

CERTIFIKAT FOR
QC WW6
SUSPENDEREDE STOFFER (SS)

BATCH: VKI-31-4-0120

ANVENDELSE AF REFERENCEMATERIALET

Beskrivelse

Dette referencemateriale består af en flaske med koncentrat til fremstilling af færdigt referencemateriale ved fortynding med vand. Certifikatet omfatter dokumentation for analyseparameteren suspenderede stoffer (SS).

Mængde og konservering

QC WW6 er en flaske indeholdende 3,00 g koncentrat. Fra koncentratet kan der fremstilles 83 mL færdigt referencemateriale. Koncentratet er konserveret ved autoklavering.

Anvendelse

Referencematerialet anvendes som kontrol af analysernes nøjagtighed og præcision. Det er typisk beregnet til intern kvalitetskontrol ved analyse af SS i spildevandsprøver. Det kan ligeledes anvendes i kvalitetskontrollen ved andre vandtyper samt ved indkøring og optimering af analyseinstrumenter og analysemetoder.

Det er vigtigt, at batchnumre på referencemateriale og certifikat er ens.

Fremgangsmåde

Flasken stabiliseres ved stuetemperatur (20°C). Åbn flasken og tilsæt 80,0 mL vand uden måleligt indhold af suspenderede stoffer til flasken. Luk flasken igen og opbland ved grundig rystning. Prøven analyseres samme dag, som den er fremstillet. Den certificerede koncentration er angivet i tabellen på side 3 i dette certifikat.

Bemærk, at referencematerialet skal fremstilles i flasken. Det er endvidere vigtigt, at vandets renhedsgrad kontrolleres før brug ved analyse for SS.

Ved brug af QC WW6 til anden kontrol end af spildevand kan det fremstillede referencemateriale fortyndes yderligere.

Analyse

Det færdige referencemateriale analyseres samtidig med og på samme måde som øvrige prøver.

Opbevaring og holdbarhed

Flaskerne opbevares beskyttet mod sollys, f.eks. i forsendelsesemballagen, og ved stuetemperatur eller i køleskab. Certifikatet er gyldigt til **1. april 2028** under forudsætning af, at referencematerialet er opbevaret som anbefalet.

Det færdige referencemateriale forventes at have en holdbarhed på op til 1 døgn.

FREMSTILLING AF REFERENCEMATERIALET OG DOKUMENTATION

Fremstilling

Eurofins Miljø A/S har ved sine kvalitetsprocedurer tilstræbt, at fremstillingen og kvalitetskontrollen heraf giver den ønskede kvalitet af referencematerialet.

Dokumentation for indhold

Al dokumentation for flaskens indhold er sket efter koncentrationen er fortyndet som beskrevet ovenfor.

Intern kontrol

Eurofins Miljø's analysekvalitet er kontrolleret og fundet tilfredsstillende ved regelmæssig deltagelse i internationale præstationsprøvninger.

Homogenitet:

Homogeniteten er undersøgt for SS i tilfældigt udvalgte flasker af referencematerialet QC WW6. Der er testet for homogenitet ved sammenligning af standardafvigelsen mellem referenceprøverne og standardafvigelsen for dobbeltbestemmelse på den enkelte prøve (F-test, 95%). Herudover er homogeniteten efterkontrolleret i henhold til ISO Guide 35 /1/ i forbindelse med den eksterne kontrol. Der er ikke fundet tegn på heterogenitet.

Stabilitet:

Stabiliteten følges ved 5°C, 20°C og 37°C.

Ekstern kontrol

Referencematerialets indhold af SS er bestemt ved en certificeringsundersøgelse, som er gennemført i november 2020. De deltagende laboratorier er rutinerede og har dokumenteret en god analysekvalitet bl.a. ved deltagelse i præstationsprøvninger og tidligere certificeringer samt ved analyse af en medsendt kontrolprøve. Laboratorierne er blevet bedt om at analysere fem flasker af QC WW6: tre flasker i samme analyseserie, den ene som dobbeltbestemmelse, de to andre som enkeltbestemmelse; derudover to flasker i to forskellige analyseserier som enkeltbestemmelser. Statistikken ved de eksterne kontrolværdier er beregnet i henhold til den internationale standard, ISO Guide 35 /1/. Den certificerede værdi er beregnet som det aritmetiske gennemsnit på baggrund af laboratoriernes indsendte analyseresultater:

y_{char} : gennemsnit, beregnet i henhold til ISO Guide 35 (afsnit A.2.4.).

$s(y)$: standardafvigelse mellem laboratorierne, beregnet i henhold til ISO Guide 35 (afsnit A.2.5.):

$$\sqrt{\frac{\sum (y_i - y_{char})^2}{p - 1}}$$

hvor

y_i : gennemsnit for laboratorie i

p: antal laboratorier i beregningerne

U_{CRM} : Ekspanderet usikkerhed for referencematerialet, beregnet i henhold til ISO Guide 35 (afsnit 10.2) med dækningsfaktor $k = 2$.

Første kriterium for udvælgelse af de deltagende laboratorier har været, at de er rutinerede. Dernæst er laboratorier udvalgt på basis følgende kriterier:

- laboratoriets resultater i præstationsprøvninger afviger mindre end 2 standardafvigelser fra den nominelle værdi,
- laboratoriet analyserer flere end 40 prøver per år eller er akkrediteret til pågældende parameter.

Kriterierne for udvælgelse af laboratorieresultater i certificeringen har været, at

- laboratoriets resultater for kontrolprøven ved certificeringen afviger mindre end 15% fra den nominelle værdi, og at

- laboratoriets resultat ved certificeringen ikke er en Cochran outlier, Grubbs outlier eller i øvrigt dømt afvigende ved en faglig vurdering.

De data, der indgår i denne certificering, samt navnene på de laboratorier, der er udvalgt til certificeringen, er angivet i bilag til dette certifikat. På baggrund af de udvalgte data er der beregnet:

Certificeret værdi

PARAMETER	ENHED	GENNEMSIT	STANDARD-AFVIGELSE MELLEM DATASÆT	EKSPANDERET USIKKERHED	ANTAL DATASÆT I BEREGNINGERNE/ METODE	UDELUKKEDE DATASÆT C: Cochran outlier G: Grubbs outlier
		y_{char}	$s(y)$	U_{CRM}	(p)	
SS	mg/L	236	5,7	8,3	11 / AL 5 / BL 6 / CL 1 / ZL	2C

Metoder

Filtertype

- A Filtrering gennem GFA filter (1,6 µm)
- B Filtrering gennem GFC filter (1,3 µm)
- C Filtrering gennem Munktell MGA filter
- Z Anden prøveforberedelse

Analyse

- L EN 872

REFERENCER

- /1/ ISO guide 35:2017. Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.
- /2/ ISO guide 31:2015 Reference materials - Contents of certificates, labels and accompanying documentation.

Certifikat udgivet maj 2023.

TEKNISK ANSVARLIG

Rikke Mikkelsen
Eurofins Miljø A/S
DK-8464 Galten

Certifikatets revisionshistorie: Maj 2023 (dato for første udgave af certifikat)

BILAG TIL CERTIFIKAT QC WW6

Laboratoriemålinger

SS					
y_i mg/L	s_{ri} mg/L	n_{ri}	s_{Li} mg/L	n_{Li}	Metode
240,5	3,81	4	3,38	3	CL
242,2	4,71	4	10,18	3	AL
238,2	6,61	4	2,36	3	CL
238,5	4,11	4	1,09	3	BL
236,7	1,91	4	1,69	3	AL
222,1	1,44	4	4,02	3	AL
230,3	1,50	4	3,13	3	AL
242,4	2,51	4	1,49	3	CL
244,7	3,16	4	2,83	3	AL
236,6	5,60	4	1,11	3	AL
228,0	5,88	4	4,65	3	AL
242,3	1,73	4	4,25	3	AL
238,3	1,73	4	3,86	3	BL
230,0	5,00	4	6,61	3	BL
235,9	3,01	4	3,85	3	CL
232,1	4,16	4	1,94	3	CL
239,9	2,33	4	3,26	3	AL
240,6	1,18	4	1,42	3	BL
231,2	5,62	4	4,06	3	BL
233,3	8,87	4	4,51	3	CL
233,8	2,85	4	4,65	3	AL
230,3	4,28	4	4,83	3	ZL
230,7	3,70	4	5,58	3	AL

Eksterne kontrolværdier

Y_i : gennemsnit for laboratorium i

s_{ri} : standardafvigelse for laboratorium i inden for analyseserien

n_{ri} : antal resultater til bestemmelse af s_{ri}

s_{Li} : standardafvigelse for laboratorium i mellem analyseserierne

n_{Li} : antal resultater til bestemmelse af s_{Li}

Metoder: Se forklaring side 3.

BILAG TIL CERTIFIKAT QC WW6

Certificerende laboratorier

Danmark

Eurofins Miljø A/S, Vejle
Højvang Laboratorier A/S, Dianalund

Norge

Eurofins Environment Testing Norway AS, Moss
Hardanger Miljøsenster AS, Odda
Labora AS, Bodø
Mjøslab I&S, Gjøvik
SINTEF Molab AS Lokasjon Molde, Molde
SNJ, IVAR IKS, Randaberg
VAV Vann- og avløpsetaten, Oslo

Sverige

ALS Scandinavia AB, Danderyd
Eurofins Water Testing Sweden AB, Lidköping
Gällivare Kommun/Kavahedens Reningsverk, Gällivare
Göteborgs Kemanalyt AB, Västra Frölunda
Hallsta Pappersbruk, Hallstavik
Iggesund Paperboard AB, Iggesund
Käppalaförbundet, Lidingö
Njudung Energi Vetlanda AB, Vattenlaboratoriet, Vetlanda
Nodra AB, Laboratorium Slottshagens Renningsverk, Norrköping
"Smedjeholms avloppsreningsverk, Laboratoriet, VIVAB, Falkenberg"
St1 Refinery AB, Gothenburg
Trollhättan Energi AB, Trollhättan
VA SYD, Laboratorieenheten, Malmö
Vallviks Bruk AB, Vallvik