

CERTIFIKAT FOR

QC WW5

BIOKEMISK OXYGENFORBRUG (BOD)

BATCH: VKI-21-5-0115

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 BOD₅ og BOD₇.

Mængde og konservering

QC WW5 består af ampuller med minimum 25 mL koncentrat i hver. Fra 25 mL koncentrat kan der fremstilles 250 mL færdigt referencemateriale. Koncentratet er konserveret ved autoklaving.

Anvendelse

Referencematerialet anvendes som kontrol af analysernes nøjagtighed og præcision. Det er typisk beregnet til intern kvalitetskontrol ved analyse af biokemisk oxygenforbrug over 5 døgn (BOD₅) eller over 7 døgn (BOD₇) 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

Ampullerne 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 1:10 med vand uden måleligt indhold af oxiderbare stoffer. For eksempel fortyndes 10,00 mL koncentrat op til 100 mL. De omtrentlige koncentrationer ved denne fortynding er 200 mg/L O₂. De certificerede koncentrationer er angivet i tabellen på side 3 i dette certifikat.

Analyse

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

Opbevaring og holdbarhed

Ampullerne opbevares beskyttet mod sollys, f.eks. i ampulæskerne, og ved stuetemperatur eller i køleskab. Certifikatet er gyldigt til **1. april 2020** 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.

FREMSTILLING AF REFERENCEMATERIALET OG DOKUMENTATION

Fremstilling

Eurofins Miljø 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 1:10.

Intern kontrol

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

Homogenitet:

Homogeniteten er undersøgt for COD_{Cr} i tilfældigt udvalgte prøver af referencematerialet QC WW5. 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 for både BOD₅ og BOD₇ 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, og der er ikke fundet tegn på holdbarhedsproblemer ved tidspunktet for udstedelse af dette certifikat.

Ekstern dokumentation

Referencematerialets indhold af BOD₅ og BOD₇ er bestemt ved en certificeringsundersøgelse, som er gennemført i april/maj 2015. 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 WW5: tre prøver i samme analyseserie, den ene som dobbeltbestemmelse, samt to prøver i to forskellige analyseserier som enkeltbestemmelser. De certificerede værdier 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

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

Kriterierne for udvælgelse af laboratorier har været, at

- laboratoriets resultater i de undersøgte præstationsprøvninger afveg mindre end 2 standardafvigelser fra den nominelle værdi, og at
- laboratoriet analyserer flere end 20 analyseserier per år eller er akkrediteret til pågældende parametre.
- 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 certifikat. På baggrund af de udvalgte data er der beregnet:

Certificerede værdier

PARAMETER	ENHED	GENNEMSNIT	STANDARD-AFVIGELSE MELLEM DATASÆT	95% KONFIDENS-GRÆNSER PÅ GENNEMSNIT		ANTAL DATASÆT I BEREKNINGERNE/METODE	UDELUKKEDE DATASÆT
				$\bar{Y} \pm t_{0,025}(v) \cdot \frac{s_L}{\sqrt{p}}$			
		\bar{Y}	s_L	Nedre	Øvre	(p)	
BOD ₅	mg/L O ₂	(200)*	(8,6)	(190)	(210)	3/A 1/B2 1/C	5
BOD ₇	mg/L O ₂	208	11,1	201	215	12/A	5

*: Værdier i parentes er indikative.

Metoder

BOD₅, BOD₇:

- A Fortyndingsmetode: EN 1899-1.
 B2 Fortyndingsmetode: DS 254/R med tilsætning af A.T.U. (allylthiourinstof).
 Tilsætning af A.T.U.: 1,2 mg/L
 C Metode uden fortynding: EN 1899-2

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 2016.

DIREKTØR

Karsten Jørgensen
Eurofins Miljø A/S
DK-8464 Galten

TEKNISK ANSVARLIG

Stine K. Ottsen
Eurofins Miljø A/S
DK-8464 Galten

KVALITETSCHEF

Jette Groth
Eurofins Miljø A/S
DK-6600 Vejen

Certifikatets revisionshistorie: Januar 2016 (dato for første udgave af certifikat)

BILAG TIL CERTIFIKAT QC WW5

Laboratoriemålinger

BOD ₅					
Y _i mg/L O ₂	s _{ri} mg/L O ₂	n _{ri}	s _{Li} mg/L O ₂	n _{Li}	Metode
200	3,4	4	9,4	3	B2
199	4,8	4	6,3	3	A
186	1,4	4	6,2	3	A
204	2,8	4	3,8	3	C
209	6,6	4	9,3	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.

BOD ₇					
Y _i mg/L O ₂	s _{ri} mg/L O ₂	n _{ri}	s _{Li} mg/L O ₂	n _{Li}	Metode
194	3,8	4	9,8	3	A
209,2	2,1	4	6,4	3	A
206,0	3,1	4	6,5	3	A
224,7	4,7	4	7,7	3	A
199,2	4,2	4	14,5	3	A
203,3	2,1	4	3,6	3	A
221,1	9,3	4	6,1	3	A
219,7	6,1	4	6,4	3	A
203,7	3,1	4	5,5	3	A
218,7	2,2	4	11,5	3	A
189,5	15,0	4	5,5	3	A
206	7,3	4	6,2	3	A

BILAG TIL CERTIFIKAT QC WW5

Certificerende laboratorier

Danmark

ALS Denmark, Humlebæk
AnalyTech Miljølaboratorium, Nørresundby
Eurofins Miljø A/S, Vejen
FORCE Technology, Holstebro

Finland

Nab Labs Ltd / Ambiotica, Jyväskylä
Water and Environment Research of South-West Finland, Turku

Sverige

Alcontrol AB, Umeå
ALcontrol Linköping AB, Linköping
Eurofins Environment Testing Sweden AS, Lidköping
Karlskrona Kommuns Laboratorium, Lyckeby
Laboratoriet vid Smedjeholms Arv, Falkenberg
Nynäshamns kommun, VA-avdelingen, Nynäshamn
Piteå Renhållning & Vatten AB, Öjebyn
Tekniska Förvaltningen, Verksamhetsstöd VA, Laboratoriet, Örebro
Trollhättan Energi AB, Arvidstorps Laboratorium, Trollhättan
VA SYD, Malmö