

## CERTIFIKAT FOR

### QC LOAM SOIL B

### SPORELEMENTER/METALLER I JORD

**BATCH:** VKI-20-3-0109

#### ANVENDELSE AF REFERENCEMATERIALET

##### Beskrivelse

Dette referencemateriale består af tørret jord. Certifikatet omfatter dokumentation for analyseparametrene As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Zn, K og glødetab.

##### Anvendelse

Referencematerialet anvendes som kontrol af analysernes nøjagtighed og præcision. Det er typisk beregnet til intern kvalitetskontrol ved analyse af sporelementer/metaller og glødetab i jord. Det kan ligeledes anvendes ved validering af analysemetoder. Det er vigtigt, at batchnumre på referencemateriale og certifikat er ens.

##### Fremgangsmåde

Bestemmelse af sporelementer/metaller skal ske på destruerede prøver. Da materialet er hygroskopisk, anbefales det, at der med jævne mellemrum foretages en tørstofbestemmelse parallelt med analysen.

##### Analyse

Referencematerialet analyseres samtidig med og på samme måde som øvrige prøver.

##### Opbevaring og holdbarhed

Referencematerialet opbevares beskyttet mod sollys og tæt indelukket i det originale brune glas ved stuetemperatur. Certifikatet er gyldigt til **1. september 2019** under forudsætning af, at referencematerialet er opbevaret som anbefalet.

#### FREMSTILLING AF REFERENCEMATERIALET OG DOKUMENTATION

##### Fremstilling

Referencematerialet er let forurenet jord. Større sten og plantedele er fjernet. Materialet er tørret ved ca. 100°C, knust og sigtet til < 90 µm og yderligere homogeniseret. Materialet er steriliseret med γ-stråling. Eurofins har ved sine kvalitetsprocedurer tilstræbt, at fremstillingen og kvalitetskontrollen heraf giver den ønskede kvalitet af referencematerialet.

##### Dokumentation for indhold

Al dokumentation for referencematerialets indhold af sporelementer/metaller er baseret på måling efter destruktion. Det målte indhold af de enkelte parametre er korrigeret for tørstofindholdet, som er bestemt parallelt med analysen.

### Intern kontrol

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

### Homogenitet:

Homogeniteten er undersøgt for alle ni sporelementer/metaller i tilfældigt udvalgte glas af referencematerialet QC LOAM SOIL B. Der er testet for homogenitet ved sammenligning af standardafvigelsen mellem referenceprøverne og standardafvigelsen for tredobbeltbestemmelse på den enkelte prøve (F-test, 95%). Herudover er homogeniteten efterkontrolleret for alle analyseparametre i henhold til ISO Guide 35 /1/ i forbindelse med den eksterne kontrol. Der er ikke fundet tegn på heterogenitet undtagen for Pb i den eksterne kontrol, hvilket dog kan forklares med forskelle mellem laboratorier, ikke mellem prøver.

### Stabilitet:

Stabiliteten følges ved skemalagte analyser af Cu og Hg i referencemateriale opbevaret ved 20°C og 37°C. Der er ikke fundet tegn på holdbarhedsproblemer ved tidspunktet for udstedelse af dette certifikat.

### Ekstern dokumentation

Til den eksterne laboratedokumentation er der anvendt udvalgte nordiske og tyske laboratorier. Laboratorierne er blevet bedt om at analysere to glas: begge glas ved dobbeltbestemmelse i samme analyseserie; og derefter hvert glas i to forskellige analyseserier som enkeltbestemmelser. Desuden blev laboratorierne bedt om at analysere en kontrolprøve (jord), udsendt sammen med referencematerialerne. Statistikken ved den eksterne dokumentation er 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

$t_{0,025}(v)$ : t værdien på 0,025 niveau ved v frihedsgrader.

Certificeringen er for sporelementer/metaller baseret på analyseresultater opnået ved destruktion med 7 N salpetersyre i mikrobølgeovn eller autoklave. For bestemmelse af glødetab er anvendt alle metoder.

For Cd, Cu, Hg, Pb og K er der ubetydelig forskel mellem data fra destruktion i autoklave og mikrobølgeovn. Den certificerede værdi for disse metaller er baseret på begge procedurer.

For As, Cr, Ni og Zn var der signifikant forskel mellem måleresultater efter destruktion i mikrobølgeovn og autoklave. Antallet af laboratorier, der har anvendt destruktion i mikrobølgeovn er for lille til at tillade estimering af en certificeret værdi, men for Cr, Ni og Zn angives en vejledende værdi til orientering. Kun tre ikke-udelukkede laboratorier anvendte destruktion i mikrobølgeovn ved bestemmelse af As, og certifikatet indeholder derfor ingen information for denne procedure.

Til certificeringen er anvendt resultater fra udvalgte laboratorier. Første kriterium for udvælgelse af laboratorier har været, at de er rutinerede. Dernæst er laboratorier udvalgt på basis af deres opnåede resultater i præstationsprøvninger eller tidligere certificeringer.

Kriterierne for udvælgelse af danske, norske, svenske og tyske laboratorier har været, at

- laboratoriets resultater i de undersøgte præstationsprøvninger havde z-score mindre end 2 (absolut værdi), og at

- laboratoriet analyserer flere end 20 analyseserier per år eller er akkrediteret til pågældende parameter.

Finske laboratorier er udvalgt som kvalificerede af det finske referencelaboratorium.

Kriterierne for udvælgelse af laboratorieresultater i certificeringen har været, at

- laboratoriets resultater for kontrolprøven ved certificeringen afveg mindre end 25% fra den nominelle værdi, og at
- laboratoriets resultater ved certificeringen ikke var Cochran eller Grubbs outliers.

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:

#### Certificerede værdier

PARAMETER	ENHED	GENNEMSNIT	STANDARD-AFVIGELSE MELLEMLIGT DATASÆT	95% KONFIDENS-GRÆNSER PÅ GENNEMSNIT		ANTAL DATASÆT I BEREGNINGERNE/METODE	UDELUKKEDE DATASÆT  C: Cochran outlier G: Grubbs outlier
				$\bar{Y} \pm t_{0,025}(v) \cdot \frac{s_L}{\sqrt{p}}$ Nedre	Øvre		
		$\bar{Y}$	$s_L$			(p)	
Arsen (autoklavedestruktion)	mg/kg TS	3,49	0,290	3,22	3,76	5/D 2/E	2C
Cadmium	mg/kg TS	0,279	0,0350	0,258	0,300	1/A 7/D 5/E	1C
Chrom (autoklavedestruktion)	mg/kg TS	46,8	4,06	43,9	49,7	9/D 1/E	1C
Chrom * (mikrobølgedestruktion)	mg/kg TS	(65)	(16)	(45)	(86)	1/B 1/D 3/E	
Kobber	mg/kg TS	23,3	1,74	22,4	24,2	1/B 11/D 4/E	
Kviksølv	mg/kg TS	0,094	0,0077	0,088	0,099	3/C 4/D 2/E 1/F	1C
Nikkel (autoklavedestruktion)	mg/kg TS	13,2	1,27	12,3	14,1	9/D 1/E	1C
Nikkel * (mikrobølgedestruktion)	mg/kg TS	(15)	(1,4)	(13)	(18)	1/D 3/E	1C
Bly	mg/kg TS	115	10,8	109	122	9/D 5/E	2C
Zink (autoklavedestruktion)	mg/kg TS	73,7	6,49	69,0	78,4	9/D 1/E	1C
Zink * (mikrobølgedestruktion)	mg/kg TS	(78)	(4,0)	(71)	(84)	1/B 1/D 2/E	1C
Kalium	g/kg TS	1,43	0,122	1,35	1,52	9/D 1/E	3C
Glødetab	g/kg TS	26,4	3,11	24,5	28,3	13	1C

\*: Værdier i parentes er orienterende.

#### Metoder

A Atomabsorptionsspektrometri med grafitovn (ETAAS), f.eks. ISO 11047

- B Atomabsorptionsspektrometri med flamme (FAAS), f.eks. ISO 11047
- C Atomabsorptionsspektrometri med hydridteknik (HAAS), f.eks. ISO 16772 (Hg), ISO 20280 (As)
- D Induktivt koblet plasma atomemissionsspektrometri (ICP-AES), f.eks. ISO 22036
- E Induktivt koblet plasma massespektrometri (ICP-MS)

### 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:

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

- 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 januar 2014.

#### DIREKTØR

Karsten Jørgensen  
Eurofins Miljø A/S  
DK-8464 Galten

#### TEKNISK ANSVARLIG

Ulla Lund, Lic. Pharm.  
Eurofins Miljø A/S  
DK-8464 Galten

#### KVALITETSCHEF

Jette Groth  
Eurofins Miljø A/S  
DK-6600 Vejen

Certifikatets revisionshistorie: Januar 2014 (tilføjet udløbsdato); August 2009 (dato for første udgave af certifikat)

# BILAG TIL CERTIFIKAT QC LOAM SOIL B

## Laboratoriemålinger

Arsen (autoklavedestruktion)					
Y <sub>i</sub> mg/kg TS	S <sub>ri</sub> mg/kg TS	n <sub>ri</sub>	S <sub>Li</sub> mg/kg TS	n <sub>Li</sub>	Metode
3,65	0,097	4	0,075	3	D
3,65	0,201	4	0,142	3	D
3,40	0,061	4	0,103	3	D
3,61	0,022	4	0,032	3	E
3,79	0,035	4	0,298	3	E
2,91	0,288	4	0,322	3	D
3,40	0,141	4	0,200	3	D

Chrom (autoklavedestruktion)					
Y <sub>i</sub> mg/kg TS	S <sub>ri</sub> mg/kg TS	n <sub>ri</sub>	S <sub>Li</sub> mg/kg TS	n <sub>Li</sub>	Metode
45,2	2,31	4	3,30	3	D
44,2	1,04	4	2,55	3	D
43,9	0,93	4	0,46	3	D
43,1	0,71	4	0,44	3	D
49,0	0,36	4	1,01	3	D
49,4	0,53	4	0,35	3	D
56,1	0,83	4	1,81	3	E
44,9	0,69	4	0,70	3	D
43,5	2,36	4	3,47	3	D
48,8	1,26	4	0,83	3	D

Cadmium					
Y <sub>i</sub> mg/kg TS	S <sub>ri</sub> mg/kg TS	n <sub>ri</sub>	S <sub>Li</sub> mg/kg TS	n <sub>Li</sub>	Metode
0,261	0,0075	4	0,0206	3	D
0,276	0,0103	4	0,0106	3	*E
0,325	0,0026	4	0,0085	3	E
0,277	0,0186	4	0,0109	3	A
0,325	0,0120	4	0,0056	3	*E
0,255	0,0230	4	0,0035	3	D
0,232	0,0039	4	0,0018	3	*D
0,251	0,0101	4	0,0063	3	D
0,309	0,0045	4	0,0078	3	E
0,298	0,0116	4	0,0243	3	E
0,253	0,0154	4	0,0037	3	D
0,235	0,0258	4	0,0153	3	D
0,332	0,0213	4	0,0120	3	D

Chrom (mikrobølgedestruktion)					
Y <sub>i</sub> mg/kg TS	S <sub>ri</sub> mg/kg TS	n <sub>ri</sub>	S <sub>Li</sub> mg/kg TS	n <sub>Li</sub>	Metode
65,4	11,3	4	8,4	3	E
76,7	2,4	4	3,6	3	E
39,1	1,4	4	0,2	3	D
63,7	5,7	4	3,0	3	B
81,2	5,9	4	5,9	3	E

\*: måling efter destruktion i mikrobølgeovn. Øvrige målinger er udført efter destruktion i autoklave

Kobber					
Y <sub>i</sub> mg/kg TS	S <sub>ri</sub> mg/kg TS	n <sub>ri</sub>	S <sub>Li</sub> mg/kg TS	n <sub>Li</sub>	Metode
25,2	0,31	4	1,89	3	D
23,2	0,60	4	0,78	3	*E
22,9	0,58	4	0,20	3	D
19,0	0,99	4	0,61	3	D
23,2	0,40	4	0,42	3	*E
24,0	0,94	4	0,20	3	D
25,0	0,42	4	0,53	3	D
23,1	0,29	4	0,25	3	*D
23,4	0,59	4	0,22	3	D
25,7	0,26	4	0,20	3	E
21,6	0,37	4	1,57	3	D
21,0	0,56	4	1,49	3	D
23,6	0,33	4	0,77	3	D
22,8	0,39	4	0,59	3	D
23,8	0,43	4	0,80	3	*B
25,5	0,56	4	0,57	3	*E

\*: måling efter destruktion i mikrobølgeovn. Øvrige målinger er udført efter destruktion i autoklave

Nikkel (autoklavedestruktion)					
Y <sub>i</sub> mg/kg TS	S <sub>ri</sub> mg/kg TS	n <sub>ri</sub>	S <sub>Li</sub> mg/kg TS	n <sub>Li</sub>	Metode
13,5	0,32	4	0,34	3	D
15,2	0,49	4	0,68	3	D
12,1	0,55	4	0,46	3	D
12,7	0,10	4	0,27	3	D
13,5	0,27	4	0,16	3	D
13,5	0,16	4	0,10	3	D
15,0	0,13	4	0,22	3	E
11,2	0,37	4	0,40	3	D
13,6	0,16	4	0,56	3	D
12,0	0,25	4	0,22	3	D

Kviksølv					
Y <sub>i</sub> mg/kg TS	S <sub>ri</sub> mg/kg TS	n <sub>ri</sub>	S <sub>Li</sub> mg/kg TS	n <sub>Li</sub>	Metode
0,094	0,0115	4	0,0053	3	D
0,088	0,0170	4	0,0050	3	*E
0,088	0,0059	4	0,0033	3	D
0,097	0,0198	4	0,0095	3	F
0,089	0,0021	4	0,0028	3	*C
0,109	0,0073	4	0,0126	3	D
0,096	0,0067	4	0,0074	3	E
0,100	0,0058	4	0,0136	3	D
0,096	0,0080	4	0,0040	3	C
0,081	0,0075	4	0,0054	3	C

\*: måling efter destruktion i mikrobølgeovn. Øvrige målinger er udført efter destruktion i autoklave

Nikkel (mikrobølgedestruktion)					
Y <sub>i</sub> mg/kg TS	S <sub>ri</sub> mg/kg TS	n <sub>ri</sub>	S <sub>Li</sub> mg/kg TS	n <sub>Li</sub>	Metode
15,1	0,21	4	0,55	3	E
15,4	0,16	4	0,56	3	E
13,8	0,17	4	0,30	3	D
17,2	0,15	4	0,86	3	E

Bly					
Y <sub>i</sub> mg/kg TS	s <sub>ri</sub> mg/kg TS	n <sub>ri</sub>	s <sub>Li</sub> mg/kg TS	n <sub>Li</sub>	Metode
118	3,6	4	0,0	3	*E
127	5,1	4	2,2	3	D
100	3,5	4	2,8	3	D
108	1,3	4	3,7	3	*E
115	0,8	4	1,4	3	D
115	3,7	4	5,6	3	D
104	1,0	4	1,0	3	*D
114	1,5	4	3,2	3	D
121	0,5	4	1,0	3	E
121	6,0	4	3,3	3	E
99	2,8	4	5,4	3	D
125	4,6	4	6,1	3	D
112	2,0	4	3,8	3	D
138	6,8	4	5,4	3	*E

\*: måling efter destruktion i mikrobølgeovn. Øvrige målinger er udført efter destruktion i autoklave

Zink (mikrobølgedestruktion)					
Y <sub>i</sub> mg/kg TS	s <sub>ri</sub> mg/kg TS	n <sub>ri</sub>	s <sub>Li</sub> mg/kg TS	n <sub>Li</sub>	Metode
77,4	1,75	4	0,39	3	E
79,8	0,51	4	1,42	3	E
72,0	0,70	4	0,57	3	D
81,0	1,93	4	2,23	3	B

Zink (autoklavedestruktion)					
Y <sub>i</sub> mg/kg TS	s <sub>ri</sub> mg/kg TS	n <sub>ri</sub>	s <sub>Li</sub> mg/kg TS	n <sub>Li</sub>	Metode
79,3	1,50	4	2,04	3	D
70,8	2,39	4	4,72	3	D
63,5	1,18	4	0,74	3	D
73,6	1,36	4	1,09	3	D
82,7	0,50	4	1,06	3	D
82,9	1,38	4	0,49	3	E
69,5	0,88	4	2,87	3	D
70,0	1,91	4	5,29	3	D
76,5	1,67	4	1,80	3	D
68,3	2,23	4	2,42	3	D

Kalium					
Y <sub>i</sub> g/kg TS	s <sub>ri</sub> g/kg TS	n <sub>ri</sub>	s <sub>Li</sub> mg/kg TS	n <sub>Li</sub>	Metode
1,49	0,028	4	0,047	3	*D
1,30	0,015	4	0,026	3	D
1,39	0,033	4	0,054	3	*D
1,62	0,007	4	0,020	3	D
1,58	0,025	4	0,062	3	E
1,42	0,024	4	0,046	3	D
1,41	0,027	4	0,094	3	D
1,37	0,113	4	0,108	3	D
1,54	0,079	4	0,017	2	D
1,24	0,037	4	0,021	3	D

\*: måling efter destruktion i mikrobølgeovn. Øvrige målinger er udført efter destruktion i autoklave

<b>Glødetab</b>					
$Y_i$ g/kg TS	$s_{ri}$ g/kg TS	$n_{ri}$	$s_{Li}$ g/kg TS	$n_{Li}$	Metode
30,5	0,79	4			A
24,3	0,00	4	1,53	3	A
22,2	1,38	4	1,77	3	A
30,2	1,40	4	0,38	3	-
25,0	0,24	4	0,33	3	A
22,3	1,16	4	0,72	3	A
30,3	0,27	4	0,58	3	A
26,5	0,58	4	0,50	3	A
24,3	1,40	4			A
25,3	0,63	4	0,69	3	A
29,0	2,54	4	0,98	3	A
29,4	1,56	4	1,93	3	A
23,7	1,47	4	0,58	3	A

#### 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 LOAM SOIL B**

### **Certificerende laboratorier**

#### *Danmark*

Eurofins Miljø A/S, Vejen  
Højvang Miljølaboratorium A/S, Dianalund  
MILANA A/S, Helsingør  
Miljøcenter Vestjylland, Holstebro  
Miljølaboratoriet I/S, Glostrup  
VBM Laboratoriet A/S, Fjerritslev

#### *Finland*

Finnish Environment Institute, Helsinki  
Ramboll Analytics, Lahti  
Suomen Ympäristöpalvelu Oy, Oulu

#### *Norge*

Eurofins Norsk Miljøanalyse, Moss  
Hardanger Miljøcenter AS, Odde  
NIVA, Oslo

#### *Sverige*

Alcontrol AB, Linköping  
ALS Scandinavia AB, Luleå  
Eurofins Environment Sweden AB, Lidköping  
Jönköping Kommun, Tekniska Kontoret, VA-lab, Jönköping  
VA-lab, Eskilstuna Energi & Miljö, Eskilstuna

#### *Tyskland*

Agrolab, Saarstedt