

CERTIFIKAT FOR

QC WW6

SUSPENDEREDE STOFFER (SS)

BATCH: VKI-31-3-0116

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 2021** 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 april/maj 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 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. Den certificerede værdi er statistisk beregnet i henhold til den internationale standard, ISO Guide 35 /1/. På baggrund af laboratoriernes indsendte analyseresultater er der beregnet:

\bar{Y} : gennemsnit, beregnet i henhold til ISO Guide 35 (afsnit 10.5.2)

s_L : standardafvigelse mellem laboratorierne, beregnet i henhold til ISO Guide 35 (afsnit 10.5.2):

$$\frac{1}{p-1} \sqrt{\sum (Y_i - \bar{Y})^2}$$

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

$$\bar{Y} \pm t_{0,025}(v) \cdot \frac{s_L}{\sqrt{p}}$$

hvor

p: antal laboratorier i beregningerne

v: p-1, antal frihedsgrader

$t_0(v)$: t værdien på 0,025 niveau ved v frihedsgrader.

Kriteriet for udvælgelse af laboratorier er, at

- laboratoriets resultater i præstationsprøvninger afviger 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 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	GENNEMSNIT	STANDARD-AFVIGELSE MELLEM DATASÆT s_L	95% KONFIDENS-GRÆNSER PÅ GENNEMSNIT		ANTAL DATASÆT I BEREGNINGERNE / METODE (p)	UDELUKKEDE DATASÆT
				$\bar{Y} \pm t_{0,025}(v) \cdot \frac{s_L}{\sqrt{p}}$ Nedre	$\bar{Y} \pm t_{0,025}(v) \cdot \frac{s_L}{\sqrt{p}}$ Øvre		
SS	mg/L	241	3,5	240	243	5 / L 25 / M	4

Metoder

L DS 207, NS 4733
M EN 872

Brug af de eksterne kontrolværdier

For laboratorier, hvis analysekvalitet er på niveau med de laboratorier, der har deltaget i certificeringen, gælder følgende:

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

$$\bar{Y} \pm t_{0,025}(v) \cdot s_L$$

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

$$\bar{Y} \pm t_{0,025}(v) \cdot \frac{s_L}{\sqrt{2}}$$

REFERENCER

- /1/ ISO guide 35:2006. Certification of reference materials - General and statistical principles for certification.
- /2/ ISO guide 31:2000. Reference materials - Contents of certificates and labels.

Certifikat udgivet juni 2016.

DIREKTØR

Karsten Jørgensen
Eurofins Miljø A/S
DK-8464 Galten

TEKNISK ANSVARLIG

Ulla Lund
Eurofins Miljø A/S
DK-8464 Galten

KVALITETSCHEF

Jette Groth
Eurofins Miljø A/S
DK-6600 Vejen

BILAG TIL CERTIFIKAT QC WW6

Certificerende laboratorier

Danmark

BIOFOS A/S, København K
Eurofins Miljø A/S, Vejen
Renseanlæg Bjergmarken, Roskilde
Vandrens, Skælskør

Finland

Nab Labs Oy Ltd/Ambiotica, Jyväskylä

Norge

Alcontrol Skien, Skien
Eurofins Environment Testing Norway AS, Moss
Fishguard Avd. Måløy, Måløy
Hardanger Miljøsender AS, Odda
Ivar IKS, Randaberg
Labora AS, Bodø
Mjøslab IKS, Gjøvik
Vestfoldlab A/S, Sem

Sverige

Iggesund Paperboard AB, Cell o. Miljölab, Iggesund
INOVYN Sverige AB, Stenungsund
Jönköpings Kommun VA-laboratoriet, Jönköping
Karlskrona Kommuns Laboratorium, Lyckeby
Motala Kommun, Tekn. Förvaltn. Vatten o. Avfall, Motala
Norrköping Vatten o. Avfall AB, Laboratoriet Slottshagens Rv., Norrköping
Nyköping Kommun / Vattenlaboratoriet, Nyköping
Preemraff Lysekil, Lysekil
Reningsverket Aggerud, Karlskoga
St1 Refinery AB, Göteborg
Stora Enso Paper AB, Hylte Mill, Hyltebruk
Tekniska Verken i Linköping, Linköping
Tekniska Förvaltningen, Verksamhetsstöd VA, Reningsverket Skebäck, Laboratoriet, Örebro
VA SYD Ellingelaboratoriet, Malmö
Vattenfall AB Heat Generation Uppsala, Kemilaboratoriet, Uppsala
Vimmerby Energi o. Miljö, Vimmerby
VIVAB, Varberg