Eurofins Miljø A/S
Smedeskovvej 38
DK-8464 Galten

REFERENCEMATERIALER

RM Reg.nr. 535
Medlem EA MLA

CERTIFIKAT FOR

QC RW2

TOTAL NITROGEN OG TOTAL PHOSPHOR I RECIPIENTVAND

BATCH: VKI-10-5-0816

ANVENDELSE AF REFERENCEMATERIALET

Beskrivelse
Dette referencemateriale består af en ampul med koncentrat til fremstilling af færdigt referencemateriale ved fortynding med vand. Certifikatet omfatter dokumentation for analyseparametrene total nitrogen (TN) og total phosphor (TP).

Mængde og konservering
QC RW2 består af ampuller med minimum 10 mL koncentrat i hver. Fra 10 mL koncentrat kan der fremstilles 1 L 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 næringssalte i recipientvand. 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
Ampullen stabiliseres ved stuetemperatur (ca. 20°C), hvorefter den knækkes på en sådan måde, at der ikke kommer partikler ned i den. Koncentrat udmåles med pipette og fortyndes 1:100 med vand uden måleligt indhold af næringsstoffer. For eksempel fortyndes 2,00 mL koncentrat op til 200 mL. De certificerede koncentrationer er angivet i tabellen på side 3 i dette certifikat.

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

Opbevaring og holdbarhed
Ampullerne opbevares beskyttet mod sollys, f.eks. i ampulæsken, og ved stuetemperatur eller i køleskab. Certifikatet er gyldigt til **1. april 2031** under forudsætning af, at referencematerialet er opbevaret som anbefalet.

De åbnede ampuller og det færdige referencemateriale forventes at have en holdbarhed på op til 1 døgn.

Certifikatet er udfærdiget ifølge ISO's internationale retningslinier for certificering af referencematerialer angivet i /1/ og /2/.

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 ampullernes indhold er sket efter fortynding af ampulkoncentraterne i forholdet 1:100.

Intern kontrol
Eurofins Miljøs analysekvalitet er kontrolleret og fundet tilfredsstillende ved regelmæssig deltagelse i internationale præstationsprøvninger.

Homogenitet:
Homogeniteten er undersøgt for begge næringssalte i tilfældigt udvalgte prøver af referencematerialet QC RW2. Der er testet for homogenitet ved sammenligning af standardafvigelsen mellem referenceprøverne og standardafvigelsen for dobbeltbestemmelse på den enkelte prøve (F-test, 95%), homogenitet er bekræftet for TN og TP. Herudover er homogeniteten efterkontrolleret for begge analyseparametre i henhold til ISO 33405 /1/ i forbindelse med den eksterne kontrol. Homogenitet blev bekræftet for TN, men ikke for TP i den eksterne kontrol. For TP er standardafvigelsen mellem enheder taget i betragtning ved estimering af usikkerheden på den certificerede værdi for TP.

Stabilitet:
Stabiliteten følges ved 4°C, 20°C og 37°C.

Ekstern dokumentation
Referencematerialets indhold af TN og TP er bestemt ved en certificeringsundersøgelse, som er gennemført i oktober/november 2016. 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 prøver af QC RW2: tre prøver i samme analyseserie, den ene prøve som dobbeltbestemmelse og de to andre prøver som enkeltbestemmelser; derudover to prøver i to forskellige analyseserier som enkeltbestemmelser. De certificerede værdier er statistisk beregnet i henhold til den internationale standard, ISO 33405 /1/. På baggrund af laboratoriernes indsendte analyseresultater er der beregnet:

y_{char} : gennemsnit, beregnet i henhold til ISO 33405 (afsnit A.2.4.).

s(y): standardafvigelse mellem laboratorierne, beregnet i henhold til ISO 33405 (afsnit A.2.5.):

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

hvor
y_i: gennemsnit for laboratorie i

p: antal laboratorier i beregningerne

95% konfidensinterval for beliggenheden af det sande gennemsnit for analyseresultaterne:

$$y_{char} \pm \mathrm{t}_{0,025}(\nu).\frac{\mathrm{s}(y)}{\sqrt{\mathrm{p}}}$$

hvor

p: antal laboratorier i beregningerne

ν: p-1, antal frihedsgrader

$t_{0,025}(\nu)$: t værdien på 0,025 niveau ved ν frihedsgrader.
Kriterierne for udvælgelse af laboratorier har været, at

- laboratoriets resultater i de undersøgte præstationsprøvninger afveg mindre end 2 standardafvigelser fra den nominelle værdi,
- laboratoriet analyserer flere end 20 analyseserier per år eller er akkrediteret til pågældende parameter,
- laboratoriets resultater for kontrolprøven ved certificeringen afveg mindre end 15% fra den nominelle værdi, og at
- laboratoriets resultater ved certificeringen ikke var 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 certificat. På baggrund af de udvalgte data er der beregnet:

Certificerede værdier

PARAMETER	ENHED	GENNEM-SNIT	STANDARD-AFVIGELSE MELLEM DA-TASÆT	95% KONFIDENS-GRÆNSER PÅ GEN-NEMSNIT $\bar{Y} \pm t_{0,025}(\nu).\frac{s_L}{\sqrt{p}}$		ANTAL DATASÆT I BEREGNINGERNE/ METODE	UDELUKKEDE DATASÆT C: Cochran outlier G: Grubbs outlier
		y_{char}	$s(y)$	Nedre	Øvre	(p)	
Total nitrogen	µg/L N	258	14,7	247	268	5/B 2/E 3/X	3C
Total phosphor	µg/L P	200	6,3	194	206	2/A 6/B 1/D 1/E 3/F 7/G 2/X	1C

Metoder

Total nitrogen:

B Destruktion med peroxodisulfat og bestemmelse af det dannede nitrat ved omstående cadmiumreduktionsmetode. (ISO 11905-1)
E In-line destruktion med peroxodisulfat ved UV-bestråling og bestemmelse af det dannede nitrat ved omstående cadmiumreduktionsmetode. (ISO 29441)
X Anden metode

Total phosphor:

A Destruktion med peroxodisulfat og bestemmelse af orthophosphat ved molybdænblåtmetoden. (DS 292; SFS 3026; NS 4725; SS 028127)
B Destruktion med peroxodisulfat og bestemmelse af orthophosphat ved molybdænblåmetoden. (EN ISO 6878, del 7)
D Destruktion med peroxodisulfat i henhold til DS/EN ISO 6878 og automatiseret bestemmelse af orthophosphat ved molybdænblåtmetoden (flow-injection analyse, FIA). (EN ISO 15681-1)
E Manuel destruktion med peroxodisulfat i henhold til DS/EN ISO 6878 og automatiseret bestemmelse af orthophosphat ved molybdænblåtmetoden (kontinuert-flow analyse, CFA). (EN ISO 15681-2)
F Automatiseret (in-line) destruktion med peroxodisulfat og bestemmelse af orthophosphat ved molybdænblåtmetoden (kontinuert-flow analyse, CFA). (EN ISO 15681-2)
G Lange (persulfatoplukning og molybdat/askorbinsyremetode). 0,05 - 1,5 mg/L P. (Lange LCK 349)
X Anden metode

Brug af de certificerede værdier
For laboratorier, hvis analysekvalitet er på niveau med de laboratorier, der har deltaget i den eksterne dokumentation, gælder følgende:

1) Analyseresultatet vil ved enkeltbestemmelse med 95% sandsynlighed ligge i intervallet:

$$y_{char} \pm t_{0,025}(v) \cdot s(y)$$

2) Analyseresultater, som er gennemsnittet af en dobbeltbestemmelse, vil med 95% sandsynlighed ligge i intervallet:

$$y_{char} \pm t_{0,025}(v) \cdot \frac{s(y)}{\sqrt{2}}$$

REFERENCER

/1/ ISO 33405:2024. Reference materials – Approaches for characterization and assessment of homogeneity and stability.

/2/ ISO 33401:2024. Reference materials - Contents of certificates, labels and accompanying documentation.

Certifikat udgivet oktober 2026.

CERTIFIKAT ANSVARLIG



Rikke L. Mikkelsen, MSc
Eurofins Miljø A/S
DK-8464 Galten

E-mail: refmat@etn.eurofins.dk

Webside: https://www.eurofins.com/da-dk/miljoe/certificerede-referencematerialer/

Certifikatets revisionshistorie: Oktober 2026 (udløbsdato forlænget, opdatering til gældende ISO standard); April 2017 (dato for første udgave af certifikat)

BILAG TIL CERTIFIKAT QC RW2

Laboratoriemålinger

Total nitrogen					
y_i µg/L N	s_{ri} µg/L N	n_{ri}	s_{Li} µg/L N	n_{Li}	Metode
245,2	13,49	4	7,83	3	B
236,8	5,66	4	4,04	3	X
245,6	6,37	4	15,46	3	E
240,5	4,11	4	4,76	3	B
280,0	14,93	4	5,95	3	B
266,5	7,20	4	2,19	3	B
267,2	2,94	4	3,51	3	X
270,0	8,04	4	4,00	3	B
268,0	12,34	4	4,44	3	X
258,3	1,73	4	16,31	3	E

Total phosphor					
y_i µg/L P	s_{ri} µg/L P	n_{ri}	s_{Li} µg/L P	n_{Li}	Metode
198,6	2,54	4	1,38	3	A
207,5	3,20	4	2,95	3	G
200,5	1,71	4	0,43	3	G
202,8	2,45	4	0,58	3	G
201,5	1,71	4	7,63	3	A
197,3	3,95	4	1,81	3	G
196,3	1,26	4	2,40	3	F
190,7	1,41	4	6,51	3	X
203,7	1,07	4	1,06	3	F
204,5	1,71	4	4,92	3	B
219,5	0,96	4	1,09	3	B
200,2	0,82	4	3,51	3	G
202,5	0,96	4	2,17	3	D
197,5	2,45	4	2,65	3	G
207,5	0,82	4	2,31	3	B
200,7	2,16	4	8,02	3	E
199,2	0,94	4	0,81	3	B
198,2	3,20	4	3,54	3	X
198,0	1,15	4	1,00	3	B
193,0	0,50	4	4,68	3	F
192,2	1,63	4	2,52	3	G
191,8	2,38	4	2,75	3	B

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 RW2

Certificerende laboratorier

Danmark
AnalyTech Miljølaboratorium A/S, Nørresundby
Ekokem A/S, Nyborg
Eurofins Miljø A/S, Vejen
R/A Bjergmarken, Roskilde
Randers Spildevand, Randers SØ

Finland
Water and Environment Research of South-West Finland, Turku

Norge
Eurofins Environment Testing Norway AS, Moss
Fjellab, Rjukan
Hardanger Miljøsenter AS, Odda

Sverige
ALcontrol AB, Karlstad
AK Lab AB, Borås
Holmen Paper Braviken, Norrköping
Inovyn Sverige AB, Stenungsund
IVL-Svenska Miljöinstitutet AB, Göteborg
Laboratoriet vid Smedjeholms Avloppsreningsverk, Falkenberg
Nyköpings Kommun, Vattenlaboratoriet, Nyköping
Processlab, Gävle
Reningsverket Aggerud, Karlskoga
Södra Cell Mönsterås, Mönsterås
Tekniska Verken i Linköping AB, Linköping
VA-avdelingen, Laboratoriet, Nynäshamns Kommun, Nynäshamn
Vimmerby Energi o Miljö AB, Vattenlab, Vimmerby

Åland
ÅMHM Laboratoriet, Jomala