

Geokemilaboratoriet: metodbeskrivning

Geokemisk analys av morän genom uppslutning med salpetersyra (HNO_3)

George A. Morris, Anna Ladenberger,
Jo Snöälvs & Nina Larsson

maj 2020

SGU-rapport 2020:15



Ändringar gjorda 14 september 2020

Tabell 3, sidan 10

Felaktigt beräknade värden för extraherbarhet har bytts mot korrekta.

Omslagsbild: Moränprover - vakuumtorkade, siktade till <63µm och redo för analys.

Fotograf: George Morris

Författare: George A. Morris, Anna Ladenberger,

Jo Snöälvs & Nina Larsson

Ansvarig enhetschef: Ildikó Antal Lundin

Redaktör: Lina Rönnåsen

Sveriges geologiska undersökning

Box 670, 751 28 Uppsala

tel: 018-17 90 00

e-post: sgu@sgu.se

www.sgu.se

INNEHÅLL

Sammanfattning.....	4
Summary.....	4
Introduktion.....	5
Utrustning.....	5
Reagens	5
Interna och internationella standarder	6
Kalibreringslösningar.....	6
Metod.....	6
Provtagning och provberedning.....	6
Dolda standardprov och randomisering.....	7
Uppslutning.....	7
Analytisk procedur (Analys).....	8
Kvalitetskontroll.....	8
MP2 / MP3	9
Internationella Standardprov.....	9
Duplikatanalys.....	9
Extern resultatverifikation.....	9
Detektionsgräns, kvantifieringsgräns och precision	9
Referenser.....	12

SAMMANFATTNING

Som en del av den rutinmässiga geokemiska karteringsverksamheten, har Sveriges geologiska undersökning (SGU) utvecklat en egen metod för partiell uppslutning/lakning med salpetersyra och efterföljande analys med induktivt kopplad plasma masspektrometri (ICP-MS). Metoden är baserad på en svensk standardmetod, vilken har modifierats för att ta hänsyn till den stora mängd prover som den regionala karteringen genererar samt till användningen av modern utrustning. Denna rapport beskriver SGUs metod i detalj vilket ger externa användare möjlighet att i egna projekt producera data som är direkt jämförbara med data i SGUs nationella geokemiska databas. Rapporten inkluderar information om procentuell andel extraktion (lakningsgrad), precision och noggrannhet och dess syfte är att fungera som en metodbeskrivning för SGUs geokemiska analys av moränprover samt som referens för de som använder data ur den geokemiska databasen.

Denna rapport finns även på engelska (SGU-rapport 2017:14)

SUMMARY

As part of its routine soil geochemistry mapping program, the Geological Survey of Sweden (SGU) has developed a method for partial-leach extraction in nitric acid for subsequent analysis by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) The method is adapted from a Swedish Standard technique in order to account for the large volume of samples required for a regional mapping program as well as for the use of modern equipment. This report provides a sufficiently detailed description of the method so that users can produce data that is directly comparable to data found in the national database and available from SGU for their own projects. The report includes information regarding percentage extractability, precision and accuracy, and serves as the reference for SGUs method.

This report is also available in English (SGU-rapport 2017:14)

INTRODUKTION

Som en del av den rutinmässiga geokemiska karteringen analyserar Sveriges geologiska undersökning (SGU) metallhalten i morän och andra sedimentprover. Haltbestämningen görs med uppslutning i 7M salpetersyra (7N HNO₃) och efterföljande analys med induktivt kopplad plasma-masspektrometri (ICP-MS). Uppslutningen med salpetersyra resulterar i en partiell lakning vilket innebär att halterna av mer lösliga mineral och absorberade metalljoner relativt sett är högre i jämförelse med i en totalhaltsmetod.

Jämförelser mellan resultat från partiell lakning och totalhaltsmetoder ger viktig information gällande ett ämnes lakbarhet i ett visst provmedium. Informationen kan användas för riskbedömning i områden med höga metallkoncentrationer (naturligt förekommande och från antropogen påverkan) där grundvatten- och markkvaliteten undersöks.

SGUs metod för partiell upplösning med 7N HNO₃ är baserad på den svenska standardmetoden SS 02 83 11 (SIS, Swedish Standards Institute, 1997). Metoden har modifierats för att lättare kunna användas på ett stort antal prover samt anpassats till modern teknik (ICP-MS). Den huvudsakliga modifikationen i jämförelse med den svenska standardmetoden är att proverna uppsluts i öppna kärl på en värmeplatta istället för i en autoklav. Detta medför två fördelar; större provmängder medför att fler ämnen hamnar inom detektionsgränsen och därmed kan analyseras, samt att tidsåtgången minskar vilket är en stor fördel i och med det stora antal prover som den geokemiska karteringen genererar. Hitintills har över 29 000 prover analyserats i SGUs laboratorium med denna metod. Analysresultaten, som genom konsekvent användning av samma metod är jämförbara, lagras i SGUs geokemiska databas och de täcker nu cirka 40 procent av Sveriges landyta. Den geokemiska karteringen är en kontinuerlig verksamhet med målet att täcka hela Sveriges landyta med en skala på cirka ett (1) prov per 2,5 km².

Denna rapport ger en detaljerad beskrivning av SGUs metod för uppslutning med salpetersyra. Rapporten är skriven i form av en metodbeskrivning som andra laboratorier kan använda för att producera analysresultat jämförbara med de i SGUs nationella geokemiska databas. Rapporten är även tänkt att fungera som en referens för användare av SGUs data.

UTRUSTNING

Tabell 1. Utrustning som används på SGU.

Utrustning	Tidsperiod	Beskrivning
ICP-MS	1995 – 2007	Perkin Elmer Elan 5000 A
	2007 –	Perkin Elmer Elan 9000
Värmeplatta	1995 – 2013	Ceran 500
	2013 –	Perkin Elmer SPB 50-72
Uppslutningskärl	1995 – 2013	250 ml Pyrex bägare – återanvändbara
	2014 –	50 ml provrör (polypropylen) – engångsartiklar
40 ml centrifugrör		(polypropylen) – engångsartiklar

REAGENS

Tabell 2. Reagens som används på SGU.

Reagens	Ursprung
HNO ₃	J.T. Baker reagensgrad 70 % salpetersyra
Ultrarent vatten	Vatten filtrerat och avjonat i ett Milli-Q Academic system

INTERNA OCH INTERNATIONELLA STANDARDER

MP2 och **MP3** är SGUs interna referensmaterial. De bestäms både som det kända referensprovet (RM) i början och i slutet av varje analysserie och även som en dold kontroll, ungefär vart 20:e prov. MP2 ersätter SGUs före detta interna referensmaterial MP1 och är insamlat från samma lokal i Norrbotten. Under 2015 introducerades MP3, ett tredje internt referensmaterial som även det samlats in på samma lokal. MP3 kommer att ersätta MP2 när denna tar slut.

Internt standardmaterial

Referensmaterial: MP2, MP3

Koordinater (RT90): 1729995 / 7512803

Insamlad av: MP2: Kaj Lax, juli 2006, MP3: George Morris, augusti 2015

Provbeskrivning: Homogent moränprov taget från C-horisonten på djup mellan 0.7–1 m. Vakuumtorkat och siktat till <0.63 µm.

Utöver interna standardmaterial mäter SGUs laboratorium regelbundet följande internationellt certifierade referensmaterial (CRM): **RTC-CRM022**, **RTC-CRM028** och **RTC-CRM048**. Dessa kommersiella CRM tillverkas av Sigma-Aldrich RTC och består av lerjord (CRM022), sandig lera (CRM028) och lera (CRM046).

KALIBRERINGSLÖSNINGAR

Följande två interna kalibreringslösningar, blandade från referenslösningar av kända ämneskoncentrationer, används för huvudämnen:

H1 innehåller: 250 ppb Al, Ca och Fe; 100 ppb Mg; 50 ppb K; 25 ppb Na, P, Ti, Mn och Ba; 20 ppb Ce och 10 ppb V, Cr, Rb, Sr, Y, La och U.

H2 innehåller: 500 ppb Al, Ca och Fe; 200 ppb Mg; 100 ppb K; 50 ppb Na, P, Ti, Mn och Ba; 10 ppb Ce och 5 ppb V, Cr, Rb, Sr, Y, La och U.

Följande två interna kalibreringslösningar används för spårämnen:

S1: 10 ppb Ce, Dy, Er, Eu, Gd, Ho, La, Lu, Nd, Pr, Sm, Sc, Tb, Th, Tm, Yb, Y, B, Ge, Mo, Nb, P, Re, Si, S, Ta, Ti, W, Zr, Li, Be, Co, As, Se, Ag, Cd, Sn, Tl, Pb, Bi, U och Sb; 5 ppb Ni, Cu, Zn och Ba.

S2: 20 ppb Ce, Dy, Er, Eu, Gd, Ho, La, Lu, Nd, Pr, Sm, Sc, Tb, Th, Tm, Yb, Y, B, Ge, Mo, Nb, P, Re, Si, S, Ta, Ti, W, Zr, Li, Be, Co, As, Se, Ag, Cd, Sn, Tl, Pb, Bi, U och Sb; 10 ppb Ni, Cu, Zn och Ba.

Som en intern referens tillsätts även 5 ppb In till varje prov och referensprov.

METOD

Provtagning och provberedning

Provtagningen och provberedningen av morän är gemensam för alla analyser som görs på SGU eller som beställs från externa laboratorier. Prover tas och bereds som bulkprov, vilket sedan separeras varav delproverna kan analyseras med olika metoder.

Moränproverna bör uppfylla följande kriterier: de måste vara representativa för provtagningsplatsen och bestå av sandig och/eller siltig storleksfraktion. Potentiellt kontaminerade provlokaler bör undvikas såtillvida det ej finns ett specifikt projektmål med provtagning av just den platsen.

Avståndet mellan provtagningsplatserna är cirka 2,5 km vilket ger cirka 15 prover per 100 km². Proverna tas i en grop som grävs genom jordprofilen med hjälp av spade och spett. Ungefär 0,5 kg prov tas ut från C-horisonten på botten av gropen (vanligen på 0,7–1,2 meters djup).

Moränproverna vakuumtorkas och siktas genom en nylonsikt med en maskvidd på 0,063 mm. Detta reducerar inför analys ned provet till den så kallade finfraktionen (0,063 mm) vilken huvudsakligen består av kornstorlekar innehållandes monomineral. Grövre fraktioner består av mineralaggregat innehållande flera mineral vilket ses ge ett mer varierande resultat vid omprovtagning och omanalys av prov. Det är därför mer komplicerat att ta jämförbara prov och bibehålla reproducerbarheten vid analyser av de grövre fraktionerna. Finfraktionen behöver ej mortlas före analys vilket annars kan öka risken för kontamination av proverna.

Dolda standardprov och randomisering

Kvalitetskontroll och kvalitetsgaranti för både interna metoder och köpta analyser på SGU följer ett tvåfaldigt tillvägagångssätt (efter Lax & Selinus, 2005). Det första tillvägagångssättet använder dolda interna standardprov (MP2 eller MP3) vilka efter randomisering är tillagda varje analysserie, och förekommer som ett dolt internt standardprov per varje 10–20 prov i analysserien, vilket gör att systematiska fel lätt kan upptäckas. Ett andra kvalitetsmått utgörs av fältreplikater. Dessa samlas in från samma provtagningslokal och blandas med ordinarie prov, delas i fält som ett duplikat och ges sedan ett eget unikt provnummer. Från provtagning i fält till slutgiltig kvalitetsrapportering behandlas replikatet som ett ordinarie prov. Dolda interna standardprov och replikatprov utgör ca 10 procent av den totala mängden prov.

Randomisering av prov bidrar till att sprida systematisk variation och fel från instrument och analysarbete över hela analysserien. Genom att analysera prov i slumpmässig ordning istället för i provnummerordning, vilket ofta är associerat med geografisk spridning, blir eventuella effekter från analyskvalitet spridda över hela provtagningsområdet, och på så sätt undviker man att skapa falska geografiska gränser eller gradienter i den slutgiltiga databasen.

Dolda standardprov, randomisering och replikat är ej synliga för laboratoriet vilket bidrar till att en oberoende verifikation av resultaten kan göras. Data från dessa upprepade analyser av samma standard bidrar till precisionsberäkning av metoden samt ett enhetligt dataset, vilket säkerställer en datakvalitetsnivå som kan jämföras för analysresultat på lång sikt.

Uppslutning

7N HNO₃ är en lösning av 1 del ultrarent vatten och ¼ koncentrerad HNO₃ (70 %, 16 M) (vikt). Uppvägda provmängder om 2 g torkat och siktat prov (<63µm) eller standard (MP2, MP3 eller CRM) tillsätts polypropylenprovrör (50 ml).

Värmeblocket upphettas till 115°C.

10 ml 7N HNO₃ adderas till varje prov, och skakas om mycket lätt för att allt prov ska blandas väl med syralösningen. Om proven misstänks innehålla mycket karbonater, måste tillsats av syralösningen ske långsamt för att motverka att reaktionen leder till översvämning/skumning i provröret. Proven upphettas sedan i värmeblocket under 47 minuter innan de tas ur och får svalna av till rumstemperatur.

Proven späds sedan till 25 ml med ultrarent vatten och tillåts sedimentera till nästkommande dag, då dekantering av vätskan till 40 ml centrifugrör görs.

Blankprover prepareras med samma metod men utan tillsättning av prov eller standard.

Notering: före 2013 användes återanvändningsbara Pyrex glasbägare istället för engångs-polypropylenprovror. Efter 2013 blev engångs-polypropylenprovror standard. Före denna ändring upphettades proven till en högre temperatur (ca 180°C) under 30 min. Den nya längre koktiden bestämdes empiriskt för att producera samma lakningsgrad och procent extraktabilitet (jämförbar med resultat från metoden före 2013) vid den lägre temperatur som de nya engångsprovroren motstår.

Analytisk procedur (Analys)

Prov analyseras i två serier. Efter att möjligt överblivet sediment i de dekanterade proven tillåtit sedimentera tas två alikvoter från provvätskan ut från varje berett prov och standard. Den första alikvoten späds $\times 500$ och den andra alikvoten späds $\times 7\,500$. Detta optimerar koncentrationsintervallen för analys med ICP-MS. Dessa intervall utgör Spår (spårelement) och Huvud (huvudelement) för respektive grundämnesanalyser. 5 ppb indium (In) tillsätts vardera blankprov, standardprov eller okänt prov för korrigerings av instrumentets variation. Grundämnen som analyseras för varje alikvot återfinns i tabell 3 tillsammans med beräknad procent extraktabilitet baserat på intervall från referens- och provmaterial. Som en intern kontroll analyseras barium (Ba) och uran (U) i båda spänningsaliquoterna $\times 500$ och $\times 7\,500$.

I början av varje analysserie körs ett blankprov, för att bestämma bakgrundshalter. Därefter följer kalibreringslösningar (se ovan) för alikvotserien, antingen S1 och S2 för spårelement, eller H1 och H2 för huvudelement. Därefter körs lösningar av certifierade referensmaterial (RTC-CRM022, RTC-CRM028, RTC-CRM048) samt från intern standard (MP2 eller MP3). Alikvotserien bestående utav okända prov och dolda standardprov körs därefter. Varje alikvotserie innehåller en intern standard (MP2 eller MP3) som analyseras som ett känt/”öppet” standardprov per 40 okända prov, för att säkerställa instrumentets prestanda. Varje analytisk serie avslutas med en intern standard som analyseras som ett känt/öppet standardprov.

Kvalitetskontroll

Utmaningen med kvalitetskontroll för denna partiella uppslutningsmetod är tvåfaldig. Eftersom lakningen ej ger totalhalter kan certifierade halter från internationella standarder inte direkt användas eftersom resultat från metoden inte representerar totalhalter av element i standardprovet (tabell 3). Målet med kvalitetskontrollen är att konsekventa resultat fås för standardprov, både interna och externa, för att visa att metoden ger samma lakningsgrad för varje uppslutningsserie. Den andra utmaningen i kvalitetskontrollen är att analysmetoden har utvecklats specifikt för storskalig regional moränprovtagning och därför är unik för SGU. Detta betyder att direkta jämförande studier utanför laboratoriet inte kan användas för att testa analyskvaliteten för resultaten. Målet med kvalitetskontrollen är därför att nå en intern beständighet i resulterande datakvalitet.

SGUs rutin för kvalitetskontroll bygger på fyra olika test:

1. Regelbundna analyser av SGUs interna standard (MP2 eller MP3) som dolda prov i analysserier för okända prov.
2. Regelbundna analyser av internationella standardprov i början och slutet av varje analysserie.
3. Dolda replikatprov tagna i fält i samband med originalprovet som analyseras helt separat (duplikat).
4. Rutinmässig jämförelse med externa laboratorier som använder liknande metoder.

MP2 / MP3

SGUs interna moränstandard MP2 (eller dess efterträdare MP3) körs som ca vart 20:e prov, som om det var ett okänt prov. Medelvärde, median, standardavvikelse och variationskoefficient (%CV) överses för avvikande värden och möjlig drift hos instrumentet. Som en första kvalitetsparameter kan %CV hos MP2 beräknas, där resultat <10 % accepteras. Om problem misstänks, visar kontrolldiagram av okända prov och interna standardprov avvikande koncentrationer. Baserat på standardavvikelsen hos MP2 kan två grader bestämmas:

1. MP2 standardprov utom $\pm 2\sigma$ anses problematiska, och tillsammans med resultat från okända prov analyserade i samband med dessa avvikande MP2-prov, studeras de mer ingående vilket kan resultera i omanalys.
2. $\pm 3\sigma$ av MP2-koncentrationer anses ej klara kriterierna och om resultat hamnar utanför dessa intervall skickas dessa prov på omanalys automatiskt tillsammans med de okända prov som analyserades i samband med dessa standardprov.

De vanligaste felkällorna är kopplade till instrumentella problem eller till laboratorierutiner. Grundämneskoncentrationer för MP2/MP3 kontrolleras också långsiktigt för att försäkra jämförbarhet av resultat mellan olika analysserier. Samma kontrollprocess av standardprov sker även inom varje analysserie.

Internationella Standardprov

Som komplement till MP2/MP3, analyseras internationella standardprov (RTC-CRM022, RTC-CRM028 och RTC-CRM048) i början av varje analysserie. Dessa data överses på samma sätt som MP2/MP3-data inom varje serie och förväntade koncentrationer för partiell lakning tillsammans med avvikelser för varje grundämne i respektive standard har definierats.

Duplikatanalys

För cirka vart 20:e prov insamlat i fält, tas ett extra prov från samma provtagningsplats, blandas med originalprovet som sedan delas till två provtagningspåsar vilka ges individuella provnummer, varefter dessa duplikat behandlas som två separata prov. Jämförelser av resultat från duplikat bidrar till ytterligare kontroll av provhantering och laboratorierutiner.

Extern resultatverifikation

Som rutin omanalyseras prov på SGU (1–2 ggr per år) hos externa laboratorier vilka använder partiell och totalhaltslakning. På grund av att SGUs metod (i dagsläget) är unik kan identiska resultat från externa analyser ej förväntas, men däremot en konsekvent skillnad mellan data från SGU och ett externt laboratorium. Utöver det deltar SGU rutinmässigt i ett internationellt program där laboratorier testar GeoPT, administrerat av International Association of Geoanalysts (se t ex. Thompson et al., 1996).

Detektionsgräns, kvantifieringsgräns och precision

Detektionsgräns (LOD) beräknas utifrån $3 \times$ standardavvikelsen av blankprov (efter JCGM, 2008). Blankprov utgör 10 ml alikvoter av 7N HNO₃ förberedda med samma rutin som för vanliga prov (se ovan) vilka värmts och späts enligt samma rutin. Eftersom grundämneskoncentrationerna är låga beräknas standardavvikelsen utifrån *raw counts* per sekund (cps) och cps från en välkänd standard används som en multiplikator för att uppnå de data (ppm-nivå) som presenteras i tabell 3 (huvudelement) och tabell 4 (spårelement). LOD-värden presenteras för de tre huvudsakliga tidsperioder som SGUs laboratorium har använt denna metod under vilka en

tvåfaldig förbättring har observerats, vilket reflekterar en signifikant förbättring i utrustning och metodik. När analysdata från SGU används är det viktigt att tillägga den korrekta detektionsgränsen för tidsperioden då data analyserades.

Kvantifieringsgräns (LOQ) bestäms på samma sätt som LOD-värden (beskrivet ovan), men benämns som $10 \times$ standardavvikelsen av blankprov (se JCGM, 2008; Table 1: major elements; Table 2: trace elements.)

Precision beräknas från analyser av dolda interna standardprov (MP2) och baseras på variationskoefficienten (%CV): $100 \times (\text{standardavvikelse/koncentration})$. Till skillnad från LOD, visar variationskoefficienten lite variation över tiden, vilket förmodligen snarare reflekterar variationen i denna naturliga standard än instrumentförbättringar eller metoden i sig. (Tabell 3: huvudelement; Tabell 4: spårelement).

Tabell 3. Huvudelement-metod. Detektionsgräns och kvantifieringsgräns, total koncentration och extraherbart för MP2 och förväntade partikelutläckningsvärden för MP2 och MP3 med denna metod. Alla värden i delar per miljon (ppm) eller procent (%) enligt vad som är lämpligt. Nuvarande värden anges i stora kursiva siffror.

	1995– 2007	2007– 2013	2013–idag		MP2	MP2	MP3	Extraher- barhet	1995– 2007	2007– 2013	2013–idag	
	Detek- tions- gräns ¹	Detek- tions- gräns ¹	Detek- tions- gräns ¹	Kvanti- fierings- gräns ¹	Total kon- centration av XRF eller ICP- MS2	Förvän- tade värden ³	Förvän- tade värden ⁴	% ⁵	%CV	%CV	%CV	+/- ppm för kon- centration av MP2
Na		100	2	7	28 270	199	210	0,7		26	16	29
Mg	302	51	2	8	15 195	5 777	6 586	38,0	9	10	8	425
Al	265	38	5	16	75 100	13 448	15 345	17,9	7	11	9	1 205
P	44		18	60	1 260	1 143	1 303	90,7	5	11	8	93
K	166	604	45	150	20 660	2 256	2 809	10,9	8	12	9	197
Ca	715	422	38	128	25 300	2 932	4 055	11,6	7	42	8	269
Ti	30	7	1	4	6 235	1 162	1 356	18,6	8	12	10	110
V	5	1,2	0,10	0,35	127,44	37	41	28,8	13	10	7	3
Cr	1	4,8	0,32	1,06	81,85	27	30	33,1	12	10	8	2
Mn	39	2,1	0,22	0,74	700	203	216	29,1	7	10	7	14
Fe	1 398	165	11	37	55 645	16 832	20 360	30,2	7	10	7	1 205
Rb	2	0,6	0,02	0,07	70,92	22	25	30,9	13	8	6	1
Sr	5	2,7	0,04	0,14	288,71	14	16	4,9	14	12	9	1
Y	2	0,3	0,01	0,04	37,00	8	9	22,9	12	10	8	1
Ba	4	0,98	0,14	0,46	683,13	80	94	11,7	12	7	6	5
La	2	0,2	0,02	0,06	46,59	21	23	46,1	11	10	7	1
Ce		2	0,03	0,09	112,07	60	60	53,2		9	7	4
U	0,1	0,1	0,02	0,07	2,99	1,2	1,4	41,4	11	8	8	0,1

¹Baserat på standardavvikelsen för metod blanka analyser

²Analys vid WSU Geoanalytical labs, se Johnson et al. (1997) för metodbeskrivning

³Baserat på medeltal av 228 analyser

⁴Baserat på medeltal av 6 analyser

⁵Från förhållandet mellan partiell utlakning och total koncentrationsdata med användning av MP2 standarden

Tabell 4. Spårelement-metod. Detektionsgräns och kvantifieringsgräns, total koncentration och extraherbart för MP2 och förväntade partikelutläckningsvärden för MP2 och MP3 med denna metod. Alla värden i delar per miljon (ppm) eller procent (%) enligt vad som är lämpligt. Nuvarande värden anges i stora kursiva siffror.

	1995– 2007	2007– 2013	2013–idag		MP2	MP2	MP3	Extraher- barhet	1995– 2007	2007– 2013	2013–idag	
	Detek- tions- gräns ¹	Detek- tions- gräns ¹	Detek- tions- gräns ¹	Kvanti- fierings- gräns ¹	Total kon- centration av XRF eller ICP- MS2	Förvän- tade värden ³	Förvän- tade värden ⁴	%5	%CV	%CV	%CV	+/- ppm för kon- centration av MP2
Li	1		<i>0,005</i>	<i>0,017</i>		10,8			10	17	<i>17</i>	<i>1,71</i>
Be	0,1		<i>0,001</i>	<i>0,004</i>		0,5			9	13	<i>11</i>	<i>0,05</i>
B			<i>0,051</i>	<i>0,169</i>		0,3				26	<i>26</i>	<i>0,07</i>
Sc			<i>0,012</i>	<i>0,040</i>	17,00	3,5		20,4		11	9	<i>0,31</i>
Co	0,5	0,037	<i>0,002</i>	<i>0,006</i>		10,4			10	8	<i>7</i>	<i>0,69</i>
Ni	0,2	0,701	<i>0,104</i>	<i>0,348</i>	34,00	19,8		58,4	10	8	<i>7</i>	<i>1,32</i>
Cu	0,5	0,585	<i>0,125</i>	<i>0,415</i>		31,3			9	8	<i>6</i>	<i>1,90</i>
Zn	2	5,717	<i>0,467</i>	<i>1,557</i>		22,4			19	14	<i>10</i>	<i>2,28</i>
Ge		0,066	<i>0,002</i>	<i>0,008</i>		0,1				13	<i>15</i>	<i>0,01</i>
As	0,1	0,087	<i>0,002</i>	<i>0,007</i>		1,2			0,1	7	<i>6</i>	<i>0,07</i>
Se	0,5	0,302	<i>0,021</i>	<i>0,068</i>		0,1			46	45	<i>167</i>	<i>0,05</i>
Zr	0,5	0,083	<i>0,004</i>	<i>0,015</i>	410,77	7,8		1,9	8	11	<i>9</i>	<i>0,65</i>
Nb		0,151	<i>0,006</i>	<i>0,021</i>	14,38	1,3		9,0		48	<i>44</i>	<i>0,70</i>
Mo	0,05	0,234	<i>0,003</i>	<i>0,009</i>		0,3			6	10	<i>7</i>	<i>0,02</i>
Ag	0,02	0,005	<i>0,007</i>	<i>2,33</i>		0,04			12	13	<i>14</i>	<i>0,005</i>
Cd	0,01	0,210	<i>0,002</i>	<i>0,006</i>		0,03			12	10	<i>9</i>	<i>0,003</i>
Sn	0,1		<i>0,002</i>	<i>0,007</i>		0,3			7	25	<i>11</i>	<i>0,03</i>
Ba	4	0,981	<i>0,101</i>	<i>0,338</i>	683,13	80,7		11,8	12	7	<i>6</i>	<i>5,05</i>
Pr		0,051	<i>0,821</i>	<i>2,74</i>	11,42	4,2		37,2		11	<i>9</i>	<i>0,36</i>
Nd		0,193	<i>4,953</i>	<i>16,51</i>	43,46	16,3		37,6		11	<i>9</i>	<i>1,42</i>
Sm		0,019	<i>0,686</i>	<i>2,29</i>	8,54	2,7		32,1		9	<i>8</i>	<i>0,21</i>
Eu		0,012	<i>0,248</i>	<i>0,83</i>	1,98	0,5		26,8		9	<i>8</i>	<i>0,04</i>
Gd		0,031	<i>1,604</i>	<i>5,35</i>	7,30	3,0		40,4		9	<i>9</i>	<i>0,26</i>
Tb		0,006	<i>0,119</i>	<i>0,40</i>	1,18	0,3		27,8		9	<i>8</i>	<i>0,03</i>
Dy		0,078	<i>0,333</i>	<i>1,11</i>	7,08	1,6		23,1		10	<i>8</i>	<i>0,12</i>
Ho		0,005	<i>0,139</i>	<i>0,46</i>	1,42	0,3		21,7		10	<i>8</i>	<i>0,02</i>
Er		0,010	<i>0,588</i>	<i>1,96</i>	3,96	0,9		22,3		10	<i>8</i>	<i>0,07</i>
Tm		0,003	<i>0,086</i>	<i>0,29</i>	0,58	0,1		18,5		10	<i>8</i>	<i>0,01</i>
Yb		0,018	<i>0,404</i>	<i>1,35</i>	3,69	0,7		18,9		10	<i>9</i>	<i>0,06</i>
Lu		0,023	<i>0,127</i>	<i>0,42</i>	0,57	0,1		17,4		10	<i>9</i>	<i>0,01</i>
W	0,02		<i>0,007</i>	<i>0,022</i>		0,1			14	74	<i>32</i>	<i>0,02</i>
Tl	0,02	0,011	<i>1,210</i>	<i>4,02</i>		0,1			5	7	<i>7</i>	<i>0,01</i>
Pb	1		<i>0,009</i>	<i>0,028</i>	9,23	4,6		50,3	6	7	<i>6</i>	<i>0,30</i>
Bi	0,01	0,198	<i>0,520</i>	<i>1,72</i>		0,0			8	9	<i>30</i>	<i>0,02</i>
Th	1		<i>0,016</i>	<i>0,054</i>	8,30	5,2		62,7	11	8	<i>7</i>	<i>0,36</i>
U	0,1	0,009	<i>0,550</i>	<i>1,84</i>	2,99	1,2		40,7	11	8	<i>8</i>	<i>0,10</i>

¹Baserat på standardavvikelsen för metod blanka analyser

²Analys vid WSU Geoanalytical labs, se Johnson et al. (1997) för metodbeskrivning

³Baserat på medeltal av 228 analyser

⁴Baserat på medeltal av 6 analyser

⁵Från förhållandet mellan partiell utlakning och total koncentrationsdata med användning av MP2 standarden

REFERENSER

- JCGM, 2008: *Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement*. Joint Committee for Guides in Metrology, 120 p.
- Johnson, D.M., Hooper, P.R. & Conrey, R.M., 1997: XRF analysis of rocks and minerals for major and trace elements on a single low dilution Li-tetraborate fused bead. *Advances in X-ray Analysis*, 41.
- Lax K. & Selinus O., 2005: Geochemical mapping at the Geological Survey of Sweden. *Geochemistry: Exploration, Environment, Analysis* 5, 337–346.
- MacDougall, D. & Crummett W.B., 1980: Guidelines for data acquisition and data quality evaluation in environmental chemistry. *Analytical Chemistry* 52(14), 2 242–2 249.
- Naturvårdsverket, 1999: Metodik för inventering av förorenade områden. *Naturvårdsverket rapport 4918*.
- Swedish Standards Institute, 1997: Soil Analysis – Determination of trace elements in soils – Extraction with Nitric Acid. Svensk Standard SS 02 83 11.
- Thompson, M., Potts, P.J., & Webb, P.C., 1996: GeoPT1. International Proficiency Test for Analytical Geochemistry Laboratories – Report on Round 1 (July 1996). *Geostandards Newsletter* 20(2), 295–325.