Zertifikat
eines Referenzmaterials

Mit Mineralölkohlenwasserstoffen kontaminiertes Bodenmaterial
BAM CRM 2002

ausverkauft / out of stock

Zertifizierung des Gehalts von Mineralölkohlenwasserstoffen auf der Basis von ISO/TR 11046 (Teil A):

Zertifizierter Wert [1]	**1750 mg/kg**
Standard-Unsicherheit [2]	70 mg/kg
Halbwertsbreite des 95% Vertrauens-Intervalls [3]	150 mg/kg
Anzahl der Datensätze	12

1) Mittelwert der Labormittelwerte

2) Standard-Unsicherheit $u_{cert} = (u^2_{inhom} + s_M^2)^{1/2}$, vgl. Absatz 1 und 6

3) Halbwertsbreite des 95% Vertrauens-Intervalls $= u_{cert} \cdot t_{n-1,\ 95\%}$ ($t_{26,\ 0,05} = 2,056$), vgl.Absatz 6.

Dieses Produkt wurde von der BAM hergestellt und auf Homogenität und Stabilität überprüft. Es muß bei -20° C gelagert und in gekühltem Zustand transportiert werden.

1. Herkunft, Herstellung und Beschreibung des Referenzmaterials

CRM 2002 ist ein mit Dieselkraftstoff kontaminierter Boden aus dem süddeutschen Raum, der getrocknet, gesiebt und homogenisiert wurde. Das Material wird in Braunglasflaschen angeboten, die ca. 28 g Material enthalten. Die Flaschen sind mit Schraubverschlüssen versehen, über Teflonfolien abgedichtet und mit Schrumpffolien versiegelt. Die Homogenitätstests ergaben eine Inhomogenität, die einer relativen Standardabweichung von höchstens 3 % entspricht und die bei der Berechnung der Standardunsicherheit als u_{inhom} berücksichtigt wurde. Die Prüfung der Homogenität und der Stabilität sind ausführlich im Bericht zum Zertifikat beschrieben.

2. Einsatzmöglichkeit

Das Referenzmaterial CRM 2002 kann zur Bestätigung der Beherrschung des in ISO/TR 11046 (Teil A) beschriebenen analytischen Verfahrens oder zur Prüfung der Leistungsfähigkeit von Verfahrensvarianten benutzt werden.

3. Informationen zur korrekten Anwendung des Referenzmaterials

Das Material ist bei -20°C aufzubewahren. Zur Entnahme einer Teilmenge ist die Probe nach kurzzeitiger Temperierung auf Raumtemperatur gut zu durchmischen. Danach ist die Flasche sofort fest zu verschließen und bei -20°C zu lagern. Die Stabilitätsuntersuchungen deuten auf eine Stabilität des CRM 2002 von mindestens 5 Jahren hin. Sollten bei periodisch durchgeführten Tests signifikante Veränderungen auftreten, wird die BAM alle bekannten Nutzer des CRM informieren und das Material so bald als möglich durch re-zertifizierte Einheiten ersetzen. Sollte das CRM nach weitergeführten Messungen zur Stabilität über den vorhergesagten Zeitraum hinaus verwendbar sein, wird eine entsprechende Information über das Internet (http://www.bam.de/crm/message.html) abrufbar gemacht.
Die Mindestmenge für die Einwaage des Materials beträgt 2g.

4. Methode

Die bei der Zertifizierung angewandte Methode (ISO/TR 11046, Teil A) schließt die Extraktion und die Reinigungsprozedur, die unterschiedlich ausgeführt wurden, sowie die instrumentelle Bestimmung mittels Infrarotspektroskopie ein. Details der angewandten Methode sind im Bericht zur Zertifizierung aufgeführt.

5. Beteiligte Laboratorien

Herstellung des Materials:

- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) Berlin

Messungen zur Zertifizierung:

- AQUATERR Umweltanalytik GmbH, Fellbach-Oeffingen
- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin (Teilnahme von drei unabhängigen Laboratorien I.22, I.32, IV.31)
- Dr. Drahn & Partner GmbH, Umwelt- und Servicelabor, Tröglitz
- Dr. Weßling Laboratorien GmbH, Altenberge
- IGU Institut für Gewässerschutz und Umgebungsüberwachung, Biernath-Wüpping GmbH, Kiel
- Ingenieurbetrieb Dr. Ing. W. Pütz, Boden-Wasser-Brunnen-TV, Brühl
- Laboratorium Dr. Scheutwinkel, Berlin
- Orga Lab GmbH Bayern, Zirndorf
- Prüftechnik IFEP GmbH, Osnabrück
- SGS Intercontrol GmbH, Institut für Umweltschutzdienstleistungen, Wismar

Statistische Analysen:

- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin

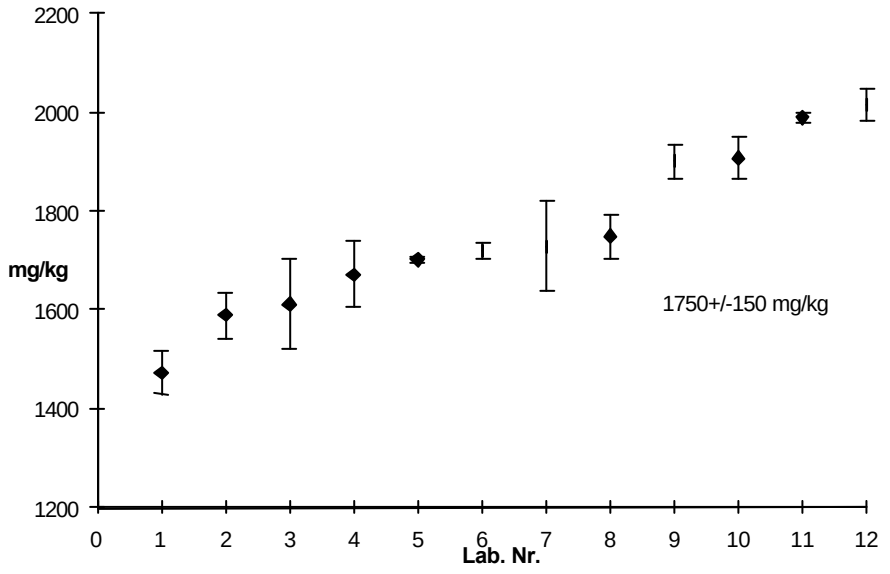
6. Ermittlung der Ergebnisse

Der zertifizierte Wert von 1750 mg/kg wurde für das CRM 2002 als Mittelwert der Labormittelwerte mit einer Standardabweichung s_M des Mittelwertes von 50 mg/kg erhalten. Die Mittelwerte der Laboratorien ergaben sich jeweils aus 6 Einzelwerten, die, wie auch die Standardabweichungen der Einzelwerte, in der Tabelle zusammengestellt sind.

Labor Nr.	Mittelwert Xi mg/kg	Si mg/kg	Si, rel. %	n	Einzelwerte 1	2	3	4	5	6
1	1472.83	43.06	2.92	6	1469	1472	1433	1556	1455	1452
2	1587.83	46.25	2.91	6	1522	1639	1541	1620	1609	1596
3	1611.00	90.47	5.62	6	1730	1571	1568	1560	1517	1720
4	1671.50	68.12	4.08	6	1618	1624	1626	1648	1734	1779
5	1700.67	6.28	0.37	6	1704	1705	1689	1703	1698	1705
6	1718.33	16.13	0.94	6	1705	1716	1724	1706	1711	1748
7	1728.33	91.09	5.27	6	1640	1870	1810	1660	1700	1690
8	1747.83	44.73	2.56	6	1711	1740	1705	1727	1817	1787
9	1900.33	34.22	1.80	6	1881	1866	1881	1887	1940	1947
10	1906.67	42.60	2.23	6	1883	1884	1907	1914	1866	1986
11	1988.83	11.62	0.58	6	1989	1981	2006	1998	1985	1974
12	2015.50	32.01	1.59	6	2047	2029	1980	2045	2019	1973

Die Ergebnisse des Zertifizierungs-Ringversuches werden durch das Diagramm dargestellt, das die Labormittelwerte und die entsprechenden Unsicherheiten mit ihrer Lage relativ zum 95% Vertrauensintervall des zertifizierten Wertes wiedergibt.. Die effektive Zahl der Freiheitsgrade der kombinierten Unsicherheit des zertifizierten Wertes wurde entsprechend (1) nach einer Formel von Welch und Satterthwaite zu 26 ermittelt (mit einer Zahl der Freiheitsgrade des Unsicherheitsbeitrages der Inhomogenität von 15, vgl. (2)); damit ist $t_{26,\ 0,05}$ = 2,056 und die Halbwertsbreite des 95%-Vertrauensbereiches 150 mg/kg.

Die Bewertung der Einzelwerte und die Zertifizierung des CRM 2002 wurde in voller Übereinstimmung mit den 'BCR-Guidelines for the production and certification of reference materials" (3) vorgenommen und ist im Detail im Bericht zur Zertifizierung dargelegt.



7. Anmerkung

Ein detaillierter Bericht zur Herstellung der Proben, Durchführung der Analysen und Bewertung der analytischen Daten kann von den CRM-Nutzern bei der BAM angefordert werden. Angaben über nichtzertifizierte Parameter zur Charakterisierung des Bodens in Bezug auf seine Sekundäreigenschaften befinden sich im Bericht Pkt. 3.

Literatur

(1) ISO guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, 1993
(2) ISO Guide 35, Certification of reference materials - General and statistical principles. Second edition, 1989
(3) Guidelines for the production and certification of BCR reference materials, BCR/48/93, 15 December 1994 (Version 1996).

Berlin, 22. Dezember 1997

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
Rudower Chaussee 5
12489 Berlin

i. A.

Prof. Dr. A. Zschunke
Leiter der Abteilung I

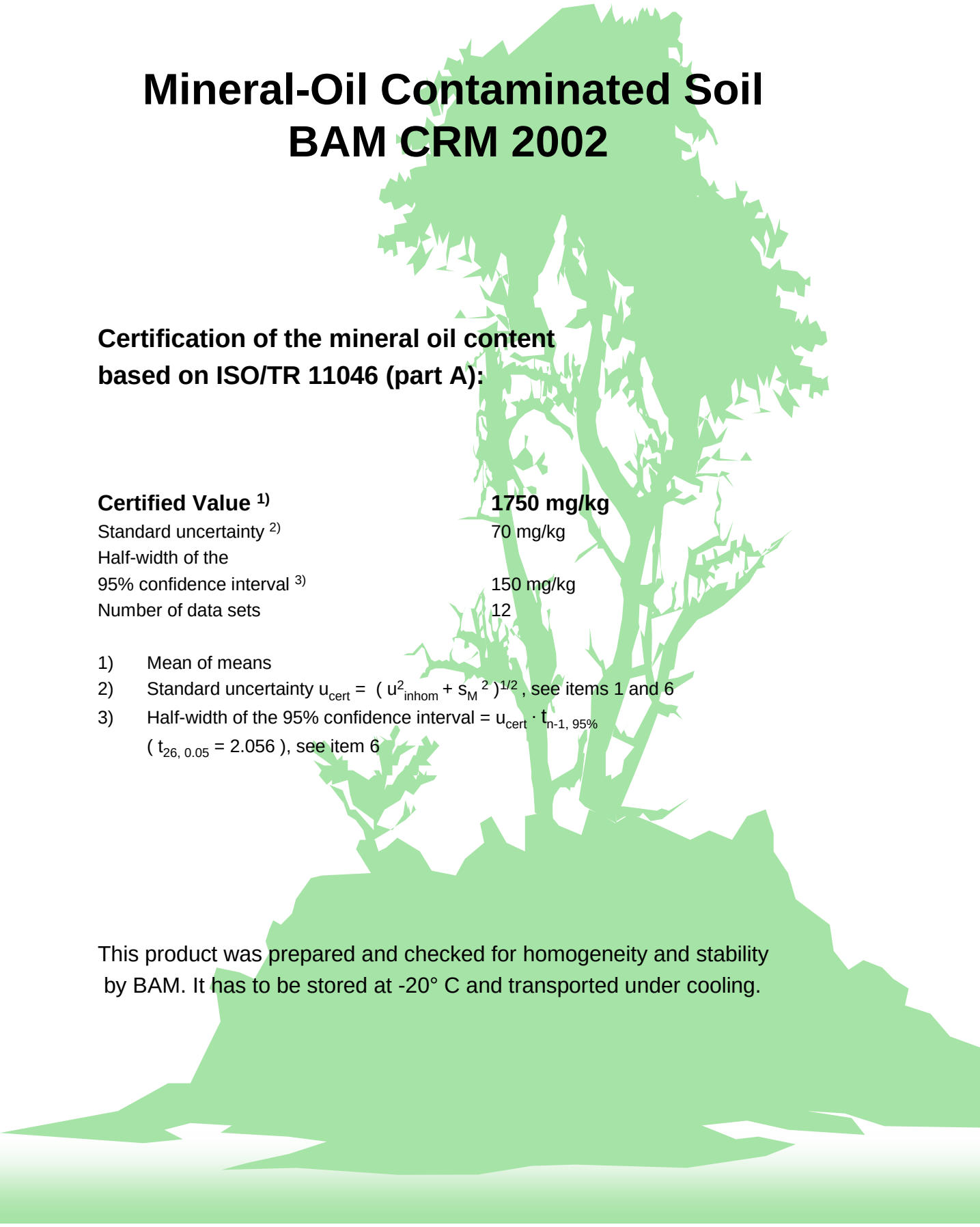
i. A.

Prof. Dr. I. Nehls.
Leiterin der Fachgruppe I.2

Vertreiber des BAM-CRM 2002: Promochem GmbH
Postfach 100955
46469 Wesel

Reference Material Certificate

Mineral-Oil Contaminated Soil
BAM CRM 2002



Certification of the mineral oil content based on ISO/TR 11046 (part A):

Certified Value [1]	**1750 mg/kg**
Standard uncertainty [2]	70 mg/kg
Half-width of the 95% confidence interval [3]	150 mg/kg
Number of data sets	12

1) Mean of means

2) Standard uncertainty $u_{cert} = (u^2_{inhom} + s_M{}^2)^{1/2}$, see items 1 and 6

3) Half-width of the 95% confidence interval = $u_{cert} \cdot t_{n-1,\ 95\%}$ ($t_{26,\ 0.05} = 2.056$), see item 6

This product was prepared and checked for homogeneity and stability by BAM. It has to be stored at -20° C and transported under cooling.

1. Origin, Preparation and Description of the Reference Material

CRM 2002 is a natural matrix reference material taken from a diesel-fuel contaminated site in South Germany. CRM 2002 is supplied in brown glass bottles containing approximately 28 grams of material. The bottles are screwcapped and additionally tighted with PTFE foils. Homogeneity tests revealed an inhomogeneity, corresponding to a relative standard deviation not exceeding 3%. This inhomogeneity has been taken into account (as a term u_{inhom}) for the calculation of the standard uncertainty. The tests for homogeneity and stability are described in detail in the certification report.

2. Intended Use

The Reference Material CRM 2002 may be used to assess the implementation of the analytical method described in ISO/TR 11046 (part A) [1] or to verify the performance of method modifications.

3. Information to the correct use of the reference material

The material has to be stored at -20° C. Before withdrawing small amounts/portions of the material, warm up the bottle to room temperature and mix the content well before sampling. After sampling, replace lid firmly (airtight) and store at -20 °C. Based on the stability tests carried out, a minimum material stability of 5 years may be expected. If future stability checks should reveal significant changes in the certified properties, BAM will advise all known customers of the CRM under consideration and re-certify the values as soon as possible. Should future stability tests yield proof of an extended stability period exceeding the mentioned above five-years limit, an announcement will be placed on the BAM Internet site at http://www.bam.de/crm/message.html. The recommended minimum sample amount for all kinds of applications is 2 g.

4. Method used

The analytical method used for certification corresponds to ISO/TR 11046 (part A) and implies extraction, clean-up and determination by IR spectroscopy. In the certification study, different extraction techniques have been used. Details of the method used are given in the certification report.

5. Participating Laboratories

Material Preparation:

- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin, (DE)

Certification Measurements:

- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin, (DE) (Participation of three independent Laboratories I.22, I.32, IV.31)
- Dr. Weßling Laboratorien GmbH, Altenberge
- SGS Intercontrol GmbH, Institut für Umweltschutzdienstleistungen, Wismar
- Orga Lab GmbH Bayern, Zirndorf
- Ingenieurbetrieb Dr. Ing. W. Pütz, Boden-Wasser-Brunnen-TV, Brühl
- Prüftechnik IFEP GmbH, Osnabrück
- Dr. Drahn & Partner GmbH, Umwelt- und Servicelabor, Tröglitz
- AQUATERR Umweltanalytik GmbH, Fellbach-Oeffingen
- IGU Institut für Gewässerschutz und Umgebungsüberwachung, Biernath-Wüpping GmbH, Kiel
- Laboratorium Dr. Scheutwinkel, Berlin

Statistical Analysis:

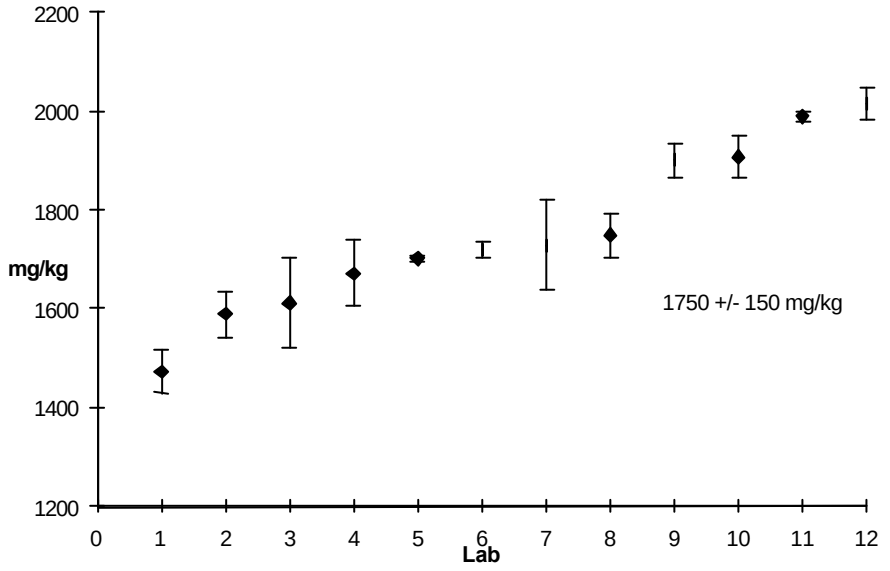
- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin, (DE)

6. Evaluation of Results

The certified value of 1750 mg/kg was obtained for CRM 2002 as the mean of means with a standard deviation s_M of the mean of 50 mg/kg. The laboratory means are based on 6 replicate measurements each; these individual values, the lab means and the corresponding standard deviations are given in the table below.

Lab Nr.	mean Xi mg/kg	Si mg/kg	Si, rel. %	n	Individual values 1	2	3	4	5	6
1	1472.83	43.06	2.92	6	1469	1472	1433	1556	1455	1452
2	1587.83	46.25	2.91	6	1522	1639	1541	1620	1609	1596
3	1611.00	90.47	5.62	6	1730	1571	1568	1560	1517	1720
4	1671.50	68.12	4.08	6	1618	1624	1626	1648	1734	1779
5	1700.67	6.28	0.37	6	1704	1705	1689	1703	1698	1705
6	1718.33	16.13	0.94	6	1705	1716	1724	1706	1711	1748
7	1728.33	91.09	5.27	6	1640	1870	1810	1660	1700	1690
8	1747.83	44.73	2.56	6	1711	1740	1705	1727	1817	1787
9	1900.33	34.22	1.80	6	1881	1866	1881	1887	1940	1947
10	1906.67	42.60	2.23	6	1883	1884	1907	1914	1866	1986
11	1988.83	11.62	0.58	6	1989	1981	2006	1998	1985	1974
12	2015.50	32.01	1.59	6	2047	2029	1980	2045	2019	1973

The lab means, the certified value and the corresponding confidence intervals (at the 95 % confidence level) are plotted in the diagram below.



According to [2], the effective number of degrees of freedom for the combined uncertainty of the certified value was established to be 26 using the expression of Welch and Satterthwaite (with 15 degrees of freedom for the inhomogeneity contribution to the combined uncertainty, comp. [3]). Therefore, $t_{26,\ 0.05}$ is 2.056, and the 95 % confidence interval has a half-width of 150 mg/kg.

The evaluation of certification study results and the certification of CRM 2002 have been carried out in full accordance with the "BCR Guidelines for the production and certification of reference materials" [4] and are described in detail in the certification report.

7. Note

A detailed report of the production of the samples, the analytical procedures applied and the evaluation of the analytical data can be requested from BAM by the customer. Non-certified parameters characterizing secondary properties of the soil are given in section 3 of the report.

References

[1] ISO/TR 11046: Technical Report Soil Quality - Determination of mineral oil content - Method by infrared spectrometry and gas chromatographic method. Fst edition 1994-06-01.

[2] ISO guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, 1993.

[3] ISO Guide 35, Certification of reference materials - General and statistical principles. Second edition, 1989

[4] Guidelines for the production and certification of BCR reference materials, BCR/48/93, 15 December 1994, (Version 1996).

Berlin, 22. December 1997

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
Rudower Chaussee 5
12489 Berlin

on the authority

Prof. Dr. A. Zschunke
Head of the department I.

on the authority

Prof. Dr. I. Nehls
Head of the division I.2

Supplier of BAM CRM 2002: Promochem GmbH
P.O.B. 100955
46469 Wesel