



Test Reg Nr 411



AARHUS
UNIVERSITET

DCE - NATIONALT CENTER FOR MILJØ OG ENERGI

Prøvningsrapport nr. 826

Rekvirent: **Ditte Marie Mikkelsen, Rambøll**

Prøveopsamling/udtagning/indsamling:

Opsamlingssted: Louns Bredning

Opsamlingsperiode: 22/5-2015

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: 22/5-2015

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

Analysedato: 24/5 - 30/6-2015

Analysemetoder: ICP-MS (DS/ISO 17294-2) og Flamme AAS (DS 259)

Måleusikkerhed: De generelle akkrediterede usikkerheder fremgår bilag 1.

Kontaktpersoner: Martin M. Larsen

Underskrift

Ansvarlig for prøvningsrapporten:

Dato: 30/6/2015

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-	13774	13775	13776	13777	Metode
Station		P7a	P7b	P8a	P8b	
Prøvetagningsdato		22/05/2015	22/05/2015	22/05/2015	22/05/2015	
Tørstof	%	7,6%	8,7%	51,0%	24,3%	DS 204
Lithium	mg Li/kg TS	10,1	10,6	2,5	3,7	ICP-MS
Aluminium	mg Al/kg TS	10735	11069	2977	4037	ICP-MS
Zink	mg Zn/kg TS	49,5	54,8	13,3	18,4	ICP-MS
Kobber	mg Cu/kg TS	21,5	21,3	7,1	9,4	FAAS
Kviksølv	mg Hg/kg TS	0,108	0,082	0,024	0,028	ICP-MS
Cadmium	mg Cd/kg TS	0,50	0,61	0,13	0,19	ICP-MS
Bly	mg Pb/kg TS	9,7	10,6	3,8	3,7	ICP-MS
Krom	mg Cr/kg TS	16,8	17,5	6,2	6,6	ICP-MS
Arsen	mg As/kg TS	7,7	9,3	1,9	2,8	ICP-MS
Sølv*	mg Ag/kg TS	(<)0,07	(<)0,05	<0,02	<0,02	ICP-MS

AU ID	2015-	13778	13779	13780	13781	Metode
Station		P12a	P12b	P13a	P13b	
Prøvetagningsdato		22/05/2015	22/05/2015	22/05/2015	22/05/2015	
Tørstof	%	6,7%	6,7%	13,1%	15,5%	DS 204
Lithium	mg Li/kg TS	13,1	15,2	17,3	16,9	ICP-MS
Aluminium	mg Al/kg TS	12981	15055	18692	18121	ICP-MS
Zink	mg Zn/kg TS	76,3	89,1	83,2	83,5	ICP-MS
Kobber	mg Cu/kg TS	24,3	25,8	23,2	23,4	FAAS
Kviksølv	mg Hg/kg TS	0,096	0,091	0,091	0,078	ICP-MS
Cadmium	mg Cd/kg TS	0,91	1,03	0,81	0,85	ICP-MS
Bly	mg Pb/kg TS	12,4	14,2	21,1	22,3	ICP-MS
Krom	mg Cr/kg TS	25,3	27,6	29,7	29,1	ICP-MS
Arsen	mg As/kg TS	12,7	13,4	12,6	11,7	ICP-MS
Sølv*	mg Ag/kg TS	(<)0,06	(<)0,09	(<)0,09	(<)0,09	ICP-MS

* ikke akkrediteret

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

Bemærk: P8 virker meget inhomogen imellem de to prøver på de fleste parametre, lavt Li/Al og høj TS% indikerer det er sandprøver med indslag af ler/silt, og at der i b-prøven er meget mere ler/silt.

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
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 259mod
Hg	0,005	0,02	22%	DS/ISO 17294-2
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