

NANOCONTROL –**System zur analytischen Qualitätssicherung**

Jede **NANOCONTROL** Einheit besteht aus zwei Komponenten:

a) NANOCONTROL Multistandard (IQK-Karte 4^[1])

Die Standardlösung dient der internen Qualitätskontrolle (IQK) zur Überprüfung der Geräte, Reagenzien und Hilfsmittel sowie der Kontrolle der richtigen Handhabung.

Empfohlene Mindesthäufigkeit:

nach jeder 10. Probe je Parameter (personenbezogen), mind. 1x pro Monat

b) NANOCONTROL 100+ Additionslösung (IQK-Karte 5-2^[1])

Damit lassen sich die zu untersuchenden Proben auf mögliche Störung der Analytik, d. h. Matrixeffekte untersuchen (Standardaddition / Aufstockung).

Empfohlene Mindesthäufigkeit:

mind. 1x pro Quartal sowie a) bei unplausiblen Messergebnissen oder b) bei Veränderung der Probenmatrix

Haltbarkeit:

- **NANOCONTROL** Multistandard KA-Ablauf 1 (REF 925011) und **NANOCONTROL** Multistandard KA-Ablauf 2 (REF 925010): 6 Monate, nach Anbruch 6 Wochen
- Alle weiteren **NANOCONTROL** Multistandards: 1 Jahr, nach Anbruch 6 Wochen

1. NANOCONTROL Multistandard**Durchführung:**

Analyse mit Standard nach Handbuch/Bedienungsanleitung durchführen. Die Konzentrationen der Standardsubstanzen sind auf dem Auswertebogen angegeben.

Multistandard bei jedem Test* anstelle der Wasserprobe einsetzen.

*auch bei Fremdprodukten

Abweichende Vorschriften: siehe Auswertebogen

Auswertung:

Die Messwerte sind zu dokumentieren. Liegen die ermittelten Messwerte im Vertrauensbereich, sind alle Einzelkomponenten des Messplatzes in Ordnung, und es liegt kein Bedienungsfehler vor. Bei einem Ergebnis außerhalb des Vertrauensbereichs müssen mögliche Fehler durch sorgfältige Prüfung aller Punkte der folgenden Liste eliminiert werden.

Probenahme

– richtiges Probevolumen

Kolbenhubpipette

- technisch o.k.
- richtig bedient
- nicht verunreinigt
- **neue** Pipettenspitzen (Verschleppung)

Küvetten

- richtige Größe
- Sauberkeit

Analyse

- Vorschrift beachtet
- richtige Reagenzienreihenfolge
- nach jeder Zugabe gut gemischt
- richtige Reaktionszeit
- richtige Reaktionstemperatur
- mit richtiger Lösung auf NULL gestellt

Reagenzien/Standard

- Verfalldatum beachtet
- richtig gelagert

Messung

- richtiger Filter
- richtiger Faktor
- richtige Dimension (z. B. NO₃-N oder NO₃⁻)

Bei wiederholter Abweichung die zweite Flasche Multistandard benutzen. Nach Austausch der beanstandeten Teile oder Korrektur einer falschen Handhabung sollten nach einer weiteren Analyse die Messwerte im Vertrauensbereich liegen. Ist das nicht der Fall, so müssen Komponenten wie Photometer oder Reagenziensätze ausgetauscht werden. Eventuell ist es sinnvoll, einen unserer Außendienstmitarbeiter hinzuzuziehen. Die durchgeführten Maßnahmen sind zu dokumentieren.

2. NANOCONTROL 100+ Additionslösung

Die Konzentrationserhöhungen bei einer Zugabe von 100 µL 100+ Additionslösung^[2] sind auf dem Auswertebogen angegeben. Es ist unbedingt darauf zu achten, dass durch die Addition der Messbereich des entsprechenden Tests nicht überschritten wird.

Erforderliches Zubehör:

- NANOCOLOR**[®] Reaktionsgläser AD 16 mm (REF 91680)
- NANOCOLOR**[®] Becherglas aus Kunststoff, 50 mL (REF 916983)
- NANOCOLOR**[®] Kolbenhubpipette für 100 µL (REF 916914)^[2]

Durchführung:

1. Konzentrationen der Originalprobe mittels **NANOCOLOR**[®] Rundküvettestest bestimmen (Auswertebogen Wert 1):
Liegt der Messwert schon nahe an der Obergrenze des Messbereichs, kann die Standardaddition einschließlich einer erneuten Messung **nur in der vorher entsprechend verdünnten Probe (20–80 %-Bereich)** erfolgen. Ergibt sich daraus eine matrixbedingte Messergebniskorrektur, müssen die folgenden Analysen in der gleichen Verdünnung wie bei der Addition durchgeführt werden.

2. Leerküvette oder Becherglas mittels Pipette mit **10 mL** Wasserprobe^[2] füllen.

3. Standardaddition (Aufstockung):

100 µL **NANOCONTROL 100+** Lösung^[2] zupipettieren und mischen.

4. Konzentration der aufgestockten Lösung (10,1 mL^[2]) mittels **NANOCOLOR**[®] Rundküvettestest bestimmen.

Analyse nach Bedienungsanleitung oder Handbuch durchführen.

Wert 4

Hinweis: Als Vereinfachung kann bei Rundküvettesten mit einem Probevolumen von $\geq 2,0$ mL auch direkt in der Messküvette (≥ 20 µL Additionslösung) addiert werden. Einzelheiten hierzu entnehmen Sie bitte dem jeweiligen Auswertebogen!

Auswertung:

Die Konzentrationserhöhung (Wert 2) bei dem Additionsvolumen von 100 µL^[2] ist auf dem Auswertebogen vorgegeben. Liegt keine Störung vor, müssen diese Werte bei der Analyse als Mehrbefund wiedergefunden werden. Die Differenzen der Messwerte ergeben also die messbare Zunahme in der Probe.

Entspricht die Konzentrationsdifferenz der erwarteten Konzentrationserhöhung, liegt keine proportionale Störung der Analyse vor. Weicht jedoch die gefundene von der theoretischen Konzentrationserhöhung ab, wird die Analytik durch dritte Probenbestandteile proportional beeinflusst. Die Messwerte sind zu dokumentieren. Für Hilfestellung fragen Sie unseren Außendienst.

Beispiel:

Man kann das Messergebnis auf den wahrscheinlichen Wert zurückrechnen.

Messwert Originalprobe: Wert 1 = 1,5 mg/L wahrscheinlich
 100+ Addition (100 µL^[2]): Wert 2 = 0,5 mg/L richtiger Analysenwert: $\frac{\text{Wert 1} \times \text{Wert 2}}{\text{Wert 4} - \text{Wert 1}} = \frac{1,5 \times 0,5}{1,9 - 1,5} = 1,9 \text{ mg/L}$
 Messwert aufgestockte Probe: Wert 4 = 1,9 mg/L

Möglicherweise löst eine Probenvorbehandlung das Problem. Folgendes sollte bei Standardadditionen immer bedacht werden: **Additive Fehler lassen sich mit dieser Methode nicht erkennen!**

Beispiele:

Ein Teil der gesuchten Substanz ist der Analyse nicht zugänglich:

- kondensierte Phosphate neben ortho-Phosphat (Unterbefund)
- ein Teil des gesuchten Metalls liegt komplexgebunden oder in einer anderen nicht ionogenen Form vor (Unterbefund)
- Trübungen täuschen Substanzen vor (Überbefund)

Die Beseitigung solcher Störungen erfordert andere Maßnahmen wie Aufschluss, Zentrifugieren etc.

Hinweis:

Die gezielt berechnete Konzentration der 100+ Additionslösung kompensiert den bei der Addition auftretenden Verdünnungsfehler weitgehend. Der Restfehler verschwindet in der jeweiligen Ergebnisabrundung der photometrischen Anzeige.

^[1] nach DWA-Arbeitsblatt A 704 „Betriebsmethoden für die Abwasseranalytik“

^[2] Bei Rechteckküvettesten zu 20 mL Wasserprobe 200 µL 100+ Lösung addieren.

NANOCONTROL – System for Analytical Quality Control

Each **NANOCONTROL** unit consists of two components:

a) **NANOCONTROL Multistandard**

The standard solution is used for checking instruments, reagents and accessories as well as for control of proper handling.

Recommended frequency of application:

after every 10th sample for each parameter (referring to operator), at least 1x per month

b) **NANOCONTROL 100+ Addition Solution**

This is used for the examination of possible interferences from the sample, i. e. matrix effects (standard addition).

Recommended frequency of application:

at least 1x per quarter as well as a) when results are not plausible or b) when the composition of the sample has changed

Stability:

- **NANOCONTROL Multistandard Sewage outflow 1** (REF 925011) and **NANOCONTROL Multistandard Sewage outflow 2** (REF 925010): 6 months, when in use 6 weeks
- All other **NANOCONTROL Multistandards**: 1 year, when in use 6 weeks

1. **NANOCONTROL Multistandard**

Procedure:

Perform analysis with multistandard as described in the instructions. The concentrations of the multistandard are indicated on the evaluation table.

Use the multistandard for each test* instead of the sample.

*also for tests of other producers

Deviating procedures: see evaluation table

Evaluation:

A result within the confidence interval indicates proper functioning of all single components of the testing unit and proper handling. If the result is not within the confidence interval, possible errors have to be traced by checking the following points.

Sampling

– proper sample volume

Piston pipette

- technically o.k.
- properly handled
- not contaminated
- new pipette tips

Cuvettes

- proper size
- clean

Analysis

- correct procedure
- proper sequence or reagents
- thorough mixing after each addition of reagents
- proper reaction time
- proper reaction temperature
- zero adjustment with proper solution

Reagents/Standard

- expiry date not exceeded
- stored properly

Measurement

- proper filter
- proper factor
- proper dimension
(e. g. NO₃-N or NO₃⁻)

After replacement of the malfunctioning components or after correcting the procedure another analysis with the standard should yield a result within the confidence interval. If this is not the case, components such as the photometer or the reagent set may have to be replaced.

2. **NANOCONTROL 100+ Addition Solution**

The increase in concentration per addition of 100 µL 100+ solution^[2] is indicated on the evaluation table. However, you should make sure that the addition does not exceed the measuring range of the corresponding test.

Required accessories:

- NANOCOLOR**[®] test tubes OD 16 mm (REF 91680)
- NANOCOLOR**[®] beaker, 50 mL (REF 916983)
- NANOCOLOR**[®] piston pipette 100 µL (REF 916914)^[2]

Procedure:

1. Determine the concentrations of the respective parameters in the original water sample using the appropriate **NANOCOLOR**[®] tube test (evaluation table value 1):

If the values are already close to the upper limit of the measuring range, standard addition can only be performed **with a diluted sample (20–80% range)**. In this case, you have to measure the concentration of the diluted sample. If the standard addition leads to a matrix-induced correction for the result, consequent measurements have to be performed with the same dilution as the standard addition.

2. Fill empty test tube or beaker with **10 mL** of sample^[2] using a pipette.

3. Standard addition:

Add 100 µL **NANOCONTROL 100+** solution^[2] using a pipette and mix thoroughly.

4. Determine the concentration of the spiked sample (10.1 mL^[2]) with the appropriate **NANOCOLOR**[®] tube test. Perform analysis as per instruction or manual.

Note: The spiking procedure can be simplified with tube tests requiring a sample volume of ≥ 2 mL. The 100+ solution can be added directly to the tube (≥ 20 µL). Further details can be found in the corresponding evaluation sheet.

Evaluation:

The concentration increase (value 2) per added 100 µL^[2] is indicated on the evaluation table. If there is no interference, the result after addition must be the initial result plus this value. The differences of the result thus give the measurable increase in the sample.

If the concentration difference corresponds to the added value, there is no proportional interference of the analysis. If, however, the concentration difference deviates from the theoretically added concentration, there is a proportional interference of the analysis by third components of the sample. Please, ask for help MACHEREY-NAGEL or your distributor.

Example:

You can calculate a probable value from the measured result.

Measured value of the sample:	value 1 = 1.5 mg/L	probable	
100+ addition (100 µL ^[2]):	value 2 = 0.5 mg/L	correct analytical result:	$\frac{\text{value 1} \times \text{value 2}}{\text{value 4} - \text{value 1}} = \frac{1.5 \times 0.5}{1.9 - 1.5} = 1.9 \text{ mg/L}$
Measured value after addition:	value 4 = 1.9 mg/L		

Perhaps the problem can be solved by a sample preparation step. Please note the following when working with standard addition: **Additive errors can not be recognized by this method!**

Examples:

Part of the substance to be determined is not covered by the analysis:

- condensed phosphates besides ortho-phosphate (low results)
- part of a metal to be analyzed is masked or present in another nonionic form (low results)
- turbidities simulate substances (high results)

Removal of such interferences requires other procedures such as decomposition, centrifugation or similar.

Note:

The concentration of the 100+ solution is calculated thus that the dilution caused by addition of the 100+ solution is compensated for. The remaining small error is eliminated by the rounding of the photometric display.

^[2] Standard tests: 20 mL of sample + 200 µL 100+ solution.

NANOCONTROL –**Produit pour l'assurance qualité analytique**

Chaque kit **NANOCONTROL** est composé de deux produits :

a) Multistandard **NANOCONTROL**

La solution permet le contrôle de l'appareil, des réactifs et de la bonne manipulation

Fréquence minimale recommandée :

tous les 10 échantillons par paramètre et par personne, au moins une fois par mois

b) Solution **NANOCONTROL 100+**

Cette solution permet d'évaluer les influences de la matrice et d'autres paramètres sur la justesse de la mesure d'un échantillon donné (méthode des ajouts dosés).

Fréquence minimale recommandée :

au moins une fois par trimestre, ainsi que dans les cas suivants : a) si les résultats de mesure ne sont pas plausibles ou b) si la composition de l'échantillon a été modifiée

Conservation :

- **NANOCONTROL** Multistandard Eaux de rejet 1 (REF 925011) et **NANOCONTROL** Multistandard Eaux de rejet 2 (REF 925010) : 6 mois, 6 semaines après ouvertures
- Toutes les autres **NANOCONTROL** multistandards: 1 an, 6 semaines après ouvertures

1. Multistandard **NANOCONTROL****Mode d'opérateur :**

Procéder à l'analyse selon le mode d'emploi avec le standard. Les concentrations des substances standard sont indiquées sur le tableau d'évaluation.

Utiliser multistandard pour chaque test* à la place de l'échantillon d'eau.

*aussi pour tests étrangers

Mode d'emploi spéciaux : voir le tableau d'évaluation

Evaluation :

Si toutes les mesures se situent dans l'intervalle de tolérance, la procédure utilisée est bonne et toute erreur de manipulation est exclue. Si une des mesures se situe en dehors de l'intervalle de tolérance, il faut vérifier soigneusement les points suivants afin de desceller une erreur éventuelle :

Prise de l'échantillon

– volume correcte

Pipette

- problème technique
- manipulation correcte
- propreté
- nouvelles pointes de pipette

Cuvettes

- bonne taille
- propreté

Procédure d'analyse

- mode opér. respecté
- bonne utilisation des réactifs
- bonne dissolution après ajout de chaque réactif
- respect du temps
- respect de la température de réaction
- bon étalonnage de l'appareil (avec la bonne solution)

Réactifs / standard

- date de péremption
- stockage dans les bonnes conditions

Mesure

- le bon filtre
- le bon facteur
- choix de la bonne dimension (p. ex. NO₃-N au lieu de NO₃⁻)

Après correction de ces facteurs les mesures devraient se situer toutes dans l'intervalle de tolérance. Si ce n'est pas le cas, il faudra procéder à un échange de photomètre ou de kit de réactifs. Il peut également être utile de prévenir un de nos techniciens.

2. Solution **NANOCONTROL 100+**

Les augmentations des valeurs lors de l'ajout de 100 µL de solution 100+^[2] sont indiquées sur le tableau d'évaluation. Il faut veiller à ne pas sortir du domaine de mesure lors de l'ajout de la solution.

Matériel nécessaire :

NANOCOLOR[®] éprouvettes de réaction 16 mm DE (REF 91680)

NANOCOLOR[®] bécher, 50 mL (REF 916983)

NANOCOLOR[®] pipette à piston 100 µL (REF 916914)^[2]

Mode opératoire :

1. Déterminer la concentration des différents paramètres dans l'échantillon^[2] d'eau en utilisant le test en tube **NANOCOLOR**[®] approprié (table d'évaluation valeur 1) :

Si la valeur est proche de la limite supérieure du domaine de mesure, il faudra **diluer l'échantillon avant de procéder (domaine 20–80%)** à la méthode des ajouts dosés. La valeur sera à nouveau défini après dilution. Si une correction due à l'influence de la matrice est nécessaire, il faudra travailler systématiquement avec la même dilution pour les autres analyses.

2. Remplir un tube test vide ou un bécher avec **10 mL** d'échantillon^[2] avec une pipette.

3. Addition du standard :

Avec une pipette à piston ajouter 100 µL de la solution **NANOCONTROL 100+**^[2].

4. Déterminer la concentration de l'échantillon dopé (10,1 mL^[2]) en utilisant le test en tube **NANOCOLOR**[®] approprié. Exécuter l'analyse selon l'instruction ou le manuel

valeur 4

Remarque : La procédure peut être simplifiée pour les tests en cuves rondes nécessitant un volume d'échantillon ≥ 2 mL. La solution 100+ peut directement être ajoutés dans le tube (≥ 20 µL). Les détails complémentaires peuvent être trouvés dans la feuille d'évaluation correspondante.

Exploitation des résultats :

Les variations de concentrations (valeur 2) lors de l'ajout de 100 µL de la solution 100+^[2] est indiquée sur le tableau d'évaluation. Si aucune interférence n'a lieu, il faut retrouver ces valeurs comme augmentations de concentration. Les différences entre les mesures correspondent aux augmentations de concentration de l'échantillon.

Si les valeurs correspondent aux augmentations de concentration attendues, il n'y a pas d'interférence proportionnel à l'analyse. Si les augmentations de concentrations trouvées diffèrent de celles escomptées, la mesure est faussée par une interférence. Faites appel à nos services techniques.

Il est cependant possible de calculer la valeur probable avec la formule suivante :

Mesure de l'échantillon original : valeur 1 = 1,5 mg/L valeur probable de la mesure : $\frac{\text{valeur 1} \times \text{valeur 2}}{\text{valeur 4} - \text{valeur 1}} = \frac{1,5 \times 0,5}{1,9 - 1,5} = 1,9 \text{ mg/L}$

Augmentation de concentration : valeur 2 = 0,5 mg/L

Mesure après addition : valeur 4 = 1,9 mg/L

Il est fort probable qu'une préparation d'échantillon élimine cette source d'erreur. **Il ne faut jamais oublier que la méthode des ajouts dosés ne permet pas de mettre en évidence des erreurs se sommant !**

Exemple :

Une partie du paramètre à doser n'est pas détectable par la méthode :

- Phosphates condensés en présence d'ortho-phosphates (résultat par défaut)
- Une partie des métaux recherchés est présent sous forme de complexe ou sous forme non-ionique (résultat par défaut)
- La turbidité de la solution majeure les résultats

Pour traiter ces interférences, il faut utiliser d'autres méthodes : minéralisation, centrifugation, etc.

Remarque :

La concentration de la solution 100+ tient compte de la dilution lors de l'ajout. D'autres sources d'erreur possible sont compensées par l'arrondi de la valeur affichée par le photomètre.

^[2] Tests pour cuves rectangulaires : 20 mL d'échantillon + 200 µL de la solution 100+.

NANOCOLOR – Sistema para el aseguramiento de la calidad analítica

Cada unidad de **NANOCOLOR** consta de dos componentes:

a) Solución patrón del multitest **NANOCOLOR**

Se utiliza para verificar el correcto funcionamiento de instrumentos, reactivos y accesorios además de para controlar el propio método de trabajo.

Frecuencia mínima recomendada:

cada 10. prueba por parámetro (refiriéndose a la persona), por lo menos una vez al mes

b) Solución **NANOCOLOR 100+**

Se utiliza para examinar posibles interferencias de la propia muestra, es decir efectos de matriz (adiciones standard).

Frecuencia mínima recomendada:

por lo menos una vez por trimestre así como a) cuando hay un resultado no plausible o b) cuando hay un cambio en la composición de la prueba.

Estabilidad:

- **NANOCOLOR** Multistandard Salida de depuradora 1 (REF 925011) e **NANOCOLOR** Multistandard Salida de depuradora 2 (REF 925010): 6 meses, una vez abierto 6 semanas
- Todos los demás **NANOCOLOR** Multistandards: 1 año, una vez abierto 6 semanas

1. Solución patrón del multitest **NANOCOLOR**

Procedimiento:

Lleve a cabo el análisis tal como se describe en las instrucciones.

Utilizando la solución patrón por cada test* en lugar de la muestra.

*también por tests de otros fabricantes

Procedimientos especiales: vea la tabla por evaluación

Evaluación:

Un resultado dentro del intervalo de confianza indica un funcionamiento adecuado de cada uno de los componentes individuales del sistema analítico y un manejo adecuado de los mismos. Si el resultado no está dentro del intervalo de confianza deben detectarse las posibles fuentes de error, verificando los siguientes puntos:

Muestreo

– volumen de muestra adecuado

Pipeta automática

- técnicamente correcta
- manejo adecuado
- no contaminada
- punta de pipeta nueva

Cubeta

- tamaño correcto
- limpia

Análisis

- procedimiento correcto
- reactivos en el orden adecuado
- mezcla a fondo después de cada adición de reactivos
- tiempo de reacción correcto
- temperatura de reacción correcta
- ajuste del cero con una solución adecuada

Reactivos / Patrón

- fecha de caducidad no excedida
- conservado adecuadamente

Medición

- filtro correcto
- factor correcto
- dimensiones correctas (ej. $\text{NO}_3\text{-N}$ o NO_3^-)

Después de sustituir los componentes defectuosos o de corregir el procedimiento, un nuevo análisis con la solución patrón debería dar un resultado dentro del intervalo de confianza. Si no ocurre así, componentes tales como el fotómetro o el juego de reactivos deben ser reemplazados.

2. Solución **NANOCOLOR 100+**

El incremento en la concentración por cada adición de 100 μL de la solución 100+^[2] se indica en la tabla por evaluación. Sin embargo, debe asegurarse de que la adición no sobrepasan el rango de medida del método correspondiente.

Accesorios necesarios:

- Tubos de reacción **NANOCOLOR**® OD 16 mm (REF 91680)
- Vaso de precipitado **NANOCOLOR**® de 50 mL (REF 916983)
- Pipeta automática **NANOCOLOR**® de 100 μL (REF 916914)^[2]

Procedimiento:

1. Determine las concentraciones de los respectivos parámetros en la muestra de agua original usando el test en tubos **NANOCOLOR**® apropiado (valor 1 de la tabla de evaluación).

Si el valor es un valor cercano al límite superior del rango de medida, las adiciones de patrón solo pueden realizarse con una muestra diluida (rango 20–80%). En este caso, vuelva a calcular la concentración en la muestra diluida. Si las adiciones de patrón provocan una corrección del resultado debida a efectos de la matriz de la muestra, las medidas consecuentes deben realizarse con la misma dilución de la muestra que la empleada para las adiciones.

2. Rellene el tubo vacío o el vaso de precipitados con 10 mL de muestra^[2] usando una pipeta.

3. Adición de patrón:

Con la pipeta automática añada adicionalmente 100 μL de la solución **NANOCOLOR 100+**^[2].

4. Determine la concentración de la muestra adicionada (10,1 mL^[2]) con el test en tubos **NANOCOLOR**® apropiado. Realice el análisis según las instrucciones del manual. valor 4

Nota: El procedimiento de adición se puede simplificar con pruebas que requieren un volumen de muestra ≥ 2 mL. La solución 100+ puede ser añadida directamente al tubo de test (≥ 20 μL). Se pueden encontrar más detalles en la hoja de evaluación correspondiente.

Evaluación:

El incremento de concentración (valor 2) por 100 μL ^[2] añadido se indica en la tabla por evaluación. Si no hay interferencias, el resultado tras la adición debe corresponder al resultado inicial más este valor. La diferencia entre el resultado no dan el incremento medido en la muestra.

Si la diferencia entre concentración corresponde a el valor añadido significa que no hay interferencias proporcionales en el análisis. En cambio, si la diferencia entre concentración es igual entre si pero distinta a la concentración que teóricamente se ha añadido, hay una interferencia proporcional en el análisis causada por un tercer componente de la muestra.

Ejemplo:

Puede calcularse un resultado probable a partir del resultado medido.

El valor medido de la muestra es: valor 1 = 1,5 mg/L Resultado analítico probable: $\frac{\text{valor 1} \times \text{valor 2}}{\text{valor 4} - \text{valor 1}} = \frac{1,5 \times 0,5}{1,9 - 1,5} = 1,9 \text{ mg/L}$

La adición de patrón para 100 μL ^[2] es: valor 2 = 0,5 mg/L

El valor medido tras la adición es: valor 4 = 1,9 mg/L

Quizás el problema pueda solucionarse con una etapa de preparación de muestra. Por favor, tenga en cuenta lo siguiente cuando trabaje con adiciones patrones: **¡Este método no detecta errores de adición!**

Ejemplos:

- Parte de una sustancia a determinar no está cubierta por el análisis:
- presencia de fosfatos condensados junto con orto-fosfatos (resultados bajos)
- parte de un metal a determinar está enmascarado o presente en una forma no iónica (resultados bajos)
- la turbidez simula sustancias (resultados altos)

La eliminación de tales interferencias requiere otros procedimientos como descomposición, centrifugación o similares.

Nota:

La concentración de la solución 100+ se calcula de forma que la dilución causada por la adición de la solución 100+ quede compensada. El pequeño error que permanece puede eliminado por el redondeo de la pantalla del fotómetro.

^[2] Tests estándar: 20 mL de muestra + 200 μL de la solución 100+.

NANOCONTROL – Analytisch kwaliteitssysteem

Elke **NANOCONTROL** unit bestaat uit twee componenten:

a) **NANOCONTROL** multistandaard

wordt gebruikt voor het controleren van de instrumenten, reagentia en toebehoren alsmede voor de controle van de correcte verwerking.

Aanbevolen gebruiksfrequentie:

na elk 10. monster per parameter (personenbetrokken), tenminste 1 keer per maand

b) **NANOCONTROL 100+** addition oplossing

wordt gebruikt voor het onderzoek van mogelijke interferenties van het monster bijvoorbeeld matrix effecten (standaard toevoeging).

Aanbevolen gebruiksfrequentie:

tenminste 1 keer per kwartaal, zoals ook a) bij onverklaarbare meetresultaten of b) bij verandering van de staalmatrix

Houdbaarheid:

- **NANOCONTROL** multistandaard zuiveringsinstallatie uitstroom 1 (REF 925011) en **NANOCONTROL** multistandaard zuiveringsinstallatie uitstroom 2 (REF 925010): 6 maanden, bij gebruik 6 weken
- Alle andere **NANOCONTROL** multistandaards: 1 jaar, bij gebruik 6 weken

1. **NANOCONTROL** multistandaard

Procedure:

Voor de analyse uit zoals bij het standaard systeem aangegeven. De concentratie van de standaard wordt op de evaluatie tabel aangegeven.

Gebruik multistandaard voor elke test* in plaats van het monster.

*ook voor tests van andere fabrikanten

Afwijkende procedure: zie evaluatie tabel

Evaluatie:

Een resultaat dat binnen de betrouwbaarheids interval valt is een indicatie dat alle individuele componenten van de test unit functioneren en juist worden toegepast, indien het resultaat niet binnen de betrouwbaarheids interval ligt dan moeten mogelijke vergissingen opgespeurd worden door de volgende punten te checken.

Monstering

– juist monster volume

Plunger pipet

– technisch in orde

– juist gehanteerd

– niet vervuild

– nieuwe tips

Kuvetten

– juiste grootte

– schoon

Analyse

– correcte procedure

– juiste reagentia volgorde

– voldoende geschud na elke

reagens toevoeging

– juiste reactietijd

– juiste reactietemperatuur

– nulinstelling met goede oplossing

Reagens/ standaard

– vervaldatum overschreden

– goed opgeslagen

Metten

– juist filter

– juiste faktor

– juiste afmeting

(bv. NO₃-N or NO₃⁻)

Na vervanging van de slechtfunctioneerde onderdelen of na correctie van de analyse moet een nieuwe test met de standaard alsnog binnen de betrouwbaarheids interval vallen. Indien dit niet het geval is moeten componenten zoals de fotometer of de reagens set worden vervangen.

2. **NANOCONTROL 100+** Oplossing

De concentratie vergroting door toevoeging van 100 µL 100+ oplossing^[2] wordt op de evaluatie tabel aangegeven. U moet er echter zeker van zijn dat de toevoeging het meetbereik van de overeenkomende test niet overschrijden.

Vereiste benodigheden:

NANOCOLOR[®] reageerbuisen BD 16 mm (REF 91680)

NANOCOLOR[®] kunstof bekerglas 50 mL (REF 916983)

NANOCOLOR[®] pipet de 100 µL (REF 916914)^[2]

Procedure:

1. Bepaal de concentratie van de respectieve parameters in het oorspronkelijke watermonster behulp van de juiste **NANOCOLOR**[®] cuvettentest (evaluatietafel, waarde 1).

Indien de meetwaarde al dicht in de buurt van de bovengrens van het meetbereik ligt, kan de standaard toevoeging **met een verdund monster (20–80% meetgebied)** worden uitgevoerd. In dit geval moet U de concentratie van het verdunde monster meten. Indien de standaard toevoeging uitmondt in een matrix beïnvloede correctie dan moeten er vervolgens metingen uitgevoerd worden met dezelfde oplossing als bij de standaard toevoeging.

2. Vul de lege reageerbuis of bekerglas met **10 mL** monster^[2] mbv een pipet.

3. Standaard toevoeging:

Met de pipet toevoegen: 100 µL **NANOCONTROL 100+** oplossing^[2].

4. Bepaal de concentratie van het verrijkte monster (10,1 mL^[2]) met de geschikte **NANOCOLOR**[®] cuvettentest.

De analyse zoals in handleiding beschreven uitvoeren.

waarde 4

Opmerking: Deze procedure kan worden vereenvoudigd voor cuvettentests met een monstervolume van ≥ 2 mL. De 100+ oplossing kan direct worden toegevoegd aan de reageerbuis (≥ 20 µL). Verdere informatie vindt u in de desbetreffende evaluatie blad.

Evaluatie:

De concentratie neemt toe (waarde 2) per toevoeging 100 µL^[2] zoals aangegeven op de evaluatie tabel. Indien er geen interferentie is, moet het resultaat na toevoeging het oorspronkelijke resultaat zijn plus deze waarde.

Indien echter de concentratie verschillen niet gelijk zijn maar afwijken van de theoretische toegevoegde waarden dan is er een proportionale interferentie van de analyse door andere (derde) componenten van het monster.

Voorbeeld:

U kunt dan zelf een mogelijke waarde uitrekenen van het meetresultaat.

De gemeten waarde van het monster is: waarde 1 = 1,5 mg/L Mogelijk analyse

Standaard toevoeging voor 100 µL^[2] is: waarde 2 = 0,5 mg/L resultaat: waarde 1 x waarde 2 = 1,5 x 0,5

Gemeten waarde van de toevoeging: waarde 4 = 1,9 mg/L waarde 4 - waarde 1 = 1,9 - 1,5 = 1,9 mg/L

Misschien kan het probleem opgelost worden door een monstervoorbereidingsstap. Bij het werken met standaard oplossingen s.v.p. het volgende in de gaten houden: **Toevoegingsfouten worden bij deze methodiek niet herkend!**

Voorbeeld:

Een deel van de te onderzoeken substantie wordt door de analyse niet meegenomen:

– geconcentreerde fosfaten naast ortho-fosfaat (lage resultaten)

– een deel van het te analyseren metaal wordt gemaskeerd of is aanwezig in een andere niet ionische vorm (lage resultaten)

– vertroebelingen suggereren stoffen (hoge resultaten)

Het verwijderen van dergelijke interferenties vereisen andere procedures zoals ontbinding, moeten gecentrifugeerd worden of anderszins.

Opmerking:

De concentratie van de 100+ oplossing is zo berekend dat de verdunning die door de 100+ oplossing toevoeging veroorzaakt wordt gecompenseerd wordt. Het dan nog overblijvende verschil wordt geëlimineerd door de fotometrische afronding.

^[2] Rechthoek cuvettentests: 20 mL monster + 200 µL 100+ oplossing.

Il sistema **NANOCONTROL** – per il controllo della qualità analitica

Ogni confezione **NANOCONTROL** contiene due componenti:

a) Standard multiplo **NANOCONTROL**

viene utilizzato per controllare gli strumenti, i reattivi e gli accessori, nonché la manualità dell'operatore.

Frequenza di applicazione consigliata:

dopo ogni 10 campioni per parametro (riferito all'analista), 1x per mese per lo meno

b) Soluzione **NANOCONTROL 100+**

utilizzata per l'esame di possibili interferenze dovute al campione d'acqua in esame. Per esempio effetti matrice (aggiunte standard).

Frequenza di applicazione consigliata:

1x per trimestre per lo meno e a) quando i risultati non sono plausibile o b) quando la composizione del campione è cambiata

Conservabilità:

- **NANOCONTROL** Standard multiplo liquame depurato 1 (REF 925011) e **NANOCONTROL** Standard multiplo liquame depurato 2 (REF 925010): 6 mesi, se già utilizzato 6 settimane
- Tutti **NANOCONTROL** Standard multiplos: 1 anno, se già utilizzato 6 settimane

1. Standard multiplo **NANOCONTROL**

Procedimento:

Effettuare l'analisi con lo standard come indicato nelle istruzioni. La concentrazione dello standard è indicata alla tabella di valutare.

Usare il standard multiplo per ogni test* al posto del campione.

*anche per test di altri produttori

Procedimenti diversi: vedere la tabella di valutare

Valutazione:

Un risultato che ricada entro l'intervallo fiduciale indica un funzionamento corretto dei singoli componenti del complesso analitico ed una corretta manualità. Se il risultato non ricade entro l'intervallo fiduciale se devono ricercare ed eliminare i possibili errori controllando i punti seguenti.

Campionamento

– appropriato volume di campione

Micropipetta

- tecnicamente in ordine
- maneggiata correttamente
- non inquinata
- puntale nuovo

Cuvette

- misura appropriata
- pulite

Analisi

- procedimento corretto
- sequenza di aggiunta di reattivi come indicato
- mescolamento completo dopo ogni aggiunta di reagente
- prescritto tempo di reazione
- giusta temperatura di reazione
- azzeramento del fotometro con il tipo di campione in bianco indicato dal metodo

Reattivi / Standard

- data di scadenza non superata
- conservazione come prescritto

Misura

- filtro prescritto
- fattore come indicato
- espressione nell'opportuna unità (es. $\text{NO}_3\text{-N}$ oppure NO_3^-)

Dopo la sostituzione del componente fuori norma o la correzione del procedimento, una ulteriore analisi con lo standard dovrebbe dare un risultato entro i limiti fiduciali. Se questo non viene ottenuto la causa può derivare dai reattivi (che vanno sostituiti) o dal fotometro (possibili guasti).

2. Soluzione **NANOCONTROL 100+**

L'aumento di concentrazione conseguente all'aggiunta di 100 μL della soluzione 100+^[2] è indicato alla tabella di valutazione. Tuttavia si deve controllare che le aggiunte non portino a concentrazioni al di fuori dell'intervallo di validità del test corrispondente.

Accessori richiesti:

- NANOCOLOR**[®] test in provetta OD 16 mm (REF 91680)
- NANOCOLOR**[®] beaker, 50 mL (REF 916983)
- NANOCOLOR**[®] pipetta automatica 100 μL (REF 916914)^[2]

Procedimento:

1. Determinare le concentrazioni dei rispettivi parametri nel campione di acqua utilizzando i test in provetta **NANOCOLOR**[®] (tabella di valutazione, valore 1).

Se questo valore è vicino al limite superiore dell'intervallo di misura, l'aggiunta dello standard può essere effettuata **solo dopo aver diluito con acqua distillata il campione d'acqua in esame (range 20–80%)**. In questo caso si deve misurare nuovamente la concentrazione nel campione diluito. Se l'aggiunta dello standard mette in evidenza la necessità di correggere il risultato a causa di un effetto dovuto alla matrice, le misure successive andranno eseguite su campioni diluiti nello stesso modo utilizzato per le aggiunte di standard.

2. Introdurre **10 mL** di campione^[2] in una provetta o un beaker, utilizzando una pipetta.

3. Aggiunta dello standard:

Aggiungere con la pipetta automatica: 100 μL della soluzione **NANOCONTROL 100+**^[2].

4. Determinare la concentrazione del campione con l'aggiunta (10,1 mL^[2]) con il test in provetta **NANOCOLOR**[®] appropriato. Effettuare l'analisi seguendo le istruzioni contenute nel kit **NANOCOLOR**[®] o nel manuale. valore 4

Nota: la procedura può essere semplificata con test in provetta che richiedono un volume di campione ≥ 2 mL. La soluzione 100+ (≥ 20 μL) può essere aggiunta direttamente nella provetta. Ulteriori istruzioni possono essere trovate nella corrispondente scheda di valutazione.

Valutazione:

L'aumento di concentrazione (valore 2) per l'aggiunta di 100 μL è indicato sulla tabella di valutazione. Se non vi sono interferenze, il risultato dopo l'aggiunta deve essere uguale a quello iniziale più questo valore. La differenza tra i risultati equivale all'incremento di concentrazione.

Se la differenza di concentrazione corrisponde al valore dell'aggiunta, non esiste alcuna interferenza proporzionale dell'analisi. Se la differenza di concentrazione è diversa dalla concentrazione teorica aggiunta, significa che è presente un'interferenza dell'analisi dovuta a componenti estranei presenti nel campione. Chiedere consigli al distributore MACHEREY-NAGEL locale.

Esempio

E' possibile calcolare un valore probabile dai valori misurati.

Valore misurato del campione:	valore 1 = 1,5 mg/L	Risultato probabile:	valore 1 x valore 2
Valore dell'aggiunta di standard 100 μL ^[2] :	valore 2 = 0,5 mg/L		valore 4 - valore 1 = 1,9 - 1,5 = 1,9 mg/L
Valore dopo l'aggiunta:	valore 4 = 1,9 mg/L		

E' possibile che il problema sia risolvibile adottando una fase di pretrattamento del campione. **Il metodo delle aggiunte standard permette di riconoscere gli errori proporzionali ma non quelli additivi.**

Esempio di errori additivi:

Parte della sostanza non viene rilevata dal procedimento analitico:

- polifosfati oltre agli orto-fosfati (risultati bassi)
- parte di un metallo complessato o presente in forma non ionica (risultati bassi)
- il campione è torbido o colorato (risultati anormalmente elevati)

Questo tipo di problema è risolvibile nella maggior parte dei casi sottoponendo il campione a una decomposizione prima dell'analisi.

Nota:

La concentrazione delle soluzioni 100+ è calcolata in modo tale che la diluizione causata dall'aggiunta della soluzione 100+ venga compensata. Il piccolo errore restante viene eliminato dall'arrotondamento già eseguito prima della presentazione del risultato sul display.

^[2] Test in cuvetta: 20 mL di campioni + 200 μL della soluzione 100+.