

NANOCONTROL - System zur analytischen Qualitätssicherung

Das NANOCONTROL System besteht aus zwei Komponenten:

a) NANOCONTROL Einzelstandard (IQK-Karte 4*)

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+ Lösung (IQK-Karte 5-2*)

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 Veränderungen der Probenmatrix

Ausnahmen: siehe Tabelle

Halbbarkeit: 1 Jahr, nach Anbruch 6 Wochen

Test Nr.	Angabe als	Standard		Zunahme pro 0,5 mL Lösung (β_m)	REF
		Konzentration	Vertrauensbereich VB		
0-07	mg/L AOX	1,0	0,8–1,2	1,0	92507
1-16	mg/L Cl ₂	1,00	0,90–1,10	–	92517
0-17	mg/L Cl ₂	0,80	0,70–0,90	–	92517
0-24	mg/L CrO ₄ ²⁻	2,0	1,8–2,2	0,50	92524
0-59	mg/L Cr	0,90	0,80–1,00	0,22	92524
1-25	mg/L CrO ₄ ²⁻	0,40	0,36–0,44	0,50	92524
0-22/27	mg/L O ₂	30	26–34	–	92522
0-26/33/36	mg/L O ₂	100	90–110	–	92526
0-23/28	g/L O ₂	4,00	3,60–4,40	–	92528
0-29/38/30	mg/L O ₂	400	360–440	–	92529
0-62	mg/L SO ₄ ²⁻	120	110–130	–	92562
1-67	mg/L NO ₂ -N	0,060	0,054–0,066	0,02	92568
0-68	mg/L NO ₂ -N	0,30	0,25–0,35	0,02	92568
0-69	mg/L NO ₂ -N	2,1	1,9–2,3	–	92568
0-48/75	mg/L C	10,0	8,5–11,5	–	92575
0-76	mg/L PO ₄ -P	1,00	0,90–1,10	0,10	92576
0-51/78	mg/L C	100	85–115	–	92578
1-77	mg/L PO ₄ -P	0,20	0,18–0,22	0,10	92576
0-95	mg/L PO ₄ -P	0,25	0,22–0,28	0,10	92576
0-90	mg/L SO ₃ ²⁻	50	45–55	–	92590

Gefahrenhinweise:

Informationen zu Gefahren finden Sie auf dem Außenetikett und im Sicherheitsdatenblatt. Das Sicherheitsdatenblatt können Sie unter www.mn-net.com/SDS herunterladen.

1. NANOCONTROL Einzelstandard

Durchführung:

Analyse mit Standard nach Handbuch / Bedienungsanleitung durchführen. Die Konzentration des Standards ist auf dem Auswertebogen angegeben.

Rundküvettenestest:

Standardlösung an Stelle der Wasserprobe einsetzen (Ausnahme: Test 0-07, 0-17, 0-69; siehe ** abweichende Vorschrift!).



Rechteckküvettenestest:

4,0 mL Standardlösung in einen 25-mL-Messkolben einpipettieren und mit dest. Wasser auf ca. 20 mL auffüllen, weitere Reagenzien nach Analysenvorschrift zugeben und auf 25 mL auffüllen

(Ausnahme: Test 1-16; siehe ** abweichende Vorschrift!).



** Abweichende Vorschrift:

Test 0-07 AOX 3:

100 mL dest. Wasser, 0,5 mL Standard (200 mg/L) und 1 mL Salpetersäure 65 % vermischen und an Stelle der Wasserprobe einsetzen.

Test 1-16 Chlor:

2 mL Standardlösung in einen 25-mL-Messkolben (chlorzehrungsfrei) pipettieren, 5 Tropfen R1 zugeben, 1 min warten, die Lösung verfärbt sich gelblich. 5 Tropfen R2 zutropfen, die Färbung der Lösung wird schwächer oder verschwindet gegebenenfalls ganz. Mit destilliertem Wasser auf ca. 20 mL auffüllen, dann sofort weiter wie im Handbuch Test 1-16 beschreiben.

Test 0-17 Chlor / Ozon 2:

2 mL Standardlösung in einen 25-mL-Messkolben (chlorzehrungsfrei) pipettieren, 5 Tropfen R1 zugeben, 1 min warten, die Lösung verfärbt sich gelblich. 5 Tropfen R2 zutropfen. Die Färbung der Lösung wird schwächer oder verschwindet gegebenenfalls ganz. Mit destilliertem Wasser auf 25 mL auffüllen, mischen. Diese Lösung sofort an Stelle der Probe einsetzen wie in Test 0-17 beschrieben (4 mL).

Test 0-69 Nitrit 4:

100+ Lösung 1+1 mit destilliertem Wasser verdünnen und an Stelle der Wasserprobe einsetzen.

Hinweis:

Bei Test 1-16 Chlor, Test 0-17 Chlor/Ozon 2 und Test 0-90 Sulfid 100 werden als Standard Simulationssubstanzen verwendet, die in gleicher Weise wie die Originalparameter reagieren.

Die Anzahl der Bestimmungen mit dem NANOCONTROL Standard richtet sich nach dem Probevolumen. Daraus ergeben sich folgende Angaben:

je 150 Bestimmungen pro Set: Test 0-28, 0-69

je 60 Bestimmungen pro Set: Test 0-51, 0-78

je 30 Bestimmungen pro Set: Test 1-16, 0-17, 0-23, 0-95

je 20 Bestimmungen pro Set: Test 0-07

je 15 Bestimmungen pro Set: Test 0-22, 0-24, 1-25, 0-26, 0-27, 0-29, 0-30, 0-33, 0-36, 0-38, 0-62, 1-67, 0-68, 0-76, 1-77, 0-90

je 12 Bestimmungen pro Set: 0-59

je 6 Bestimmungen pro Set: 0-48, 0-75

Auswertung:

Die Messwerte sind zu dokumentieren. Liegt der ermittelte Messwert 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

- Reagenzien / Standard

- Verfalldatum beachtet

- richtig gelagert

Analyse

- Arbeitsvorschrift eingehalten

- richtige Reagenzienreihenfolge

- nach jeder Reagenzzugabe gut gemischt

- Reaktionszeit eingehalten

- Reaktionstemperatur beachtet

- mit richtiger Lösung auf NULL gestellt

Küvetten

- richtige Größe

- Sauberkeit

Kolbenhubpipette

- technisch in Ordnung

- richtig gehandhabt

- nicht verunreinigt

- neue Pipettenspitze

Messung

- richtiger Filter / Wellenlänge

- richtiger Faktor

- richtige Dimensionierung

(z. B. NO₂-N oder NO₂⁻)

Nach Austausch der beanstandeten Teile oder Korrektur einer falschen Handhabung sollte nach einer weiteren Analyse der Messwert 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+ Lösung

Die Konzentrationserhöhung bei einer Zugabe von 0,5 mL 100+ Lösung (Bei Test 0-07 AOX 3 an Stelle von 0,5 mL 100+ Lösung 0,5 mL Standard auf 100 mL Probeflösung addieren) ist auf dem Auswertebogen angegeben. Mit der Anzahl der Additionsschritte steigt die Sicherheit der Aussage, wobei es sinnvoll ist, mindestens zwei Additionen durchzuführen.

Es ist unbedingt darauf zu achten, dass durch die Addition der Messbereiche des entsprechenden Tests (**20–80 %-Bereich**) nicht überschritten wird.

Erforderliche Teile:

Messkolben 100 mL (der Anzahl der Additionen entsprechend)

Kolbenhubpipette mit Spitzen

Durchführung:

Konzentration (β_p) des gesuchten Parameters in der Wasserprobe bestimmen: Liegt der Messwert β_p schon nahe an der Obergrenze des Messbereichs, kann die Standardaddition einschließlich einer erneuten Messung von β_p nur in der vorher entsprechend verdünnten Probe erfolgen. Ergibt sich daraus eine matrixbedingte Messergebniskorrektur, müssen die folgenden Analysen in der gleichen Verdünnung wie bei der Addition durchgeführt werden. Entsprechende Anzahl an 100-mL-Messkolben mit der Wasserprobe genau bis zur Ringmarke füllen.

Standardaddition:

Mit der Kolbenhubpipette gibt man zusätzlich in den

1. Messkolben: 0,5 mL NANOCONTROL 100+ Lösung Messwert β_1

2. Messkolben: 1,0 mL NANOCONTROL 100+ Lösung Messwert β_2

3. Messkolben: 1,5 mL NANOCONTROL 100+ Lösung Messwert β_3

Hinweis: Immer dieselbe Pipette verwenden!

Nach Zugabe Messkolben verschließen, gründlich vermischen, mit dem Messkolbeninhalt die Analyse nach Vorschrift durchführen.

Auswertung:

Die Konzentrationserhöhung (β_m) bei dem Additionsvolumen von 0,5 mL ist auf dem Auswertebogen aufgedruckt. Liegt keine Störung vor, muss dieser Wert bei der Analyse als Mehrbefund wiedergefunden werden. Die Differenzen der Messwerte b ergeben also die messbare Zunahme ($\Delta_{1,2,3}$) in der Probe.

$$\beta_1 - \beta_2 = \Delta_1$$

$$\beta_2 - \beta_1 = \Delta_2$$

$$\beta_3 - \beta_2 = \Delta_3$$

Entsprechen die Konzentrationsdifferenzen $\Delta_{1,2,3}, \dots$ den Zugabewerten, liegt keine proportionale Störung der Analyse vor. Sind jedoch die gefundenen Konzentrationserhöhungen gleich groß, aber abweichend von den theoretischen Zugabekonzentrationen, wird die Analytik durch dritte Probenbestandteile proportional beeinflusst. Dann kann man das Messergebnis auf den wahrscheinlichen Wert zurückrechnen.

Messwert der Originalprobe: β_p Additionswert: β_m

wahrscheinlich richtiger Analysenwert: $\beta = \beta_p \times \frac{\beta_m}{\Delta_{1(2,3, \dots)}}$

Beispiel:

Der Messwert einer Probe ergibt $\beta_p = 1,5 \text{ mg/L}$

Standardadditionswert für 0,5 mL: $\beta_m = 0,5 \text{ mg/L}$

Messwert nach der 1. Addition: $\beta_1 = 1,9 \text{ mg/L}$ $\Delta_1 = 0,4 \text{ mg/L}$

Messwert nach der 2. Addition: $\beta_2 = 2,3 \text{ mg/L}$ $\Delta_2 = 0,4 \text{ mg/L}$

wahrscheinlich richtiger Analysenwert: $\beta = 1,5 \times \frac{0,5}{0,4} = 1,9 \text{ mg/L}$

Ergeben die Additionen unterschiedlich große Konzentrationserhöhungen ($\Delta_1 < \Delta_2 < \Delta_3$), liegen unproportionale Störungen vor. Das Analyseergebnis ist zu verwerfen. 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:

Eine gezielt berechnete Konzentration der 100+ Lösung kompensiert den bei der Addition auftretenden Verdünnungsfehler.

* nach DWA-Arbeitsblatt A704 „Betriebsmethoden für die Abwasseranalytik“

NANOCONTROL - System for Analytical Quality Control

The *NANOCONTROL* system consists of two components:

a) *NANOCONTROL* standard

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+ 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

Exceptions: see table

Stability: 1 year, after opening 6 weeks

Test No.	Result given as	Standard		Addition per 0.5 mL 100+ solution (β_m)	REF
		Concentration	Confidence interval CI		
0-07	mg/L AOX	1.0	0.8–1.2	1.0	92507
1-16	mg/L Cl ₂	1.00	0.90–1.10	–	92517
0-17	mg/L Cl ₂	0.80	0.70–0.90	–	92517
0-24	mg/L CrO ₄ ²⁻	2.0	1.8–2.2	0.50	92524
0-59	mg/L Cr	0.90	0.80–1.00	0.22	92524
1-25	mg/L CrO ₄ ²⁻	0.40	0.36–0.44	0.50	92524
0-22/27	mg/L O ₂	30	26–34	–	92522
0-26/33/36	mg/L O ₂	100	90–110	–	92526
0-23/28	g/L O ₂	4.00	3.60–4.40	–	92528
0-29/38/30	mg/L O ₂	400	360–440	–	92529
0-62	mg/L SO ₄ ²⁻	120	110–130	–	92562
1-67	mg/L NO ₂ -N	0.060	0.054–0.066	0.02	92568
0-68	mg/L NO ₂ -N	0.30	0.25–0.35	0.02	92568
0-69	mg/L NO ₂ -N	2.1	1.9–2.3	–	92568
0-48/75	mg/L C	10.0	8.5–11.5	–	92575
0-76	mg/L PO ₄ -P	1.00	0.90–1.10	0.10	92576
0-51/78	mg/L C	100	85–115	–	92578
1-77	mg/L PO ₄ -P	0.20	0.18–0.22	0.10	92576
0-95	mg/L PO ₄ -P	0.25	0.22–0.28	0.10	92576
0-90	mg/L SO ₄ ²⁻	50	45–55	–	92590

Hazard warning:

Information regarding safety can be found on the box' label and in the safety data sheet. You can download the SDS from www.mn-net.com/SDS.

1. *NANOCONTROL* standard

Procedure:

Perform analysis with standard as described in the instructions. The concentration of the standard is indicated on the evaluation table.

Tube tests:

Use standard solution instead of sample (exception: test 0-07, 0-17, 0-69; see ** Deviating procedure!).



Standard tests:

Pipette 4.0 mL standard solution into a 25 mL volumetric flask and fill to about 20 mL with distilled water. Add the required reagents (follow the instructions of the test carried out). Fill up to 25 mL mark (exception: Test 1-16; see ** Deviating procedure!).



** Deviating procedure:

Test 0-07 AOX 3:

Mix 100 mL dist. water, 0.5 mL standard solution (200 mg/L) and 1 mL nitric acid 65%. Use this solution instead of the sample.

Test 1-16 Chlorine:

Pipette 2 mL standard solution into a 25 mL volumetric flask, add 5 drops R1, wait 1 min, the solution turns yellowish. Add 5 drops R2, the solution turns colorless. Fill to approx. 20 mL with dist. water, then continue immediately as described in the manual for test 1-16.

Test 0-17 Chlorine/Ozone 2:

Pipette 2 mL standard solution into a 25 mL volumetric flask, add 5 drops R1, wait 1 min, the solution turns yellowish. Add 5 drops of R2 dropwise. The color of the solution will weaken or may disappear entirely. Fill to 25 mL with distilled water, mix. Use this solution immediately instead of the sample as described in test 0-17 (4 mL).

Test 0-69 Nitrite 4:

Dilute 100+ addition solution with distilled water (1+1) and use it instead of the sample.

Note:

For test 1-16 Chlorine, test 0-17 Chlorine/Ozone 2 and test 0-90 Sulfite 100 the standards contain simulation substances, which react in the same manner as the original parameters. Distilled water and glassware used in chlorine tests must be chlorine demand-free.

The number of tests with the *NANOCONTROL* standards depends on the sample volume. This results in the following numbers:

150 tests per kit: test 0-28, 0-69

60 tests per kit: test 0-51, 0-78

30 tests per kit: test 1-16, 0-17, 0-23, 0-95

20 tests per kit: test 0-07

15 tests per kit: test 0-22, 0-24, 1-25, 0-26, 0-27, 0-29, 0-30, 0-33, 0-36, 0-38, 0-62, 1-67, 0-68, 0-76, 1-77, 0-90

12 tests per kit: test 0-59

6 tests per kit: test 0-48, 0-75

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

- expiry date not exceeded

- stored properly

Reagent/Standard

- correct procedure

- proper sequence or reagents

- thorough mixing after each addition

- of reagents

- proper reactor time

- proper reaction temperature

- zero adjustment with proper solution

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+ solution

The increase in concentration per addition of 0.5 mL 100+ solution (for test 0-07 AOX 3 add 0.5 mL standard solution to 100 mL sample instead of 0.5 mL 100+ solution) is indicated on the evaluation table. The certainty of the evaluation increases with the number of addition steps. We recommend at least two additions.

However, you should make sure that the additions do not exceed the measuring range of the corresponding test (**20–80% range**).

Required accessories:

100 mL volumetric flasks (corresponding to the number of additions)
piston pipette with tips

Procedure:

Determine the concentration (β_s) of the respective parameter in the water sample: If the value β_s is already close to the upper limit of the measuring range, standard addition **can only be performed with a diluted sample**. In this case you have to measure the concentration β_s of the diluted sample. If the standard addition results in a matrix-induced correction for the result, consequent measurements have to be performed with the same dilution as the standard addition.

Standard addition:

With the piston pipette add to the

1st volumetric flask: 0.5 mL *NANOCONTROL* 100+ solution value β_1

2nd volumetric flask: 1.0 mL *NANOCONTROL* 100+ solution value β_2

3rd volumetric flask: 1.5 mL *NANOCONTROL* 100+ solution value β_3

Note: always use the same pipette!

After addition close volumetric flasks, mix thoroughly; with the contents of the measuring flask perform analysis as per instructions.

Cuvettes

- proper size

- clean

Piston pipette

- technically o.k.

- properly handled

- not contaminated

- new pipette tip

Measurement

- proper filter/Wavelength

- proper factor

- proper dimension

(e.g. NO₂-N or NO₂-)

Evaluation:

The concentration increase (β_m) per added 0.5 mL 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 ($\Delta_{1,2,3}$) in the sample.

$$\beta_1 - \beta_s = \Delta_1$$

$$\beta_2 - \beta_1 = \Delta_2$$

$$\beta_3 - \beta_2 = \Delta_3$$

If the concentration differences $\Delta_{1,2,3}$ correspond to the added values, there is no proportional interference of the analysis. If, however, the concentration differences are equal, but deviate from the theoretically added concentration, there is a proportional interference of the analysis by third components of the sample. You can then calculate a probable value from the measured result.

Value of the original sample: β_s

Added value: β_m

Probable analytical result: $\beta = \beta_s \times \frac{\beta_m}{\Delta_{1(2,3...>)}}$

Example:

The measured value of the sample is $\beta_s = 1.5$ mg/L

Standard addition for 0.5 mL is $\beta_m = 0.5$ mg/L

Measured value after the 1st addition: $\beta_1 = 1.9$ mg/L $\Delta_1 = 0.4$ mg/L

Measured value after the 2nd addition: $\beta_2 = 2.3$ mg/L $\Delta_2 = 0.4$ mg/L

Probable analytical result: $\beta = 1.5 \times \frac{0.5}{0.4} = 1.9$ mg/L

If the additions give different concentration increases ($\Delta_1 \neq \Delta_2 \neq \Delta_3$), unproportional interferences are present. The analytical result has to be rejected. Perhaps the problem can be solved by a sample preparation step. Please note the following when working with standard additions:

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 non-ionogenic 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.

NANOCONTROL - Produit pour l'assurance qualité analytique

a) Standard 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.

Pour les exceptions : voir le tableau

Durée de conservation : 1 an, 6 semaines après ouvertures

N° du test	Unité de mesure	Standard		Accroissement pour 0,5 mL solution 100+ (β_m)	REF
		Concentration	Intervalle de tolérance		
0-07	mg/L AOX	1,0	0,8–1,2	1,0	92507
1-16	mg/L Cl ₂	1,00	0,90–1,10	–	92517
0-17	mg/L Cl ₂	0,80	0,70–0,90	–	92517
0-24	mg/L CrO ₄ ²⁻	2,0	1,8–2,2	0,50	92524
0-59	mg/L Cr	0,90	0,80–1,00	0,22	92524
1-25	mg/L CrO ₄ ²⁻	0,40	0,36–0,44	0,50	92524
0-22/27	mg/L O ₂	30	26–34	–	92522
0-26/33/36	mg/L O ₂	100	90–110	–	92526
0-23/28	g/L O ₂	4,00	3,60–4,40	–	92528
0-29/38/30	mg/L O ₂	400	360–440	–	92529
0-62	mg/L SO ₄ ²⁻	120	110–130	–	92562
1-67	mg/L NO ₂ -N	0,060	0,054–0,066	0,02	92568
0-68	mg/L NO ₂ -N	0,30	0,25–0,35	0,02	92568
0-69	mg/L NO ₂ -N	2,1	1,9–2,3	–	92568
0-48/75	mg/L C	10,0	8,5–11,5	–	92575
0-76	mg/L PO ₄ -P	1,00	0,90–1,10	0,10	92576
0-51/78	mg/L C	100	85–115	–	92578
1-77	mg/L PO ₄ -P	0,20	0,18–0,22	0,10	92576
0-95	mg/L PO ₄ -P	0,25	0,22–0,28	0,10	92576
0-90	mg/L SO ₄ ²⁻	50	45–55	–	92590

Indication de danger :

Vous trouverez des informations sur les risques sur l'étiquette de l'emballage et dans la fiche de données de sécurité. Vous trouverez la fiche de données de sécurité sur le site www.mn-net.com/SDS pour la télécharger.

1. Standard NANOCONTROL

Mode d'opérateur :

Procéder à l'analyse selon le mode d'emploi avec le standard. La concentration du standard est indiquée sur le tableau d'évaluation.

Tests en cuves rondes :

Utiliser de la solution standard à la place de l'eau à analyser (exception : test 0-07, 0-17, 0-69; voir ** Modes d'emploi spéciaux !).



Tests en cuves rectangulaires :

Pipetter 4,0 mL de la solution standard dans une fiole jaugée de 25 mL et compléter le volume à environ 20 mL avec de l'eau distillée, ajouter les réactifs (voir exécution de test) et compléter 25 mL avec de l'eau distillée (exception : Test 1-16 ; voir ** Modes d'emploi spéciaux !).



** Modes d'emploi spéciaux :

Test 0-07 AOX 3 :

Mélanger 100 mL d'eau distillée avec 0,5 mL de la solution standard (200 mg/L) et ajouter 1 mL d'acide nitrique 65 %. Utiliser cette solution à la place de l'eau à analyser.

Test 1-16 Chlore :

Mettre dans une fiole jaugée de 25 mL 2 mL de la solution standard et 5 gouttes de R1. Attendre 1 min. La solution se colore en jaune. Rajouter 5 gouttes de R2, la solution se décolore. Compléter à 20 mL avec de l'eau distillée. Procéder de suite aux mesures selon le test 1-16.

Test 0-17 Chlore / Ozone 2 :

Mettre dans une fiole jaugée de 25 mL 2 mL de la solution standard et 5 gouttes de R1. Attendre 1 min. La solution se colore en jaune. Ajouter 5 gouttes de R2. La coloration de la solution diminue ou disparaît entièrement le cas échéant. Compléter à 25 mL avec de l'eau distillée et bien mélanger. Commencer le test 0-17 en utilisant cette solution au lieu de l'échantillon (4 mL).

Test 0-69 Nitrite 4 :

Utiliser de la solution 100+ après dilution avec de l'eau distillée (1+1) à la place de l'eau à analyser.

Remarque :

Des substances de simulation qui réagissent comme les paramètres originaux sont utilisés comme standard pour le test 1-16 Chlore, le test 0-17 Chlore / Ozone 2 et le test 0-90 Sulfite 100.

La quantité de mesures possible avec un kit NANOCONTROL dépend du volume des échantillons.

Le kit 0-28, 0-69 suffisent pour 150 tests.

Les kits 0-51, 0-78 suffisent pour 60 tests.

Les kits 1-16, 0-17, 0-23, 0-95 suffisent pour 30 tests.

Le kit 0-07 suffit pour 20 tests.

Les kits 0-22, 0-24, 1-25, 0-26, 0-27, 0-29, 0-30, 0-33, 0-36, 0-38, 0-62, 1-67, 0-68, 0-76, 1-77, 0-90 suffisent pour 15 tests.

Le kit 0-59 suffit pour 12 tests

Les kits 0-48, 0-75 suffisent pour 6 tests.

Exploitation des résultats :

Si la mesure se situe dans l'intervalle de tolérance, la procédure utilisée est bonne et toute erreur de manipulation est exclue. Si la mesure se situe en dehors de l'intervalle de tolérance, il faut vérifier soigneusement les points suivants :

Prise de l'échantillon

- volume

Procédure d'analyse

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

Cuvette

- bonne taille
- propre

Réactifs / standard

- date de péremption
- stockage dans les bonnes conditions

Pipette

- problème technique
- manipulation correcte
- propre
- nouvelle pointe de pipette

Mesure

- le bon filtre /
- Longueur d'onde de mesure
- le bon facteur
- choix de la bonne dimension (p. ex. NO₂-N ou NO₂-)

Préparation de la solution :

Ajouter avec une pipette

à la fiole 1 : 0,5 mL NANOCONTROL 100+ mesure β_1

à la fiole 2 : 1,0 mL NANOCONTROL 100+ mesure β_2

à la fiole 3 : 1,5 mL NANOCONTROL 100+ mesure β_3

Conseil : utiliser toujours la même pointe de pipette !

Après l'addition, fermer les fioles jaugées, bien agiter, et procéder à l'analyse selon le mode d'emploi du test.

Exploitation des résultats :

L'augmentation de la concentration (β_m) lors de l'ajout de 0,5 mL de la solution 100+ est indiquée sur le tableau d'évaluation. Si aucune interférence n'a lieu il faut retrouver cette valeur comme différence de concentration. La différence entre les mesures β correspond à l'augmentation ($\Delta_{1,2,3}$) de concentration.

$$\beta_1 - \beta_0 = \Delta_1$$

$$\beta_2 - \beta_1 = \Delta_2$$

$$\beta_3 - \beta_2 = \Delta_3$$

Si les valeurs $\Delta_{1,2,3}$ correspondent à la valeur de l'augmentation de la concentration il n'y a pas d'interférence proportionnelle à l'analyse. Si les différences de mesures sont de valeurs proches mais différentes de la valeur théorique de l'augmentation de concentration, la mesure est faussée par une interférence. Il est cependant possible de calculer la valeur probable avec la formule suivante :

Mesure de l'échantillon original : β_0

Augmentation de concentration : β_m

Valeur probable de la mesure : $\beta = \beta_0 \times \frac{\beta_m}{\Delta_{1(2,3...)}}$

Exemple :

Mesure d'un échantillon $\beta_0 = 1,5$ mg/L

Augmentation de la concentration

(selon la valeur sur le flacon) : $\beta_m = 0,5$ mg/L

Valeur après la première addition : $\beta_1 = 1,9$ mg/L $\Delta_1 = 0,4$ mg/L

Valeur après la deuxième addition : $\beta_2 = 2,3$ mg/L $\Delta_2 = 0,4$ mg/L

La valeur probablement juste : $\beta = 1,5 \times \frac{0,5}{0,4} = 1,9$ mg/L

Si les additions donnent des valeurs variables d'augmentation de concentration ($\Delta_1 < \Delta_2 < \Delta_3$), les mesures sont affectées par des interférences non proportionnelles. Le résultat d'analyse n'est pas exploitable. Il est probable qu'une préparation d'échantillon règle le problème.

Il ne faut cependant pas oublier que la méthode des ajouts dosés ne permet pas de détecter des sources d'erreur constantes !

Exemples :

Lorsqu'une partie des substances analysées n'est pas accessible à l'analyse :

- phosphates en présence d'orthophosphates (valeur par défaut)
- une partie des métaux est complexée ou n'est pas présente sous la forme ionique (valeur par défaut)

- opacité de la solution (valeur par excès)

Pour éliminer ce genre d'interférences, il faudra utiliser des réactifs de décomplexation, une centrifugeuse, etc.

Remarque :

Le choix de la concentration de la solution 100+ permet de négliger l'erreur due à la dilution.

NANOCONTROL - Sistema para el aseguramiento de la calidad analítica

a) Solución patrón NANOCONTROL

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 parametro (refiriendose a la persona), por lo menos una vez al mes.

b) Solución NANOCONTROL 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.

Excepciones: ver tabla

Estabilidad: 1 año, una vez abierto 6 semanas

Nº de test	Resultado en	Solución patrón		Aumento por adición de 0,5 mL solución 100+ (β_m)	REF
		Concentración	Margen de confianza		
0-07	mg/L AOX	1,0	0,8–1,2	1,0	92507
1-16	mg/L Cl ₂	1,00	0,90–1,10	–	92517
0-17	mg/L Cl ₂	0,80	0,70–0,90	–	92517
0-24	mg/L CrO ₄ ²⁻	2,0	1,8–2,2	0,50	92524
0-59	mg/L Cr	0,90	0,80–1,00	0,22	92524
1-25	mg/L CrO ₄ ²⁻	0,40	0,36–0,44	0,50	92524
0-22/27	mg/L O ₂	30	26–34	–	92522
0-26/33/36	mg/L O ₂	100	90–110	–	92526
0-23/28	g/L O ₂	4,00	3,60–4,40	–	92528
0-29/38/30	mg/L O ₂	400	360–440	–	92529
0-62	mg/L SO ₄ ²⁻	120	110–130	–	92562
1-67	mg/L NO ₂ -N	0,060	0,054–0,066	0,02	92568
0-68	mg/L NO ₂ -N	0,30	0,25–0,35	0,02	92568
0-69	mg/L NO ₂ -N	2,1	1,9–2,3	–	92568
0-48/75	mg/L C	10,0	8,5–11,5	–	92575
0-76	mg/L PO ₄ -P	1,00	0,90–1,10	0,10	92576
0-51/78	mg/L C	100	85–115	–	92578
1-77	mg/L PO ₄ -P	0,20	0,18–0,22	0,10	92576
0-95	mg/L PO ₄ -P	0,25	0,22–0,28	0,10	92576
0-90	mg/L SO ₄ ²⁻	50	45–55	–	92590

Precauciones de seguridad:

Encontrará la información sobre los riesgos en la etiqueta exterior y en la ficha de datos de seguridad. Puede descargar la ficha de datos de seguridad en www.mn-net.com/SDS.

1. Solución patrón NANOCONTROL

Procedimiento:

Lleve a cabo el análisis tal como se describe en las instrucciones. La concentración del estándar se indica en la tabla por evaluación.

Tests en tubos:

Utilizando la solución patrón en lugar de la muestra (excepción: test 0-07, 0-17, 0-69; ¡vea ** Procedimientos especiales!).



Tests standard:

Introduzca 4,0 mL de la solución patrón en un matraz de 25 mL y complete hasta unos 20 mL con agua destilada. Añelos reactivos según las instrucciones del test correspondiente y enrase a 25 mL con agua (excepción: test 1-16; ¡vea ** Procedimientos especiales!).



** Procedimientos especiales:

Test 0-07 AOX 3:

Mezclar 100 mL de agua destilada con 0,5 mL de la solución patrón (200 mg/L) y 1 mL de ácido nítrico 65%. Utilizar esta solución en lugar de la muestra.

Test 1-16 Cloro:

Pipetee 2 mL de la solución patrón en un matraz de 25 mL, añada 5 gotas de R1 y espere 1 min (la solución se vuelve amarillenta). Añada 5 gotas de R2 (la solución se vuelve incolora). Complete hasta aproximadamente 20 mL con agua destilada y continúe inmediatamente tal como se describe en las instrucciones del test 1-16.

Test 0-17 Cloro/Ozono 2:

Pipetee 2 mL de la solución patrón en un matraz de 25 mL, añada 5 gotas de R1 y espere 1 min (la solución se vuelve amarillenta). Añadir 5 gotas de R2. El color de la solución se aclara o incluso desaparece por completo, enrase a 25 mL con agua destilada y mezcle. Utilice esta solución inmediatamente en lugar de la muestra, tal como se describe en las instrucciones del test 0-17 (4 mL).

Test 0-69 Nitrito 4:

Utilizando la solución 100+ tras dilución con agua destilada (1+1) en lugar de la muestra.

Nota:

Para el test 1-16 Cloro, el test 0-17 Cloro/Ozono 2 y el test 0-90 Sulfito 100, el standard contiene sustancias simuladoras que reaccionan de la misma forma que los parámetros originales.

El número de tests NANOCONTROL depende del volumen de la muestra.

El test 0-28, 0-69 suficiente para 150 valores.

Los tests 0-51, 0-78 suficientes para 60 valores.

Los tests 1-16, 0-17, 0-23, 0-95 suficientes para 30 valores.

El test 0-07 suficiente para 20 valores.

Los tests 0-22, 0-24, 1-25, 0-26, 0-27, 0-29, 0-30, 0-33, 0-36, 0-38, 0-62, 1-67, 0-68, 0-76, 1-77, 0-90 suficientes para 15 valores.

El test 0-59 suficiente para 12 valores.

Los tests 0-48, 0-75 suficientes para 6 valores.

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

Reactivos/Solución

- fecha de caducidad no excedida
- conservado adecuadamente

Análisis

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

Cubeta

- tamaño correcto
- limpia

Pipeta automática

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

Medición

- filtro/Longitud onda correcto
- factor correcto
- dimensiones correctas (ej. NO₂-N o NO₂-)

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, componetes tales como el fotómetro o el juego de reactivos deben ser reemplazados.

2. Solución NANOCONTROL 100+

El incremento en concentración por cada adición de 0,5 mL de solución 100+ (test 0-07 AOX 3: utilizar la solución patrón en lugar de la solución 100+; 0,5 mL + 100 mL de la muestra) se indica en la tabla por evaluación. La certeza de la evaluación es mayor cuanto mayor sea el número de etapas de adición. Se recomiendan al menos dos adiciones.

Sin embargo, debe asegurarse de que las adiciones no sobrepasan el rango de medida (**rango 20–80%**) del método correspondiente.

Accesorios necesarios:

Matraces de 100 mL (tantos como número de adiciones)

Pipeta de émbolo con puntas

Procedimiento:

Determine la concentración (β_0) del parámetro correspondiente en la muestra de agua: Si β_0 es un valor cercano al límite superior del rango de medida, las adiciones standard solo pueden realizarse **con una muestra diluida**. En este caso, vuelva a calcular la concentración β_0 en la muestra diluida. Si las adiciones standard 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. Llene los matraces con la muestra, enrasando exactamente a 100 mL.

Adición standard:

Con la pipeta automática añada adicional al

1º matraz: 0,5 mL de solución NANOCONTROL 100+ valor β_1

2º matraz: 1,0 mL de solución NANOCONTROL 100+ valor β_2

3º matraz: 1,5 mL de solución NANOCONTROL 100+ valor β_3

Nota: utilice siempre la misma pipeta.

Después de cada adición, cierre el matraz, agite y lleve a cabo el análisis con el contenido siguiendo las instrucciones del método correspondiente.

Evaluación:

El incremento de concentración (β_m) por cada 0,5 mL añadidos se indica en la tabla por evaluación. Si no hay interferencias, el resultado tras la adición debe corresponder al resultado inicial más este valor. Las diferencias entre los resultados nos dan los incrementos medidos ($\Delta_{1,2,3}$) en la muestra.

$$\beta_1 - \beta_0 = \Delta_1$$

$$\beta_2 - \beta_1 = \Delta_2$$

$$\beta_3 - \beta_2 = \Delta_3$$

Si las diferencias entre concentraciones $\Delta_{1,2,3,\dots}$ corresponden a los valores añadidos significa que no hay interferencias proporcionales en el análisis. En cambio, si las diferencias entre concentraciones son iguales entre sí pero distintas a la concentración que teóricamente se ha añadido, hay una interferencia proporcional en el análisis causada por un tercer componente de la muestra. Puede calcularse un resultado probable a partir del resultado medido:

Concentración de la muestra original: β_0 Valor añadido = β_m

$$\text{Resultado analítico probable: } \beta = \beta_0 + \frac{\beta_m}{\Delta_{1(2,3,\dots)}}$$

Ejemplo:

El valor medido de la muestra es $\beta_0 = 1,5$ mg/L

La adición standard para 0,5 mL es $\beta_m = 0,5$ mg/L

El valor medido tras la primera adición es $\beta_1 = 1,9$ mg/L $\Delta_1 = 0,4$ mg/L

El valor medido tras la segunda adición es $\beta_2 = 2,3$ mg/L $\Delta_2 = 0,4$ mg/L

Resultado analítico probable: $\beta = 1,5 + \frac{0,5}{0,4} = 1,9$ mg/L

Si las adiciones dan aumentos de concentración diferentes ($\Delta_1 \neq \Delta_2 \neq \Delta_3$) existen interferencias no proporcionales. El resultado del análisis debe ser rechazado. Quizás el problema pueda solucionarse con una etapa de preparación de muestra.

Por favor, tenga en cuenta lo siguiente cuando trabaje con adiciones standard: **¡Este método no detecta errores aditivos!**

Ejemplos:

Parte de una sustancia a determinar no está cubierta por el análisis:

- presencia de fosfatos condensados junto con ortofosfatos (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.

NANOCONTROL - Analytisch kwaliteitsysteem

a) NANOCONTROL standaard

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

Aanbevolen gebruiksfrequentie:

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

b) NANOCONTROL 100+ 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 b) bij verandering van de staalmatrix

Uitzondering: zie tabel

Houdbaarheids: 1 jaar, bij gebruik 6 weken

Test nr.	Resultaat in	Standaard		Vergroting door toevoeging van 0,5 mL 100+ oplossing (β_m)	REF
		Concentratie	vertrouwen-sinterval		
0-07	mg/L AOX	1,0	0,8–1,2	1,0	92507
1-16	mg/L Cl ₂	1,00	0,90–1,10	–	92517
0-17	mg/L Cl ₂	0,80	0,70–0,90	–	92517
0-24	mg/L CrO ₄ ²⁻	2,0	1,8–2,2	0,50	92524
0-59	mg/L Cr	0,90	0,80–1,00	0,22	92524
1-25	mg/L CrO ₄ ²⁻	0,40	0,36–0,44	0,50	92524
0-22/27	mg/L O ₂	30	26–34	–	92522
0-26/33/36	mg/L O ₂	100	90–110	–	92526
0-23/28	g/L O ₂	4,00	3,60–4,40	–	92528
0-29/38/30	mg/L O ₂	400	360–440	–	92529
0-62	mg/L SO ₄ ²⁻	120	110–130	–	92562
1-67	mg/L NO ₂ -N	0,060	0,054–0,066	0,02	92568
0-68	mg/L NO ₂ -N	0,30	0,25–0,35	0,02	92568
0-69	mg/L NO ₂ -N	2,1	1,9–2,3	–	92568
0-48/75	mg/L C	10,0	8,5–11,5	–	92575
0-76	mg/L PO ₄ -P	1,00	0,90–1,10	0,10	92576
0-51/78	mg/L C	100	85–115	–	92578
1-77	mg/L PO ₄ -P	0,20	0,18–0,22	0,10	92576
0-95	mg/L PO ₄ -P	0,25	0,22–0,28	0,10	92576
0-90	mg/L SO ₄ ²⁻	50	45–55	–	92590

Voorzorgsmaatregelen:

Informatie over de gevaren vindt u op het verpakkingsetiket en het veiligheidsinformatieblad. U kunt het veiligheidsinformatieblad downloaden van www.mn-net.com/SDS.

1. NANOCONTROL standaard

Procedure:

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

Buisjes tests:

Gebruik standaard oplossing in plaats van het monster (Uitzondering: test 0-07, 0-17, 0-69; zie ** afwijkende procedure!).



Standaard tests:

Pipetteer 4,0 mL standaard oplossing in een 25 mL volumetrisch flesje en vul dit af met ongeveer 20 mL gedestilleerd water. Voeg de reagentia toe zoals beschreven in de instructies van de test. Afvullen tot 25 mL (Uitzondering: test 1-16; zie ** afwijkende procedure!).



** Afwijkende procedure:

Test 0-07 AOX 3:

100 mL gedestilleerd water met 0,5 mL standaard oplossing (200 mg/L) en 1 mL salpeterzuur 65 % mengen en in plaats van het monster gebruiken.

Test 1-16 Chloor:

Pipetteer 2 mL standaard oplossing in een 25 mL volumetrisch flesje, voeg 5 druppels R1 toe en wacht 1 min (de oplossing wordt gelig). Voeg 5 druppels R2 toe (de oplossing wordt kleurloos). Vul af met ongeveer 20 mL gedest. water, vervolgens onmiddellijk verder gaan zoals beschreven in de handleiding van test 1-16.

Test 0-17 Chloor / Ozon 2:

Pipeteer 2 mL standaard oplossing in een 25 mL volumetrisch flesje, voeg 5 druppels R1 toe en wacht 1 min (de oplossing wordt gelig). Voeg 5 druppels R2 toe. De kleur van de oplossing neemt af en kan zelfs volledig verdwijnen. Met gedest. water afvullen tot 25 mL. Gebruik deze oplossing onmiddellijk in plaats van het monster zoals beschreven in test 0-17 (4 mL).

Test 0-69 Nitriet 4:

100+ oplossing met gedistilleerd water verdunnen (1+1) en in plaats van het monster gebruiken.

Opmerking:

Bij test 1-16 Chloor, test 0-17 Chloor / Ozon 2 en test 0-90 Sulfiet 100 bevat de standaardenige simulatie stoffen die op dezelfde wijze reageren als de origineleparameters.

Het aantal testen met de NANOCONTROL standaarden is afhankelijk van het monstervolume. Dit geeft ons de volgende aantallen:

150 testen per kit: 0-28, 0-69

60 testen per kit: 0-51, 0-78

30 testen per kit: test 1-16, 0-17, 0-23, 0-95

20 testen per kit: 0-07

15 testen per Kit: test 0-22, 0-24, 1-25, 0-26, 0-27, 0-29, 0-30, 0-33, 0-36, 0-38, 0-62, 1-67, 0-68, 0-76, 1-77, 0-90

12 testen per kit: test 0-59

6 testen per kit: 0-48, 0-75

Evaluatie:

Een resultaat dat binnen de vertrouwens 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.

monsting

- juist monster volume

- reagens / standaard

- vervaldatum overschreden

- goed opgeslagen

- analyse

- correcte procedure

- juiste reagentia volgorde

- voldoende geschud na elke reagens toevoeging

- juiste reaktietijd

- juiste reaktietemperatuur

- nulinstelling met goede oplossing

Na vervanging van de slechtfunctioneerde onderdelen of na correctie van de analyse moet een nieuwe test met de standaard alsnog binnen de vertrouwens 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 0,5 mL 100+ oplossing (voor test 0-07 AOX 3 gebruik 0,5 mL standaard oplossing in plaats van 0,5 mL 100+ oplossing) wordt op de evaluatie tabel aangegeven. De evaluatie zekerheid neemt toe naarmate het aantal toevoegstapjes. Wij bevelen tenminste 2 toevoegingen aan.

U moet er echter zeker van zijn dat de toevoegingen het meetbereik van de overeenkomende test (**20–80 % bereik**) niet overschrijden.

Vereiste benodigdheden:

100 mL volumetrische flesjes (overeenkomend met het aantal toevoegingen)

automatische pipet met wegwerptips

Procedure:

Bepaal de concentratie (β_p) van de respectievelijke parameter in het watermonster: Indien de β_p waarde al dicht bij het maximale limiet van het meetbereik ligt, kan de standaard toevoeging met een verdund monster uitgeoefend. In dit geval moet U de β_p concentratie van het verdunde monster meten. Indien de standaard toevoeging uitmond in een matrix beïnvloedde correctie dan moeten er vervolgens metingen uitgevoerd worden met dezelfde oplossing als bij de standaard toevoeging. Vul 100 mL volumetrische flesjes met het watermonster exact tot de indicator ring.

Standaard toevoeging:

met de pipet het volgende toevoegen

1ste volumetrische flesje:

0,5 mL NANOCONTROL 100+ oplossing

waarde β_1

2de volumetrische flesje:

1,0 mL NANOCONTROL 100+ oplossing

waarde β_2

3de volumetrische flesje:

1,5 mL NANOCONTROL 100+ oplossing

waarde β_3

Opmerking: altijd dezelfde pipet gebruiken!

Na toevoeging de volumetrische flesjes sluiten, goed mixen; vervolgens met de inhoud van de meetflesjes de analyse uitvoeren conform de instructies.

Evaluatie:

De concentratie neemt toe (β_m) per toegevoegde 0,5 mL zoals aangegeven op de evaluatie tabel. Indien er geen interferentie is, moet het resultaat na toevoeging het oorspronkelijke resultaat zijn plus deze waarde.

$$\beta_1 - \beta_p = \Delta_1$$

$$\beta_2 - \beta_p = \Delta_2$$

$$\beta_3 - \beta_p = \Delta_3$$

Indien echter de concentratie verschillen niet gelijk zijn maar afwijken van de theoretische toegevoegde waarden dan is er een proportionele interferentie van de analyse door andere (derde) componenten van het monster. U kunt dan zelf een mogelijke waarde uittrekken van het meetresultaat.

Waarde van het oorspronkelijke monster: β_p

Toegevoegde waarde: β_m

$$\text{Waarschijnlijk analyse resultaat } \beta = \beta_p \times \frac{\beta_m}{\Delta_{1(2,3\dots)}}$$

Voorbeeld:

De gemeten waarde van het monster is $\beta_p = 1,5 \text{ mg/L}$

Standaard toevoeging voor 0,5 mL is $\beta_m = 0,5 \text{ mg/L}$

Gemeten waarde van de 1ste toevoeging: $\beta_1 = 1,9 \text{ mg/L}$ $\Delta_1 = 0,4 \text{ mg/L}$

Gemeten waarde van de 2de toevoeging: $\beta_2 = 2,3 \text{ mg/L}$ $\Delta_2 = 0,4 \text{ mg/L}$

Mogelijk analyse resultaat $\beta = 1,5 \times \frac{0,5}{0,4} = 1,9 \text{ mg/L}$

Indien de toevoegingen verschillende concentratie toename laat zien ($\Delta_1 < \Delta_2 < \Delta_3$), dan zijn er disproportionale interferenties aanwezig. Het analyse resultaat moet dan verworpen worden. 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 orthofosfaat (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.

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

a) Standard **NANOCONTROL**

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

Frequenza di applicazioni 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 applicazioni consigliata:

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

Per le eccezioni: si veda la tabella

Conservabilità: 1 anno, se già utilizzato 6 settimane

Nr. di test	Risultato in	Standard		Incremento per 0,5 mL soluzione 100+ (β_m)	REF
		Concentrazione	Intervallo duale		
0-07	mg/L AOX	1,0	0,8-1,2	1,0	92507
1-16	mg/L Cl ₂	1,00	0,90-1,10	-	92517
0-17	mg/L Cl ₂	0,80	0,70-0,90	-	92517
0-24	mg/L CrO ₄ ²⁻	2,0	1,8-2,2	0,50	92524
0-59	mg/L Cr	0,90	0,80-1,00	0,22	92524
1-25	mg/L CrO ₄ ²⁻	0,40	0,36-0,44	0,50	92524
0-22/27	mg/L O ₂	30	26-34	-	92522
0-26/33/36	mg/L O ₂	100	90-110	-	92526
0-23/28	g/L O ₂	4,00	3,60-4,40	-	92528
0-29/38/30	mg/L O ₂	400	360-440	-	92529
0-62	mg/L SO ₄ ²⁻	120	110-130	-	92562
1-67	mg/L NO ₃ -N	0,060	0,054-0,066	0,02	92568
0-68	mg/L NO ₂ -N	0,30	0,25-0,35	0,02	92568
0-69	mg/L NO ₂ -N	2,1	1,9-2,3	-	92568
0-48/75	mg/L C	10,0	8,5-11,5	-	92575
0-76	mg/L PO ₄ -P	1,00	0,90-1,10	0,10	92576
0-51/78	mg/L C	100	85-115	-	92578
1-77	mg/L PO ₄ -P	0,20	0,18-0,22	0,10	92576
0-95	mg/L PO ₄ -P	0,25	0,22-0,28	0,10	92576
0-90	mg/L SO ₄ ²⁻	50	45-55	-	92590

Avvertenze di pericolo:

Per informazioni sui pericoli, leggere l'etichetta esterna e consultare la scheda di sicurezza. La scheda di sicurezza può essere scaricata dal sito www.mn-net.com/SDS.

1. Standard **NANOCONTROL**

Procedimento:

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

Reattivi in provetta:

Utilizzare la soluzione standard invece del campione (Escezione: test 0-07, 0-17, 0-69; vedere ** Procedimenti diversi dalla normal).



Tests standard:

Pipettare 4,0 mL della soluzione standard in un palloncino tarato da 25 mL e diluire fino a circa 20 mL con acqua distillata, aggiungere i reattivi come indicato nelle istruzioni. Portare a 25 mL (Escezione: test 1-16; vedere ** Procedimenti diversi dalla normal).



** Procedimenti diversi dalla norma:

Test 0-07 AOX 3:

Mescolare 100 mL d'acqua distillata con 0,5 mL della soluzione standard (200 mg/L) e 1 mL d'acido nitrico 65%. Utilizzare questa soluzione al posto del campione.

Test 1-16 Cloro:

Pipettare 2 mL della soluzione standard in un palloncino tarato da 25 mL, aggiungere 5 gocce di reattivo R1 e attendere 1 min, la soluzione diventa gialla. Aggiungere 5 gocce di R2, la soluzione diventa incolore. Portare il volume a circa 20 mL con acqua distillata e poi procedere immediatamente come indicato nel manuale per test 1-16.

Test 0-17 Cloro / Ozono 2:

Pipettare 2 mL della soluzione standard in un palloncino tarato da 25 mL, aggiungere 5 gocce di reattivo R1 e attendere 1 min, la soluzione diventa gialla. Aggiungere 5 gocce di R2. La soluzione si decolora leggermente o addirittura del tutto. Portare il volume a 25 mL con acqua distillata e mescolare. Usare immediatamente questa soluzione al posto del campione come indicato nel procedimento per il test 0-17 (4 mL).

Test 0-69 Nitriti 4:

Utilizzare la soluzione 100+ dopo diluizione con acqua distillata (1+1) invece del campione.

Nota:

Per il test 1-16 Cloro, 0-17 Cloro/Ozono 2, e 0-90 Solfiti 100, gli standard contengono sostanze di simulazione che reagiscono nello stesso modo dei parametri originali.

Il numero dei test **NANOCONTROL** dipende dal volume del campione.

Il test 0-28, 0-69 sufficiente per 150 analisi.

Il test 0-51, 0-78 sufficiente per 60 analisi.

Il test 1-16, 0-17, 0-23, 0-95 sufficienti per 30 analisi.

Il test 0-07 sufficiente per 20 analisi.

Il test 0-22, 0-24, 1-25, 0-26, 0-27, 0-29, 0-30, 0-33, 0-36, 0-38, 0-62, 1-67, 0-68, 0-76, 1-77, 0-90 sufficienti per 15 analisi.

Il test 0-59 sufficiente per 12 analisi

Il test 0-48, 0-75 sufficiente per 6 analisi.

Valutazione:

Un risultato che ricada nell'intervallo fiduciale indica un funzionamento corretto di tutti i componenti del sistema e una appropriata manualità da parte dell'operatore. Se il risultato non ricade entro l'intervallo fiduciale se deve ricercare ed eliminare i possibili errori controllando punti seguenti.

Campionamento

- appropriato volume di campione

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

Cuvette

- misura appropriata
- pulite

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'incremento di concentrazione a seguito dell'aggiunta di un volume di 0,5 mL della soluzione 100+ (test 0-07 AOX 3: al posto di 0,5 mL della soluzione 100+ utilizzare 0,5 mL della soluzione standard e 100 mL del campione) è indicato alla tabella di valutare. L'attendibilità della valutazione aumenta con il numero delle aggiunte esaminate. Si consigliano almeno due aggiunte di valore diverso.

Tuttavia si deve prestare attenzione che le aggiunte non determinino un valore finale superiore al limite di misura del test in esame (**range 20-80** %).

Accessori richiesti:

- palloncini tarati da 100 mL in numero parhale aggiunte da effettuare pipetta con corsa dello stantuffo con punte

Procedimento:

Si determina la concentrazione (β_c) del parametro in esame nel campione d'acqua: Se questo valore β_c è vicino al limite superiore dell'intervallo di misura, l'aggiunta dello standard può essere effettuata **solo dopo aver diluito con l'acqua distillata il campione d'acqua in esame**. In questo caso si deve misurare nuovamente la concentrazione β_c 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. Riempire il palloncino tarato da 100 mL con il campione d'acqua esattamente fino al segno.

Aggiunta dello standard:

Aggiungere con la micropipetta la soluzione **NANOCONTROL 100+**

- | | |
|-----------------------|------------------|
| 1 palloncino 0,5 mL = | valore β_1 |
| 2 palloncino 1,0 mL = | valore β_2 |
| 3 palloncino 1,5 mL = | valore β_3 |

Nota: Utilizzare sempre la stessa pipetta!

Dopo le aggiunte tappare i palloncini tarati, mescolare a fondo capovolgendo più volte e successivamente eseguire l'analisi secondo le istruzioni.

Valutazione:

L'aumento di concentrazione valore (β_m) conseguente all'aggiunta di 0,5 mL è indicato alla tabella di valutare. Se non vi sono interferenze, il risultato dopo l'aggiunta deve risultare uguale a quello iniziale più questo valore. Le differenze tra i risultati forniscono gli aumenti misurati ($\Delta_{1,2,3}$).

$$\beta_1 - \beta_c = \Delta_1 \quad \beta_2 - \beta_1 = \Delta_2 \quad \beta_3 - \beta_2 = \Delta_3$$

Mettendo in grafico i risultati si ottiene una retta se $\Delta_1 = \Delta_2 = \Delta_3$.

Se le differenze di concentrazione $\Delta_{1,2,3}$... corrispondono ai valori aggiunti non vi sono intederenze nell'analisi. Se tuttavia le differenze di concentrazione sono uguali tra loro ma sono diverse dal valore teorico della concentrazione aggiunta, è presente una interferenza proporzionale dovuta ad altre sostanze presenti nel campione. Si può perciò calcolare dal risultato un valore probabile.

Valore del campione originale: β_c Valore dell'aggiunta: β_m

$$\text{Risultato analitico probabile } \beta = \beta_c \times \frac{\beta_m}{\Delta_{1,2,3}}$$

Esempio:

Valore misurato del campione $\beta_c = 1,5 \text{ mg/L}$

Valore dell'aggiunta standard (0,5 mL) $\beta_m = 0,5 \text{ mg/L}$

Valore dopo la 1a aggiunta $\beta_1 = 1,9 \text{ mg/L} \quad \Delta_1 = 0,4 \text{ mg/L}$

Valore dopo la 2a aggiunta $\beta_2 = 2,3 \text{ mg/L} \quad \Delta_2 = 0,4 \text{ mg/L}$

$$\text{Risultato probabile: } \beta = 1,5 \times \frac{0,5}{0,4} = 1,9 \text{ mg/L}$$

Nel caso in cui le aggiunte diano aumenti di concentrazione non uguali tra loro ($\Delta_1 < \Delta_2 < \Delta_3$) sono presenti interferenze non proporzionali. Il risultato analitico non può essere accettato. 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:

- il campione è torbido o colorato (risultati anormalmente elevati)
- parte della sostanza non viene rilevata dal procedimento analitico
- polifosfati oltre agli ortofosfati (risultati bassi)
- parte di un metallo complessato o presente in forma ionica (bassi risultati)

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+ viene compensata.