



CERTIFIKAT FOR

QC DW4

IKKE-FLYGTIGT ORGANISK KULSTOF (TOC/NVOC) FOR VANDANALYSE

BATCH: VKI-29-1-0602

ANVENDELSE AF REFERENCEMATERIALET

Beskrivelse

Dette referencemateriale består af en ampul med naturligt referencemateriale for kvalitetskontrol. Certifikatet omfatter dokumentation for analyseparameteren ikke-flygtigt organisk kulstof (TOC/NVOC).

Mængde og konservering

QC DW4 indeholder ampuller med ca. 14 mL prøve i hver, klar til brug. Prøven er konserveret ved autoklavering, syre er ikke blevet tilsat.

Anvendelse

Referencematerialet anvendes som kontrol af analysernes nøjagtighed og præcision. Det er typisk beregnet til intern kvalitetskontrol ved analyse af TOC (NVOC) i drikkevand og grundvand. 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). Ampullen knækkes på en sådan måde, at der ikke kommer partikler ned i den. Prøven udmåles med pipette, og behandles som en normal vandprøve. Hvis, for eksempel, prøver til TOC (NVOC) normalt stabiliseres ved tilsætning af syre, skal referenceprøven stabiliseres på samme måde. Den certificerede koncentration 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 2027** under forudsætning af, at referencematerialet er opbevaret som anbefalet.

Indholdet i de åbnede ampuller skal stabiliseres eller bruges samme dag.

FREMSTILLING AF REFERENCEMATERIALET OG DOKUMENTATION

Fremstilling

Eurofins har ved sine kvalitetsprocedurer tilstræbt, at fremstillingen og kvalitetskontrollen heraf giver den ønskede kvalitet af referencematerialet.

Dokumentation for indhold

Intern kontrol

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

Homogenitet:

Homogeniteten er undersøgt for TOC (NVOc) i tilfældigt udvalgte ampuller af referencematerialet QC DW4. 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 testet i forbindelse med den eksterne kontrol. Der er ikke fundet tegn på inhomogenitet.

Stabilitet:

Stabiliteten følges ved 4°C, 20°C og 37°C, og der er ikke fundet tegn på holdbarhedsproblemer ved tidspunktet for udstedelse af dette certifikat.

Ekstern kontrol

Til den eksterne laboratoriedokumentation er der anvendt udvalgte nordiske laboratorier. Laboratorierne er blevet bedt om at analysere 4 ampuller: to ampuller i samme analyseserie, den ene som dobbeltbestemmelse, den anden som enkeltbestemmelse; to ampuller i to forskellige analyseserier som enkeltbestemmelser. Statistikken ved de eksterne kontrolværdier er beregnet i henhold til den internationale standard, ISO Guide 35 /1/. På baggrund af laboratoriernes indsendte analyseresultater er der beregnet:

y_{char} : gennemsnit, beregnet i henhold til ISO Guide 35 (afsnit A.2.4.).

$s(y)$: standardafvigelse mellem laboratorierne, beregnet i henhold til ISO Guide 35 (afsnit A.2.5.):

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

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

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

hvor

p : antal laboratorier i beregningerne

v : $p-1$, antal frihedsgrader

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

Første kriterium for udvælgelse af danske, finske, norske og svenske laboratorier har været, at de er rutinerede. Dernæst er laboratorier udvalgt på basis af deres opnåede resultater i præstationsprøvninger.

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 40 prøver per år

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 15 % fra den nominelle værdi, og at
- laboratoriets resultater ved certificeringen ikke var Cochran outliers, Grubbs outliers eller i øvrigt dømt afvigende ved en faglig vurdering.

Endelig beslutning om udelukkelse af afvigende analyseresultater er baseret på en yderligere forespørgsel til de pågældende laboratorier om afvigende resultater.

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
				Nedre	Øvre		
		y_{char}	$s(y)$	$y_{char} \pm t_{0,025}(v) \cdot \frac{s(y)}{\sqrt{p}}$			C: Cochran outlier G: Grubbs outlier
TOC (NVOC)	mg/L C	2,57	0,18	2,43	2,71	3/1 6/2	-

Metoder

1. Den surgjorte prøve blæses fri for CO₂. Organiske forbindelser oxideres med K₂S₂O₈ under UV-belysning til CO₂ (SM 5310 A+C, EN 1484:1997)
2. Den surgjorte prøve blæses fri for CO₂. Organiske forbindelser oxideres katalytisk ved ≥680°C til CO₂ (SM 5310 A+B, EN 1484:1997)

Brug af de eksterne kontrolværdier

For laboratorier, hvis analysekvalitet er på niveau med de laboratorier, der har leveret eksterne kontroldata, 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:

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

Metrologisk sporbarhed

Dette certificerede referencemateriale (CRM) er dokumenteret metrologisk sporbart gennem en sporbarhedskæde, der involverer flere deltagende laboratorier. Den metrologiske sporbarhed for den certificerede værdi er etableret i overensstemmelse med de angivne krav i DS/EN ISO/EIC 17025:2017.

Den certificerede værdi opnås ved at kombinere forskellige måleprocedurer og laboratorier, der er akkrediterede i henhold til DS/EN ISO/EIC 17025:2017 eller opererer under et kvalitetsstyringssystem med sammenlignelige krav. De enkelte værdier, der bidrager til den certificerede værdi, betragtes som selvstændigt metrologisk sporbare.

Eurofins Miljø A/S er akkrediteret efter DS/EN ISO 17034:2016 af DANAK med akkrediteringsnummer 535, og akkrediteringsomfanget inkluderer certificering af referencematerialer med bidrag fra flere laboratorier.

REFERENCER

- /1/ ISO Guide 35:2017. Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability
- /2/ ISO 33401:2024. Reference materials - Contents of certificates, labels and accompanying documentation.

Certifikat udgivet marts 2024.

TEKNISK ANSVARLIG



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

Certifikatets revisionshistorie: Marts 2024 (udløbsdato forlænget, opdatering til gældende ISO standard); December 2022 (opdatering til gældende version af ISO Guide 35; udløbsdato forlænget); September 2019 (udløbsdato forlænget); April 2017 (udløbsdato forlænget); Januar 2014 (tilføjet udløbsdato); Marts 2003 (dato for første udgave af certifikat, dansk udgave); Oktober 2002 (første udgave af certifikat, engelsk udgave)

BILAG TIL CERTIFIKAT QC DW4

Laboratoriemålinger

Ikke-flygtigt organisk kulstof (TOC, NVOC)					
y_i mg/L	s_{ri} mg/L	n_{ri}	s_{Li} mg/L	n_{Li}	Metode
2,45	0,02	3	0,04	3	2
2,29	0,01	3	0,00	2	1
2,84	0,26	3	0,26	3	2
2,44	0,11	3	0,14	3	1
2,76	0,01	2	0,12	3	1
2,49	0,08	3	0,09	3	2
2,48	0,25	3	0,11	3	2
2,64	0,02	3	0,07	3	2
2,76	0,03	3	0,01	3	2

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 DW4

Certificerende laboratorier

Danmark

Eurofins, Horsens
Miljølaboratoriet, Storkøbenhavn
R. Dons, Nærum
Steins Laboratorium A/S, Brørup

Finland

Keski-Suomen ympäristökeskus ympäristölaboratorio, Jyväskylä
Lahden tutkimuslaboratorio, Lahti

Norge

NIVA, Oslo

Sverige

Svenska Lantbruksuniversitetet, Uppsala
VA-verket Malmö, Malmö