

CERTIFICATO DI TARATURA LAT 211 6_2012/ISPRA RM021

Certificate of calibration

Data di emissione: 2012-12-19

Date of issue: 2012-12-19

Cliente: ISPRA

Customer: ISPRA

Destinatario: non applicabile

Receiver: N.A.

Richiesta: ISPRA

Application: ISPRA

In data: non applicabile

Date: N.A.

Si riferisce a:

Referring to:

- Oggetto: Materiale di riferimento.
- *Item: Reference material.*
- Costruttore: ISPRA
- *Manufacturer: ISPRA*
- Modello: ISPRA RM021
- *Model: ISPRA RM021*
- Matricola: non applicabile
- *Serial number: N.A.*
- Data ricevimento oggetto: non applicabile
- *date of receipt of item: N.A.*
- Data delle misure: non applicabile
- *Date of measurements: N.A.*
- Registro di laboratorio: QA P-63/2009/001-2009;
QA P-75/2009/001-2009
- *Laboratory references: QA P-63/2009/001-2009;
QA P-75/2009/001-2009*

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.

Responsabile del Centro

Head of the Centre

Dr.ssa Maria Belli

CERTIFICATO DI TARATURA LAT 211 6_2012/ISPRA RM021
Certificate of calibration LAT 211 6_2012/ ISPRA RM021

Di seguito, vengono riportate le seguenti informazioni:

Descrizione dell'oggetto: Sedimento ISPRA RM021. La distribuzione granulometrica è $< 90 \mu\text{m}$. Il sedimento è stato prelevato nella Laguna di Venezia. Il materiale è stato macinato e omogeneizzato prima dell'imbottigliamento. Tale materiale è utilizzabile per la verifica delle prestazioni dei metodi (es. 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 250 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 $20 ^\circ\text{C}$.

Procedure di riferimento:

- IO.AMB-LAB.50 Materiali di riferimento solidi: produzione
- IO.AMB-LAB.52 Materiali di riferimento solidi: omogeneità nella massa e tra unità
- IO.AMB-LAB.54 Materiali di riferimento solidi: stabilità.
- IO.AMB-LAB.56 Materiali di riferimento solidi: caratterizzazione
- IO.AMB-LAB.60 metodo ICP-MS, esclusivamente per quanto riguarda la taratura eseguita dall'Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale, ISPRA

Omogeneità e stabilità

L'omogeneità del materiale imbottigliato è stata verificata con misure eseguite con metodo ED-XRF, analizzando in triplicato porzioni di prova prelevate da dieci unità (per un totale di 30 misure indipendenti). Le misure sono state eseguite in condizioni di ripetibilità. L'incertezza associata all'eterogeneità residua (u_{bb}) è stata calcolata per ciascuna proprietà di interesse ed è stata considerata nell'incertezza tipo composta associata al risultato della taratura.

Incetezza tipo relativa associata all'eterogeneità residua del materiale di riferimento ISPRA RM021.

		As	Mn
u_{bb}	%	1,8	0,9

La stabilità del materiale di riferimento ISPRA RM021 è stata verificata per quattro mesi mediante misure con metodo ED-XRF. E' stato applicato il metodo isocrono. Lo studio di stabilità è stato svolto a due diverse temperature di conservazione $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ e $(40 \pm 2) ^\circ\text{C}$. All'avvio dello studio di stabilità, 25 unità sono state conservate alla temperatura di riferimento $\leq (-18 \pm 4) ^\circ\text{C}$ alla quale si assume che non si manifestino fenomeni di instabilità. L'incertezza associata all'instabilità (u_{smts}) è stata calcolata per ciascuna proprietà di interesse ed è stata considerata nell'incertezza tipo composta associata al risultato della taratura.

Incetezza tipo relativa associata all'instabilità del materiale di riferimento ISPRA RM021.

		As	Mn
u_{smts}	%	7,6	4,4

In the following, information is reported about:

Description of the item: Sediment. ISPRA RM021. Particle size is $< 90 \mu\text{m}$. The raw material comes from the Venice lagoon. 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 250 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 $20 ^\circ\text{C}$ in the dark.

Technical procedures:

- IO.AMB-LAB.50 Solid reference materials: production
- IO.AMB-LAB.52 Solid reference materials: within and between homogeneity
- IO.AMB-LAB.54 Solid reference materials: stability .
- IO.AMB-LAB.56 Solid reference materials: characterization
- IO.AMB-LAB.60 metodo ICP-MS, exclusively for the calibration carried out by Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale, ISPRA

Homogeneity and stability

Homogeneity of the material bottled was checked by ED-XRF measurements.. Between-bottle homogeneity was tested processing triplicate test portions from ten units (for a total of 30 independent measurements). The measurements were carried out under repeatability condition. The standard uncertainty due to the residual heterogeneity (u_{bb}) was calculated for each property of interest . It is then considered into the combined standard uncertainty of the calibration results.

Relative standard uncertainty associated with the residual heterogeneity of the reference material ISPRA RM021.

		As	Mn
u_{bb}	%	1.8	0.9

The stability of ISPRA RM021 reference material was monitored for four months, by measuring the trace element by ED-XRF. The isochronous method was applied. The stability study was run at two different storage temperatures $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ and $(40 \pm 2) ^\circ\text{C}$. At the start of the stability test, 25 units were stored at a reference temperature $\leq (-18 \pm 4) ^\circ\text{C}$ at which it is assumed that no instability is encountered The standard uncertainty due to the instability (u_{smts}) was calculated for each property of interest. It is then considered into the combined standard uncertainty of the calibration results.

Relative standard uncertainty associated with the instability of the reference material ISPRA RM021.

		As	Mn
u_{smts}	%	7.6	4.4

CERTIFICATO DI TARATURA LAT 211 6_2012/ISPRA RM021
Certificate of calibration LAT 211 6_2012/ISPRA RM021

Luogo di Taratura:

Il materiale di riferimento è stato tarato dall'Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale, ISPRA – Servizio di Metrologia Ambientale, Roma, Italia.

Hanno partecipato alla caratterizzazione i seguenti Laboratori:

- Atomic Energy Commission of Syria (AECS): Chemistry Department, XRay Fluorescence Lab, Damascus, Siria;
- International Atomic Energy Agency (IAEA), Terrestrial Environment Laboratory, A-2444, Seibersdorf, Austria;
- Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale, ISPRA, Servizio Metrologia Ambientale, Roma, Italia;
- Jožef Stefan Institute, JSI, Department of Environmental Sciences, Ljubljana, Slovenia;
- Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica (INRIM) - Unità di Radiochimica e Spettroscopia, Torino, Italia;
- Universitat de Barcelona, Departament de Química Analítica (DQA), Avda. Diagonal, 647, 08028 Barcellona, Spagna

Campioni di prima linea da cui ha inizio la catena della riferibilità del Centro:

Il metodo utilizzato da ISPRA – Servizio di Metrologia Ambientale per la misurazione della frazione in massa degli elementi prevede la 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 di prima linea riferibili al Sistema Internazionale (SI):

- As: Fluka, 01969 (lotto n° 1391897), riferibile al campione NIST SR 83;
- Mn Inorganic Venture, lotto D2_MN02079, riferibile campione al NIST SRM 3132 (lotto n° 050429) e al campione NIST SRM 928 (lotto n° 928);

Tutte le bilance analitiche sono tarate annualmente da ISPRA – Servizio di Metrologia Ambientale e sono riferibili ai campioni di classe E2 prodotti da DKD (certificato n° 33705).

Condizioni ambientali e di taratura

Non applicabile

Validità del certificato: Il presente certificato ha un anno di validità dopo la distribuzione.

Sostituisce il certificato: certificato di taratura LAT 211 5_2012/ISPRA RM021

Informazioni aggiuntive

Informazioni di dettaglio circa i contenuti del certificato sono riportati nel Documento di caratterizzazione, disponibile su richiesta all'Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale, ISPRA, Servizio Metrologia Ambientale, Via Vitaliano Brancati 48, 00144 Roma, Italia.

Site of Calibration

The Reference Material has been calibrated by the Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale, ISPRA – Servizio di Metrologia Ambientale, Rome, Italy.

The following Laboratories participated at the characterization:

- Atomic Energy Commission of Syria (AECS): Chemistry Department, XRay Fluorescence Lab, Damascus, Syria;
- International Atomic Energy Agency (IAEA), Terrestrial Environment Laboratory, A-2444, Seibersdorf, Austria;
- Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale, ISPRA, Servizio Metrologia Ambientale, Rome, Italy;
- Jožef Stefan Institute, JSI, Department of Environmental Sciences, Ljubljana, Slovenia;
- Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica (INRIM) - Unità di Radiochimica e Spettroscopia, Turin, Italy;
- Universitat de Barcelona, Departament de Química Analítica (DQA), Avda. Diagonal, 647, 08028 Barcellona, Spain

Measurement standards from which traceability chain is originated in the Centre:

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):

- As -Fluka, 01969 (Lot n° 1391897), traceable to the measurement standard NIST SR 83;
- Mn - Inorganic Venture, Lot D2_MN02079, traceable to the measurement standard NIST SRM 3132 (Lot n° 050429) and to the measurement standard NIST SRM 928 (Lot n° 928);

All analytical balances are calibrated yearly by ISPRA – Servizio di Metrologia Ambientale and are traceable to class E2 measurement standards DKD (certificate (n° 33705).

Calibration and environmental condition

N.A.

Validity of the certificate

This certificate is valid one year after distribution

The certificate replaces: Certificate of calibration LAT 211 5_2012/ISPRA RM021

Additional Information

Details concerning the contents of the certificate are included into a Report of characterization, available by the Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale, ISPRA, Servizio Metrologia Ambientale, Via Vitaliano Brancati 48, 00144 Roma, Italia

ISPRA RM021

Risultati delle tarature e incertezza estesa – Calibration results and their expanded uncertainty			
Proprietà di interesse <i>Property of interest</i>	Valore ($\mu\text{g g}^{-1}$) <i>Value ($\mu\text{g g}^{-1}$)</i>	Incetezza ($\mu\text{g g}^{-1}$)(*) <i>Uncertainty $\mu\text{g g}^{-1}$</i>	N° dei laboratori accettati <i>N° Accepted laboratories</i>
As	11,0	1,8	6
Mn	341	32	7

(*) L'incertezza estesa con $k=2$ è stata calcolata utilizzando i contributi derivanti dalle fasi di caratterizzazione, omogeneità e studio di stabilità del Materiale di Riferimento in conformità ai documenti IO. AMB-LAB. 52, IO. AMB-LAB. 54 e IO. AMB-LAB. 56 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 characterization, homogeneity and stability studies of the Reference Material in compliance with the technical procedures (IO. AMB-LAB. 52, IO. AMB-LAB. 54 and IO. AMB-LAB. 56) produced by the Calibration Centre N° 211.*