

NGU Rapport 97.054

Kvalitetssikring: Sammenligning av
dobbeldestillert ionebyttet vann og
Milli-Q vann

Rapport nr. 97.054		ISSN 0800-3416	Gradering: Åpen	
Tittel: Kvalitetssikring: Sammenligning av dobbeltdestillert ionebyttet vann og Milli-Q vann				
Forfatter: Belinda Flem		Oppdragsgiver: NGU		
Fylke:		Kommune:		
Kartbladnavn (M 1:250.000)		Kartbladnr. og -navn (M 1:50.000)		
Forekomstens navn og koordinater:		Sidetall: 34 Pris: 55 kr. Kartbilag:		
Feltarbeid utført:	Rapportdato: 20.03.97	Prosjektnr.: 022201	Ansvarlig: <i>Knut Erik Bjørli</i>	
<p>Sammendrag:</p> <p>10 prøver av dobbeltdestillert ionebyttet vann og 10 prøver av Milli-Q vann ble analysert med induktivt koblet plasma-massespektrometer, ICP-MS (Finnigan MAT Element). Gjennomsnittet av intensitetene, cps, for de 10 prøvene ble sammenlignet. En hypotesetest ble utført og det ble funnet at 53 av 98 kontrollerte isotoper har på 95 % signifikansnivå forskjellig konsentrasjon i dobbeltdestillert ionebyttet vann og Milli-Q vann. Av disse 53 er det bare isotopene As75, Cs133, Rb85, Ni60 og Au197 som har høyere konsentrasjon i Milli-Q vann enn i dobbeltdestillert ionebyttet vann.</p> <p>Det anbefales å bruke Milli-Q vann for fortynning, standardløsninger og blank ved ICP-MS analyser. Det anbefales også at det skiftes avioniseringspatron i ionebytteanlegget og at de to vannkvalitetene deretter sammenlignes igjen. Videre anbefales det at det etableres rutiner for kontroll av destillasjon / ionebytteanlegget innen kvalitetssikringssystemet til NGU-Lab.</p>				
Emneord: Vannkvalitet	HR-ICP-MS	Dobeltdestillert-ionebyttet vann		
Milli-Q vann				
		Fag rapport		

INNHold

1. FORORD / INNLEDNING	4
2. EKSPERIMENTELT	4
3. RESULTATER.....	5
4. DISKUSJON / ANBEFALINGER.....	6
REFERANSER	14

TABELLER

Tabell 1 Gjennomsnittsverdier for 10 målinger på Milli-Q vann og dobbeltdestillert-ionebyttet vann med standardavvik

Tabell 2 Differansen mellom middelverdien av intensiteten over 10 målinger med dobbeltdestillert vann og Milli-Q vann, Standardaviket til diffeansen, 95% konfidensintervall og forkastingsnivået av H_0 .

Tabell 3 Forkastingsnivå for H_0 sortert i rekkefølge. De isotopene med høyest middelverdi i Milli-Q vann er skrevet med uthevet skrift.

VEDLEGG

- A Tuning-parametere for lav, medium og high resolution
- B Måleprogram
- C Plott av $\bar{x} - \bar{y}$ med 95% konfidensintervall

1. FORORD / INNLEDNING

Det har lenge foregått en diskusjon om Milli-Q vann eller dobbeltdestillert ionebyttet vann er ekvivalente valg eller om det ene har lavere konsentrasjoner av enkelte elementer enn det andre. Det er nå på tide å gjøre en konkret undersøkelse for å få avklart dette spørsmålet siden NGU har investert i et høyopløselig ICP-MS instrument (Finnigan MAT, Element) der man kan forvente deteksjonsgrenser i ppq området. Resultatene av undersøkelsen er gitt i denne NGU rapporten for å gjøre de tilgjengelig for alle ved NGU og alle som får utført analyser ved NGU.

De to vannkvalitetene har tidligere blitt sammenlignet med induktivt koblet plasma atom emisjonsspektroskopi (ICP-AES) (Termo Jarrel Ash Corporation, USA) det ble da ikke funnet noen signifikant forskjell mellom de to vannkvalitetene. ICP-AES har typiske deteksjonsgrenser i området 0.001-0.1 µg/ml.

2. EKSPERIMENTELT

Det dobbeltdestillerte ionebyttede vannet benyttet i undersøkelsen er tatt fra kombinasjonsanlegget som står på rom 218 i laboratoriebygget. Destillasjonsenheten er en Fistream, water still fra Fisons, scientific equipment. Ionebytteren er en avioniseringspatron D0809 type «Ultrapure» (Kebo-lab) og var sist skiftet 6/11-92.

Milli-Q vannet brukt i denne undersøkelsen kommer fra anlegget på rom 322 i laboratoriebygget. Anlegget består av to ionebytter patroner, en super-C 12" karbon patron, en Organex-Q patron, et Millipak filter og et Milligard 12" prefilter. Alle filtre ble sist skiftet 17/9-96.

Vannet ble konserverert med suprapur HNO₃ til pH lik 1.0 (1000 ml målekolbe tilsettes 15 ml HNO₃ og fortynnes til merket).

ICP-MS instrumentet (Finnigan MAT-Element) ble tunet og kalibrert i henhold til prosedyre gitt av Finnigan. Tuning parameterene er gitt i vedlegg A. En standard Meinhart forstøver med tilhørende spraykammer uten vannkjøling ble brukt. Måleprogrammet (vedlegg B) ble så kjørt med prøveveksler (CETAC ASX-500). Det dobbeltdestillerte ionebyttede vannet og Milli-Q vannet ble overført til 10 målerør hver og kjørt som 20 analyser.

Gjennomsnittsverdier for intensitetene for de 10 prøvene av dobbeltdestillert ionebyttet vann og Milli-Q vann er gitt i tabell 1.

3. RESULTATER

Det er gjennomført 10 målinger med dobbeltdestillert ionebyttet vann og 10 målinger med Milli-Q vann. Middelerdiene symboliseres h.h.v \bar{x} og \bar{y} , og er gjennomsnittet av de 10 målingene. Matematisk kan middelerdien for dobbeltdestillert ionebyttet vann uttrykkes som:

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_{10}}{10} = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} x_i$$

Standardavviket gitt i tabell 1 er beregnet etter formelen:

$$\sigma_x = \sqrt{\frac{(x_1 - \bar{x})^2 + \dots + (x_{10} - \bar{x})^2}{10 - 1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

I tabell 2 er differansen mellom middelerdien av intensiteten for dobbeltdestillert ionebyttet vann og middelerdien for Milli-Q vann gitt sammen med standardavviket for differansen. Variansen for differansen kan uttrykkes som:

$$\begin{aligned} \text{var}(\bar{x} - \bar{y}) &= \text{var}(\bar{x}) + \text{var}(\bar{y}) \\ &= \text{var}\left(\sum \frac{x_i}{10}\right) + \text{var}\left(\sum \frac{y_i}{10}\right) \\ &= \frac{1}{10^2} \text{var}\left(\sum x_i\right) + \frac{1}{10^2} \text{var}\left(\sum y_i\right) \\ &= \frac{1}{10^2} 10\sigma_x^2 + \frac{1}{10^2} 10\sigma_y^2 \\ &= \frac{1}{10} (\sigma_x^2 + \sigma_y^2) \end{aligned}$$

Standardavviket for differansen kan da skrives som:

$$\sigma_{\bar{x}-\bar{y}} = \sqrt{\frac{\sigma_x^2 + \sigma_y^2}{10}}$$

Det ble totalt kjørt 20 målinger, men vi har beregnet to middelerdier d.v.s vi har 18 frihetsgrader.

En naturlig testobservator er her differansen mellom middelerdiene. Null-hypotesen kan settes opp som:

$$H_0: \bar{x} - \bar{y} = 0$$

$$H_1: \bar{x} - \bar{y} \neq 0$$

Vi forkaster H_0 dersom $t_0 > t_{\alpha/2, 18}$, hvor test observatoren t_0 kan uttrykkes som:

$$t_0 = \frac{\bar{x} - \bar{y}}{\sigma_{\bar{x}-\bar{y}}}$$

og er student-t fordelt med $\nu = 10 + 10 - 2$ frihetsgrader

$t_{0.025, 18}$ finnes i student t- fordelingen og er lik 2.10, Box et al. (1978)

I tabell 2 er 95 % konfidensintervall for differansen i middelerdi for 10 malinge av dobbeltdestillert ionebyttet vann og Milli-Q vann for alle isotoper som inngikk i analysen gitt. I vedlegg C er disse fremstilt grafisk

I tabell 3 er isotopene sortert etter forkastingsnivå. De isotopene med høyest middelerdi i Milli-Q vann er skrevet med fet skrift..

4. DISKUSJON / ANBEFALINGER

Man kan utfra tabell 3 trekke den konklusjon at det er en signifikant forskjell mellom Milli-Q vann og dobbeltdestillert ionebyttet vann produsert ved NGU lab for flere elementer. Av 53 isotoper som har et forkastningsnivå for H_0 på mer enn 95% er det bare 5 isotoper (As75, Cs133, Rb85, Ni60, Au197) som har en høyere konsentrasjon i Milli-Q vann enn i dobbeltdestillert ionebyttet vann

For prøver som skal kjøres på ICP-MS anbefales det derfor å bruke Milli-Q vann til fortykning, standardløsninger og blank.

Det er mulig at det vil bedre kvaliteten på det dobbeltdestillerte ionebyttede vannet dersom avioniseringspatronen byttes. Det anbefales derfor at denne skiftes snarest, og at det utføres en ny sammenligning av de to vann kvalitetene.

Det anbefales også at det etableres rutine for oppfølging av dette innen kvalitetssikringssystemet ved NGU-lab. Ved Milli-Q anlegget finnes det kontrollrutiner.

Tabell 1 Gjennomsnittsverdier for 10 målinger på Milli -Q vann og dobbeltdestillert-ionebyttet vann med standardavvik.

Isotop	Milli-Q vann		Destillert-ionebyttet vann	
	Intensity AVG [cps]	σ_x [cps]	Intensity AVG [cps]	σ_y [cps]
Li7(LR)	19289.69	1332.34	23663.63	2956.72
Be9(LR)	5.7	5.90	6.98	6.04
Na23(LR)	1661553.35	450890.19	1837122.49	486190.30
Mg24(LR)	5682.96	3924.79	27758.65	8666.25
Al27(LR)	9288.65	3916.22	24371.95	5538.74
Sc45(LR)	3132.58	205.70	5178.03	389.26
Ti47(LR)	4775.97	324.32	4980.36	425.21
V51(LR)	435.75	40.23	516.08	52.96
Cr52(LR)	37909.59	1324.32	44173.43	1537.80
Mn55(LR)	4450.98	356.16	5407.6	321.91
Ni60(LR)	18109.55	208.40	17588.94	539.36
Ga71(LR)	14.48	4.85	21.39	4.38
Ge73(LR)	36.94	7.07	35.64	5.46
As75(LR)	2212.67	62.22	2000.9	96.10
Se77(LR)	1639.34	52.34	1655.91	71.44
Se82(LR)	201.68	47.47	227.75	48.75
Rb85(LR)	402.13	114.98	270.25	39.08
Sr86(LR)	381.76	27.99	585.09	104.19
Sr88(LR)	474.01	126.88	2073.76	979.85
Y89(LR)	128.32	125.47	71	12.55
Zr90(LR)	216.84	50.37	747.15	24.63
Zr91(LR)	56.35	16.40	175.49	15.61
Mo95(LR)	15.68	6.51	28.58	7.88
Mo97(LR)	10.47	4.44	16.93	6.67
Ru99(LR)	2.12	2.40	3.02	1.99
Rh103(LR)	29.54	8.15	42.08	7.04
Pd105(LR)	55.17	5.94	62.66	11.11
Ag107(LR)	27.3	11.84	25.54	9.71
Ag109(LR)	20.08	11.59	18.38	6.72
Cd111(LR)	17.35	8.75	56.16	11.68
Cd114(LR)	369.41	33.50	530.08	56.60
In113(LR)	37.96	12.39	75.51	11.86
In115(LR)	560.93	22.23	631.04	59.60
Sn117(LR)	3464.65	75.37	4322.52	472.10
Sn118(LR)	10973.76	291.09	13692.82	1451.09
Sb121(LR)	34.33	28.98	110.67	19.56
Sb123(LR)	22.34	20.12	81.25	14.22
Te125(LR)	0.33	0.59	0.59	0.80
Cs133(LR)	47.3	9.63	29.25	6.92
Ba135(LR)	191.85	165.84	601.25	500.36
Ba137(LR)	330.92	296.10	978.08	848.43

Isotop	Milli-Q vann		Destillert-ionebyttet vann	
	Intensity AVG [cps]	σ_x [cps]	Intensity AVG [cps]	σ_y [cps]
La139(LR)	54.19	48.43	93.58	22.61
Ce140(LR)	91.92	111.44	142.59	44.95
Pr141(LR)	10.87	11.60	17.22	8.98
Nd143(LR)	12.55	12.51	9.87	4.31
Nd146(LR)	11.41	11.92	13.14	5.04
Sm147(LR)	0.74	0.82	2.2	1.83
Sm149(LR)	0.44	0.47	1.83	1.06
Sm152(LR)	9.15	4.43	16.11	5.25
Eu151(LR)	7.3	3.54	11.55	5.87
Eu153(LR)	19.28	4.64	25.07	7.68
Gd157(LR)	8.55	3.47	12.67	4.38
Gd158(LR)	3.91	2.93	5.27	1.98
Tb159(LR)	3.42	2.47	3.17	1.58
Dy161(LR)	2.2	2.70	3.76	2.22
Dy163(LR)	1.07	1.65	3.2	1.70
Dy164(LR)	1.83	2.51	5.46	2.66
Ho165(LR)	1	1.03	3.68	1.60
Er166(LR)	0.99	1.61	1.52	1.42
Er167(LR)	0.25	0.57	2.27	1.58
Tm169(LR)	0.56	1.00	0.52	0.62
Yb172(LR)	0.89	1.18	1.6	1.08
Yb173(LR)	0.55	0.92	1.82	1.72
Yb174(LR)	0.68	0.85	1.56	1.61
Lu175(LR)	9.21	2.95	9.78	3.13
Hf177(LR)	6.6	4.43	11.19	3.62
Hf178(LR)	7.94	4.68	19.71	6.50
Ta181(LR)	13.52	5.01	14.4	2.68
W182(LR)	4.73	3.63	40.66	27.21
W183(LR)	3.11	1.84	20.98	11.73
Re185(LR)	0.16	0.34	0	0.00
Re187(LR)	0.08	0.25	0.24	0.39
Ir193(LR)	0.21	0.34	0.86	0.80
Pt194(LR)	2.33	1.48	1.53	1.14
Pt195(LR)	0.15	0.47	0.68	0.87
Au197(LR)	30.79	6.73	23.52	5.85
Tl203(LR)	61.16	8.20	74.49	12.12
Tl205(LR)	207.92	22.56	237	34.20
Pb207(LR)	986.5	753.53	717.92	505.07
Pb208(LR)	2343.37	1780.32	1765.34	1236.55
Bi209(LR)	41.61	47.31	27.55	24.83
Th232(LR)	18.55	7.42	44	19.93
U238(LR)	10.63	7.06	21.54	7.36
Li7(MR)	0.66	2.09	0	0.00
Si28(MR)	13719.79	2703.28	82774.61	60227.33
P31(MR)	790.54	47.32	934.29	65.75

Isotop	Milli-Q vann		Destillert-ionebyttet vann	
	Intensity AVG [cps]	σ_x [cps]	Intensity AVG [cps]	σ_y [cps]
S32(MR)	4705.76	542.94	8828.37	7851.87
K39(MR)	15216.56	7486.45	82236.05	110340.73
K41(MR)	0	0.00	0.16	0.34
Ca40(MR)	0.68	1.02	0.28	0.45
Ca44(MR)	254.94	81.19	1817.09	2600.70
Fe56(MR)	1316.17	1283.99	3735.51	903.42
Co59(MR)	6.74	3.58	21.75	9.73
Zn64(MR)	112.82	63.64	169.15	52.63
Zn66(MR)	0.1	0.32	0.08	0.25
Zn68(MR)	0.16	0.34	0.25	0.57
As75(MR)	0.17	0.54	0.65	1.15
Nb93(MR)	0.39	0.67	0.81	1.18
Os189(MR)	0.36	0.76	0	0.00
Fe54(HR)	0.19	0.26	0.19	0.36
Fe56(HR)	0.79	0.74	0.79	0.60
As75(HR)	0.11	0.24	0	0.00

Tabell 2 Differansen mellom middelveiden av intensiteten over 10 målinger med Dobbeldestillert vann og Milli-Q vann, Standardaviket til differansen, 95% konfidensintervall og forkastingsnivået av H_0 .

Isotop	$\bar{x} - \bar{y}$ [cps]	$\sigma_{\bar{x}-\bar{y}}$ [cps]	$t_{0.025,18} \cdot \sigma_{\bar{x}-\bar{y}}$	t_0	Forkastingsnivå [%]
Li7(LR)	4373.94	1025.54	2153.63	4.265	99.95
Be9(LR)	1.28	2.67	5.61	0.480	36.27
Na23(LR)	175569.14	209686.19	440340.99	0.837	58.66
Mg24(LR)	22075.69	3008.45	6317.75	7.338	100.00
Al27(LR)	15083.3	2145.10	4504.70	7.032	100.00
Sc45(LR)	2045.45	139.23	292.38	14.692	100.00
Ti47(LR)	204.39	169.11	355.14	1.209	75.75
V51(LR)	80.33	21.03	44.17	3.819	99.87
Cr52(LR)	6263.84	641.77	1347.71	9.760	100.00
Mn55(LR)	956.62	151.81	318.81	6.301	100.00
Ni60(LR)	-520.61	182.85	383.99	2.847	98.93
Ga71(LR)	6.91	2.07	4.34	3.346	99.64
Ge73(LR)	-1.3	2.82	5.93	0.460	34.92
As75(LR)	-211.77	36.20	76.03	5.849	100.00
Se77(LR)	16.57	28.00	58.81	0.592	43.86
Se82(LR)	26.07	21.52	45.19	1.212	75.87
Rb85(LR)	-131.88	38.40	80.65	3.434	99.70
Sr86(LR)	203.33	34.12	71.64	5.960	100.00
Sr88(LR)	1599.75	312.44	656.13	5.120	99.99
Y89(LR)	-57.32	39.87	83.74	1.438	83.23
Zr90(LR)	530.31	17.73	37.24	29.908	100.00
Zr91(LR)	119.14	7.16	15.04	16.640	100.00
Mo95(LR)	12.9	3.23	6.79	3.991	99.91
Mo97(LR)	6.46	2.53	5.32	2.549	97.98
Ru99(LR)	0.9	0.99	2.07	0.914	62.70
Rh103(LR)	12.54	3.40	7.15	3.683	99.83
Pd105(LR)	7.49	3.98	8.37	1.880	92.36
Ag107(LR)	-1.76	4.84	10.17	0.363	27.95
Ag109(LR)	-1.7	4.24	8.90	0.401	30.70
Cd111(LR)	38.81	4.61	9.69	8.410	100.00
Cd114(LR)	160.67	20.80	43.68	7.725	100.00
In113(LR)	37.55	5.43	11.39	6.921	100.00
In115(LR)	70.11	20.12	42.25	3.485	99.74
Sn117(LR)	857.87	151.18	317.48	5.674	100.00
Sn118(LR)	2719.06	468.02	982.83	5.810	100.00
Sb121(LR)	76.34	11.06	23.22	6.905	100.00
Sb123(LR)	58.91	7.79	16.36	7.561	100.00
Te125(LR)	0.26	0.31	0.66	0.826	58.06
Cs133(LR)	-18.05	3.75	7.87	4.815	99.99
Ba135(LR)	409.4	166.69	350.05	2.456	97.56
Ba137(LR)	647.16	284.17	596.75	2.277	96.48

Isotop	$\bar{x} - \bar{y}$ [cps]	$\sigma_{\bar{x}-\bar{y}}$ [cps]	$t_{0.025,18} \cdot \sigma_{\bar{x}-\bar{y}}$	t_0	Forkastings- nivå [%]
La139(LR)	39.39	16.90	35.49	2.330	96.84
Ce140(LR)	50.67	38.00	79.80	1.333	80.10
Pr141(LR)	6.35	4.64	9.74	1.369	81.22
Nd143(LR)	-2.68	4.19	8.79	0.640	46.99
Nd146(LR)	1.73	4.09	8.59	0.423	32.26
Sm147(LR)	1.46	0.63	1.33	2.301	96.64
Sm149(LR)	1.39	0.37	0.77	3.787	99.87
Sm152(LR)	6.96	2.17	4.56	3.203	99.51
Eu151(LR)	4.25	2.17	4.55	1.960	93.44
Eu153(LR)	5.79	2.84	5.96	2.041	94.38
Gd157(LR)	4.12	1.77	3.71	2.333	96.86
Gd158(LR)	1.36	1.12	2.35	1.214	75.97
Tb159(LR)	-0.25	0.93	1.95	0.269	20.92
Dy161(LR)	1.56	1.10	2.32	1.414	82.55
Dy163(LR)	2.13	0.75	1.57	2.843	98.92
Dy164(LR)	3.63	1.16	2.43	3.141	99.44
Ho165(LR)	2.68	0.60	1.26	4.450	99.97
Er166(LR)	0.53	0.68	1.43	0.780	55.42
Er167(LR)	2.02	0.53	1.12	3.803	99.87
Tm169(LR)	-0.04	0.37	0.78	0.108	8.45
Yb172(LR)	0.71	0.51	1.06	1.403	82.24
Yb173(LR)	1.27	0.62	1.30	2.057	94.55
Yb174(LR)	0.88	0.58	1.21	1.525	85.53
Lu175(LR)	0.57	1.36	2.86	0.419	31.99
Hf177(LR)	4.59	1.81	3.80	2.537	97.94
Hf178(LR)	11.77	2.53	5.32	4.644	99.98
Ta181(LR)	0.88	1.80	3.77	0.490	36.98
W182(LR)	35.93	8.68	18.23	4.140	99.94
W183(LR)	17.87	3.75	7.89	4.759	99.98
Re185(LR)	-0.16	0.11	0.22	1.500	84.90
Re187(LR)	0.16	0.15	0.31	1.095	71.22
Ir193(LR)	0.65	0.28	0.58	2.362	97.04
Pt194(LR)	-0.8	0.59	1.24	1.357	80.83
Pt195(LR)	0.53	0.31	0.66	1.693	89.23
Au197(LR)	-7.27	2.82	5.92	2.580	98.11
Tl203(LR)	13.33	4.63	9.72	2.880	99.00
Tl205(LR)	29.08	12.96	27.21	2.245	96.24
Pb207(LR)	-268.58	286.86	602.41	0.936	63.85
Pb208(LR)	-578.03	685.46	1439.47	0.843	58.99
Bi209(LR)	-14.06	16.89	35.48	0.832	58.38
Th232(LR)	25.45	6.72	14.12	3.785	99.86
U238(LR)	10.91	3.23	6.77	3.382	99.67
Li7(MR)	-0.66	0.66	1.39	1.000	66.94
Si28(MR)	69054.82	19064.73	40035.93	3.622	99.81
P31(MR)	143.75	25.62	53.80	5.612	100.00
S32(MR)	4122.61	2488.91	5226.71	1.656	88.50

Isotop	$\bar{x} - \bar{y}$ [cps]	$\sigma_{\bar{x}-\bar{y}}$ [cps]	$t_{0.025,18} \cdot \sigma_{\bar{x}-\bar{y}}$	t_0	Forkastings- nivå [%]
K39(MR)	67019.49	34973.02	73443.35	1.916	92.87
K41(MR)	0.16	0.11	0.22	1.500	84.90
Ca40(MR)	-0.4	0.35	0.74	1.131	72.72
Ca44(MR)	1562.15	822.81	1727.91	1.899	92.62
Fe56(MR)	2419.34	496.47	1042.58	4.873	99.99
Co59(MR)	15.01	3.28	6.88	4.578	99.98
Zn64(MR)	56.33	26.12	54.84	2.157	95.52
Zn66(MR)	-0.02	0.13	0.27	0.156	12.24
Zn68(MR)	0.09	0.21	0.44	0.431	32.82
As75(MR)	0.48	0.40	0.84	1.200	75.42
Nb93(MR)	0.42	0.43	0.90	0.977	65.84
Os189(MR)	-0.36	0.24	0.50	1.497	84.83
Fe54(HR)	0	0.14	0.30	0.000	0.00
Fe56(HR)	0	0.30	0.63	0.000	0.00
As75(HR)	-0.11	0.08	0.16	1.435	83.15

Tabell 3 Forkastingsnivå for H_0 sortert i rekkefølge. De isotopene med høyest middelverdi i Milli-Q vann er skrevet med uthevet skrift.

Isotop	%	Isotop	%	Isotop	%	Isotop	%	Isotop	%
Zr90(LR)	100.00	Ho165(LR)	99.97	Ir193(LR)	97.04	Pr141(LR)	81.22	Zn68(MR)	32.82
Zr91(LR)	100.00	Li7(LR)	99.95	Gd157(LR)	96.86	Pt194(LR)	80.83	Nd146(LR)	32.26
Sc45(LR)	100.00	W182(LR)	99.94	La139(LR)	96.84	Ce140(LR)	80.10	Lu175(LR)	31.99
Cr52(LR)	100.00	Mo95(LR)	99.91	Sm147(LR)	96.64	Gd158(LR)	75.97	Ag109(LR)	30.70
Cd111(LR)	100.00	V51(LR)	99.87	Ba137(LR)	96.48	Se82(LR)	75.87	Ag107(LR)	27.95
Cd114(LR)	100.00	Er167(LR)	99.87	Ti205(LR)	96.24	Ti47(LR)	75.75	Tb159(LR)	20.92
Sb123(LR)	100.00	Sm149(LR)	99.87	Zn64(MR)	95.52	As75(MR)	75.42	Zn66(MR)	12.24
Mg24(LR)	100.00	Th232(LR)	99.86	Yb173(LR)	94.55	Ca40(MR)	72.72	Tm169(LR)	8.45
Al27(LR)	100.00	Rh103(LR)	99.83	Eu153(LR)	94.38	Re187(LR)	71.22	Fe54(HR)	0.00
In113(LR)	100.00	Si28(MR)	99.81	Eu151(LR)	93.44	Li7(MR)	66.94	Fe56(HR)	0.00
Sb121(LR)	100.00	In115(LR)	99.74	K39(MR)	92.87	Nb93(MR)	65.84		
Mn55(LR)	100.00	Rb85(LR)	99.70	Ca44(MR)	92.62	Pb207(LR)	63.85		
Sr86(LR)	100.00	U238(LR)	99.67	Pd105(LR)	92.36	Ru99(LR)	62.70		
As75(LR)	100.00	Ga71(LR)	99.64	Pt195(LR)	89.23	Pb208(LR)	58.99		
Sn118(LR)	100.00	Sm152(LR)	99.51	S32(MR)	88.50	Na23(LR)	58.66		
Sn117(LR)	100.00	Dy164(LR)	99.44	Yb174(LR)	85.53	Bi209(LR)	58.38		
P31(MR)	100.00	Ti203(LR)	99.00	Re185(LR)	84.90	Te125(LR)	58.06		
Sr88(LR)	99.99	Ni60(LR)	98.93	K41(MR)	84.90	Er166(LR)	55.42		
Fe56(MR)	99.99	Dy163(LR)	98.92	Os189(MR)	84.83	Nd143(LR)	46.99		
Cs133(LR)	99.99	Au197(LR)	98.11	Y89(LR)	83.23	Se77(LR)	43.86		
W183(LR)	99.98	Mo97(LR)	97.98	As75(HR)	83.15	Ta181(LR)	36.98		
Hf178(LR)	99.98	Hf177(LR)	97.94	Dy161(LR)	82.55	Be9(LR)	36.27		
Co59(MR)	99.98	Ba135(LR)	97.56	Yb172(LR)	82.24	Ge73(LR)	34.92		

REFERANSER

George E.P. Box, William G. Hunter and J. Stuart Hunter «Statistics for Experimenters», John Wiley & Sons, 1978

VEDLEGG A

TUNING PARAMETERE

Directory Filename	C:\element\user\element\idsc\ tune_141296.tpf	
Parameter	Value	Unit
Resolution	Low	
Focus offset	20.02	%
UaUb	0.143	%
Cool gas	13.40	l/min
Aux gas	1.02	l/min
Sample gas	0.71	l/min
Additional	0.00	l/min
Plasma power	1350	Watt
Extraction	-2000.0	V
Focus	-895.5	V
X-Deflection	-19.20	V
Y-Deflection	6.17	V
Shape	174.44	V
Rotation quadrupol 1	-1.34	V
Rotation quadrupol 2	0.35	V
Focus quadrupol 1	-13.60	V
Focus quadrupol 2	4.44	V
MATSUDA-Plate	59.03	V
SEM-Deflection	103.90	V
SEM	2114.5	V
Analog Correction	156.2	????

Directory Filename	C:\element\user\element\idsc\ tune_141296.tpf	
Parameter	Value	Unit
Resolution	Medium	
Focus offset	20.02	%
UaUb	0.143	%
Cool gas	13.40	l/min
Aux gas	0.80	l/min
Sample gas	0.74	l/min
Additional	0.00	l/min
Plasma power	1360	Watt
Extraction	-2000.0	V
Focus	-900.0	V
X-Deflection	-20.00	V
Y-Deflection	7.00	V
Shape	190.00	V
Rotation quadrupol 1	-11.34	V
Rotation quadrupol 2	-8.52	V
Focus quadrupol 1	-2.18	V
Focus quadrupol 2	-3.50	V
MATSUDA-Plate	50.22	V
SEM-Deflection	103.90	V
SEM	2326.0	V
Analog Correction	156.2	????



ELEMENT HR-ICP MASS SPECTROMETER

Directory Filename	C:\element\user\element\idsc\ tune_141296.tpf	
Parameter	Value	Unit
Resolution	High	
Focus offset	20.02	%
UaUb	0.143	%
Cool gas	13.40	l/min
Aux gas	0.80	l/min
Sample gas	0.80	l/min
Additional	0.00	l/min
Plasma power	1360	Watt
Extraction	-2000.0	V
Focus	-900.0	V
X-Deflection	-21.00	V
Y-Deflection	7.00	V
Shape	190.00	V
Rotation quadrupol 1	-5.71	V
Rotation quadrupol 2	-8.81	V
Focus quadrupol 1	-0.63	V
Focus quadrupol 2	-8.06	V
MATSUDA-Plate	50.22	V
SEM-Deflection	103.90	V
SEM	2326.0	V
Analog Correction	156.2	????

VEDLEGG B

MÅLEPROGRAM

Runs/Passes (Meas.) : 3 * 5 + 3 * 5 + 3 * 10
 Runs/Passes (Eval.) : 3 * 5 + 3 * 5 + 3 * 10
 Resol. Idle Time [sec] : 2 , 2 , 2

Resolution	Isotope	Accurate Mass	Mass Window	Mass Range	Magnet Mass	Scan Type	Segment Duration	Settling Time	Sample Time	Samples per Peak	Detection Mode	Internal Standard	Integration Type	Search Window	Integration Window	Regression Type
Low	1 Li7	7.0160	150	6.998 - 7.034	7.016	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	2 Be9	9.0122	150	8.990 - 9.035	9.012	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	3 Na23	22.9898	150	22.932 - 23.047	22.990	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Analog		Average	60	80	Linear
	4 Mg24	23.9850	150	23.925 - 24.045	22.990	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	5 Al27	26.9815	150	26.914 - 27.049	26.982	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	6 Sc45	44.9559	150	44.844 - 45.068	44.956	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	7 Ti47	46.9518	150	46.834 - 47.069	44.956	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	8 V51	50.9440	150	50.817 - 51.071	44.956	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	9 Cr52	51.9405	150	51.811 - 52.070	51.941	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	10 Mn55	54.9380	150	54.801 - 55.075	51.941	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	11 Ni60	59.9308	150	59.781 - 60.081	59.931	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	12 Ga71	70.9247	150	70.747 - 71.102	70.925	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	13 Ge73	72.9235	150	72.741 - 73.106	70.925	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	14 As75	74.9216	150	74.734 - 75.109	70.925	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	15 Se77	76.9199	150	76.728 - 77.112	70.925	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	16 Se82	81.9167	150	81.712 - 82.122	81.917	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	17 Rb85	84.9118	150	84.700 - 85.124	81.917	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	18 Sr86	85.9093	150	85.695 - 86.124	81.917	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	19 Sr88	87.9056	150	87.686 - 88.125	81.917	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	20 Y89	88.9059	150	88.684 - 89.128	81.917	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	21 Zr90	89.9047	150	89.680 - 90.129	81.917	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	22 Zr91	90.9056	150	90.678 - 91.133	81.917	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	23 Mo95	94.9058	150	94.669 - 95.143	94.906	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	24 Mo97	96.9060	150	96.664 - 97.148	94.906	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	25 Ru99	98.9059	150	98.659 - 99.153	94.906	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	26 Rh103	102.9055	150	102.648 - 103.163	94.906	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	27 Pd105	104.9051	150	104.643 - 105.167	94.906	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	28 Ag107	106.9051	150	106.638 - 107.172	94.906	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	29 Ag109	108.9048	150	108.632 - 109.177	94.906	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	30 Cd111	110.9042	150	110.627 - 111.181	110.904	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	31 Cd114	113.9034	150	113.619 - 114.188	110.904	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	32 In113	112.9041	150	112.622 - 113.186	110.904	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	33 In115	114.9039	150	114.617 - 115.191	110.904	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	34 Sn117	116.9030	150	116.611 - 117.195	110.904	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	35 Sn118	117.9016	150	117.607 - 118.196	110.904	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	36 Sb121	120.9038	150	120.602 - 121.206	110.904	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	37 Sb123	122.9042	150	122.597 - 123.211	110.904	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	38 Te125	124.9044	150	124.592 - 125.217	110.904	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	39 Cs133	132.9054	150	132.573 - 133.238	132.905	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	40 Ba135	134.9057	150	134.568 - 135.243	132.905	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	41 Ba137	136.9058	150	136.564 - 137.248	132.905	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	42 La139	138.9064	150	138.559 - 139.254	132.905	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	43 Ce140	139.9054	150	139.556 - 140.255	132.905	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	44 Pr141	140.9077	150	140.555 - 141.260	132.905	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	45 Nd143	142.9098	150	142.553 - 143.267	132.905	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	46 Nd146	145.9131	150	145.548 - 146.278	132.905	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	47 Sm147	146.9149	150	146.548 - 147.282	132.905	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	48 Sm149	148.9172	150	148.545 - 149.289	132.905	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	49 Sm152	151.9197	150	151.540 - 152.300	132.905	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	50 Eu151	150.9199	150	150.543 - 151.297	132.905	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	51 Eu153	152.9212	150	152.539 - 153.304	152.921	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear

Runs/Passes (Meas.) : 3 * 5 + 3 * 5 + 3 * 10
 Runs/Passes (Eval.) : 3 * 5 + 3 * 5 + 3 * 10
 Resol. Idle Time [sec] : 2, 2, 2

Resolution	Isotope	Accurate Mass	Mass Window	Mass Range	Magnet Mass	Scan Type	Segment Duration	Settling Time	Sample Time	Samples per Peak	Detection Mode	Internal Standard	Integration Type	Search Window	Integration Window	Regression Type
	52 Gd157	156.9240	150	156.532 - 157.316	152.921	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	53 Gd158	157.9241	150	157.529 - 158.319	152.921	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	54 Tb159	158.9254	150	158.528 - 159.323	152.921	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	55 Dy161	160.9269	150	160.525 - 161.329	152.921	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	56 Dy163	162.9287	150	162.521 - 163.336	152.921	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	57 Dy164	163.9292	150	163.519 - 164.339	152.921	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	58 Ho165	164.9303	150	164.518 - 165.345	152.921	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	59 Er166	165.9303	150	165.515 - 166.345	152.921	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	60 Er167	166.9321	150	166.515 - 167.349	152.921	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	61 Tm169	168.9342	150	168.512 - 169.357	152.921	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	62 Yb172	171.9364	150	171.507 - 172.366	152.921	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	63 Yb173	172.9382	150	172.506 - 173.371	152.921	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	64 Yb174	173.9389	150	173.504 - 174.374	152.921	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	65 Lu175	174.9408	150	174.503 - 175.378	152.921	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	66 Hf177	176.9432	150	176.501 - 177.386	176.943	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	67 Hf178	177.9437	150	177.499 - 178.389	176.943	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	68 Ta181	180.9480	150	180.496 - 181.400	176.943	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	69 W182	181.9482	150	181.493 - 182.403	176.943	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	70 W183	182.9502	150	182.493 - 183.408	176.943	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	71 Re185	184.9530	150	184.491 - 185.415	176.943	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	72 Re187	186.9558	150	186.488 - 187.423	176.943	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	73 Ir193	192.9629	150	192.481 - 193.445	176.943	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	74 Pt194	193.9627	150	193.478 - 194.448	176.943	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	75 Pt195	194.9648	150	194.477 - 195.452	176.943	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	76 Au197	196.9666	150	196.474 - 197.459	176.943	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	77 Ti203	202.9723	150	202.465 - 203.480	176.943	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	78 Ti205	204.9744	150	204.462 - 205.487	204.974	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	79 Pb207	206.9759	150	206.458 - 207.493	204.974	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	80 Pb208	207.9766	150	207.457 - 208.497	204.974	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	81 Bi209	208.9804	150	208.458 - 209.503	204.974	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	82 Th232	232.0381	150	231.458 - 232.618	204.974	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	83 U238	238.0508	150	237.456 - 238.646	238.051	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear

Medium

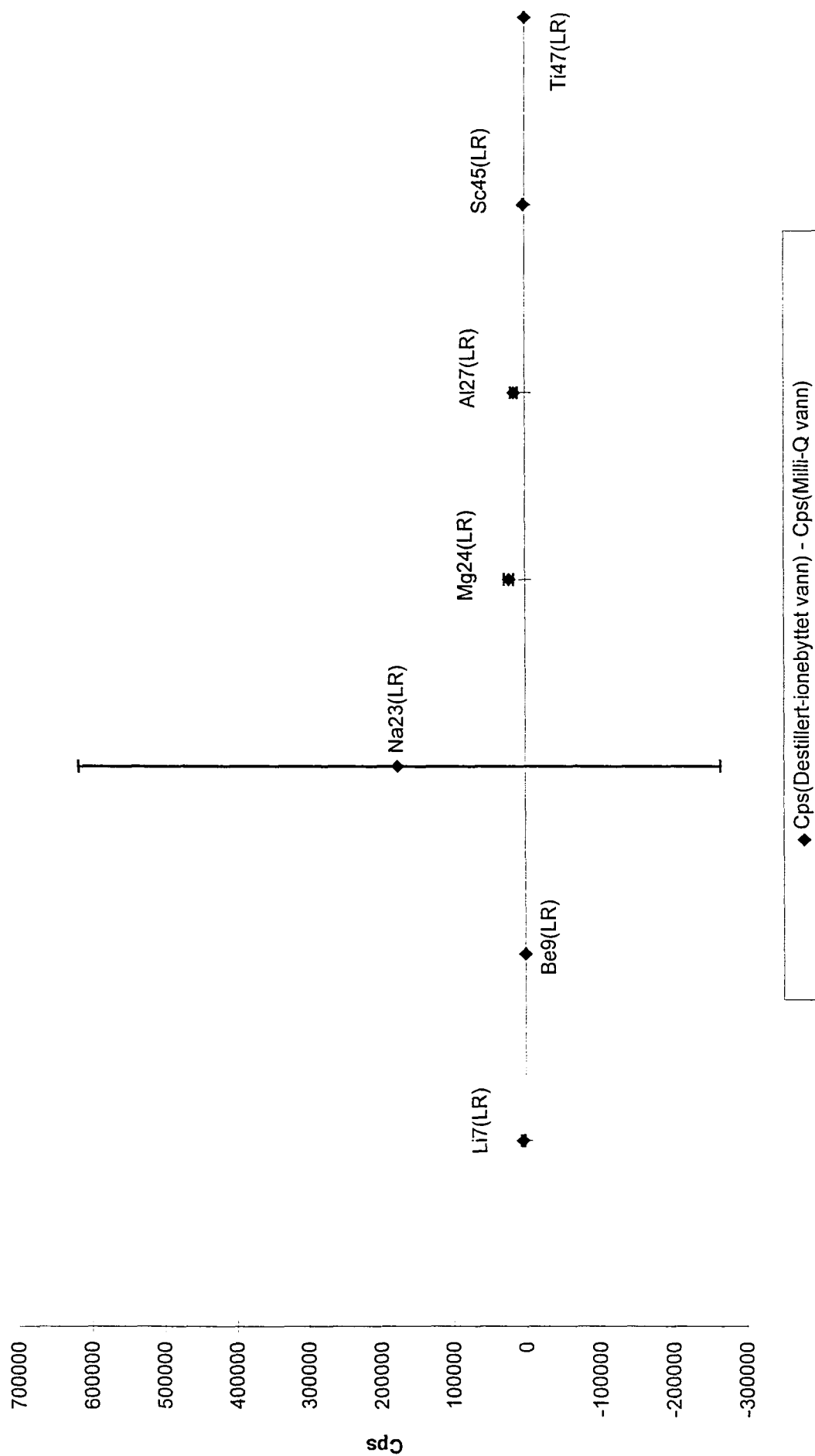
1 Li7	7.0160	30	7.016 - 7.016	7.016	EScan	0.015	0.300	0.0050	10	Counting		Average	60	80	Linear
2 Si28	27.9769	150	27.970 - 27.984	27.977	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Both		Average	60	80	Linear
3 P31	30.9738	150	30.966 - 30.982	27.977	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
4 S32	31.9721	150	31.964 - 31.980	27.977	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Both		Average	60	80	Linear
5 K39	38.9637	150	38.954 - 38.973	38.964	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
6 K41	40.9618	150	40.952 - 40.972	38.964	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
7 Ca40	39.9626	150	39.953 - 39.973	38.964	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
8 Ca44	43.9555	150	43.944 - 43.966	38.964	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
9 Fe56	55.9349	150	55.921 - 55.949	55.935	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
10 Co59	58.9332	150	58.918 - 58.948	55.935	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
11 Zn64	63.9291	150	63.913 - 63.945	55.935	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
12 Zn66	65.9260	150	65.910 - 65.943	65.926	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
13 Zn68	67.9248	300	67.891 - 67.959	65.926	EScan	0.300	0.001	0.0050	20	Counting		Average	60	80	Linear
14 As75	74.9216	150	74.903 - 74.940	65.926	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
15 Nb93	92.9064	150	92.883 - 92.930	92.906	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
16 Os189	188.9582	150	188.911 - 189.005	188.958	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear

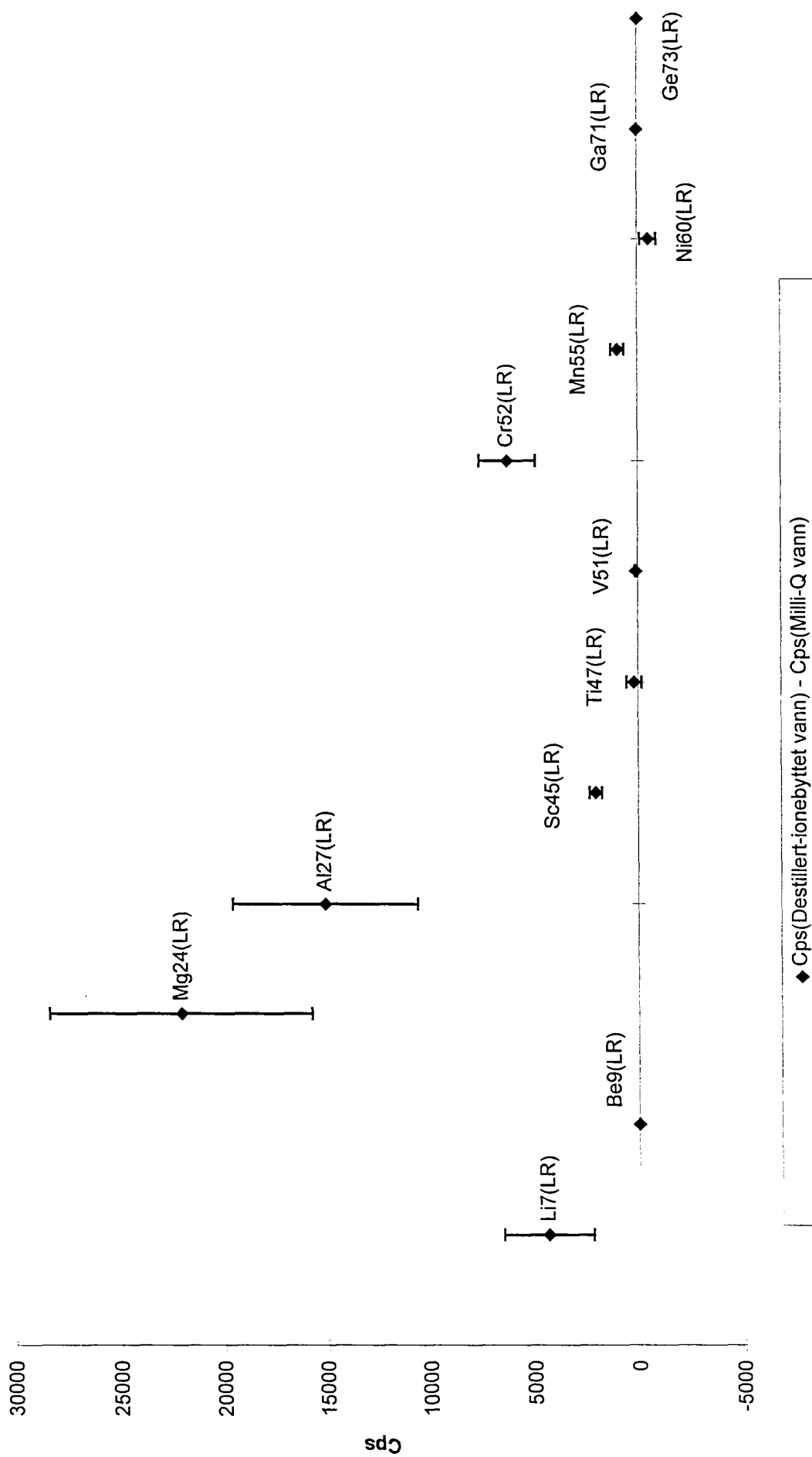
Runs/Passes (Meas.) : 3 * 5 + 3 * 5 + 3 * 10
 Runs/Passes (Eval.) : 3 * 5 + 3 * 5 + 3 * 10
 Resol. Idle Time [sec] : 2 , 2 , 2

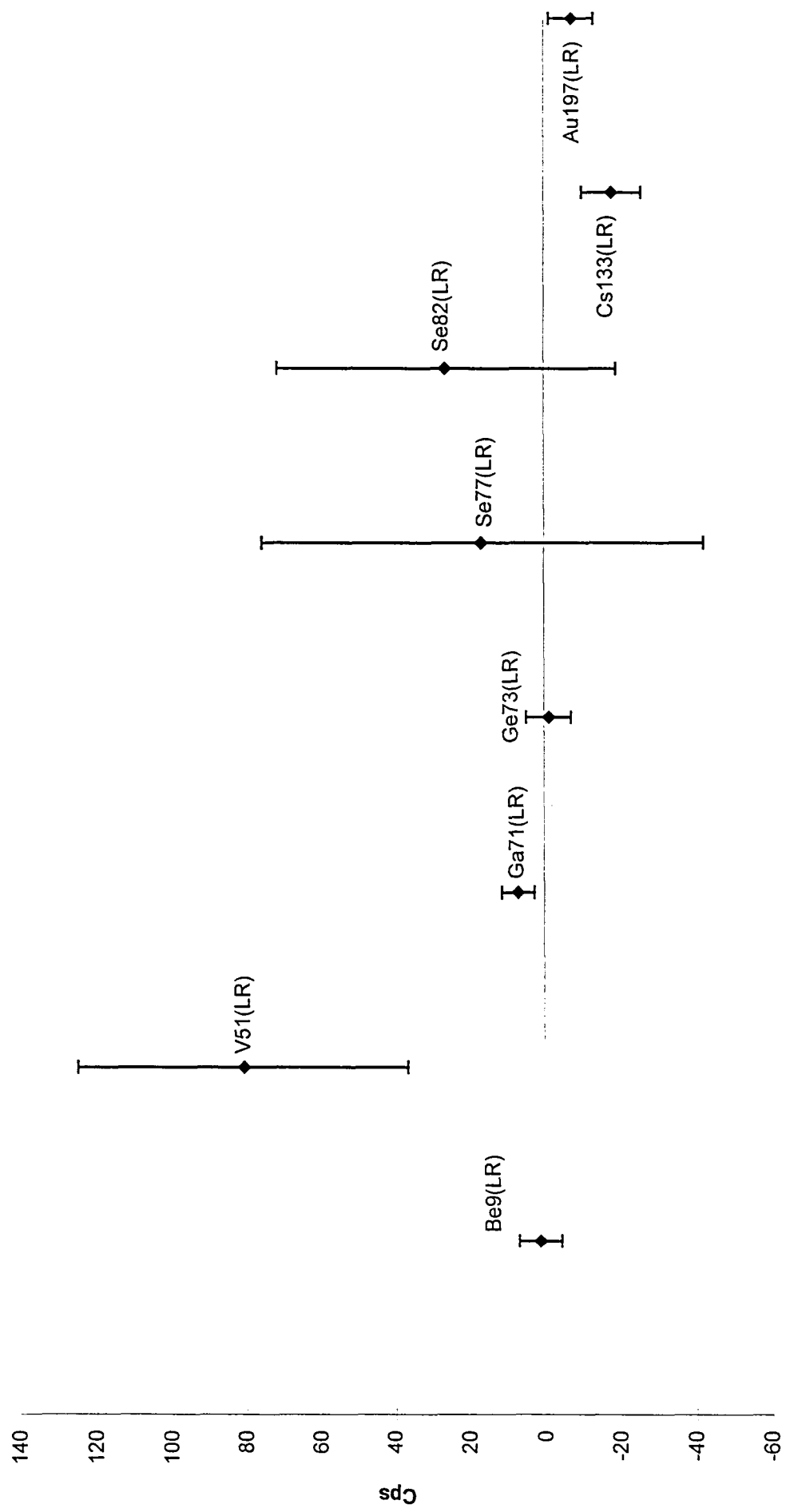
Resolution	Isotope	Accurate Mass	Mass Window	Mass Range	Magnet Mass	Scan Type	Segment Duration	Settling Time	Sample Time	Samples per Peak	Detection Mode	Internal Standard	Integration Type	Search Window	Integration Window	Regression Type
High	1 Fe54	53.9396	150	53.934 - 53.945	53.940	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	2 Fe56	55.9349	150	55.929 - 55.941	53.940	EScan	0.150	0.001	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear
	3 As75	74.9216	150	74.914 - 74.929	74.922	EScan	0.150	0.300	0.0100	10	Counting		Average	60	80	Linear

VEDLEGG C

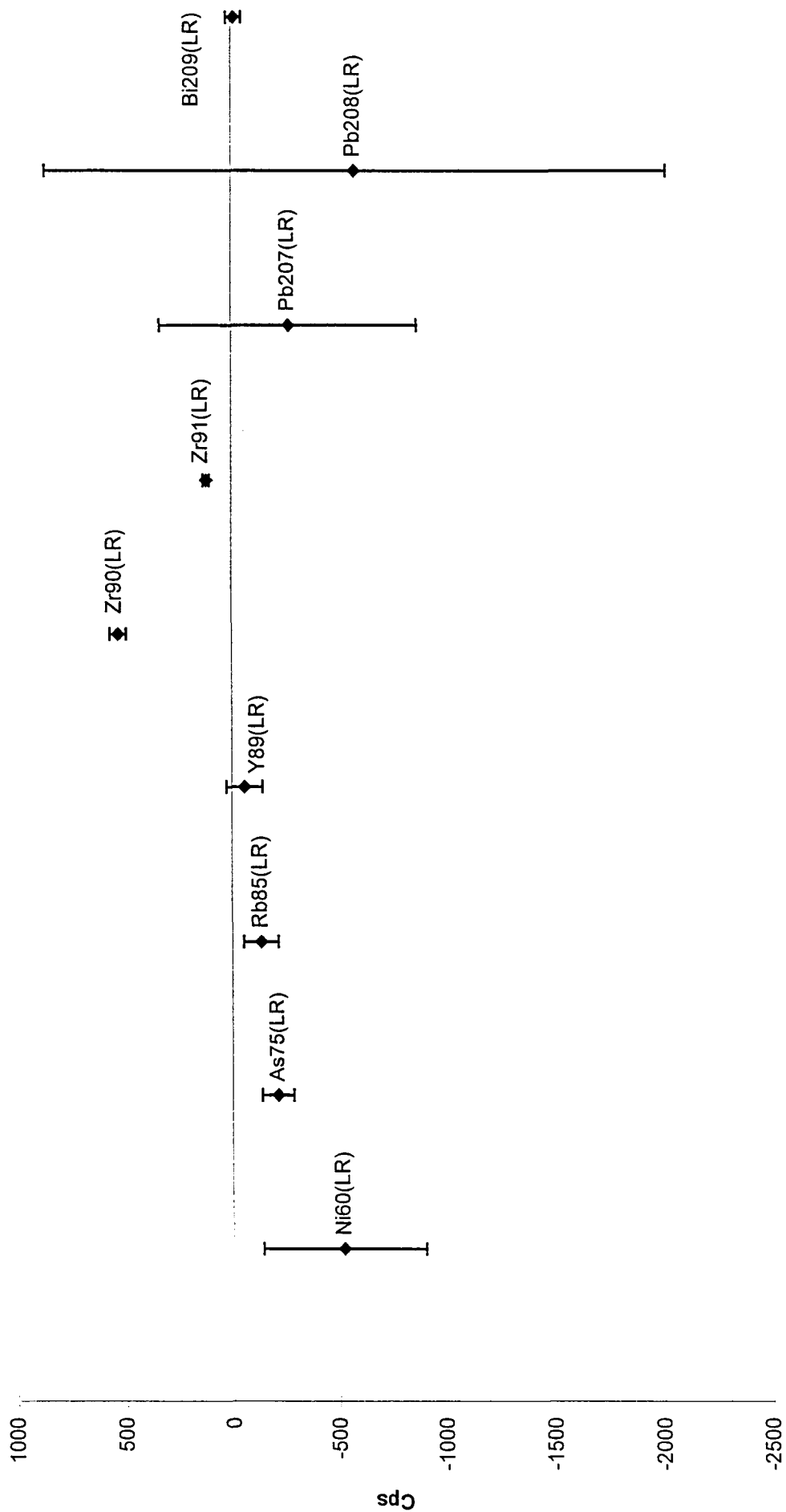
Plott av $\bar{x} - \bar{y}$ med 95% konfidensintervall







◆ Cps (Destillert-ionebyttet vann) - Cps (Milli-Q vann)



◆ Cps(Destillert-ionebyttet vann) - Cps(Milli-Q vann)

