

## CERTIFICAT POUR LE MATÉRIAU DE REFERENCE

### QC WW6

### MATIÈRE EN SUSPENSION

**SÉRIE:** VKI-31-3-0116

## INSTRUCTIONS D'UTILISATION DU MATÉRIAU DE REFERENCE

### Description

Ce matériau de référence est constitué d'un flacon de solution concentrée permettant la préparation par dilution avec de l'eau d'échantillons de référence pour le contrôle de qualité. Le certificat contient documentation du paramètre d'analyse matière en suspension.

### Quantité

Le QC WW6 est constitué d'un flacon contenant 3,00 g de solution concentrée. 83 mL d'échantillon de référence est obtenu par dilution de la solution concentrée. Les concentrés ont été traités en autoclave pour leur préservation.

### Utilisation

L'échantillon de référence est prévu pour le contrôle de qualité, c'est-à-dire, la mesure et le contrôle de la justesse et de la fidélité des analyses. Il est usuellement prévu pour la détermination de matière en suspension dans les eaux usées. L'échantillon de référence peut aussi être utilisé pour le contrôle de qualité au cours de l'analyse d'autres types d'échantillons et pour la mise au point et l'optimisation d'instruments et de méthodes analytiques.

Il est important que les numéros de série du matériau de référence et du certificat soient identiques.

### Préparation pour l'utilisation

Stabiliser les flacons à la température ambiante (approximativement à 20°C). Ouvrir le flacon et ajouter 80 mL de l'eau sans contenu mesurable de matière en suspension. Fermer le flacon et agiter soigneusement. L'échantillon sera analysé au même jour qu'il est produit. La concentration certifiée est donnée à page 3.

Il est important que le matériau de référence soit préparé dans le flacon. De plus il est important de pouvoir contrôler la pureté de l'eau avant l'utilisation.

Si le QC WW6 est utilisé à d'autres fins que le contrôle de qualité des analyses d'eaux usées, le rapport de dilution à l'eau distillée peut être différent.

### Analyses

Pour le contrôle de qualité, l'échantillon de référence est analysé simultanément et de la même manière que les autres échantillons.

### Stockage et conservation

Les flacons doivent être stockés à l'abri de la lumière, dans leur boîte d'origine par exemple, à température ambiante ou au réfrigérateur. Ce certificat est valable jusqu'au **1er avril 2021**, pourvu que le matériau de référence soit conservé dans les conditions recommandées.

Après préparation du matériau de référence le temps de conservation est de 24 h.

## PRODUCTION DU MATÉRIAU DE REFERENCE ET DOCUMENTATION

### Production

La production de ce matériau de référence est conforme aux principes d'assurance de la qualité d'Eurofins Miljø A/S, visant à garantir la qualité recherchée du produit.

### Information sur les concentrations

Toutes les procédures de contrôle du matériel de référence ont été effectuées après dilution comme décrit ci-dessus.

#### *Contrôle interne*

La qualité analytique d'Eurofins Miljø A/S a été documentée et estimée satisfaisante par des participations régulières à des exercices de comparaisons entre laboratoires.

#### Homogénéité:

L'homogénéité des flacons a été vérifiée par la mesure de la matière en suspension dans des flacons de QC WW6, échantillonnées au hasard. Des tests d'homogénéité ont été effectués en comparant l'écart type entre les unités de matériau de référence à l'écart type au sein du lot obtenu par analyses en double du matériau de référence de le même flacon (test F, 95%). De plus l'homogénéité a été testée suivant les Lignes Directrices ISO Guide 35 /1/ en relation avec la documentation externe. Aucune indication d'hétérogénéité n'a été observée.

#### Stabilité:

La stabilité du matériau de référence est testée régulièrement sur des flacons stockés à 5°C, 20°C et 37°C.

#### *Documentation externe*

La concentration en matière en suspension dans les échantillons de référence furent mesurées durant une certification au cours en avril/mai 2016. Les laboratoires sélectionnés sont expérimentés et ont démontré de bons résultats analytiques au cours des circuits internationaux d'intercomparaisons, des certifications antérieures et par l'analyse de l'échantillon de contrôle inclus. Il fut demandé aux laboratoires d'analyser chaque paramètre dans cinq flacons différents: trois flacons dans une même série analytique, avec une d'eux analysée en double et les autres analysée en simple; deux flacons dans deux séries d'analyse différentes avec une simple détermination. Les statistiques sont conformes aux normes internationales: Lignes Directrices ISO 35 /1/. Sur la base des résultats analytiques obtenus au cours de cet exercice, les paramètres statistiques suivants ont été calculés:

$\bar{Y}$  : moyenne, ainsi que définie dans la norme: Lignes Directrices ISO 35 /1/, (section 10.5.2).

$s_L$  : déviation standard entre les laboratoires, calculée selon la norme: Lignes Directrices ISO 35 /1/, (section 10.5.2)

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

Intervalle de confiance 95% de la valeur moyenne vraie des résultats analytiques:

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

où

p: nombre de laboratoires

v p-1, degrés de liberté

$t_{0,025}(v)$ : valeur de t au niveau 0,025 pour v degrés de liberté.

Les critères de sélection des laboratoires ont été les suivants:

- les résultats obtenus par les laboratoires dans les circuits internationaux d'intercomparaisons concernés, devaient être corrects avec un z-score inférieur à 2 en valeur absolue
- les laboratoires devaient être accrédités pour les paramètres mesurés ou réaliser environ 20 sessions analytiques par an
- les résultats des laboratoires pour le contrôle se sont écartés de moins de 15% de la valeur nominale, et
- les résultats du laboratoire sont considérés comme acceptable suite au test de Cochran et au test de Grubbs et ils ne sont pas non plus considérés comme des tests irréguliers selon une évaluation scientifique.

Les données provenant de ce contrôle externe et les laboratoires participants sont fournis dans les annexes de ce certificat. Un résumé des calculs statistiques, des méthodes de laboratoires et du nombre de laboratoires utilisant est donné dans le tableau ci-dessous.:

#### Valeurs certifiées

| PARAMETRE | UNITÉ | MOYENNE   | ECART TYPE ENTRE LES LABORATOIRES | LIMITES DE L'INTERVALLE DE CONFIANCE (95%) DE LA VALEUR MOYENNE |            | NOMBRE DE LABORATOIRES POUR LE CALCUL/METHODE | LABORATOIRES EXCLUS |
|-----------|-------|-----------|-----------------------------------|---|------------|---|---------------------|
|           |       |           |                                   | Inférieure  | Supérieure |   |                     |
|           |       | $\bar{Y}$ | $s_L$                             | $\bar{Y} \pm t_{0,025}(v) \cdot \frac{s_L}{\sqrt{p}}$           |            | (p)   |                     |
| SS        | mg/L  | 241       | 3,5                               | 240   | 243        | 5 / L<br>25 / M                               | 4                   |

#### Méthodes

L Normes nordiques, DS 207, NS 4733

M Normes européennes, EN 872

#### Utilisation des valeurs certifiées

Les laboratoires pour lesquels la qualité analytique est comparable à celle des laboratoires qui ont contribué à la production des données de contrôle de ce certificat, peuvent appliquer ce qui suit:

- 1) Pour une seule détermination, les résultats analytiques seront, avec une probabilité de 95%, compris dans l'intervalle

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

- 2) Les résultats analytiques, calculés sur la moyenne de deux déterminations, seront, avec une probabilité de 95%, compris dans l'intervalle:

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

#### REFERENCES

- /1/ FD ISO Guide 35:2006. Matériaux de référence - Principes généraux et statistiques en vue de la certification.
- /2/ ISO guide 31:2000. Matériaux de référence - Contenu des certificats et étiquettes.

Date de publication : Juin 2016

**DIRECTEUR**

Karsten Jørgensen  
Eurofins Miljø A/S  
DK-8464 Galten

**RESPONSABLE SCIENTIFIQUE**

Dr. Ulla Lund, Ph.D.  
Eurofins Miljø A/S  
DK-8464 Galten

**RESPONSABLE QUALITÉ**

Jette Groth  
Eurofins Miljø A/S  
DK-6600 Vejle

|  |
|--|
| Historique des révisions de ce certificat : Juin 2016 (date d'origine du certificat) |
|--|

## ANNEXE DU CERTIFICAT QC WW6

### Résultats des laboratoires

| Matière en Suspension |                  |          |                  |          |         |
|-----------------------|------------------|----------|------------------|----------|---------|
| $Y_i$<br>mg/L         | $s_{ri}$<br>mg/L | $n_{ri}$ | $s_{Li}$<br>mg/L | $n_{Li}$ | Méthode |
| 239,5                 | 5,99             | 4        | 2,69             | 3        | BM      |
| 241,7                 | 3,75             | 4        | 1,30             | 3        | AM      |
| 239,8                 | 0,24             | 4        | 0,18             | 3        | CM      |
| 241                   | 4,16             | 4        | 2,08             | 3        | AL      |
| 240,0                 | 2,39             | 4        | 1,65             | 3        | CM      |
| 242                   | 4,35             | 4        | 3,53             | 3        | CM      |
| 242                   | 0,96             | 4        | 9,06             | 3        | AM      |
| 232,7                 | 1,96             | 4        | 5,22             | 3        | AM      |
| 240,0                 | 2,39             | 4        | 6,34             | 3        | AM      |
| 241,95                | 3,29             | 4        | 1,87             | 3        | DM      |
| 236,9                 | 3,75             | 4        | 6,16             | 3        | BM      |
| 243                   | 2,06             | 4        | 0,14             | 3        | AM      |
| 241,7                 | 3,23             | 4        | 4,39             | 3        | AM      |
| 236,9                 | 3,75             | 4        | 4,88             | 3        | DM      |
| 246,6                 | 3,36             | 4        | 3,26             | 3        | ZL      |
| 238                   | 1,41             | 4        | 0,00             | 3        | CM      |
| 234,6                 | 1,66             | 4        | 4,11             | 3        | AM      |
| 247,9                 | 8,19             | 4        | 0,68             | 3        | ZM      |
| 246                   | 1,41             | 4        | 4,04             | 3        | BM      |
| 246                   | 8,37             | 4        | 2,08             | 3        | AL      |
| 242                   | 1,15             | 4        | 1,53             | 3        | BL      |
| 245                   | 5,94             | 4        | 1,53             | 3        | CM      |
| 245                   | 3,79             | 4        | 3,91             | 3        | AL      |
| 237                   | 2,63             | 4        | 7,80             | 3        | AM      |
| 240,3                 | 1,66             | 4        | 4,22             | 3        | CM      |
| 244                   | 4,35             | 4        | 3,53             | 3        | AM      |
| 244,5                 | 1,22             | 4        | 1,31             | 3        | AM      |
| 241,93                | 3,01             | 4        | 2,47             | 3        | CM      |
| 239,2                 | 4,73             | 4        | 4,52             | 3        | AM      |
| 241,0                 | 2,99             | 4        | 2,66             | 3        | BM      |

#### Valeurs de contrôle externe

$Y_i$  : moyenne du laboratoire i

$s_{ri}$  : écart type du laboratoire i, au sein des séries d'analyse

$n_{ri}$  : nombre de résultats du laboratoire i, pour la détermination de  $s_{ri}$

$s_{Li}$  : écart type du laboratoire i, entre les séries d'analyse

$n_{Li}$  : nombre de résultats du laboratoire i, pour la détermination de  $s_{Li}$

Méthodes: voir description page 3

## ANNEXE DU CERTIFICAT QC WW6

### Laboratoires certificateurs

#### *Danemark*

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

#### *Finlande*

Nab Labs Oy Ltd/Ambiotica, Jyväskylä

#### *Norvège*

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

#### *Suède*

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