

CERTIFICATO DI TARATURA LAT 211 17_2013/ISPRA RM039

Certificate of calibration LAT 211 17_2013/ ISPRA RM039

- data di emissione 2013-11-15
date of issue
- cliente ISPRA
customer
- destinatario ISPRA
receiver
- richiesta ISPRA
application
- in data N.A.
date

Si riferisce a

Referring to

- oggetto Materiale di riferimento
item Reference Material
- costruttore LAT 211
manufacturer
- modello ISPRA RM039
model
- matricola N.A.
serial number
- data ricevimento oggetto N.A.
date of receipt of item
- data delle misure 2013-03-05; 2013-03-06
date of measurements
- registro di laboratorio P-121/2012-01-2012, A-43/2013/001-2013
laboratory references

Il presente certificato di taratura è emesso in base all'accreditamento LAT N° 211 rilasciato in accordo ai decreti attuativi della legge n. 273/1991 che ha istituito il Sistema Nazionale di Taratura (SNT). ACCREDIA attesta le capacità di misura e di taratura, le competenze metrologiche del Centro e la riferibilità delle tarature eseguite ai campioni nazionali e internazionali delle unità di misura del Sistema Internazionale delle Unità (SI).

Questo certificato non può essere riprodotto in modo parziale, salvo espressa autorizzazione scritta da parte del Centro.

This certificate of calibration is issued in compliance with the accreditation LAT N° 211 granted according to decrees connected with Italian law No.273/1991 which has established the National Calibration System. ACCREDIA attests the calibration and measurement capability, the metrological competence of the Centre and the traceability of calibration results to the national and international standards of the International System of Units (SI):

This certificate may not be partially reproduced, except with the prior written permission of the issuing Centre.

I risultati di misura riportati nel presente Certificato sono stati ottenuti applicando le procedure di taratura citate alla pagina seguente, dove sono specificati anche i campioni o gli strumenti che garantiscono la catena di riferibilità del Centro ed i rispettivi certificati di taratura in corso di validità. Essi si riferiscono esclusivamente all'oggetto in taratura e sono validi nel momento e nelle condizioni di taratura, salvo diversamente specificato.

The measurement results reported in this Certificate were obtained following the calibration procedures given in the following page, where the reference standards or instruments are indicated which guarantee the traceability chain of the laboratory, and the related calibration certificates in the course of validity are indicated as well. They relate only to the calibrated item and they are valid for the time and conditions of calibration, unless otherwise specified.

Le incertezze di misure dichiarate in questo documento sono state determinate conformemente alla Guida ISO/IEC 98 e al documento EA-4/02. Solitamente sono espresse come incertezza estesa ottenuta moltiplicando l'incertezza tipo per il fattore di copertura k corrispondente ad un livello di fiducia di circa il 95%. Normalmente tale fattore k vale 2.

The measurement uncertainties stated in this document have been determined according to the ISO/IEC Guide 98 and to EA-4/02. Usually, they have been estimated as expanded uncertainty obtained multiplying the standard uncertainty by the coverage factor k corresponding to a confidence level of about 95%. Normally, this factor k is 2.

Il Responsabile del Centro
Head of the Centre

Dr.ssa Maria Belli



ISPRA

Istituto Superiore per la Protezione
e la Ricerca Ambientale

Via Vitaliano Brancati 48
00144 Roma

Centro di Taratura LAT N° 211
Calibration Centre

Laboratorio Accreditato di
Taratura



LAT N° 211

Membro di MLA EA per gli schemi di accreditamento SGQ, SGA, PRD, PRS, ISP, LAB e LAT, di MLA IAF per gli schemi di accreditamento SGQ, SGA, SSI, FSM e PRD e di MRA ILAC per gli schemi di accreditamento LAB, MED, LAT e ISP

Signatory of EA MLA for the accreditation schemes QMS, EMS, PRD, PRS, INSP, TL and CL, of IAF MLA for the accreditation schemes QMS, EMS, ISMS, FSMS and PRD, and of ILAC MRA for the accreditation schemes TL, ML, CL and INSP

Pagina 2 di 5

Page 2 of 5

CERTIFICATO DI TARATURA LAT 211 17_2013/ISPRA RM039
Certificate of calibration LAT 211 17_2013/ ISPRA RM039

Di seguito, vengono riportate le seguenti informazioni:
in the following, information is reported about:

- descrizione dell'oggetto:

description of the item

Sedimento lacustre ISPRA RM039. Il sedimento è stato prelevato da un lago della Regione Lazio. Il materiale è stato macinato e omogeneizzato prima dell'imbottigliamento. La distribuzione granulometrica è $< 90\mu\text{m}$. Tale materiale è utilizzabile per la verifica delle prestazioni dei metodi (valutazione dello scostamento) e per il controllo di qualità delle procedure di misurazione in suoli e sedimenti. La quantità minima da utilizzare come porzione di prova è 200 mg. Le frazioni in massa vanno corrette per il contenuto di umidità essiccando in stufa a $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ fino peso costante. La correzione va determinata su una porzione di prova di almeno 1 g diversa da quella utilizzata per le analisi. L'unità di materiale deve essere conservata chiusa al buio a 20°C .

ISPRA RM039 - lake sediment was collected from a lake in the Lazio Region (Centre of Italy). Particle size is $< 90 \mu\text{m}$. The raw material was grounded and homogenised before bottling. This material can be used for method performance assessment (e.g. bias assessment) and quality control procedures in soil and sediment measurements. The minimum sample intake is 200 mg. The mass fractions should be corrected to dry mass. The correction shall be determined on separate portion of at least 1 g in an oven at $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ until constant weight. The bottle should be stored at 20°C in the dark.

- l'identificazione delle procedure in base alle quali sono state eseguite le tarature:

technical procedures used for calibration performed

- IO.AMB.LAB.52 Rev03 Materiali di riferimento solidi: omogeneità nella massa e tra unità
- IO.AMB.LAB.54 Rev03 Materiali di riferimento solidi: stabilità.
- IO.AMB.LAB.56 Rev04 Materiali di riferimento solidi: caratterizzazione
- IO.AMB.LAB.60 Rev04 metodo ICP-MS, esclusivamente per quanto riguarda la taratura eseguita dall'Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale, ISPRA
- PS.AMB.LAB.11 Rev08 Produzione e caratterizzazione dei materiali di riferimento

- omogeneità e stabilità:

homogeneity and stability

Per ciascuna proprietà di interesse, l'incertezza associata all'eterogeneità residua (u_{bb}) e l'incertezza associata all'instabilità (u_{smts}) sono state desunte da misure eseguite su ISPRA RM039 e sono state considerate nell'incertezza tipo composta associata al risultato della taratura.

The standard uncertainties due to the residual heterogeneity (u_{bb}) and due to the instability (u_{smts}) were calculated for each property of interest by measurements of ISPRA RM039. They are then considered into the combined standard uncertainty of the calibration results.

Incertezza tipo relativa associata all'eterogeneità residua e alla instabilità per il materiale di riferimento ISPRA RM039

Relative standard uncertainty associated with the residual heterogeneity and with the instability for the reference material ISPRA RM039

Proprietà di interesse <i>Property of interest</i>	u_{bb} %	u_{smts} %
Cd	1,9	3,3
Co	0,9	1,2
Cu	1,0	1,2
Ni	1,3	1,2
Pb	0,8	0,7

- campioni che garantiscono la catena della riferibilità del Centro:

measurement standards which guarantee the traceability chain of the Centre

Soluzioni di riferimento certificate fornite da produttori accreditati ISO Guide 34 e ISO/IEC 17025. Campioni di massa certificati da centro di taratura accreditato ISO/IEC 17025.

Certified measurement standards provided by producers accredited ISO Guide 34 and ISO/IEC 17025. Mass standards certified by calibration centre accredited ISO/IEC 17025.

- gli estremi dei certificati di taratura di tali campioni e l'Ente che li ha emessi

relevant calibration certificates of those standards with the issuing Body

Il metodo utilizzato da ISPRA – Servizio di Metrologia Ambientale per la misurazione della frazione in massa degli elementi prevede la

Laboratorio Accreditato di
Taratura

LAT N° 211

Membro di MLA EA per gli schemi di accreditamento SGQ, SGA, PRD, PRS, ISP, LAB e LAT, di MLA IAF per gli schemi di accreditamento SGQ, SGA, SSI, FSM e PRD e di MRA ILAC per gli schemi di accreditamento LAB, MED, LAT e ISP

Signatory of EA MLA for the accreditation schemes QMS, EMS, PRD, PRS, INSP, TL and CL, of IAF MLA for the accreditation schemes QMS, EMS, ISMS, FSMS and PRD, and of ILAC MRA for the accreditation schemes TL, ML, CL and INSP

Pagina 3 di 5

Page 3 of 5

CERTIFICATO DI TARATURA LAT 211 17_2013/ISPRA RM039
Certificate of calibration LAT 211 17_2013/ ISPRA RM039

dissoluzione del materiale per digestione acida, in accordo alla norma EN13656:2002, e la successiva determinazione analitica tramite spettrometria di massa al plasma accoppiato induttivamente (ICP-MS). La taratura dello spettrometro di massa a quadrupolo con sorgente di ioni al plasma accoppiato induttivamente (ICP-MS) è stata effettuata utilizzando i seguenti campioni riferibili al Sistema Internazionale (SI):

- Cd: Fluka, 36379 (lotto n° BCBF5867V), riferibile al campione NIST SRM 728 e al campione BAM 365;
- Ni: Fluka, 28944 (lotto n° BCBD9713), riferibile al campione NIST SRM 728 e al campione BAM 365;
- Co: Fluka, 30329 (lotto n° BCBC8450), riferibile al campione NIST SRM 728 e al campione BAM 365;
- Cu: Fluka, 68921 (lotto n° BCBH249V), riferibile al campione NIST SRM 728 e al campione BAM 365;
- Pb: Fluka, 41318 (lotto n° BCBB4948), riferibile al campione NIST SRM 728 e al campione BAM 365.

Tutte le bilance analitiche sono tarate annualmente da ISPRA – Servizio di Metrologia Ambientale e sono riferibili ai campioni di classe E2 prodotti da Sartorius (matricola n° 19329384, certificato n° 1081/2010 rilasciato da Mettler-Toledo S.p.A. Laboratorio Metrologico, Centro di Taratura LAT N°055).

The measurement method adopted by the ISPRA – Servizio di Metrologia Ambientale for the determination of the mass fraction of the elements foresees acid digestion, according to EN13656:2002, and analysis by Inductively Coupled Plasma-Source Mass Spectrometry (ICP-MS). The quadrupole mass spectrometer calibration has been performed by using the following measurement standards traceable to the International System of Units (SI):

- Cd: Fluka, 36379 (Lot n° BCBF5867V), traceable to the measurement standard NIST SRM 728 and to the measurement standard BAM 365;
- Ni: Fluka, 28944 (Lot n° BCBD9713), traceable to the measurement standard NIST SRM 728 and to the measurement standard BAM 365;
- Co: Fluka, 30329 (Lot n° BCBC8450), traceable to the measurement standard NIST SRM 728 and to the measurement standard BAM 365;
- Cu: Fluka, 68921 (Lot n° BCBH249V), traceable to the measurement standard NIST SRM 728 and to the measurement standard BAM 365;
- Pb: Fluka, 41318 (Lot n° BCBB4948), traceable to the measurement standard NIST SRM 728 and to the measurement standard BAM 365.

All analytical balances are calibrated yearly by ISPRA – Servizio di Metrologia Ambientale and are traceable to class E2 measurement standards Sartorius (code n° 19329384, certificate n° 1081/2010 issued by Mettler-Toledo S.p.A. Laboratorio Metrologico, Calibration Centre LAT N°055).

- luogo di Taratura:
site of Calibration:

La taratura è stata svolta presso il Servizio di Metrologia Ambientale della sede distaccata dell'Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale, Via di Castel Romano 100 in Roma.

Hanno partecipato alla caratterizzazione anche i seguenti Laboratori:

Agenzia regionale per la protezione dell'ambiente (ARPA) Marche, Dipartimento Provinciale di Pesaro - Servizio Acque, Via Barsanti,8, 61122 Pesaro, Italia;

Agenzia regionale per la protezione dell'ambiente (ARPA) Lazio, Sezione di Rieti, Via Salaria per L'Aquila 6/8, 02100 Rieti, Italia;

Agenzia regionale per la protezione dell'ambiente (ARPA) Veneto, Laboratorio di Treviso, Via Santa Barbara, 5, 31100 Treviso, Italia

Agenzia provinciale per la protezione dell'ambiente (APPA) Trento, Settore Laboratorio e Controlli, Via Lidorno, 1, 38123 Trento, Italia;

Agenzia regionale per la protezione dell'ambiente (ARPA) Lombardia, Sede Laboratoristica di Parabiago, Via Spagliardi, 19, 20015 Parabiago (MI), Italia;

Agenzia regionale per la protezione dell'ambiente (ARPA) Lazio, Sezione di Latina, Via A. Serpieri, 3, 04100 Latina, Italia;

Agenzia regionale per la protezione dell'ambiente (ARPA) Veneto, DRL - Servizio Laboratorio Provinciale di Venezia, Via Lissa, 6 - 30174 Venezia-Mestre, Italia

Agenzia regionale per la protezione dell'ambiente (ARPA) Umbria, Sezione Chimica Suolo -Rifiuti/UOLM sito PG, Via Pievaiola, 207/B3, 06132 Perugia, Italia;

Jožef Stefan Institute, Department of Environmental Sciences, Jamova 39, 1000 Ljubljana, Slovenia;

Universitat de Barcelona, Departament de Química Analítica, Avda. Diagonal, 647, 08028 Barcelona, Spagna.

The calibration has been carried out at the Servizio di Metrologia Ambientale, Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale, Via Castel Romano 100, Rome, Italy

The following laboratories have also participated in the characterization

Agenzia regionale per la protezione dell'ambiente (ARPA) Marche, Dipartimento Provinciale di Pesaro - Servizio Acque, Via Barsanti,8, 61122 Pesaro, Italy;

Agenzia regionale per la protezione dell'ambiente (ARPA) Lazio, Sezione di Rieti, Via Salaria per L'Aquila 6/8, 02100 Rieti, Italy;

Agenzia regionale per la protezione dell'ambiente (ARPA) Veneto, Laboratorio di Treviso, Via Santa Barbara, 5, 31100 Treviso, Italy

Agenzia provinciale per la protezione dell'ambiente (APPA) Trento, Settore Laboratorio e Controlli, Via Lidorno, 1, 38123 Trento, Italy;

Agenzia regionale per la protezione dell'ambiente (ARPA) Lombardia, Sede Laboratoristica di Parabiago, Via Spagliardi, 19, 20015 Parabiago (MI), Italy;

Agenzia regionale per la protezione dell'ambiente (ARPA) Lazio, Sezione di Latina, Via A. Serpieri, 3, 04100 Latina, Italy;

Agenzia regionale per la protezione dell'ambiente (ARPA) Veneto, DRL - Servizio Laboratorio Provinciale di Venezia, Via Lissa, 6 - 30174

CERTIFICATO DI TARATURA LAT 211 17_2013/ISPRA RM039
Certificate of calibration LAT 211 17_2013/ ISPRA RM039

Venezia-Mestre, Italy Agenzia regionale per la protezione dell'ambiente (ARPA) Umbria, Sezione Chimica Suolo -Rifiuti/UOLM sito PG, Via Pievaiola, 207/B3, 06132 Perugia, Italy;

Jožef Stefan Institute, Department of Environmental Sciences, Jamova 39, 1000 Ljubljana, Slovenia;

Universitat de Barcelona, Departament de Química Analítica, Avda. Diagonal, 647, 08028 Barcelona, Spain..

- le condizioni ambientali e di taratura:
calibration and environmental condition
N.A
- sostituisce il certificato:
the certificate replaces
N.A
- validità del certificato:
validity of the certificate
4 anni
Four years
- informazioni aggiuntive:
additional information
Documento di caratterizzazione n°02-ISPRA RM039, Lake sediment, October 2013

CERTIFICATO DI TARATURA LAT 211 17_2013/ISPRA RM039
Certificate of calibration LAT 211 17_2013/ ISPRA RM039

Tabella 1 - Risultati delle tarature e incertezza estesa ISPRA RM039

Proprietà di interesse <i>Property of interest</i>	Valore ($\mu\text{g g}^{-1}$) <i>Value ($\mu\text{g g}^{-1}$)</i>	Incertezza ($\mu\text{g g}^{-1}$)(*) <i>Uncertainty $\mu\text{g g}^{-1}$</i>	N° dei laboratori accettati <i>N° Accepted laboratories</i>
Cd	0,75	0,14	8
Co	20,4	2,1	6
Cu	37,5	2,1	9
Ni	24,0	1,8	9
Pb	43,2	4,6	8

(*) L'incertezza estesa con $k=2$ è stata calcolata utilizzando i contributi derivanti dalla taratura del Materiale di Riferimento ISPRA RM039 e da misure di omogeneità e stabilità sul medesimo materiale in accordo con le istruzioni operative IO. AMB-LAB. 52 rev.03, IO. AMB-LAB. 54 rev.03, IO. AMB-LAB. 56 rev.04 e IO. AMB-LAB. 60 rev.04 del Centro LAT N° 211.

(*) *The expanded uncertainty, obtained multiplying the combined standard uncertainty by the coverage factor $k=2$, has been estimated using the contributions deriving from the calibration of the Reference Material S1 and from measurements of homogeneity and stability of other reference materials in compliance with the technical procedures (IO. AMB-LAB. 52 rev.03, IO. AMB-LAB. 54 rev.03, IO. AMB-LAB. 56 rev.04 e IO. AMB-LAB. 60 rev.04) produced by the Calibration Centre LAT N° 211.*