-735-8	<i>ISSN:</i> 1890-579X
<i>Dato:</i> 15. desember 2022	<i>Antall sider + sider vedlegg:</i> 19 + 19	<i>Prosjektnummer:</i> 12935/11277
<i>Tittel:</i> <b>Valideringsrapport – tilleggsrapport: Bestemming av fosforinnhold i fôr, fôringrediensar, fisk og feces ved bruk av ICP-OES og mikrobølgeovnsopplutting</b>		
<i>Title:</i> Validation report: Determination of phosphorous content in feed, feed ingredients, fish and feces using ICP-OES and microwave digestion		
<i>Forfatter(e):</i> Ingri Ullestad Moen		
<i>Avdeling:</i> Biolab		
<i>Oppdragsgiver:</i> Intern		
<i>Eksternt prosjektnummer/Oppdragsgivers ref.:</i> -		
<i>Stikkord:</i> Elementanalyse, ICP-OES, opplutting, UltraWave, validering		
<i>Sammendrag/anbefalinger:</i> Formålet med dette prosjektet var å validere metoden «NS-EN 15621-2017» for bestemming av innhold av fosfor i fôr, fôringrediensar, fisk og feces. Prøvane vert tilsett salpetersyre og vatn, og oppslutta under høgt trykk og temperatur i mikrobølgeovn (UltraWave). Oppslutta prøve vert fortynna vidare med vatn, og elementkonsentrasjonane vert målt ved bruk av induktivt kopla plasma optisk emisjonsspektroskopi (ICP-OES).  Det vart utført validering av selektivitet, riktigheit, presisjon, linearitet, måleområde, og måleusikkerheit. Etter gjennomgang av resultatata, vert metoden ansett å vere godkjent.		
<i>English summary/recommendation:</i> The purpose of this project was to validate the method «NS-EN 15621-2017» for determination of phosphorous content in feed, feed ingredients, fish, and feces. Nitric acid and water are added to the samples before digestion under high pressure and temperature in a microwave oven (UltraWave). Digested samples are diluted further and analyzed with inductively coupled plasma optical emission spectroscopy (ICP-OES).  A validation of selectivity, accuracy, precision, linearity, measuring range, and measurement uncertainty was performed. Based on a review of the results, the method is approved.		

## Innhold

<b>1</b>	<b>Innleiing</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Teori</b>	<b>2</b>
2.1	Prinsipp	2
2.2	Grad av validering og tidlegare ekstern validering	2
2.3	Avvik frå metodereferansen	2
2.4	Valideringsparameter	2
<b>3</b>	<b>Eksperimentelt</b>	<b>4</b>
3.1	Selektivitet	4
3.2	Linearitet	4
3.3	Presisjon	5
3.4	Riktighet/nøyaktigheit	5
3.5	Konsentrasjons-/måleområde	5
<b>4</b>	<b>Resultat</b>	<b>6</b>
4.1	Selektivitet	6
4.2	Linearitet	7
4.3	Presisjon	10
4.4	Riktighet/nøyaktigheit	11
4.5	Konsentrasjons-/måleområde	13
4.6	Måleusikkerheit	13
<b>5</b>	<b>Diskusjon</b>	<b>14</b>
5.1	Selektivitet	14
5.2	Linearitet	14
5.3	Presisjon	15
5.4	Riktighet/nøyaktigheit	16
5.5	Konsentrasjons-/måleområde	17
5.6	Måleusikkerheit	17
<b>6</b>	<b>Konklusjon</b>	<b>18</b>
<b>7</b>	<b>Litteratur</b>	<b>19</b>
	<b>Vedlegg 1 – Linearitet</b>	<b>II</b>
	<b>Vedlegg 2 - Presisjon: Repeterbarheit og «intermediate precision»</b>	<b>III</b>
	<b>Vedlegg 3 – Riktighet</b>	<b>XVII</b>
	<b>Vedlegg 4 – Måleusikkerheit</b>	<b>XVIII</b>

## 1 Innleiing

Ein ny metode vart validert hjå Nofima Biolab vinteren/våren 2022: A120 Elementanalyse ved bruk av ICP-OES og mikrobølgeovnsoppslutning. Metodereferansen var NS-EN 15621:2017 («Dyrefôr: Metoder for prøvetaking og analyse - Bestemmelse av kalsium, natrium, fosfor, magnesium, kalium, svovel, jern, sink, koppar, mangan og kobolt etter trykkoppslutning ved ICP-AES»). Det vart på dåverande tidspunkt valt å fokusera på elementa kalsium, kopar, jern, kalium, magnesium, mangan, natrium, yttrium og sink sidan desse elementa er mest relevante for Biolab og Biolab sine kundar, og sidan laboratoriet allereie har ein veletablert metode for fosforanalyse: A37 Total fosfor (spektrofotometrisk metode med metodereferanse ISO 6491). Laboratoriet hadde kjøpt ein ICP-OES frå Agilent av typen 5110 VDV. Til dekomponering av prøvar før analyse hadde det vorte kjøpt ein UltraWave frå Milestone. Sommaren 2022 vart det beslutta å også validere metoden for analyse av fosfor, då den eksisterande metoden for fosforanalyse er svært tidkrevande.

Metoden (NS-EN 15621:2017) er eksternt validert i ei kollaborativ metodeavprøving for fosfor. Ifølge retningslinjer frå NMKL (Nordisk Metodikkomité for Næringsmidler) vil det då vere tilstrekkeleg med ei verifisering av riktigheit, presisjon og kvantifiseringsgrenser i denne metoden. I og med at dette er ein relativt ny analysemetode for Biolab og kunnskapen om metoden er begrensa, vart det beslutta å utføre ei full metodevalidering for fosfor der parametra selektivitet, linearitet, presisjon, riktigheit/nøyaktigheit, konsentrasjons-/måleområde, og måleusikkerheit vart gjennomgått.

## 2 Teori

### 2.1 Prinsipp

Sjå hovudrapport (Moen, I. U., Gjengedal, G. 2022).

### 2.2 Grad av validering og tidlegare ekstern validering

Sjå hovudrapport (Moen, I. U., Gjengedal, G. 2022).

### 2.3 Avvik frå metodereferansen

Sjå hovudrapport (Moen, I. U., Gjengedal, G. 2022).

### 2.4 Valideringsparameter

#### 2.4.1 Selektivitet

Sjå hovudrapport (Moen, I. U., Gjengedal, G. 2022).

#### 2.4.2 Linearitet

Sjå hovudrapport (Moen, I. U., Gjengedal, G. 2022).

#### 2.4.3 Presisjon

Metodereferansen oppgir kvafor repeterbarheits- og reproduserbarheitsgrenser som vart oppnådd i den eksterne metodevalideringa. I denne valideringa vart det gjort presisjonsberekningar for å avgjere om ein oppnår repeterbarheitsgrenser tilsvarende desse. Repeterbarheits- og reproduserbarheitsgrensene for fosfor frå metodereferansen er gitt i Tabell 1-Tabell 2.

Tabell 1 Repeterbarheitsgrenser for P, som oppgitt i NS-EN 15621:2017 (Standard-Norge, 2017).

Prøvetype	Snitt (%)	r (%)	RSD <sub>r</sub>
Grisefôr	0,51	0,04	2,9 %
Sauefôr	0,69	0,04	2,2 %
MIN 1	3,37	0,27	2,9 %
MIN 2	2,16	0,14	2,3 %
MIN MIX	3,83	0,13	1,2 %
Com. Premix	0,15	0,02	4,9 %
CuSO <sub>4</sub>	<LOQ	-	-
Fosfat	21,9	1,2	1,9 %
MgO	0,047	0,004	3,3 %
CaCO <sub>3</sub>	0,023	0,003	4,6 %
Bentonitt	0,020	0,003	5,7 %

Tabell 2 Reproduserbarheitsgrenser for P, som gitt i NS-EN 15621:2017 (Standard-Norge, 2017).

Prøvetype	Snitt (%)	R (%)	RSD <sub>R</sub>
Grisefôr	0,51	0,71	5,0 %
Sauedefôr	0,69	0,1	5,0 %
MIN 1	3,37	0,63	6,8 %
MIN 2	2,16	0,3	5,0 %
MIN MIX	3,83	0,76	7,1 %
Com. Premix	0,15	0,07	16,7 %
CuSO <sub>4</sub>	<LOQ	-	-
Fosfat	21,9	2,3	3,8 %
MgO	0,047	0,014	11,2 %
CaCO <sub>3</sub>	0,023	0,007	11,2 %
Bentonitt	0,020	0,012	20,5 %

#### 2.4.4 Riktighet/nøyaktighet

I denne metodevalideringa vart det analysert to eksterne referansematerial (ERM) frå Masterlab: 2022-38-1 og 2022-39-1, og eitt frå AACFO: 2022-0758-1. Desse referansemateriala vart valde fordi prøvematrixene er relevante for valideringa og Biolab sin bruk av metoden. Dei rapporterte nivåa av fosfor i desse prøvane er gitt i Tabell 3.

For øvrig teori, sjå hovudrapport (Moen, I. U., Gjengedal, G. 2022).

Tabell 3 Rapporterte nivå av fosfor i referansemateriala.

Referansenr. / prøvetype (j.nr. Biolab)	2022 / Fish meal (2022-38-1)			2022 / Fish feed (2022-39-1)			202222 / Sheep feed medicated (2022-0758-1)		
	Element	Ref. verdi (%)	U <sub>SLP</sub> (%)	Antal, n	Ref. verdi (%)	U <sub>SLP</sub> (%)	Antal, n	Ref. verdi (%)	U <sub>SLP</sub> (%)
P	2,14	0,14	19	1,03	0,06	18	1,20	0,06	114

#### 2.4.5 Konsentrasjons-/måleområde

Sjå hovudrapport (Moen, I. U., Gjengedal, G. 2022).

#### 2.4.6 Måleusikkerheit

Sjå hovudrapport (Moen, I. U., Gjengedal, G. 2022).

## 3 Eksperimentelt

### 3.1 Selektivitet

#### 3.1.1 Val av bølgelengder

Fem ulike bølgelengder for fosforanalyse vart prøvd ut ved analyse av fire tidlegare SLP-prøvar (Tabell 4). Bølgelengdene vart valt ut på bakgrunn av intensitet, anbefaling frå ICP Expert og minst mogeleg spektralinterferensar utifrå vurdering av tabellverdiar av bølgelengder og tilhøyrande intensitetar. Informasjon frå IntelliQuant-forsøk (skildra i hovudrapport) vart også nytta i vurderinga av bølgelengder.

Tabell 4 Bølgelengder og prøvar nytta i selektivitetsforsøk for fosfor.

Undersøkte bølgelengder (nm)	SLP-prøvar
177,434	2022-38-1
178,222	2022-39-1
185,878	2022-0758-1
213,618	2022-1117-1
214,914	

### 3.2 Linearitet

Det vart kjøpt TraceCERT® (Traceable Certified Reference Material) fosforstandard (1000 mg/l) frå Sigma-Aldrich. Standarden er produsert i laboratorium som oppfyller krava i ISO/IEC 17025 og ISO 17034. Opplysningar om standard, LOT-nummer og sertifisert verdi er vist i Tabell 5.

Tabell 5 Opplysningar om standardløysing (TraceCERT®) frå Sigma-Aldrich brukt i linearitetsforsøket.

Element	Namn	Samansetting	LOT-nr.	Sertifisert verdi (mg/l)
P	«Phosphorous standard for ICP»	PO(OH) <sub>3</sub> i H <sub>2</sub> O	BCCD2573	1000±3

Det vart preparert standardfortynningar med i alt seks ulike konsentrasjonar av fosfor. Typiske fosforkonsentrasjonar i vanlege prøvetypar vart brukt som utgangspunkt for å bestemme konsentrasjonsnivå for standardane for ei tenkt innvegen prøvemengd på 0,2 g og fortynning til 50 ml.

Alle standardløysingar vart laga ved bruk av automatpipette og/eller fullpipette, og tynna med 2 % salpetersyre i målekolbe, til ønska volum. Ei oversikt over standardar og fosforkonsentrasjonar er gitt i Tabell 6. Standardane vart analysert i tilfeldig rekkefølge på ICP-OES, med blankinjeksjon (2 % HNO<sub>3</sub>) mellom kvar. Kvar standard vart injisert to gonger.



Tabell 6 Elementkonsentrasjon for standardar nytta i linearitetsforsøk for fosfor.

Standard	P (mg/l)
Blank	0
1	50
2	100
3	150
4	200
5	250

Tabell 7 viser kvafor bølgelengder og avlesingsretning som vart undersøkt. Det er valt bølgelengder som både gir god intensitet, og som har færrest mogeleg spektrallinjeinterferensar. Programvara til instrumentet (ICP Expert) viser intensitet og mogelege interferensar for alle bølgelengder, dette i kombinasjon med erfaring frå innleiande forsøk vart brukt for å velge ut bølgelengder. Radiell avlesing er brukt då aktuelle prøvar har høgt fosforinnhald. Spektrum er vist i kapittel 4.1.

Tabell 7 Bølgelengder og aktuell avlesingsretning undersøkt i linearitetsforsøket.

Element	Avlesingsretning	Bølgelengder (nm)
P	Radiell	213,618
		214,914

### 3.3 Presisjon

For berekning av repeterbarheit og intern reproduserbarheit vart aktuelle prøvar og referansematerial analyserte over fleire analysedagar.

### 3.4 Riktighet/nøyaktigheit

#### 3.4.1 Analyse av eksternt referansematerial

Tre referansematerial vart analysert ved såkalla «nested design», med 18 analyser per prøve over tre analysedagar.

### 3.5 Konsentrasjons-/måleområde

Det vart analysert 20 blindprøvar for bestemming av deteksjonsgrense og kvantifiseringsgrense for fosfor. Blindprøvane bestod av rensa vatn (1 ml) og salpetersyre (69 %, 2 ml). Prøvane vart oppslutta på UltraWave (22-posisjonsrack, oppslutningsrøyr av glas), og tynna på same måte som typiske reelle prøvar (til 50 ml, med rensa vatn). Dei vart deretter analyserte på ICP-OES etter normal prosedyre.

## 4 Resultat

### 4.1 Selektivitet

#### 4.1.1 Val av bølgelengder

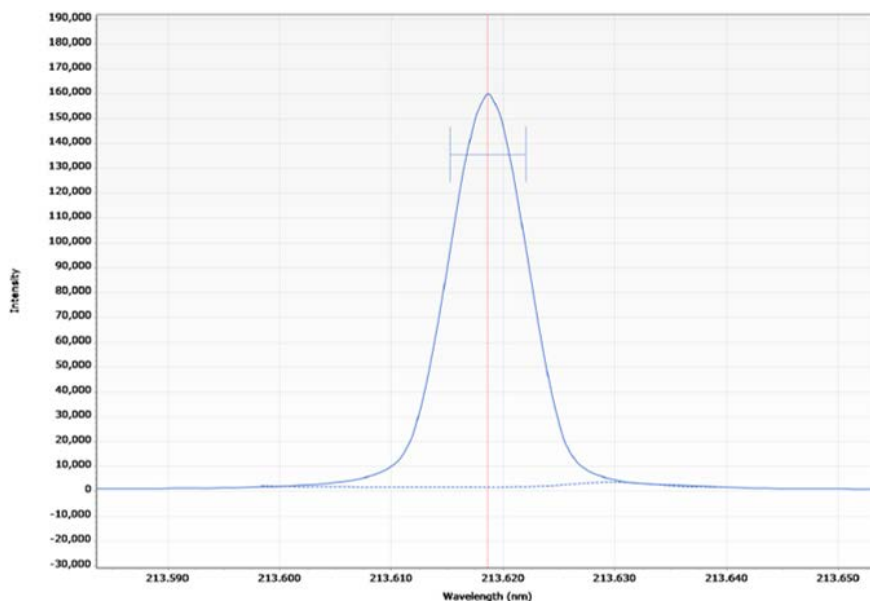
Resultat for dei analyserte SLP-prøvane ved alle testa bølgelengder er gitt i Tabell 8. Oppnådde resultat er også samanlikna med det aktuelle SLP-snittet.

Tabell 8 Oppnådde resultat for fosforanalyse av SLP-prøvar ved fem ulike bølgelengder, samanliknina med snittresultat av SLP.

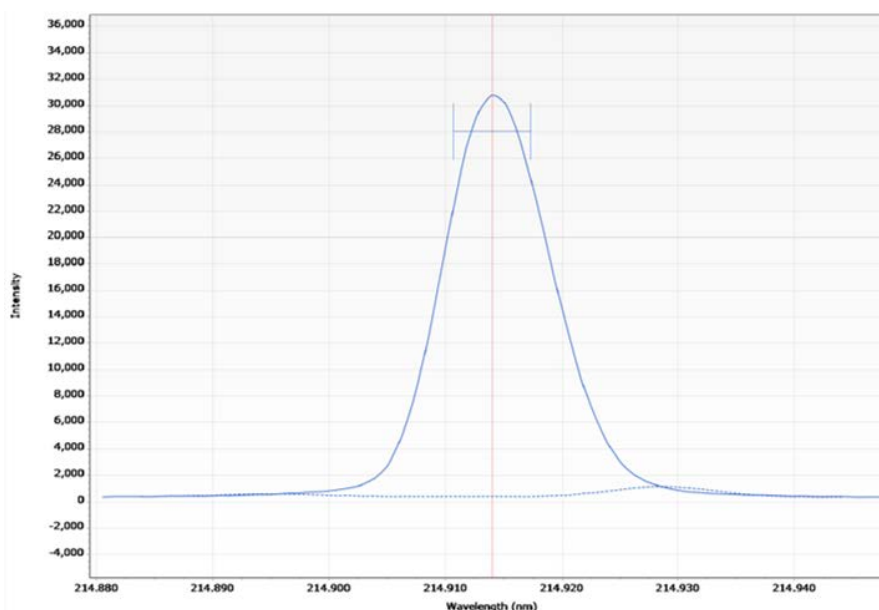
Prøvenr.	Prøvetype	Snitt ringtest (mg/kg)	Bølgelengde (nm)	Snitt biolab (mg/kg)	Avvik frå SLP (%)
2022-38-1	Fiskemjøl	21400	177,434	29830	39 %
			178,222	28598	34 %
			185,878	23530	10 %
			213,618	23290	9 %
			214,914	23387	9 %
2022-39-1	Fiskefôr	10300	177,434	15796	53 %
			178,222	14809	44 %
			185,878	11130	8 %
			213,618	11028	7 %
			214,914	10994	7 %
2022-0758-1	Sheep Feed Medicated	12000	177,434	20218	68 %
			178,222	18728	56 %
			185,878	13244	10 %
			213,618	13095	9 %
			214,914	13050	9 %
2022-1117-1	Rice Bran Medicated	19400	177,434	35992	86 %
			178,222	32934	70 %
			185,878	22547	16 %
			213,618	22114	14 %
			214,914	22072	14 %

#### 4.1.2 Spektrum for utvalde bølgelengder

Dei følgande figurane (Figur 1-Figur 2) viser spektrum for injeksjon av standard 5 frå linearitetsforsøket, med fosforkonsentrasjon 250 mg/l for to av dei undersøkte bølgelengdene.



Figur 1 Spektrum for P 213,618 nm ved analyse av standard 5 frå linearitetsforsøket (fosforkonsentrasjon 250 mg/l). «Fitted background correction» vart nytta.



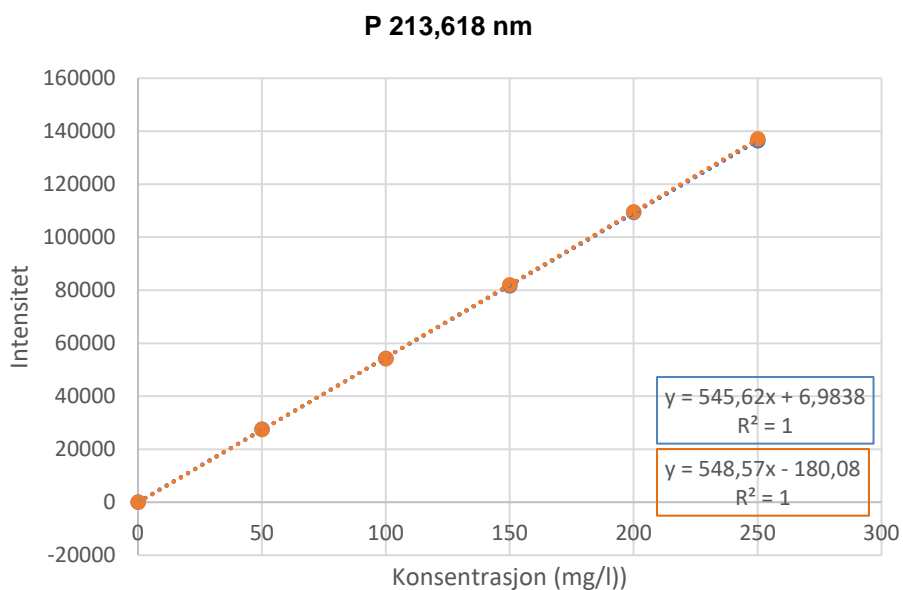
Figur 2 Spektrum for P 214,914 nm ved analyse av standard 5 frå linearitetsforsøket (fosforkonsentrasjon 250 mg/l). «Fitted background correction» vart nytta.

## 4.2 Linearitet

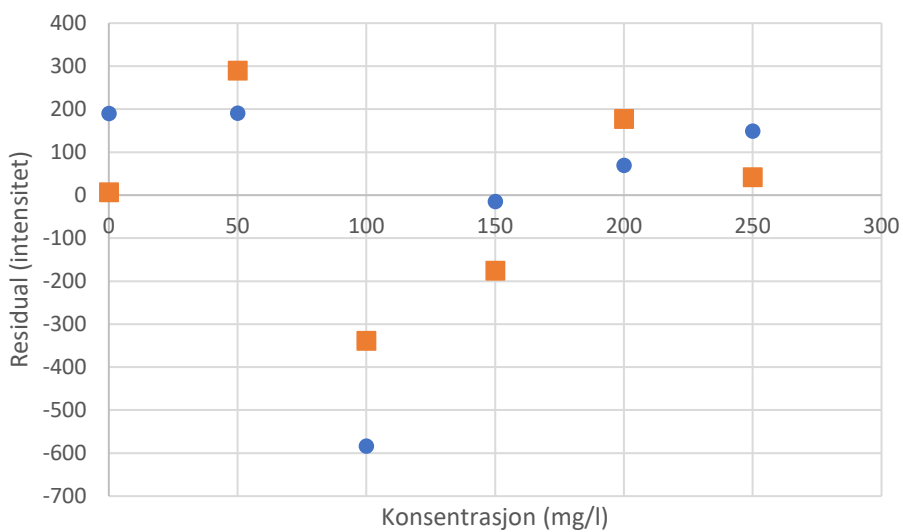
Det vart analysert standardløyningar med til saman seks ulike fosforkonsentrasjonar, som beskrive i kapittel 3.2. Alle standardar vart injiserte to gonger. Plotta under inneheld kurver/punkt frå begge injeksjonane; første injeksjon har blå punkt og andre injeksjon har oransje. Instrumentparameter brukt i dette forsøket er dei same som skildra i hovudrapporten (Moen, I. U., Gjengedal, G. 2022).

Lineær regresjon, residualplot og regresjonsstatistikk for kvar bølgelengde vart utforma vha. Excel. Standardkonsentrasjonar og avlesne signalintensitetar er vist i Vedlegg 1 – Linearitet. Fosfor vart

analysert ved to bølgelengder, begge med radiell avlesing. Lineær regresjon (Figur 3, Figur 5), residualplot (Figur 4, Figur 6) og regresjonsstatistikk (Tabell 9, Tabell 10) for begge bølgelengdene er vist under.



Figur 3 Lineær regresjon for P 213,618 nm, injeksjon 1 (blå) og injeksjon 2 (oransje).

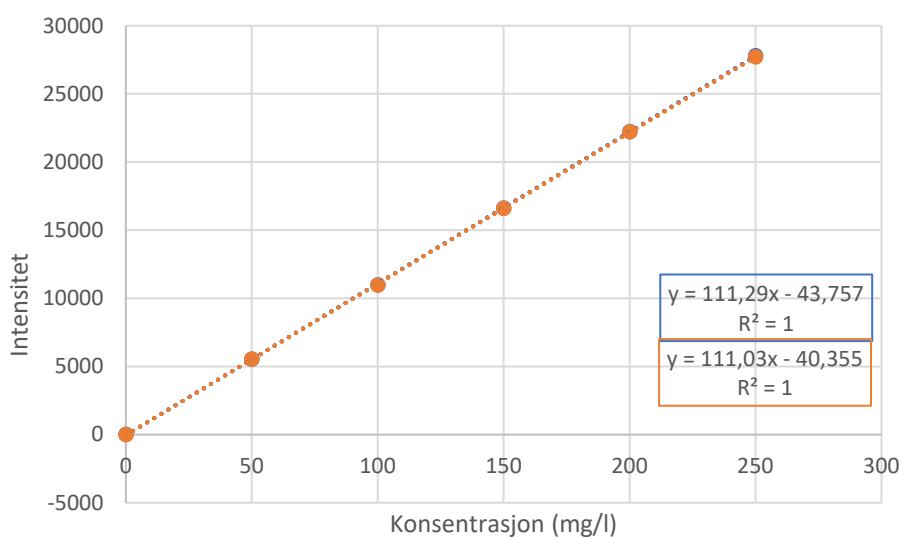


Figur 4 Residualplott for P 213,618 nm, injeksjon 1 (blå) og injeksjon 2 (oransje).

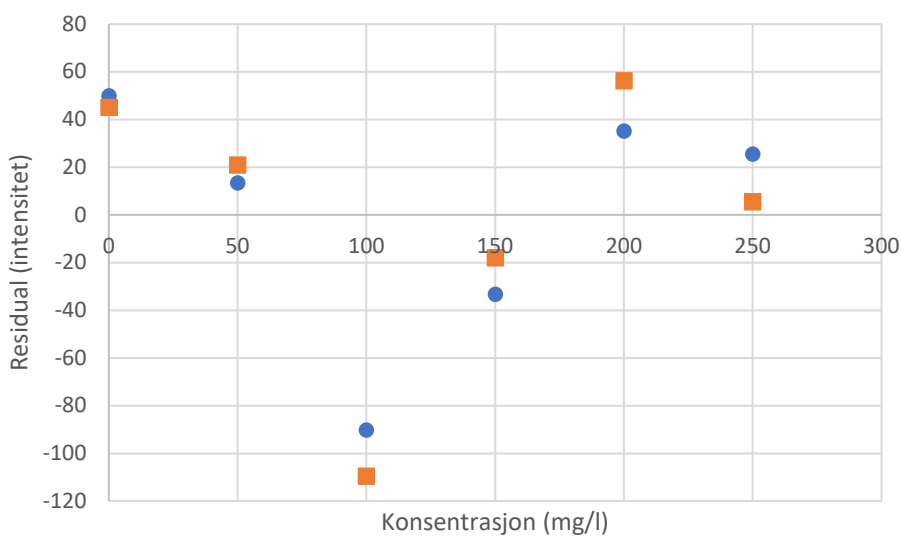
Tabell 9 Regresjonsstatistikk for P 213,618 nm, injeksjon 1 / injeksjon 2.

Parameter	Regresjon	Skjeringspunkt	Stigningstal
Observasjonar (n)	6 / 6		
R <sup>2</sup> -verdi	1,0000 / 1,0000		
F-verdi	198413 / 119558		
t-verdi		0,038 / -0,750	445 / 346
p-verdi		0,972 / 0,495	1,5x10 <sup>-10</sup> / 4,2x10 <sup>-10</sup>
Nedre 95 % konfidensintervall		-508 / -847	542 / 544
Øvre 95 % konfidensintervall		522 / 487	549 / 553

### P 214,914 nm



Figur 5 Lineær regresjon for P 214,914 nm, injeksjon 1 (blå) og injeksjon 2 (oransje).



Figur 6 Residualplott for P 214,914 nm, injeksjon 1 (blå) og injeksjon 2 (oransje).

Tabell 10 Regresjonsstatistikk for P 214,914 nm, injeksjon 1 / injeksjon 2.

Parameter	Regresjon	Skjeringspunkt	Stigningstal
Observasjonar (n)	6 / 6		
R <sup>2</sup> -verdi	1,0000 / 1,0000		
F-verdi	157036 / 119947		
t-verdi		-1,029 / -0,831	396 / 346
p-verdi		0,362 / 0,452	2,4x10 <sup>-10</sup> / 4,2x10 <sup>-10</sup>
Nedre 95 % konfidensintervall		-161 / -175	111 / 110
Øvre 95 % konfidensintervall		74,3 / 94,4	112 / 112

## 4.3 Presisjon

### 4.3.1 Repeterbarheit

Repeterbarheit vart undersøkt ved analyse av typiske prøvar, og oppnådde verdiar er gitt i Tabell 11. Alle analyseresultata er gitt i Vedlegg 2 - Presisjon: Repeterbarheit og «intermediate precision».

Tabell 11 Repeterbarheitsgrenser for fosforanalyse av aktuelle prøvetypar. Tal baserte på ni dobbelbestemmingar.

Prøvenr.	Prøvetype	Bølgelengde (nm)	Snitt (ppm)	Sr (ppm)	r (ppm)	RSDr
2022-38-1	Fiskemjøl	213,618	22751	1048	2936	4,6 %
		214,914	22688	1055	2953	4,6 %
2022-39-1	Fiskefôr	213,618	11020	473	1325	4,3 %
		214,914	10910	478	1338	4,4 %
2022-0758-1	Sauefôr	213,618	12876	469	1314	3,6 %
		214,914	12754	454	1272	3,6 %
2022-1714-9	Heilfisk	213,618	16055	377	1056	2,3 %
		214,914	15943	395	1107	2,5 %

### 4.3.2 «Intermediate precision»/intern reproducerbarheit

«Intermediate precision» vart undersøkt for ulike prøvetypar, og resultatata er gitt i Tabell 12. Det vart også berekna samla intern repeterbarheit basert på eit utval av alle undersøkte prøvetypar. Desse tala er vidare nytta i berekning av måleusikkerheit (kapittel 4.6). Analyseresultata i si heilheit er gitt i Vedlegg 2 - Presisjon: Repeterbarheit og «intermediate precision».

Tabell 12 "Intermediate precision" for fosforanalyse av ulike prøvetypar.

Prøvetype	Bølgelengde (nm)	Snitt (ppm)	S <sub>R</sub> (ppm)	R (ppm)	RSD <sub>R</sub>
Referanse, grisefôr	-	5100	260	710*	5,0 %
Referanse, sauefôr	-	6900	350	1000	5,0 %
Fiskemjøl	P 213,618	30042	1119	3133	3,7 %
	P 214,914	29874	1119	3133	3,8 %
Fôr	P 213,618	11972	187	525	1,6 %
	P 214,914	11947	187	525	1,5 %
Feces	P 213,618	16558	802	2244	4,8 %
	P 214,914	16629	802	2244	5,0 %
Fisk	P 213,618	16021	410	1149	2,6 %
	P 214,914	15883	410	1149	2,6 %
Alle prøvetypar samla	P 213,619	18813	591	1654	3,1 %
	P 214,915	18706	605	1695	3,2 %

\*Det er oppgitt 0,71 % (7100 ppm) i referansen. Mistanke om at dette er ein skrivefeil då R ikkje kan vere høgare enn snittet. 710 ppm er brukt i berekning.

## 4.4 Riktighet/nøyaktigheit

### 4.4.1 Analyse av eksternt referansemateriale

To ringtestprøvar frå Masterlab (2022-38-1 fiskemjøl og 2022-39-1 fiskefôr) og éin frå AAFCO (2022-0758-1 «sheep feed medicated») vart analyserte i «nested design», og z-score og  $E_n$ -verdiar vart berekna (Tabell 13). Analyseresultat og data frå dei respektive SLP-rundane er gitt i Vedlegg 3 – Riktighet, Vedleggtabell 20 og Vedleggtabell 21.

Tabell 13 Oppnådde snittverdiar, z-scorar og  $E_n$ -verdiar for tre ringtestprøvar. Alle tal basert på 18 målingar.

Element og bølgelengde (nm)	2022-38-1 fiskemjøl			2022-39-1 fiskefôr			2022-0758-1 sheep feed medicated		
	Snitt Nofima (mg/kg)	Z-score	$E_n$ -verdi	Snitt Nofima (mg/kg)	Z-score	$E_n$ -verdi	Snitt Nofima (mg/kg)	Z-score	$E_n$ -verdi
P 213,618	22751	0,96	0,39	11020	1,20	0,43	12876	1,46	0,45
P 214,914	22688	0,92	0,40	10910	1,02	0,39	12754	1,26	0,42

Det vart også berekna bias og t-verdiar for alle prøvane, resultatata er gitt Tabell 14-

Tabell 16.

Tabell 14 Bias og t-verdiar for ringtestprøve 2022-38-1 fiskemjøl,  $n = 18$  og  $t_{kritisk} = 2,11$ .

Element og bølgelengd (nm)	Snittverdi SLP (mg/kg)	Snittverdi Nofima (mg/kg)	Stdavvik Nofima (mg/kg)	Bias	$t_{obs}$
P 213,618	21400	22751	1314	106 %	4,4
P 214,914	21400	22688	1347	106 %	4,1

Tabell 15 Bias og t-verdiar for ringtestprøve 2022-39-1 fiskefôr,  $n = 18$  og  $t_{kritisk} = 2,11$ .

Element og bølgelengd (nm)	Snittverdi SLP (mg/kg)	Snittverdi Nofima (mg/kg)	Stdavvik Nofima (mg/kg)	Bias	$t_{obs}$
P 213,618	10300	11020	699	107 %	4,4
P 214,914	10300	10910	692	106 %	3,7

Tabell 16 Bias og t-verdiar for ringtestprøve 2022-0758-1 sheep feed medicated,  $n = 18$  og  $t_{kritisk} = 2,11$ .

Element og bølgelengd (nm)	Snittverdi SLP (mg/kg)	Snittverdi Nofima (mg/kg)	Stdavvik Nofima (mg/kg)	Bias	$t_{obs}$
P 213,618	12000	12876	503	107 %	7,4
P 214,914	12000	12754	509	106 %	6,3

#### 4.4.2 Samanlikning med eksisterande metode for fosforanalyse (A 37 Total fosfor)

Då Biolab har ein eksisterande metode for fosforanalyse, vart det analysert ni prøvar for samanlikning av dei to metodane. Resultat oppnådd for begge metodane er gitt i Tabell 17.

Tabell 17 Samanlikning av fosforanalyse med ICP (P 213,618 nm) og metode A 37 Total fosfor.

Prøve	Resultat ICP (%)	Resultat A 37 (%)	Differanse
2022-38-1	2,25	1,98	0,27
2022-39-1	1,12	0,98	0,14
2022-408-1	1,65	1,47	0,18
2022-945-1	1,52	1,32	0,20
2022-964-1	1,66	1,51	0,15
2022-1048-2	0,79	0,72	0,07
2022-1221-1	1,28	1,17	0,12
2022-0758-1	1,33	1,11	0,22
2022-1117-1	2,09	1,96	0,13



## 4.5 Konsentrasjons-/måleområde

Som skildra i kapittel 3.5, vart 20 blindprøvar analyserte på ICP-OES. Snittverdi og standardavvik for fosforresultat ved begge dei undersøkte bølgelengdene, samt berekna deteksjons- og kvantifiseringsgrenser er gitt i Tabell 18. Merk at dei oppgitte konsentrasjonane gjeld den fortynna prøveløysinga (den som blir injisert i instrumentet). ICP Expert si likning for kalibreringskurva i den aktuelle analysen er brukt for å konvertere signalintensitet til konsentrasjon.

Tabell 18 Deteksjons- og kvantifiseringsgrenser for undersøkte bølgelengder for fosfor.

Element og bølgelengde (nm)	Snittintensitet av blindprøvar (c/s)	Standardavvik av blindprøvar (c/s)	Deteksjonsgrense (ppm)	Kvantifiseringsgrense (ppm)
P 213,618	11,49	3,40	0,001	0,045
P 214,914	8,28	2,68	0,039	0,209

## 4.6 Måleusikkerheit

Utvida måleusikkerheit vart berekna ved bruk av formel 2.21 og 2.22 i skildra hovudrapporten (Moen, I. U., Gjengedal, G. 2022). Berekingane er vist i Vedlegg 4 – Måleusikkerheit. Ei oppsummering av den eksperimentelle måleusikkerheita er gitt i Tabell 19.

Tabell 19 Berekna måleusikkerheit for undersøkte bølgelengder.

Element og bølgelengde (nm)	Antal prøvar	Snitt (%)	$U_{\text{Nofima-xmiddel}}$ (%)	$U_{\text{nofima}}$ (%)	$U_c$ (%)	% RSD (+/- 2s)
P 213,618	6	1,82	0,11	0,06	0,25	14
P 214,914	6	1,81	0,11	0,06	0,24	13

## 5 Diskusjon

### 5.1 Selektivitet

#### 5.1.1 Spektrallinjeinterferens og val av bølgelengder

Tabell 20 viser potensielt interfererande linjer for dei undersøkte bølgelengdene for fosfor. Desse linjene, samt intensiteten deira, er gitt av programvara. Dei fleste mogelege interferensane er ubetydelege, då skilnaden i intensitet for dei interfererande bølgelengdene er stor, og fosforinnhaldet i aktuelle prøvar er mange gonger høgare enn innhaldet av t.d. kopar og mangan. Fleire av dei mogelege interferenstoppane er også godt nok separerte frå hovudtoppen til at bakgrunnskorrigeringen identifiserer dei som eigne toppar. Dermed vil eventuelt overlappende signal frå interferenstoppen bli korrigert for.

Tabell 20 Mogelege interferenslinjer for dei undersøkte bølgelengdene for fosfor.

Element	Undersøkte bølgelengder (nm)	Mogelege interferensar, Element og bølgelengder (nm)			
P	177,434	Cu 177,421	Y 177,414		
	178,222	Mn 178,200	Mn 178,245		
	185,878	P 185,827	Mn 185,729		
	213,618	Cu 213,598	Mn 213,624	Mn 213,636	Fe 213,595
	214,914	Cu 214,898			

Basert på ein totalvurdering av signalintensitet, mogelege interferensar, form på toppane og riktighet av analyseverdi, vart P 213,618 nm valt som det primære valet for fosforanalyser, med P 214,914 nm som alternativ bølgelengde.

#### 5.1.2 Vurdering av andre interferensar

Det vert brukt same syre (salpetersyre) i tilnærma like konsentrasjonar (2 %) i både standardar og prøveløysingar (matrisematching). I tillegg har prøveløysingane høg fortynningsgrad. På grunn av dette vert fysiske interferensar vurdert som lite sannsynlege. Sidan fysiske interferensar kan påverke aspirasjon, nebulisering og atomiseringseffektivitet, vil slike interferensar gi falskt låge analyseresultat. Dette er ikkje observert. Fysiske interferensar vert difor vurdert ikkje å vere eit problem for undersøkte prøvetypar og konsentrasjonar.

Vurdering av ioniseringsinterferens, med tilhøyrande forsøk, er skildra i hovudrapporten. Det vert antatt at funna også gjeld for fosfor. Ioniseringsinterferens er dermed vurdert å ikkje vere eit problem.

### 5.2 Linearitet

Korrelasjonskoeffisienten er 1 for samtlige kalibreringskurver, og alle kurvene viser lineær respons med t-verdi for linjene større enn kritisk verdi ( $t_{krit} = 2,776$  ved 95 % konfidensintervall, tosidig,  $n-2 = 4$ ). I tillegg er F-verdien høg og p-verdi  $<< 0,05$  for alle kurvene. Alle kurvene også null som mogeleg verdi for skjering med y-aksen (95 % konfidensintervall), t-verdi for skjeringspunktet mindre enn  $t_{krit}$  og p-verdi  $> 0,05$ . Residuala for begge dei undersøkte bølgelengdene er tilfeldig fordelte (Figur 4 og Figur 6).

På grunn av variasjon i detektert intensitet, vert det analysert standardar som del av kvar analysesekvens. Programvara bereknar nye kalibreringskurver, og analyseresultatata vert kalkulerte utfrå desse. For at kalibreringskurvene skal blir godkjente i programvara, må korrelasjonskoeffisienten vere minimum 0,995. Sidan kalibreringskurvene vert berekna for kvar analysesekvens, vert likningar

oppnådd i linearitetsforsøka difor ikkje brukt til anna enn å bekrefte lineær samanheng mellom konsentrasjon og signalintensitet for det undersøkte konsentrasjonsområdet.

## 5.3 Presisjon

### 5.3.1 Repeterbarheit

Av prøvetypane som er inkludert i den eksterne valideringa (metodereferansen), er det antatt at matrisene i saue- og griseføret er mest like prøvetypane i denne valideringa. Oppnådde repeterbarheitsgrenser er difor samanlikna med grensene gitt for desse to føra. Tabell 21 samanliknar oppnådde repeterbarheitsgrenser med grenser gitt i metodereferansen.

Tabell 21 Oppnådde repeterbarheitsgrenser for fosfor i ulike prøvetypar samanlikna med grenser gitt i metodereferansen.

Prøvenr.	Prøvetype	Bølgelengde (nm)	Snitt (ppm)	Sr (ppm)	r (ppm)	RSDr
Referanse	Grisefør	-	5100	150	400	2,9 %
	Sauefør	-	6900	150	400	2,2 %
2022-38-1	Fiskemjøl	P 213,618	22751	1048	2936	4,6 %
		P 214,914	22688	1055	2953	4,6 %
2022-39-1	Fiskefør	P 213,618	11020	473	1325	4,3 %
		P 214,914	10910	478	1338	4,4 %
2022-0758-1	Sauefør	P 213,618	12876	469	1314	3,6 %
		P 214,914	12754	454	1272	3,6 %
2022-1714-9	Heilfisk	P 213,618	16055	377	1056	2,3 %
		P 214,914	15943	395	1107	2,5 %

For fiskemjøl og -før er dei oppnådde repeterbarheitsgrensene for fosfor noko dårlegare enn grenser gitt for grise- og sauefør i referansen, medan grensene oppnådd for heilfisk er tilsvarande som referansen. Den oppnådde repeterbarheita vert totalt sett vurdert å vere akseptabel.

### 5.3.2 «Intermediate precision» / intern reproduserbarheit

Tabell 22 samanliknar oppnådde grenser for intern reproduserbarheit for ulike prøvetypar med reproduserbarheitsgrenser gitt i metodereferansen. Som Tabell 22 viser, er oppnådde grenser lågare enn referansegrensene. Dette er ikkje uventa, då intern reproduserbarheit generelt er lågare enn reproduserbarheit mellom ulike laboratorier. Sjølv om dette ikkje er ein fullgod samanlikning, viser tala at den interne reproduserbarheita er god, for fiskemjøl og -før er den jamvel betre enn repeterbarheitsgrensene. Dette viser at homogenitet av prøvematerialet er avgjerande for gode parallellar av same prøve.

Tabell 22 Oppnådd intern reproduserbarhetsgrenser for fosfor i ulike prøvetypar, samanlikna med grenser gitt i metodereferansen.

Prøvetype	Bølgelengde (nm)	Snitt (ppm)	S <sub>R</sub> (ppm)	R (ppm)	RSD <sub>R</sub>
Referanse, grisefør	-	5100	260	710*	5,0 %
Referanse, sauefør	-	6900	350	1000	5,0 %
Fiskemjøl	P 213,618	30042	1119	3133	3,7 %
	P 214,914	29874	1119	3133	3,8 %
Fiskefør	P 213,618	11972	187	525	1,6 %
	P 214,914	11947	187	525	1,5 %
Feces	P 213,618	16558	802	2244	4,8 %
	P 214,914	16629	802	2244	5,0 %
Fisk	P 213,618	16021	410	1149	2,6 %
	P 214,914	15883	410	1149	2,6 %

\*Det er oppgitt 0,71 % (7100 ppm) i referansen. Mistanke om at dette er ein skrivefeil då R ikkje kan vere høgare enn snittet. 710 ppm er brukt i berekning.

## 5.4 Riktigheit/nøyaktigheit

### 5.4.1 Analyse av eksternt referansematerial

Som Tabell 13 viser, gav alle tre ringtestprøvane  $E_r$ -verdiar under éin og Z-score under to for begge dei undersøkte bølgelengdene. Basert på z-score og  $E_r$ -verdi, vert riktigheita ved undersøkte bølgelengder for fosfor vurdert som god.

Berekning av bias og tilhøyrande t-verdi (Tabell 14-

Tabell 16) viste at Biolab sine analyseresultat ligg signifikant høgare for begge bølgelengdene for alle dei undersøkte prøvane, samanlikna med snittet oppnådd i ringtestane. Bias var tilnærma lik for begge bølgelengder i alle prøvane. Oppnådde verdiar er likevel innanfor akseptert område for alle dei tre ringtestprøvane.

Resultat oppnådd ved ICP-analyse ligg i hovudsak i det øvre sjiktet av rapporterte resultat for alle dei studerte ringtestprøvane. For 2022-0758-1 frå AACFO er det til dømes 26 deltakarar som har brukt ICP og mikrobølgoppslutting. Snittverdien for desse resultatata er berekna til 1,217 %, mot 1,196 % totalt for alle deltakarane. Dette samsvarar med at Biolab sine resultat ligg over rapportert snitt for ringtestane, og kan tyde på at det er noko skilnad mellom ulike analysemetodar og oppsluttingsteknikkar.

### 5.4.2 Samanlikning med eksisterande analysemetode for fosfor (A 37)

Fosforresultat oppnådd ved ICP vart samanlikna med resultat frå Biolab sin eksisterande metode for fosforanalyse (A 37 Total fosfor). Som Tabell 17 viser, gir ICP-analysene konsekvent høgare verdi enn den eksisterande metoden. Det var utført t-test for parvise utval for å sjå om det er signifikant skilnad mellom dei to metodane. Statistiske verdiar gitt i Tabell 23 syner at dette er tilfelle.

Tabell 23 T-test for samanlikning av ICP-metode og A 37 Total fosfor.

Metode	ICP	A 37 Total fosfor
Gjennomsnitt (%)	1,52	1,36
Standardavvik (%)	0,457	0,424
Varians (%)	0,209	0,180
Antal obs. (n)	9	9
Friheitsgrader (fg)		8
t-Stat (absoluttverdi)		8,355
T-kritisk (tosidig)		2,306
p-verdi (tosidig)		$3,2 \times 10^{-5}$

Dette kan komma av ulike oppslutningsteknikkar, der mikrobølgeovnsoppslutting vil gi ei meir komplett oppslutning av prøva samanlikna med forasking.

## 5.5 Konsentrasjons-/måleområde

Tabell 24 gir ei oversikt over kvafor konsentrasjonar kvantifiseringsgrensene i Tabell 18 tilsvarar ved standard 0,5 g innvege prøve og fortynning til 25 ml etter oppslutning.

Tabell 24 Kvantifiseringsgrenser i prøvematerial, gitt 0,5 g prøve og tynning til 25 ml, ved oppslutning i glasrøyr.

Element og bølgelengd (nm)	Kvantifiseringsgrense (mg/kg)	Konsentrasjon i prøvematerial (ved 0,5 g til 25 ml) (mg/kg)
P 213,618	0,045	2,3
P 214,914	0,209	11

## 5.6 Måleusikkerheit

Prøvane som er brukte til berekning av måleusikkerheit har resultat som ligg i normalområdet for typiske prøvematerial. Ingen av prøvane har elementkonsentrasjonar nær kvantifiseringsgrensa. Dette vert vurdert å vere greitt. Det vil bli gjort nye berekningar av måleusikkerheit etter deltaking i SLP. Øvrig vurdering av usikkerheitsbidrag er vurdert tilsvarande som for dei andre validerte elementa, sjå hovudrapport (Moen, I. U., Gjengedal, G. 2022).

### 5.6.1 Eksperimentell måleusikkerheit

Berekning av eksperimentell måleusikkerheit gav RSD % ( $\pm 2$  s) på hhv. 14 % og 13 % for bølgelengde 213,618 nm og 214,914 nm. Dette er på nivå med fleire av dei tidlegare validerte elementa, og dermed vurdert som akseptabelt. Som for dei andre elementa er berekningsgrunnlaget noko snevert, og måleusikkerheit bør bereknast på nytt etter deltaking i fleire SLP-rundar.

## 6 Konklusjon

Basert på arbeidet og resultatene beskrevet i denne rapporten, er valideringen vurdert som fullført og metoden er gyldig. Under følger ei oppsummering av kvar av dei undersøkte valideringsparametra.

### Selektivitet

Ulike bølgelengder har vorte undersøkt for å finne dei best eigna emisjonslinjene for aktuelle prøvetypar. Val av føretrekt bølgelengde er basert på ein totalvurdering av signalintensitet, moglege interferensar, form på toppen og riktigheit av analyseverdi.

### Linearitet

Linearitetsforsøk viste at begge dei undersøkte bølgelengdene gav kalibreringskurver som oppfyller krav til linearitet i det aktuelle konsentrasjonsområdet.

### Presisjon

Repetierbarheit og «intermediate precision» vart funne å vere akseptabel, samanlikna med grensene gitt i referansemetoden.

### Riktigheit

Det vart oppnådd gode  $E_n$ -verdi og z-score for fosfor i tre ringtestprøvar. Basert på desse resultatene vart riktigheita av fosfor vurdert som god.

### Konsentrasjons-/måleområde

Kvantifiseringsgrenser vart berekna ut frå analyse av 20 blindprøvar. Det vart ikkje observert spormengder av fosfor frå syra eller oppsluttingsrøyra, og glasrøyr kan dermed brukast for fosforanalyser.

### Måleusikkerheit

Ekspérimentell måleusikkerheit vart berekna for to bølgelengder, basert på SLP-prøvar i normalområdet. Resultatene var hhv. 14 % og 13 % måleusikkerheit for bølgelengde 213,618 nm og 214,914 nm.

## 7 Litteratur

- Standard-Norge (2017). Norsk Standard. NS-EN 15621:2017. Dyrefôr: Metoder for prøvetaking og analyse. Bestemmelse av kalsium, natrium, fosfor, magnesium, kalium, svovel, jern, sink, kobber, mangan og kobolt etter trykkoppslutning ved ICP-AES. Standard Norge.
- Moen, I. U., Gjengedal, G. (2022). Valideringsrapport: Bestemming av Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Y og Zn i fôr, fôringrediensar, fisk og feces ved bruk av ICP-OES og mikrobølgeomnsoppslutning. Nofima, Bergen.

# ***VEDLEGG***



## Vedlegg 1 – Linearitet

Vedleggtabell 1 viser konsentrasjonar og avlesne signalintensitetar for undersøkte bølgelengder i linearitetsforsøket.

*Vedleggtabell 1 Konsentrasjonar og målte intensitetar for standardar brukt i linearitetsforsøk for fosfor.*

	Konsentrasjon (ppm)	Intensitet (c/s)			
		P 213,618 nm		P 214,914 nm	
		Injeksjon 1	Injeksjon 2	Injeksjon 1	Injeksjon 2
Blank	0	14	10	6,1	4,6
Standard 1	50	27578	27439	5534	5532
Standard 2	100	54231	54093	10995	10954
Standard 3	150	81675	82091	16617	16597
Standard 4	200	109309	109603	22250	22223
Standard 5	250	136454	137112	27805	27724

## Vedlegg 2 - Presisjon: Repeterbarheit og «intermediate precision»

Vedleggtabell 2-Vedleggtabell 9 viser repeterbarheitsberekningar for fosforanalyse av aktuelle prøvetypar.

Vedleggtabell 2 Repeterbarheitsberekning for fosforanalyse av fiskemjøl (2022-38-1) ved 213,618 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff. <sup>2</sup> (ppm)	Snitt (ppm)
2022-38-1	02.08.2022	INMO	1	22630	22278	351	123510	22454
2022-38-1	02.08.2022	INMO	2	21511	23106	-1596	2545939	22309
2022-38-1	02.08.2022	INMO	3	25658	24558	1100	1209428	25108
2022-38-1	04.08.2022	INMO	4	20928	22047	-1118	1250640	21488
2022-38-1	04.08.2022	INMO	5	23684	21544	2140	4578701	22614
2022-38-1	04.08.2022	INMO	6	21739	24520	-2781	7733572	23129
2022-38-1	08.08.2022	INMO	7	22920	22431	489	239180	22676
2022-38-1	08.08.2022	INMO	8	21977	21011	966	933330	21494
2022-38-1	08.08.2022	INMO	9	22944	24026	-1082	1171741	23485

Snitt (ppm)	22751
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	19786041
n	9
$s_r = \text{ROT}(\text{Sum Diff.}^2/2n)$	1048
$r = 2,8*s_r$	2936
RSD <sub>r</sub>	4,6 %

Vedleggtabell 3 Repeterbarheitsberekning for fosforanalyse av fiskemjøl (2022-38-1) ved 214,914 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff. <sup>2</sup> (ppm)	Snitt (ppm)
2022-38-1	02.08.2022	INMO	1	22853	22480	372	138734	22667
2022-38-1	02.08.2022	INMO	2	21631	23103	-1472	2166931	22367
2022-38-1	02.08.2022	INMO	3	25764	24488	1275	1626824	25126
2022-38-1	04.08.2022	INMO	4	20547	21801	-1255	1574021	21174
2022-38-1	04.08.2022	INMO	5	23382	21349	2033	4132642	22365
2022-38-1	04.08.2022	INMO	6	21580	24336	-2757	7599560	22958
2022-38-1	08.08.2022	INMO	7	22773	22421	351	123503	22597
2022-38-1	08.08.2022	INMO	8	22043	20998	1045	1091043	21521
2022-38-1	08.08.2022	INMO	9	22787	24039	-1251	1565952	23413

Snitt (ppm)	22688
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	20019210
n	9
$s_r = \text{ROT}(\text{Sum Diff.}^2/2n)$	1055
$r = 2,8*s_r$	2953
RSD <sub>r</sub>	4,6 %

Vedleggtabell 4 Repeterbarheitsberekning for fosforanalyse av fiskefôr (2022-39-1) ved 213,618 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff. <sup>2</sup> (ppm)	Snitt (ppm)
2022-39-1	02.08.2022	INMO	1	11524	10815	709	503206	11170
2022-39-1	02.08.2022	INMO	2	11017	11246	-229	52505	11132
2022-39-1	02.08.2022	INMO	3	10686	10878	-191	36653	10782
2022-39-1	04.08.2022	INMO	4	11118	11144	-25	646	11131
2022-39-1	04.08.2022	INMO	5	13351	11604	1747	3050437	12477
2022-39-1	04.08.2022	INMO	6	10800	11237	-437	191170	11019
2022-39-1	08.08.2022	INMO	7	10358	10202	156	24246	10280
2022-39-1	08.08.2022	INMO	8	10367	10754	-388	150335	10560
2022-39-1	08.08.2022	INMO	9	10556	10695	-138	19119	10625

Snitt (ppm)	11020
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	4028315
n	9
$s_r = \text{ROT}(\text{Sum Diff.}^2/2n)$	473
$r = 2,8*s_r$	1325
RSD <sub>r</sub>	4,3 %

Vedleggtabell 5 Repeterbarheitsberekning for fosforanalyse av fiskefôr (2022-39-1) ved 214,914 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff. <sup>2</sup> (ppm)	Snitt (ppm)
2022-39-1	02.08.2022	INMO	1	11490	10795	695	483553	11142
2022-39-1	02.08.2022	INMO	2	11014	11210	-196	38471	11112
2022-39-1	02.08.2022	INMO	3	10581	10873	-292	85200	10727
2022-39-1	04.08.2022	INMO	4	10952	10918	34	1123	10935
2022-39-1	04.08.2022	INMO	5	13203	11427	1777	3156236	12315
2022-39-1	04.08.2022	INMO	6	10609	11054	-445	198150	10832
2022-39-1	08.08.2022	INMO	7	10210	10107	103	10586	10159
2022-39-1	08.08.2022	INMO	8	10253	10617	-365	132940	10435
2022-39-1	08.08.2022	INMO	9	10490	10572	-82	6770	10531

Snitt (ppm)	10910
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	4113030
n	9
$s_r = \text{ROT}(\text{Sum Diff.}^2/2n)$	478
$r = 2,8*s_r$	1338
RSD <sub>r</sub>	4,4 %

Vedleggstabell 6 Repeterbarhetsbeerekning for fosforanalyse av sauefôr (2022-0758-1) ved 213,618 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff.2 (ppm)	Snitt (ppm)
2022-0758-1	02.08.2022	INMO	1	12703	12856	-153	23391	12780
2022-0758-1	02.08.2022	INMO	2	12647	12853	-207	42779	12750
2022-0758-1	02.08.2022	INMO	3	14605	12905	1700	2888912	13755
2022-0758-1	05.08.2022	INMO	4	12788	13725	-937	878006	13256
2022-0758-1	05.08.2022	INMO	5	12743	12522	221	49058	12632
2022-0758-1	05.08.2022	INMO	6	12779	12563	217	46963	12671
2022-0758-1	08.08.2022	INMO	7	12664	12728	-64	4102	12696
2022-0758-1	08.08.2022	INMO	8	12620	12788	-168	28063	12704
2022-0758-1	08.08.2022	INMO	9	12616	12661	-45	2017	12638

Snitt (ppm)	12876
Sum Diff.2 (ppm)	3963291
n	9
sr = ROT(Sum Diff.2/2n)	469
r = 2,8*sr	1314
RSDr	3,6 %

Vedleggstabell 7 Repeterbarhetsberekning for fosforanalyse av sauefôr (2022-0758-1) ved 214,914 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff.2 (ppm)	Snitt (ppm)
2022-0758-1	02.08.2022	INMO	1	12663	12820	-157	24690	12741
2022-0758-1	02.08.2022	INMO	2	12595	12841	-246	60639	12718
2022-0758-1	02.08.2022	INMO	3	14528	12853	1675	2804419	13691
2022-0758-1	05.08.2022	INMO	4	12630	13503	-873	762758	13066
2022-0758-1	05.08.2022	INMO	5	12523	12395	128	16510	12459
2022-0758-1	05.08.2022	INMO	6	12543	12402	141	19918	12473
2022-0758-1	08.08.2022	INMO	7	12515	12607	-92	8464	12561
2022-0758-1	08.08.2022	INMO	8	12491	12623	-131	17258	12557
2022-0758-1	08.08.2022	INMO	9	12520	12518	2	3	12519

Snitt (ppm)	12754
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	3714658
n	9
s <sub>r</sub> = ROT(Sum Diff. <sup>2</sup> /2n)	454
r = 2,8*s <sub>r</sub>	1272
RSD <sub>r</sub>	3,6 %

Vedleggtabell 8 Repeterbarheitsberekning for fosforanalyse av heil fisk (2022-1714-9) ved 213,618 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff. <sup>2</sup> (ppm)	Snitt (ppm)
2022-1714-9	23.09.2022	INMO	1	16513	16875	-363	131421	16694
2022-1714-9	23.09.2022	INMO	2	16501	15965	536	286857	16233
2022-1714-9	23.09.2022	INMO	3	16784	16720	64	4150	16752
2022-1714-9	26.09.2022	INMO	4	15789	16024	-234	54971	15906
2022-1714-9	26.09.2022	INMO	5	15919	15479	440	193582	15699
2022-1714-9	26.09.2022	INMO	6	16338	15844	494	243552	16091
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	7	15499	16395	-896	803425	15947
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	8	15491	15360	130	16947	15426
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	9	15296	16206	-909	827154	15751

Snitt (ppm)	16055
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	2562059
n	9
$s_r = \text{ROT}(\text{Sum Diff.}^2/2n)$	377
$r = 2,8*s_r$	1056
RSD <sub>r</sub>	2,3 %

Vedleggtabell 9 Repeterbarheitsberekning for fosforanalyse av heil fisk (2022-1714-9) ved 214,914 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff. <sup>2</sup> (ppm)	Snitt (ppm)
2022-1714-9	23.09.2022	INMO	1	16294	16683	-389	151321	16489
2022-1714-9	23.09.2022	INMO	2	16350	15879	471	221841	16115
2022-1714-9	23.09.2022	INMO	3	16590	16603	-13	169	16597
2022-1714-9	26.09.2022	INMO	4	15723	15896	-173	30085	15810
2022-1714-9	26.09.2022	INMO	5	15790	15499	291	84949	15645
2022-1714-9	26.09.2022	INMO	6	16200	15711	489	239336	15956
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	7	15395	16328	-933	870470	15861
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	8	15486	15249	237	56259	15368
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	9	15113	16189	-1076	1156937	15651

Snitt (ppm)	15943
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	2811367
n	9
$s_r = \text{ROT}(\text{Sum Diff.}^2/2n)$	395
$r = 2,8*s_r$	1107
RSD <sub>r</sub>	2,5 %

Vedleggtabell 10 –Vedleggtabell 19 viser beregninger av «intermediate precision» for fosforanalyser av ulike prøvetypar.

Vedleggtabell 10 Beregning av "intermediate precision" for fosforanalyser av fiskemjøl ved P 213,618 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff. <sup>2</sup> (ppm)	Snitt (ppm)
2022-38-1	02.08.2022	INMO	1	22630	22278	351	123510	22454
2022-38-1	02.08.2022	INMO	2	21511	23106	-1596	2545939	22309
2022-38-1	02.08.2022	INMO	3	25658	24558	1100	1209428	25108
2020-7919-1	04.08.2022	INMO	4	22151	21461	690	476721	21806
2020-7919-1	04.08.2022	INMO	5	22724	23111	-387	149467	22918
2020-7919-1	04.08.2022	INMO	6	22058	24452	-2394	5731236	23255
2022-38-1	08.08.2022	INMO	7	22920	22431	489	239180	22676
2022-38-1	08.08.2022	INMO	8	21977	21011	966	933330	21494
2022-38-1	08.08.2022	INMO	9	22944	24026	-1082	1171741	23485
2022-2076-1	23.09.2022	JMS	10	52144	50349	1796	3225221	51247
2022-2076-2	23.09.2022	JMS	11	54988	51898	3091	9551994	53443
2022-2076-3	23.09.2022	JMS	12	51393	49229	2165	4685147	50311

Snitt (ppm)	30042
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	30042914
n	12
$s_{Ri} = \text{ROT}(\text{Sum Diff.}^2/2n)$	1119
$Ri = 2,8 * s_{Ri}$	3133
$RSD_{Ri}$	3,7 %

Vedleggtabell 11 Beregninger av "intermediate precision" for fosforanalyser av fiskemjøl ved P 214,914 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff. <sup>2</sup> (ppm)	Snitt (ppm)
2022-38-1	02.08.2022	INMO	1	22853	22480	372	138734	22667
2022-38-1	02.08.2022	INMO	2	21631	23103	-1472	2166931	22367
2022-38-1	02.08.2022	INMO	3	25764	24488	1275	1626824	25126
2020-7919-1	04.08.2022	INMO	4	21904	21367	536	287628	21635
2020-7919-1	04.08.2022	INMO	5	22352	22677	-325	105840	22515
2020-7919-1	04.08.2022	INMO	6	21645	24193	-2548	6494088	22919
2022-38-1	08.08.2022	INMO	7	22773	22421	351	123503	22597
2022-38-1	08.08.2022	INMO	8	22043	20998	1045	1091043	21521
2022-38-1	08.08.2022	INMO	9	22787	24039	-1251	1565952	23413
2022-2076-1	23.09.2022	JMS	10	51933	50001	1932	3733242	50967
2022-2076-2	23.09.2022	JMS	11	54373	51380	2993	8957211	52876
2022-2076-3	23.09.2022	JMS	12	50939	48838	2101	4413655	49889

Snitt (ppm)	29874
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	30704650
n	12
$s_{Ri} = \text{ROT}(\text{Sum Diff.}^2/2n)$	1131
$Ri = 2,8 * s_{Ri}$	3167
$\text{RSD}_{Ri}$	3,8 %

Vedleggstabell 12 Beregning av "intermediate precision" for fosforanalyser av fiskefôr ved P 213,618 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff. <sup>2</sup> (ppm)	Snitt (ppm)
2022-39-1	08.08.2022	INMO	1	10358	10202	156	24246	10280
2022-39-1	08.08.2022	INMO	2	10367	10754	-388	150335	10560
2022-39-1	08.08.2022	INMO	3	10556	10695	-138	19119	10625
2022-1824-1	01.09.2022	INMO	4	10743	10890	-147	21653	10817
2022-1824-2	01.09.2022	INMO	5	11012	10928	84	7031	10970
2022-1824-3	01.09.2022	INMO	6	10912	10821	90	8178	10867
2022-1824-4	01.09.2022	INMO	7	10953	10843	110	12010	10898
2022-1824-5	01.09.2022	INMO	8	10965	10856	109	11905	10911
2020-8556-1	02.09.2022	JMS	9	13743	13652	91	8232	13698
2020-8556-1	02.09.2022	JMS	10	14705	13869	837	699799	14287
2020-8556-1	02.09.2022	JMS	11	13765	13592	173	29811	13678
2022-2222-1	05.10.2022	INMO	12	13912	13859	53	2779	13885
2022-2222-2	05.10.2022	INMO	13	13234	13187	47	2213	13210
2022-2222-3	05.10.2022	INMO	14	12742	12973	-231	53583	12857
2022-2222-4	05.10.2022	INMO	15	12008	12059	-51	2554	12034

Snitt (ppm)	11972
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	1053447
n	15
$s_{Ri} = \text{ROT}(\text{Sum Diff.}^2/2n)$	187
$Ri = 2,8 * s_{Ri}$	525
$RSD_{Ri}$	1,6 %



Vedleggstabell 13 Beregning av "intermediate precision" for fosforanalyser av fiskefôr ved P 214,914 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff. <sup>2</sup> (ppm)	Snitt (ppm)
2022-39-1	08.08.2022	INMO	1	10210	10107	103	10586	10159
2022-39-1	08.08.2022	INMO	2	10253	10617	-365	132940	10435
2022-39-1	08.08.2022	INMO	3	10490	10572	-82	6770	10531
2022-1824-1	01.09.2022	INMO	4	10764	10934	-170	28774	10849
2022-1824-2	01.09.2022	INMO	5	10990	10903	87	7519	10947
2022-1824-3	01.09.2022	INMO	6	10953	10914	39	1516	10934
2022-1824-4	01.09.2022	INMO	7	10966	10930	36	1274	10948
2022-1824-5	01.09.2022	INMO	8	10936	10876	59	3538	10906
2020-8556-1	02.09.2022	JMS	9	13771	13663	108	11748	13717
2020-8556-1	02.09.2022	JMS	10	14721	13861	860	739944	14291
2020-8556-1	02.09.2022	JMS	11	13855	13692	163	26572	13773
2022-2222-1	05.10.2022	INMO	12	13907	13854	54	2878	13880
2022-2222-2	05.10.2022	INMO	13	13151	13141	10	97	13146
2022-2222-3	05.10.2022	INMO	14	12686	12892	-206	42300	12789
2022-2222-4	05.10.2022	INMO	15	11944	11867	77	6002	11905

Snitt (ppm)	11947
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	1022459
n	15
$s_{Ri} = \text{ROT}(\text{Sum Diff.}^2/2n)$	185
$Ri = 2,8 * s_{Ri}$	517
$RSD_{Ri}$	1,5 %

Vedleggstabell 14 Beregning av "intermediate precision" for fosforanalyser av fiskefeces ved P 213,618 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff. <sup>2</sup> (ppm)	Snitt (ppm)
2022-1987-1	23.09.2022	JMS	1	13437	13500	-63	4017	13468
2022-1987-2	23.09.2022	JMS	2	14614	15224	-610	372613	14919
2022-1987-3	23.09.2022	JMS	3	15046	17773	-2727	7437402	16409
2022-1987-4	23.09.2022	JMS	4	17890	17595	295	86883	17742
2022-1987-5	23.09.2022	JMS	5	9526	9130	396	156578	9328
2022-1987-6	23.09.2022	JMS	6	19565	19159	406	165047	19362
2022-1987-7	23.09.2022	JMS	7	15457	15329	128	16330	15393
2022-1987-8	23.09.2022	JMS	8	15647	14711	936	875703	15179
2022-1987-9	23.09.2022	JMS	9	18699	17280	1419	2013334	17989
2022-1987-10	23.09.2022	JMS	10	18293	17457	837	699816	17875
2022-1987-11	23.09.2022	JMS	11	18481	17753	729	530771	18117
2022-1987-12	23.09.2022	JMS	12	19809	17235	2574	6626403	18522
2022-1987-13	23.09.2022	JMS	13	21579	20761	818	668372	21170
2022-1987-14	23.09.2022	JMS	14	15944	16976	-1032	1064900	16460
2022-1987-15	23.09.2022	JMS	15	18458	20012	-1553	2412523	19235
2022-1987-16	23.09.2022	JMS	16	10772	10826	-53	2849	10799
2022-1987-17	23.09.2022	JMS	17	11487	11538	-51	2620	11513
2022-1987-18	23.09.2022	JMS	18	11392	11571	-178	31741	11482

Snitt (ppm)	16558
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	23130692
n	18
$s_{Ri} = \text{ROT}(\text{Sum Diff.}^2/2n)$	802
$Ri = 2,8 * s_{Ri}$	2244
$RSD_{Ri}$	4,8 %

Vedleggstabell 15 Beregning av "intermediate precision" for fosforanalyser av fiskefeces ved P 214,914 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff. <sup>2</sup> (ppm)	Snitt (ppm)
2022-1987-1	23.09.2022	JMS	1	13271	13389	-118	13898	13330
2022-1987-2	23.09.2022	JMS	2	14485	15059	-574	329614	14772
2022-1987-3	23.09.2022	JMS	3	14855	17800	-2945	8674262	16328
2022-1987-4	23.09.2022	JMS	4	17897	17393	504	253845	17645
2022-1987-5	23.09.2022	JMS	5	9405	9071	334	111563	9238
2022-1987-6	23.09.2022	JMS	6	19599	19049	550	302775	19324
2022-1987-7	23.09.2022	JMS	7	15404	15358	46	2088	15381
2022-1987-8	23.09.2022	JMS	8	15444	14517	927	858958	14981
2022-1987-9	23.09.2022	JMS	9	18451	17169	1282	1643652	17810
2022-1987-10	23.09.2022	JMS	10	18254	17384	870	756326	17819
2022-1987-11	23.09.2022	JMS	11	18395	17653	742	550193	18024
2022-1987-12	23.09.2022	JMS	12	19702	17147	2555	6529456	18425
2022-1987-13	23.09.2022	JMS	13	21389	20494	894	800023	20941
2022-1987-14	23.09.2022	JMS	14	15758	16936	-1178	1388179	16347
2022-1987-15	23.09.2022	JMS	15	18282	19873	-1591	2531345	19078
2022-1987-16	23.09.2022	JMS	16	10755	10747	8	62	10751
2022-1987-17	23.09.2022	JMS	17	11305	11453	-148	22008	11379
2022-1987-18	23.09.2022	JMS	18	11399	11439	-40	1602	11419

Snitt (ppm)	16629
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	24746176
n	18
$S_{Ri} = \text{ROT}(\text{Sum Diff.}^2/2n)$	829
$Ri = 2,8 * S_{Ri}$	2321
$RSD_{Ri}$	5,0 %

Vedleggstabell 16 Beregning av "intermediate precision" for fosforanalyser av fisk ved P 213,618 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff. <sup>2</sup> (ppm)	Snitt (ppm)
2022-1714-9	23.09.2022	INMO	1	16513	16875	-363	131421	16694
2022-1714-9	23.09.2022	INMO	2	16501	15965	536	286857	16233
2022-1714-9	23.09.2022	INMO	3	16784	16720	64	4150	16752
2022-1714-9	23.09.2022	JMS	4	16857	16003	854	729282	16430
2022-1714-9	23.09.2022	JMS	5	15846	16109	-263	69364	15977
2022-1714-9	23.09.2022	JMS	6	16247	14780*	-	-	-
2022-1714-9	26.09.2022	INMO	7	15789	16024	-234	54971	15906
2022-1714-9	26.09.2022	INMO	8	15919	15479	440	193582	15699
2022-1714-9	26.09.2022	INMO	9	16338	15844	494	243552	16091
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	10	15499	16395	-896	803425	15947
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	11	15491	15360	130	16947	15426
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	12	15296	16206	-909	827154	15751
2022-1714-9	05.10.2022	JMS	13	16199	15916	283	80095	16057
2022-1714-9	05.10.2022	JMS	14	14809	15935	-1126	1267178	15372
2022-1714-9	05.10.2022	JMS	15	16001	15916	86	7315	15958

\*Tatt ut av beregning pga. sølt ut litt prøve før registrering av fortynningsvekt

Snitt (ppm)	16021
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	4715293
n	14
$s_{Ri} = \text{ROT}(\text{Sum Diff.}^2/2n)$	410
$Ri = 2,8 * s_{Ri}$	1149
$RSD_{Ri}$	2,6 %

Vedleggstabell 17 Beregning av "intermediate precision" for fosforanalyser av fisk ved P 214,914 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff. <sup>2</sup> (ppm)	Snitt (ppm)
2022-1714-9	23.09.2022	INMO	1	16294	16683	-389	151321	16489
2022-1714-9	23.09.2022	INMO	2	16350	15879	471	221841	16115
2022-1714-9	23.09.2022	INMO	3	16590	16603	-13	169	16597
2022-1714-9	23.09.2022	JMS	4	16701	15775	926	857476	16238
2022-1714-9	23.09.2022	JMS	5	15630	15893	-263	69169	15762
2022-1714-9	23.09.2022	JMS	6	16161	14545*	-	-	-
2022-1714-9	26.09.2022	INMO	7	15723	15896	-173	30085	15810
2022-1714-9	26.09.2022	INMO	8	15790	15499	291	84949	15645
2022-1714-9	26.09.2022	INMO	9	16200	15711	489	239336	15956
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	10	15395	16328	-933	870470	15861
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	11	15486	15249	237	56259	15368
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	12	15113	16189	-1076	1156937	15651
2022-1714-9	05.10.2022	JMS	13	15963	15712	252	63257	15837
2022-1714-9	05.10.2022	JMS	14	14671	15728	-1057	1116742	15200
2022-1714-9	05.10.2022	JMS	15	15750	15645	105	10941	15698

\*Tatt ut av beregning pga. sølt ut litt prøve før registrering av fortynningsvekt

Snitt (ppm)	15883
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	4928952
n	14
$s_{Ri} = \text{ROT}(\text{Sum Diff.}^2/2n)$	420
$Ri = 2,8 * s_{Ri}$	1175
$RSD_{Ri}$	2,6 %

Vedleggstabell 18 Berekning av "intermediate precision" for fosforanalyser av eit utval prøvar frå alle prøvetypar ved P 213,618 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff. <sup>2</sup> (ppm)	Snitt (ppm)
2022-38-1	02.08.2022	INMO	1	22630	22278	351	123510	22454
2022-38-1	02.08.2022	INMO	2	21511	23106	-1596	2545939	22309
2022-38-1	02.08.2022	INMO	3	25658	24558	1100	1209428	25108
2020-7919-1	04.08.2022	INMO	4	22151	21461	690	476721	21806
2020-7919-1	04.08.2022	INMO	5	22724	23111	-387	149467	22918
2020-7919-1	04.08.2022	INMO	6	22058	24452	-2394	5731236	23255
2022-39-1	08.08.2022	INMO	7	10358	10202	156	24246	10280
2022-39-1	08.08.2022	INMO	8	10367	10754	-388	150335	10560
2022-39-1	08.08.2022	INMO	9	10556	10695	-138	19119	10625
2022-1987-16	23.09.2022	JMS	10	10772	10826	-53	2849	10799
2022-1987-17	23.09.2022	JMS	11	11487	11538	-51	2620	11513
2022-1987-18	23.09.2022	JMS	12	11392	11571	-178	31741	11482
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	13	15499	16395	-896	803425	15947
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	14	15491	15360	130	16947	15426
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	15	15296	16206	-909	827154	15751

Snitt (ppm)	18813
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	10467212
n	15
$s_r = \text{ROT}(\text{Sum Diff.}^2/2n)$	591
$r = 2,8*s_r$	1654
RSD <sub>r</sub>	3,1 %

Vedleggstabell 19 Beregning av "intermediate precision" for fosforanalyser av eit utval prøvar frå alle prøvetypar ved P 214,914 nm.

Prøve	Dato	Analytiker	Antal, n	Resultat 1 (ppm)	Resultat 2 (ppm)	Diff. (ppm)	Diff.2 (ppm)	Snitt (ppm)
2022-38-1	02.08.2022	INMO	1	22853	22480	372	138734	22667
2022-38-1	02.08.2022	INMO	2	21631	23103	-1472	2166931	22367
2022-38-1	02.08.2022	INMO	3	25764	24488	1275	1626824	25126
2020-7919-1	04.08.2022	INMO	4	21904	21367	536	287628	21635
2020-7919-1	04.08.2022	INMO	5	22352	22677	-325	105840	22515
2020-7919-1	04.08.2022	INMO	6	21645	24193	-2548	6494088	22919
2022-39-1	08.08.2022	INMO	10	10210	10107	103	10586	10159
2022-39-1	08.08.2022	INMO	11	10253	10617	-365	132940	10435
2022-39-1	08.08.2022	INMO	12	10490	10572	-82	6770	10531
2022-1987-16	23.09.2022	JMS	13	10755	10747	8	62	10751
2022-1987-17	23.09.2022	JMS	14	11305	11453	-148	22008	11379
2022-1987-18	23.09.2022	JMS	15	11399	11439	-40	1602	11419
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	7	15395	16328	-933	870470	15861
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	8	15486	15249	237	56259	15368
2022-1714-9	27.09.2022	INMO	9	15113	16189	-1076	1156937	15651

Snitt (ppm)	18706
Sum Diff. <sup>2</sup> (ppm)	10994014
n	15
$s_r = \text{ROT}(\text{Sum Diff.}^2/2n)$	605
$r = 2,8 \cdot s_r$	1695
RSD <sub>r</sub>	3,2 %

## Vedlegg 3 – Riktighet

Vedleggtabell 20 viser oppnådde resultat for analyse av SLP-prøver brukte til berekning av riktighet, og Vedleggtabell 21 viser SLP-data for dei aktuelle prøvane.

Vedleggtabell 20 Oppnådde resultat for riktighetsanalyser av fosfor.

2022-38-1 (mg/kg)		2022-39-1 (mg/kg)		2022-0758-1 (mg/kg)	
P 213,618 nm	P 214,914 nm	P 213,618 nm	P 214,914 nm	P 213,618 nm	P 214,914 nm
22630	22853	11524	11490	12703	12663
22278	22480	10815	10795	12856	12820
21511	21631	10878	10873	12647	12595
25658	25764	11246	11210	12853	12841
23106	23103	10686	10581	14605	14528
24558	24488	11017	11014	12905	12853
20928	20547	11118	10952	12788	12630
22047	21801	11144	10918	13725	13503
23684	23382	13351	13203	12743	12523
21544	21349	11604	11427	12522	12395
21739	21580	10800	10609	12779	12543
24520	24336	11237	11054	12563	12402
22920	22773	10358	10210	12664	12515
22431	22421	10202	10107	12728	12607
21977	22043	10367	10253	12620	12491
21011	20998	10754	10617	12788	12623
22944	22787	10556	10490	12616	12520
24026	24039	10695	10572	12661	12518

Vedleggtabell 21 Data frå SLP for prøvar brukt i riktighetsberekningar.

	2022-38-1	2022-39-1	2022-0758-1
<b>Snitt SLP (mg/kg)</b>	21400	10300	12000
<b>uSLP</b>	1400	600	600
<b>Antal resultat i SLP</b>	19	18	114



## Vedlegg 4 – Måleusikkerheit

Vedleggtabell 22-Vedleggtabell 23 under viser berekningar av utvida måleusikkerheit for begge dei undersøkte bølgelengdene.

Vedleggtabell 22 Måleusikkerheitsberekning for P 213,618 nm.

### Analyse: BIOLAB A 120 Elementanalyser ved ICP-OES og mikrobølgeovnsopplutning

#### Element og bølgelengde: P 213,618 nm

Prøve	Resultat Nofima (%)	Eksternt resultat, $\bar{x}_{\text{middel}}$ (%)	Diff. (%)	Diff.2 (%)	Snitt (%)	Antall, n
2022-38-1	2,25	2,14	0,11	0,01	2,19	1
2022-39-1	1,12	1,03	0,09	0,01	1,07	2
2022-0758-1	1,33	1,20	0,13	0,02	1,26	3
2022-1117-1	2,09	1,94	0,15	0,02	2,01	4
2020-8247-1	2,64	2,36	0,28	0,08	2,50	5
2020-8248-1	1,92	1,78	0,14	0,02	1,85	6

n = 6

Sum diff.<sup>2</sup> = 0,15

Snitt = 1,82

Måleusikkerheit		
Nofima-		
$\bar{x}_{\text{middel}}$	%RSD $S_r$	6,25
Nofima	%RSD $S_r$	3,10
$U_{\text{Nofima-xmiddel}}$		0,11
$U_{\text{Nofima}}$		0,06
$U_c$ (+/- 2 s)		0,25
%RSD (+/- 2 s)		14

henta frå presisjon

Berekning utført (dato/sign.):

07.10.2022 INMO

