



Test Reg Nr 411



AARHUS
UNIVERSITET

DCE - NATIONALT CENTER FOR MILJØ OG ENERGI

Prøvningsrapport nr. 872

Rekvirent: **Ditte Marie Mikkelsen, Rambøll**

Prøveopsamling/udtagning/indsamling:

Opsamlingssted: Louns Bredning

Opsamlingsperiode: 23/11-2015

Prøvetype: Sediment

Opsamling udført af: Fishlab

Opsamlingsmetoder: Puljede Kajak rør

Måleusikkerhed: Prøveudtagning er ikke foretaget af laboratoriet, og derfor indgår måleusikkerheden ved prøvetagning ikke i denne rapport

Bemærkning: Der er to prøver pr. station puljet fra hvert sit sæt kajakrør.

Kontaktpersoner: Kirsten Engell-Sørensen

Analyser:

Prøvemodtagelse: 25/11-2015

Analysen udført af: Aarhus Universitet
Institut for Bioscience
Frederiksborgvej 399
4000 Roskilde

Analysedato: 26/11 - 16/12-2015

Analysemetoder: ICP-MS (DS/ISO 17294-2) og Flow Injection Mercury System (FIMS)

Måleusikkerhed: De generelle akkrediterede usikkerheder fremgår bilag 1.

Kontaktpersoner: Martin M. Larsen

Underskrift

Ansvarlig for prøvningsrapporten:

Dato: 4/1-2016

Underskrift:



Martin M. Larsen

Stilling: PhD, QA Koordinator

Prøvningsresultaterne gælder udelukkende de prøver der er analyseret. Denne rapport må ikke gengives, undtagen i sin helhed, uden prøvningslaboratoriets skriftlige godkendelse.

Analyseresultater for bløddele og skaller.

AU ID	2015-	14692	14693	14694	14695	Metode
Station		P7a	P7b	P8a	P8b	
Prøvetagningsdato		23/11/2015	23/11/2015	23/11/2015	23/11/2015	
Tørstof	%	15.0	15.5	11.4	10.5	DS 204
Glødetab	% TS	22.0	20.8	23.0	25.6	DS 204
TOC	% TS	9.1	7.5	10.7	14.5	CHN
Lithium	mg Li/kg TS	10.6	9.7	14.1	13.5	ICP-MS
Aluminium	mg Al/kg TS	5160	4940	6820	6130	ICP-MS
Zink	mg Zn/kg TS	44	44	70	60	ICP-MS
Kobber	mg Cu/kg TS	15.9	16.9	18.5	17.9	ICP-MS
Kviksølv	mg Hg/kg TS	0.043	0.040	0.099	0.074	FIMS
Cadmium	mg Cd/kg TS	0.58	0.57	0.77	0.64	ICP-MS
Bly	mg Pb/kg TS	12.9	11.8	26.2	14.3	ICP-MS
Krom	mg Cr/kg TS	14.3	13.0	19.1	18.6	ICP-MS
Arsen	mg As/kg TS	6.4	5.6	5.6	5.8	ICP-MS
Sølv*	mg Ag/kg TS	(<) 0.09	(<) 0.09	(<) 0.14	(<) 0.11	ICP-MS

AU ID	2015-	14696	14697	14698	14699	Metode
Station		P12a	P12b	P13a	P13b	
Prøvetagningsdato		23/11/2015	23/11/2015	23/11/2015	23/11/2015	
Tørstof	%	6.8	5.3	19.9	23.9	DS 204
Glødetab	% TS	32.8	31.9	15.1	12.9	DS 204
TOC	% TS	13.3	12.4	7.0	5.8	CHN
Lithium	mg Li/kg TS	18.3	18.1	22.6	22.0	ICP-MS
Aluminium	mg Al/kg TS	8070	7880	10300	10050	ICP-MS
Zink	mg Zn/kg TS	89	89	90	83	ICP-MS
Kobber	mg Cu/kg TS	24.4	24.1	22.0	18.3	ICP-MS
Kviksølv	mg Hg/kg TS	0.091	0.093	0.096	0.088	FIMS
Cadmium	mg Cd/kg TS	0.91	0.90	0.77	0.69	ICP-MS
Bly	mg Pb/kg TS	19.4	18.5	34.4	31.0	ICP-MS
Krom	mg Cr/kg TS	28.2	28.3	34.4	34.3	ICP-MS
Arsen	mg As/kg TS	6.6	6.2	6.4	5.9	ICP-MS
Sølv*	mg Ag/kg TS	(<) 0.13	(<) 0.14	(<) 0.18	(<) 0.18	ICP-MS

* ikke akkrediteret

<: Under detektionsgrænsen (angivet) For Sølv er detektionsgrænsen på dagen 0,02 mg/kg, hvorfor resultater med (<) angiver < den oplyste detektionsgrænse på 0,3 mg/kg TS (se bilag 1).

Underskrift


Bilag 1

Oversigt over generel usikkerhed som ekspanderet måleusikkerhed, $k=2$ (95% konfidens)

Parameter	Detektions Grænse dl	Nedre usikkerhed U_{abs}	Øvre usikkerhed U_{rel}	Metode
Tørstof	0,1	0,1	5%	DS 204
Glødetab	1	1	5%	DS 204
TOC	0,2	0,2	20%	DS 204
Li	1	1,6	15%	DS/ISO 17294-2
Al	1000	500	30%	DS/ISO 17294-2
Zn	5 (0,2)	2,5	20%	DS/ISO 17294-2
Cu	2	1	20%	DS/ISO 17294-2
Hg	0,005	0,02	22%	Joness&Lasslett
Cd	0,02	0,05	24%	DS/ISO 17294-2
Pb	0,3	0,2	30%	DS/ISO 17294-2
Cr	0,4	0,2	30%	DS/ISO 17294-2
As	0,6	1	20%	DS/ISO 17294-2
Ag*	0,3 (0,02)	0,2	40%	DS/ISO 17294-2

* Ikke akkrediteret

Akkrediterede analyseusikkerheder. I parentes er angivet usikkerheden baseret på dagens kørsel hvor denne er væsentligt bedre end den akkrediterede detektionsgrænse.

Detektionsgrænsen: Den laveste måling der er signifikant forskellig fra 0 ud fra metodevalidering eller intern kvalitetskontrol (akkrediteret detektionsgrænse, detektionsgrænsen indenfor dagen kan være bedre end denne men afrapporteres i så fald ikke akkrediteret)

Den samlede usikkerhed for et analyseresultat beregnes ud fra formlen

$$U_C = \sqrt{U_{abs}^2 + U_{rel}^2 C^2};$$

hvor

U_{abs} = Nedre usikkerhed: Den absolutte usikkerhed der dominerer på de laveste måleniveauer (typisk op til 5 gange detektionsgrænsen). Dette er den laveste usikkerhed en prøves koncentration kan bestemmes med, og er en konstant usikkerhed der er uafhængig af koncentrationen

U_{rel} = Øvre usikkerhed: Den relative usikkerhed på højt niveau, dominerer typisk usikkerheden fra ca. 10x detektionsgrænsen

Eksempel: Beregnet usikkerhed for en koncentration på 5,1 ved en $U_{abs} = 0,2$ og $U_{rel} = 24\%$ ud fra formlen for U_C er $5,1 \pm 1,2$, dvs. der er 95% sandsynlighed for at det sande resultatet ligger mellem 3,9 og 6,3

$$U_{5,1} = U_C = \sqrt{0,2^2 + \left(\frac{24\%}{100\%}\right)^2 5,1^2} = 1,2$$

Måleusikkerheden er fastlagt ud fra mindst 2 af følgende usikkerhedskomponenter: deltagelse i præstationsprøvninger, reproducerbarhed af internt og eksternt (certificeret) reference materiale, genfindning af certificeret referencemateriale, og bidraget fra blank værdier i prøvningsproceduren.

Underskrift