

## 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+ ( $\beta_m$ )	REF
		Concentrazione	Intervallo duale		
0-07	mg/L AOX	1,0	0,8-1,2	1,0	92507
1-16	mg/L Cl <sub>2</sub>	1,00	0,90-1,10	-	92517
0-17	mg/L Cl <sub>2</sub>	0,80	0,70-0,90	-	92517
0-24	mg/L CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	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 <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0,40	0,36-0,44	0,50	92524
0-22/27	mg/L O <sub>2</sub>	30	26-34	-	92522
0-26/33/36	mg/L O <sub>2</sub>	100	90-110	-	92526
0-23/28	g/L O <sub>2</sub>	4,00	3,60-4,40	-	92528
0-29/38/30	mg/L O <sub>2</sub>	400	360-440	-	92529
0-62	mg/L SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	120	110-130	-	92562
1-67	mg/L NO <sub>2</sub> -N	0,060	0,054-0,066	0,02	92568
0-68	mg/L NO <sub>2</sub> -N	0,30	0,25-0,35	0,02	92568
0-69	mg/L NO <sub>2</sub> -N	2,1	1,9-2,3	-	92568
0-75	mg/L C	10,0	9,4-10,6	-	92575
0-76	mg/L PO <sub>4</sub> -P	1,00	0,90-1,10	0,10	92576
0-78	mg/L C	100	94-106	-	92578
1-77	mg/L PO <sub>4</sub> -P	0,20	0,18-0,22	0,10	92576
0-95	mg/L PO <sub>4</sub> -P	0,25	0,22-0,28	0,10	92576
0-90	mg/L SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	50	45-55	-	92590
0-93	mg/L C	12,0	10,0-14,0	-	92522
0-94	mg/L C	40	35-45	-	92526
0-99	mg/L C	160	140-180	-	92529

#### Avvertenze di pericolo:

92517 R2 contiene soluzione d'idrossido sodio 1-2%, 92524 contiene di cromato di potassio 0,0-0,1%.

H317 Può provocare una reazione allergica della pelle.

P261sh, P280sh Evitare di respirare la polvere/i vapori. Indossare guanti. Proteggere gli occhi. Per ulteriori informazioni potete richiedere una scheda informativa in materia di sicurezza.

### 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 (Essezione: test 0-07, 0-17, 0-69, 0-93; vedere \*\* Procedimenti diversi dalla norma).



#### 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 (Essezione: test 1-16; vedere \*\* Procedimenti diversi dalla norma).



### \*\* 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 diventa incolore. 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.

#### Test 0-93 TOC 25:

Utilizzare la soluzione standard senza espulsione di TIC e senza aggiunta di R0.

#### 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 0-78 sufficiente per 60 analisi.

Il test 1-16, 0-17, 0-23, 0-95, 0-99 sufficiente per 30 analisi.

Il test 0-59 sufficiente per 20 analisi.

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

Il test 0-59 sufficiente per 12 analisi

Il test 0-75, 0-93, 0-94 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 devono 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 delle soluzioni 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 esaminato. 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 (**rango 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 ( $\beta_x$ ) del parametro in esame nel campione d'acqua: Se questo valore  $\beta_c$  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  $\beta_c$  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  $\beta_1$

2 palloncini 1,0 mL =

valore  $\beta_2$

3 palloncini 1,5 mL =

valore  $\beta_3$

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 ( $\beta_m$ ) 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 ( $\Delta_{1,2,3}$ ).

$$\beta_1 - \beta_c = \Delta_1$$

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

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

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:  $\beta_c$

Valore dell'aggiunta:  $\beta_m$

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

#### 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  $\beta_1 = 1,9 \text{ mg/L}$   $\Delta_1 = 0,4 \text{ mg/L}$

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

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.