

1.14675.0001

Spectroquant® CombiCheck 20

1. Méthode

A l'aide de deux solutions multiparamétriques prêtes à l'emploi (solution étalon et solution additive) de teneur connue, on compare des valeurs mesurées avec des valeurs théoriques, afin de déterminer l'erreur d'analyse.

L'erreur occasionnée par le système de mesure photométrique (kits de tests, photomètre, procédés analytiques) et le mode opératoire peut être déterminée par la **solution étalon**. Celle-ci est utilisée **sans dilution** à la place de la solution à doser.

Pour déterminer les influences sur le résultat de mesure qui dépendent de l'échantillon (effets de matrice), avant l'analyse on ajoute à l'échantillon la **solution additive** (addition d'étalon, augmentation connue de la concentration de l'analyte). La solution additive représente un mélange concentré des ions contenus dans la solution étalon.

La solution étalon et la solution additive sont préparées par pesée exacte au moyen d'une balance d'analyse contrôlée avec des poids d'étalonnage. Toutes les balances sont régulièrement calibrées et contrôlées contre des étalons du PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt, RFA) et du NIST (National Institute of Standards and Technology, USA).

2. Applications

Les articles CombiCheck servent à contrôler la qualité du système de mesure photométrique et du mode opératoire ainsi qu'à reconnaître les influences sur le résultat de mesure qui dépendent de l'échantillon. Ce dernier point est une indication importante sur la nécessité d'un prétraitement de l'échantillon. Les résultats de mesure sont traçables à NIST.

Fréquence d'utilisation recommandée:

Solution étalon (réactif R-1)	Solution additive (réactif R-2)
<ul style="list-style-type: none"> • 1 x par série¹⁾ • env. chaque 10ème échantillon • à chaque changement d'analyste • à l'ouverture d'un emballage neuf • si les résultats de mesure ne paraissent pas plausibles 	<ul style="list-style-type: none"> • si la composition des échantillons diffère considérablement l'une de l'autre • si les résultats de mesure ne paraissent pas plausibles

¹⁾ On devrait répéter au moins cinq fois la mesure pour rechercher l'erreur aléatoire.

3. Valeurs théoriques et nombre de contrôles de qualité

La « tolérance de travail » indiquée dans la colonne 2 des tableaux suivants ne représente pas la fluctuation de la teneur des solutions CombiCheck (celle-ci est inférieure à 1 %), mais la dispersion permise des résultats due au système de mesure photométrique et au mode opératoire lors de l'utilisation du kit de test correspondant (colonne 3). La tolérance de travail ainsi définie sert de critère d'appréciation au contrôle de qualité (cf. § 5).

Solution étalon (réactif R-1)

Paramètre	Valeur théorique/ tolérance de travail	Utilisable pour art.	R-1 (ml)	Nombre de contrôles de qualité
Ammonium	12,0 ± 1,0 mg/l de NH ₄ -N	114544	0,50	192
Chlorures	60 ± 10 mg/l de Cl ⁻	114730	1,0	96
DCO	750 ± 75 mg/l de DCO	114541	3,0	32
	750 ± 75 mg/l de DCO	118752	2,0	48
	750 ± 75 mg/l de DCO	C4/25	3,0	32
Nitrates	9,0 ± 0,9 mg/l de NO ₃ -N	114563	1,0	96
	9,0 ± 0,9 mg/l de NO ₃ -N	N2/25	1,0	96
	9,0 ± 0,9 mg/l de NO ₃ -N	114542	1,5	64
	9,0 ± 0,9 mg/l de NO ₃ -N	109713 ¹⁾	0,50	192
	9,0 ± 0,9 mg/l de NO ₃ -N	114773 ¹⁾	1,5	64
	9,0 ± 0,9 mg/l de NO ₃ -N	114942	1,0	96
Phosphates ²⁾	8,0 ± 0,7 mg/l de PO ₄ -P	114729	1,0	96
	8,0 ± 0,7 mg/l de PO ₄ -P	100475	1,0	96
	8,0 ± 0,7 mg/l de PO ₄ -P	P7/25	1,0	96
Sulfates	500 ± 75 mg/l de SO ₄ ²⁻	114564	1,0	96

¹⁾ en utilisant une cuve rectangulaire de 10 mm

²⁾ Seul le dosage des orthophosphates peut être contrôlé.

Solution additive (réactif R-2)

Paramètre	Valeur théorique/ tolérance de travail	Utilisable pour art.	Echantillon + R-2 (ml)	Nombre de contrôles de qualité
Ammonium	8,0 ± 0,8 mg/l de NH ₄ -N	114544	0,50 + 0,10	280
Chlorures	40 ± 7 mg/l de Cl ⁻	114730	1,0 + 0,10	280
DCO	200 ± 40 mg/l de DCO	114541	3,0 + 0,10	280
	300 ± 40 mg/l de DCO	118752	2,0 + 0,10	280
	200 ± 40 mg/l de DCO	C4/25	3,0 + 0,10	280
Nitrates	7,5 ± 0,8 mg/l de NO ₃ -N	114563	1,0 + 0,10	280
	7,5 ± 0,8 mg/l de NO ₃ -N	N2/25	1,0 + 0,10	280
	5,0 ± 0,6 mg/l de NO ₃ -N	114542	1,5 + 0,10	280
	15,0 ± 1,5 mg/l de NO ₃ -N	109713 ¹⁾	0,50 + 0,10	280
	5,0 ± 0,6 mg/l de NO ₃ -N	114773 ¹⁾	1,5 + 0,10	280
	7,5 ± 0,8 mg/l de NO ₃ -N	114942	1,0 + 0,10	280
Phosphates ²⁾	5,0 ± 0,5 mg/l de PO ₄ -P	114729	1,0 + 0,10	280
	5,0 ± 0,5 mg/l de PO ₄ -P	100475	1,0 + 0,10	280
	5,0 ± 0,5 mg/l de PO ₄ -P	P7/25	1,0 + 0,10	280
Sulfates	150 ± 30 mg/l de SO ₄ ²⁻	114564	1,0 + 0,10	280

¹⁾ en utilisant une cuve rectangulaire de 10 mm

²⁾ Seul le dosage des orthophosphates peut être contrôlé.

4. Réactifs et produits auxiliaires

Conservées hermétiquement fermées entre +15 et +25 °C, les solutions sont utilisables jusqu'à la date indiquée sur l'emballage.

Contenu d'un emballage:

- 1 flacon de réactif R-1 (solution étalon)
- 1 flacon de réactif R-2 (solution additive)
- 1 feuille de contrôle

5. Contrôle de qualité

Solution étalon (réactif R-1)

Préparation

- Faire des photocopies de la feuille de contrôle ci-jointe.
- Employer du tableau, dans le paragraphe 3, la valeur théorique et la tolérance de travail pour la solution étalon pour le kit de test concerné et les reporter dans la feuille de contrôle ci-jointe: valeur théorique à côté de **⊖**, limite supérieure de tolérance à côté de **⊕**, limite inférieure de tolérance à côté de **⊙**.

Mode opératoire

Procéder selon les instructions de la notice du kit de test concerné et du manuel du photomètre utilisé. Cependant, utiliser à la place de l'échantillon le réactif non dilué R-1 sans ajuster le pH.

Evaluation

Reporter dans la photocopie de la feuille de contrôle la valeur mesurée sous forme de chiffre et marquer la grille à l'endroit correspondant.

Si la valeur mesurée se situe **à l'intérieur de la tolérance de travail** (zone grise), le matériel et la manipulation sont corrects.

Si la valeur mesurée se situe **à l'extérieur de la tolérance de travail**, il y a une erreur systématique. Dans ce cas, il faut examiner entre autres les points suivants:

Solution étalon et réactifs	Prétraitement de l'échantillon
<ul style="list-style-type: none"> ● date de péremption dépassée? ● stockage conforme aux prescriptions? 	<ul style="list-style-type: none"> ● thermoréacteur correctement réglé? ● solution incolore et sans trouble?
Pipettes <ul style="list-style-type: none"> ● correctement réglées? ● pas d'impureté? ● manipulation correcte? ● nouveau embout de pipette utilisé? 	Mode opératoire <ul style="list-style-type: none"> ● instructions respectées? ● quantité et ordre corrects des réactifs? ● après addition du réactif, bien mélangé/dissous? ● temps et température de réaction respectés?
Cuves <ul style="list-style-type: none"> ● taille correcte? ● propres? 	Mesure photométrique <ul style="list-style-type: none"> ● longueur d'onde (filtre) choisie correcte? ● facteurs corrects entrés? ● trajectoire optique libre de tout corps étranger/poussière?
Prélèvement d'échantillon <ul style="list-style-type: none"> ● volume d'échantillon correct? 	

Solution additive (réactif R-2)

Mode opératoire

Pour les analyses suivantes, il faut procéder selon les instructions de la notice du kit de test à examiner et du manuel du photomètre utilisé.

- Analyse de l'échantillon (valeur mesurée A)
- Analyse d'un échantillon contenant la solution additive:

Lors de la préparation de la solution à doser, on pipette 0,10 ml de réactif R-2 **immédiatement après avoir ajouté l'échantillon (valeur mesurée B).**

Evaluation

Calculer la différence de concentration C:

$$C = B - A$$

Si C se situe **à l'intérieur de la tolérance de travail** pour la solution additive (cf. tableau dans le paragraphe 3), l'échantillon ne contient pas de composés perturbant la mesure.

Si C se situe **à l'extérieur de la tolérance de travail**, il y a une perturbation due à l'échantillon, et la valeur mesurée A obtenue avec l'échantillon n'est pas correcte.

Afin d'obtenir un résultat de mesure correct, il faut procéder à un prétraitement approprié de l'échantillon.

Remarques:

- L'ajout de la solution additive ne doit pas avoir pour effet un dépassement du domaine de mesure pour le test concerné! Si cette possibilité existe, il faut diluer en conséquence l'échantillon original.
- La reconnaissance d'influences perturbatrices se neutralisant mutuellement ainsi que des différents facteurs perturbateurs n'est pas possible avec uniquement la méthode indiquée.

6. Remarques

- Reboucher les flacons immédiatement après le prélèvement des réactifs.
- Les cuves utilisées pour la mesure photométrique doivent être propres. Les essuyer le cas échéant avec un chiffon sec et propre.
- Certificats de qualité et de lot pour les tests Spectroquant®, cf. site web.
- Remarques complémentaires, cf. sous www.qa-test-kits.com.

Merck KGaA, 64271 Darmstadt, Germany,
Tel. +49(0)6151 72-2440
www.analytical-test-kits.com

EMD Millipore Corporation, 290 Concord Road,
Billerica, MA 01821, USA, Tel. +1-978-715-4321

