

1.18700.0001

Spectroquant® CombiCheck 90

1. Method

With the help of two ready-to-use multiparameter solutions (standard solution and addition solution) of defined content, measurement values are compared with desired values to determine any analytical errors.

The error caused by the photometric measurement system (test kits, photometers, analytical procedures) and the mode of operation can be determined by means of the **standard solution**. This is used **without dilution** in place of the sample solution.

Sample-dependent effects on the measurement result (matrix effects) are determined by measuring the sample after spiking it with **addition solution** (standard addition). The addition solution is a concentrated mixture of the ions contained in the standard solution.

The standard solution and the addition solution are prepared by accurate weighing in, using an analytical scales controlled with standard weights. All scales are regularly calibrated and checked against PTB standards (Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Germany) and NIST standards (National Institute of Standards and Technology, USA).

2. Applications

The CombiCheck articles serve to check the quality of the photometric measurement system and of the mode of working, as well as to identify sample-dependent effects on the measurement result. The latter is an important indication of the necessity for sample pretreatment. The measurement results are traceable to NIST.

Recommended frequency of application:

Standard solution (reagent R-1)	Addition solution (reagent R-2)
1 x per series¹⁾ - approx. every 10th sample - upon a switch in operating personnel - upon the opening of a new test package - when measurement results do not appear plausible	- when the composition of the individual samples differs considerably from each other - when measurement results do not appear plausible

¹⁾ To determine the random error, it is recommended to repeat the measurement at least five times.

3. Desired values and number of quality checks

The "working tolerance" given in column 2 of the following tables does **not** express the variation in the contents of the CombiCheck solutions (this lies below 1%), but instead the permissible dispersion of the results caused by the photometric measurement system and the mode of operation when using the respective test kit (column 3). The working tolerance defined in this manner serves as an assessment criterion for the quality check (see section 5).

Standard solution (reagent R-1)

Parameter	Desired value/ working tolerance	Can be used for Cat. No.	R-1 (ml)	Number of quality checks
Cadmium	0.250 ± 0.030 mg/l Cd	1.01745 ¹⁾	10.0	9
	0.250 ± 0.030 mg/l Cd	1.14834	5.0	19
Iron	1.00 ± 0.15 mg/l Fe	1.14549, 1.14761 ¹⁾	5.0	19
	1.00 ± 0.15 mg/l Fe	1.00796 ¹⁾	8.0	12
Copper	2.00 ± 0.20 mg/l Cu	1.14553, 1.14767 ¹⁾	5.0	19
Manganese	1.00 ± 0.15 mg/l Mn	1.00816	7.0	13
	1.00 ± 0.15 mg/l Mn	1.14770 ²⁾	10.0	9
	1.00 ± 0.15 mg/l Mn	1.01846 ¹⁾	8.0	12

¹⁾ when a 10-mm rectangular cell is used

²⁾ when a 50-mm rectangular cell is used

Addition solution (reagent R-2)

Parameter	Desired value/ confidence interval	Can be used for Cat. No.	Sample + R-2 (ml)	Number of quality checks
Cadmium	0.100 ± 0.015 mg/l Cd	1.01745 ¹⁾	10.0 + 0.10	280
	0.200 ± 0.030 mg/l Cd	1.14834	5.0 + 0.10	280
Iron	3.00 ± 0.30 mg/l Fe	1.14549, 1.14761 ¹⁾	5.0 + 0.10	280
	1.88 ± 0.20 mg/l Fe	1.00796 ¹⁾	8.0 + 0.10	280
Copper	3.00 ± 0.30 mg/l Cu	1.14553, 1.14767 ¹⁾	5.0 + 0.10	280
Manganese	1.43 ± 0.15 mg/l Mn	1.00816	7.0 + 0.10	280
	1.00 ± 0.15 mg/l Mn	1.14770 ²⁾	10.0 + 0.10	280
	1.25 ± 0.15 mg/l Mn	1.01846 ¹⁾	8.0 + 0.10	280

¹⁾ when a 10-mm rectangular cell is used

²⁾ when a 50-mm rectangular cell is used

4. Reagents and auxiliaries

The solutions are stable up to the date stated on the pack when stored closed at +15 to +25 °C.

Package contents:

- 1 bottle of reagent R-1 (standard solution)
- 1 bottle of reagent R-2 (addition solution)
- 1 control chart

5. Quality check

Standard solution (reagent R-1)

Preparation

- Make photocopies of the enclosed control chart.
- Take the desired value and the working tolerance for the standard solution for the respective test kit from the table in section 3 and enter them in the enclosed control chart:
desired value at **➔**, upper tolerance limit at **⊖**, lower tolerance limit at **⊕**.

Procedure

Proceed according to the instructions given in the package insert of the respective test kit and in the manual of the photometer used. In this case, however, use undiluted reagent R-1 in place of the sample without adjusting the pH!

Evaluation

Enter the measurement value as a number in a copy of the control chart and mark the grid at the corresponding place.

If the measurement value is **within the working tolerance** (grey background), the working materials and handling are in order.

If the measurement value is **outside the working tolerance**, a systematic error is present. In such a case, among other things the following aspects must be checked:

Standard solution and reagents

- expiry date not yet exceeded?
- storage under the recommended conditions?

Pipettes

- adjusted correctly?
- no contamination?
- correct handling?
- new pipette tip used?

Cells

- proper size?
- clean?

Sampling

- correct sample volume?

Sample pretreatment

- thermoreactor set correctly?
- solution colorless and without turbidity?

Procedure

- operating instructions adhered to?
- correct quantity and sequence of reagents?
- thoroughly mixed/dissolved after addition of reagents?
- reaction time and temperature adhered to?

Photometric measurement

- correct wavelength (filter) selected?
- correct factors entered?
- light path free from foreign matter/dust?

Addition solution (reagent R-2)

Procedure

In the following analyses always proceed according to the instructions given in the package insert of the test kit to be checked and in the manual of the photometer used.

- Analysis of the sample (**measurement value A**)

- Analysis of a spiked sample:

When preparing the measurement solution 0.10 ml of reagent R-2 is added by pipette **immediately after the sample is added (measurement value B)**.

Evaluation

Calculate the concentration difference C:

$$C = B - A$$

If C is **within the working tolerance** for the addition solution (see table in section 3), the sample does not contain any compounds that interfere with the measurement.

If C is **outside the working tolerance**, a sample-dependent interference is present, and the measurement value A obtained with the sample is incorrect.

To obtain a correct result, the sample must be appropriately pretreated.

Notes:

- Spiking with the addition solution must not cause the measuring range for the respective test to be exceeded!
If this possibility is to be expected, the original sample must be appropriately diluted.
- The identification of interferences that cancel each other out and of individual interference factors is not possible using this method alone.

6. Notes

- Reclose the reagent bottles immediately after use.
- For photometric measurement the cells must be clean.
Wipe, if necessary, with a clean dry cloth.
- For quality and batch certificates for Spectroquant® test kits see the website.
- Additional notes see under www.sigmaaldrich.com/qa-test-kits.

1.18700.0001

Spectroquant® CombiCheck 90

1. Methode

Mit Hilfe von zwei gebrauchsfertigen Mehrparameterlösungen (Standardlösung und Additionslösung) bekannten Gehalts vergleicht man Messwerte mit Sollwerten, um daraus den Analysenfehler zu ermitteln.

Der durch das photometrische Messsystem (Testsätze, Photometer, Analyseverfahren) und die Arbeitsweise verursachte Fehler lässt sich mit der **Standardlösung** bestimmen. Diese wird **ohne Verdünnen** anstelle der Probelösung eingesetzt.

Zur Ermittlung von probenabhängigen Einflüssen auf das Messergebnis (Matrixeffekte) setzt man der Probe vor der Analyse **Additionslösung** zu (Standardaddition, Aufstocken). Die Additionslösung stellt eine konzentrierte Mischung der in der Standardlösung enthaltenen Ionen dar.

Die Standardlösung und die Additionslösung werden durch genaue Einwaage mittels einer mit Eichgewichten überwachten Analysenwaage hergestellt. Alle Waagen werden regelmäßig gegen PTB-Standards (Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Bundesrepublik Deutschland) und NIST-Standards (National Institute of Standards and Technology, USA) kalibriert und überwacht.

2. Anwendungsbereich

Die CombiCheck-Artikel dienen zur Qualitätsprüfung des photometrischen Messsystems und der Arbeitsweise sowie zur Erkennung von probenabhängigen Einflüssen auf das Messergebnis. Letzteres ist ein wichtiger Hinweis auf die Notwendigkeit einer Probenvorbereitung. Die Messergebnisse sind auf NIST rückführbar.

Empfohlene Anwendungshäufigkeit:

Standardlösung (Reagenz R-1)	Additionslösung (Reagenz R-2)
• 1 x pro Serie¹⁾ • ca. jede 10. Probe • beim Wechsel des Analytikers • bei Anbruch einer neuen Testpackung • wenn die Messergebnisse nicht plausibel erscheinen	• wenn sich die Zusammensetzung der Proben stark voneinander unterscheidet • wenn die Messergebnisse nicht plausibel erscheinen

¹⁾ Zur Ermittlung des zufälligen Fehlers sollte man die Messung mindestens fünfmal wiederholen.

3. Sollwerte und Anzahl der Qualitätsprüfungen

Bei der in Spalte 2 der folgenden Tabellen angegebenen „Arbeitstoleranz“ handelt es sich **nicht** um die Gehaltsschwankung der CombiCheck-Lösungen (diese liegt unter 1 %), sondern um die zulässige Streuung der Messwerte, die bei Verwendung des jeweiligen Testsatzes (Spalte 3) durch das photometrische Messsystem und die Arbeitsweise verursacht wird. Die so definierte Arbeitstoleranz dient als Beurteilungskriterium bei der Qualitätsprüfung (s. Abschnitt 5).

Standardlösung (Reagenz R-1)

Parameter	Sollwert/ Arbeitstoleranz	einsetzbar für Art.	R-1 (ml)	Anzahl der Qualitäts- prüfungen
Cadmium	0,250 ± 0,030 mg/l Cd 0,250 ± 0,030 mg/l Cd	1.01745 ¹⁾ 1.14834	10,0 5,0	9 19
Eisen	1,00 ± 0,15 mg/l Fe 1,00 ± 0,15 mg/l Fe	1.14549, 1.14761 ¹⁾ 1.00796 ¹⁾	5,0 8,0	19 12
Kupfer	2,00 ± 0,20 mg/l Cu	1.14553, 1.14767 ¹⁾	5,0	19
Mangan	1,00 ± 0,15 mg/l Mn 1,00 ± 0,15 mg/l Mn 1,00 ± 0,15 mg/l Mn	1.00816 1.14770 ²⁾ 1.01846 ¹⁾	7,0 10,0 8,0	13 9 12

¹⁾ bei Verwendung einer 10-mm-Rechteckküvette

²⁾ bei Verwendung einer 50-mm-Rechteckküvette

Additionslösung (Reagenz R-2)

Parameter	Sollwert/ Arbeitstoleranz	einsetzbar für Art.	Probe + R-2 (ml)	Anzahl der Qualitäts- prüfungen
Cadmium	0,100 ± 0,015 mg/l Cd 0,200 ± 0,030 mg/l Cd	1.01745 ¹⁾ 1.14834	10,0 + 0,10 5,0 + 0,10	280 280
Eisen	3,00 ± 0,30 mg/l Fe 1,88 ± 0,20 mg/l Fe	1.14549, 1.14761 ¹⁾ 1.00796 ¹⁾	5,0 + 0,10 8,0 + 0,10	280 280
Kupfer	3,00 ± 0,30 mg/l Cu	1.14553, 1.14767 ¹⁾	5,0 + 0,10	280
Mangan	1,43 ± 0,15 mg/l Mn 1,00 ± 0,15 mg/l Mn 1,25 ± 0,15 mg/l Mn	1.00816 1.14770 ²⁾ 1.01846 ¹⁾	7,0 + 0,10 10,0 + 0,10 8,0 + 0,10	280 280 280

¹⁾ bei Verwendung einer 10-mm-Rechteckküvette

²⁾ bei Verwendung einer 50-mm-Rechteckküvette

4. Reagenzien und Hilfsmittel

Die Lösungen sind - bei +15 bis +25 °C verschlossen aufbewahrt - bis zu dem auf der Packung angegebenen Datum verwendbar.

Packungsinhalt:

- 1 Flasche Reagenz R-1 (Standardlösung)
- 1 Flasche Reagenz R-2 (Additionslösung)
- 1 Kontrollkarte

5. Qualitätsprüfung

Standardlösung (Reagenz R-1)

Vorbereitung

- Fotokopien der beiliegenden Kontrollkarte anfertigen.
- Der Tabelle in Abschnitt 3 für den betreffenden Testsatz Sollwert und Arbeitstoleranz für die Standardlösung entnehmen und in beiliegende Kontrollkarte eintragen:
Sollwert bei **☞**, obere Toleranzgrenze bei **Ⓜ**, untere Toleranzgrenze bei **Ⓟ**.

Durchführung

Nach den Angaben in der Packungsbeilage des betreffenden Testsatzes und im Manual des verwendeten Photometers vorgehen. Dabei jedoch anstelle der Probe unverdünntes Reagenz R-1 ohne Einstellung des pH-Werts einsetzen!

Auswertung

In Kopie der Kontrollkarte Messwert als Zahl eintragen und Gitternetz an der entsprechenden Stelle markieren.

Liegt der Messwert **innerhalb der Arbeitstoleranz** (grau hinterlegter Bereich), sind Arbeitsmittel und Handhabung in Ordnung.

Liegt der Messwert **außerhalb der Arbeitstoleranz**, liegt ein systematischer Fehler vor. In diesem Fall sind u.a. die folgenden Punkte zu überprüfen:

Standardlösung und Reagenzien

- Haltbarkeitsdatum noch nicht überschritten?
- vorschriftsmäßige Lagerung?

Pipetten

- richtig eingestellt?
- keine Verunreinigung?
- richtige Handhabung?
- neue Pipettenspitze benutzt?

Küvetten

- richtige Größe?
- sauber?

Probenahme

- richtiges Probenvolumen?

Probenvorbereitung

- Thermoreaktor richtig eingestellt?
- Lösung farblos und ohne Trübung?

Durchführung

- Arbeitsanleitung eingehalten?
- richtige Menge und Reihenfolge der Reagenzien?
- nach Reagenzzugabe jeweils gut gemischt/gelöst?
- Reaktionszeit und -temperatur eingehalten?

Photometrische Messung

- richtige Wellenlänge (Filter) gewählt?
- richtige Faktoren eingegeben?
- Lichtweg frei von Fremdkörpern/Staub?

Additionslösung (Reagenz R-2)

Durchführung

Bei den folgenden Analysen ist jeweils nach den Angaben in der Packungsbeilage des zu überprüfenden Testsatzes und im Manual des verwendeten Photometers vorzugehen.

- Analyse der Probe (**Messwert A**)
- Analyse einer aufgestockten Probe:
Beim Ansetzen wird **unmittelbar nach Zugabe der Probe 0,10 ml** Reagenz R-2 zupipettiert (**Messwert B**).

Auswertung

Konzentrationsdifferenz C berechnen:

$$C = B - A$$

Liegt C **innerhalb der Arbeitstoleranz** für die Additionslösung (s. Tabelle in Abschnitt 3), enthält die Probe keine die Messung störenden Verbindungen.

Liegt C **außerhalb der Arbeitstoleranz**, liegt eine probenabhängige Störung vor, und der mit der Probe erhaltene Messwert A ist nicht richtig.

Um ein richtiges Messergebnis zu erhalten, ist eine geeignete Probenvorbereitung vorzunehmen.

Hinweise:

- Die Zugabe der Additionslösung darf keine Überschreitung des Messbereichs für den betreffenden Test bewirken! Besteht diese Möglichkeit, ist die Originalprobe entsprechend zu verdünnen.
- Die Erkennung von sich gegenseitig aufhebenden Störeinflüssen sowie von einzelnen Störfaktoren ist mit der angegebenen Methode allein nicht möglich.

6. Hinweise

- Flaschen nach Reagenzentnahme umgehend wieder verschließen.
- Zur photometrischen Messung müssen die Küvetten sauber sein. Ggf. mit einem trockenen, sauberen Tuch abwischen.
- Qualitätszertifikate und Chargenzertifikate für Spectroquant®-Testsätze s. Website.
- Zusätzliche Hinweise unter www.sigmaaldrich.com/qa-test-kits.

1.18700.0001

Spectroquant® CombiCheck 90

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)
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	- 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
Cadmium	0,250 ± 0,030 mg/l de Cd 0,250 ± 0,030 mg/l de Cd	1.01745 ¹⁾ 1.14834	10,0 5,0	9 19
Fer	1,00 ± 0,15 mg/l de Fe 1,00 ± 0,15 mg/l de Fe	1.14549 ¹⁾ 1.14761 ¹⁾ 1.00796 ¹⁾	5,0 8,0	19 12
Cuivre	2,00 ± 0,20 mg/l de Cu	1.14553, 1.14767 ¹⁾	5,0	19
Manganèse	1,00 ± 0,15 mg/l de Mn 1,00 ± 0,15 mg/l de Mn 1,00 ± 0,15 mg/l de Mn	1.00816 1.14770 ²⁾ 1.01846 ¹⁾	7,0 10,0 8,0	13 9 12

¹⁾ en utilisant une cuve rectangulaire de 10 mm

²⁾ en utilisant une cuve rectangulaire de 50 mm

Solution additive (réactif R-2)				
Paramètre	Valeur théorique/ tolérance de travail	Utilisable pour art.	Echantillon + R-2 (ml)	Nombre de contrôles de qualité
Cadmium	0,100 ± 0,015 mg/l de Cd 0,200 ± 0,030 mg/l de Cd	1.01745 ¹⁾ 1.14834	10,0 + 0,10 5,0 + 0,10	280 280
Fer	3,00 ± 0,30 mg/l de Fe 1,88 ± 0,20 mg/l de Fe	1.14549, 1.14761 ¹⁾ 1.00796 ¹⁾	5,0 + 0,10 8,0 + 0,10	280 280
Cuivre	3,00 ± 0,30 mg/l de Cu	1.14553, 1.14767 ¹⁾	5,0 + 0,10	280
Manganèse	1,43 ± 0,15 mg/l de Mn 1,00 ± 0,15 mg/l de Mn 1,25 ± 0,15 mg/l de Mn	1.00816 1.14770 ²⁾ 1.01846 ¹⁾	7,0 + 0,10 10,0 + 0,10 8,0 + 0,10	280 280 280

¹⁾ en utilisant une cuve rectangulaire de 10 mm

²⁾ en utilisant une cuve rectangulaire de 50 mm

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 Θ , limite supérieure de tolérance à côté de Φ , limite inférieure de tolérance à côté de Ψ .

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
- date de péremption dépassée ? - stockage conforme aux prescriptions ?	- thermoréacteur correctement réglé ? - solution incolore et sans trouble ?
Pipettes - correctement réglées ? - pas d'impureté ? - manipulation correcte ? - nouveau embout de pipette utilisé ?	Mode opératoire - instructions respectées ? - quantité et ordre corrects des réactifs ? - après addition du réactif, bien mélangé/dissous ? - temps et température de réaction respectés ?
Cuves - taille correcte ? - propres ?	Mesure photométrique - longueur d'onde (filtre) choisie correcte ? - facteurs corrects entrés ? - trajectoire optique libre de tout corps étranger/poussière ?
Prélèvement d'échantillon 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.sigmaaldrich.com/qa-test-kits.

1.18700.0001

Spectroquant® CombiCheck 90

1. Método

Mediante dos soluciones multiparamétricas listas para el uso (solución patrón y solución de adición) de contenido conocido se comparan valores de medición con valores nominales, para determinar a partir de ello el error analítico. El error causado por el sistema fotométrico de medición (kits de ensayo, fotómetros, procedimientos analíticos) y el modo de trabajo se puede determinar con la **solución patrón**. Ésta se utiliza **sin dilución** en lugar de la solución de la muestra.

Para determinar las influencias dependientes de la muestra sobre el resultado de medición (efectos de la matriz) se añade **solución de adición** a la muestra antes del análisis (adición de patrón, aumento conocido de la concentración del analito). La solución de adición representa una mezcla concentrada de los iones contenidos en la solución patrón.

La solución patrón y la solución de adición se preparan por pesada exacta mediante una balanza analítica controlada con pesos patrón. Todas las balanzas se calibran y controlan regularmente frente a patrones PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt, RFA) y patrones NIST (National Institute of Standards and Technology, USA).

2. Campo de aplicaciones

Los artículos CombiCheck sirven para controlar la calidad del sistema fotométrico de medición y del modo de trabajo, y para reconocer las influencias dependientes de la muestra en el resultado de medición. Esto último es una importante indicación sobre la necesidad de una preparación de la muestra. Los resultados de medición son trazables a NIST.

Frecuencia de empleo recomendada:

Solución patrón (reactivo R-1)	Solución de adición (reactivo R-2)
1 x por serie¹⁾ - approx. cada 10 muestras - en caso de cambiar el analista - en caso de abrir un nuevo envase del test - si los resultados de medición no parecen plausibles	- si la composición de las muestras difiere intencionalmente entre ellas - si los resultados de medición no parecen plausibles

¹⁾ Para determinar el error aleatorio debería repetirse la medición como mínimo cinco veces.

3. Valores nominales y número de controles de calidad

La "tolerancia de trabajo" indicado en la columna 2 de las siguientes tablas **no** se trata de una oscilación del contenido de las soluciones CombiCheck (ésta es inferior al 1 %), sino de la dispersión admisible de los valores de medición causada por el sistema fotométrico de medición y el modo de trabajo al usar el correspondiente kit de ensayo (columna 3). La tolerancia de trabajo así definida sirve como criterio de evaluación en el control de calidad (ver apartado 5).

Solución patrón (reactivo R-1)

Parámetro	Valor nominal/ tolerancia de trabajo	Aplicable para art.	R-1 (ml)	Número de controles de calidad
Cadmio	0,250 ± 0,030 mg/l de Cd	1.01745 ¹⁾	10,0	9
	0,250 ± 0,030 mg/l de Cd	1.14834	5,0	19
Hierro	1,00 ± 0,15 mg/l de Fe	1.14549, 1.14761 ¹⁾	5,0	19
	1,00 ± 0,15 mg/l de Fe	1.00796 ¹⁾	8,0	12
Cobre	2,00 ± 0,20 mg/l de Cu	1.14553, 1.14767 ¹⁾	5,0	19
Manganeso	1,00 ± 0,15 mg/l de Mn	1.00816	7,0	13
	1,00 ± 0,15 mg/l de Mn	1.14770 ²⁾	10,0	9
	1,00 ± 0,15 mg/l de Mn	1.01846 ¹⁾	8,0	12

¹⁾ en caso de usar una cubeta rectangular de 10 mm

²⁾ en caso de usar una cubeta rectangular de 50 mm

Solución de adición (reactivo R-2)

Parámetro	Valor nominal/ tolerancia de trabajo	Aplicable para art.	Muestra + R-2 (ml)	Número de controles de calidad
Cadmio	0,100 ± 0,015 mg/l de Cd	1.01745 ¹⁾	10,0 + 0,10	280
	0,200 ± 0,030 mg/l de Cd	1.14834	5,0 + 0,10	280
Hierro	3,00 ± 0,30 mg/l de Fe	1.14549, 1.14761 ¹⁾	5,0 + 0,10	280
	1,88 ± 0,20 mg/l de Fe	1.00796 ¹⁾	8,0 + 0,10	280
Cobre	3,00 ± 0,30 mg/l de Cu	1.14553, 1.14767 ¹⁾	5,0 + 0,10	280
Manganeso	1,43 ± 0,15 mg/l de Mn	1.00816	7,0 + 0,10	280
	1,00 ± 0,15 mg/l de Mn	1.14770 ²⁾	10,0 + 0,10	280
	1,25 ± 0,15 mg/l de Mn	1.01846 ¹⁾	8,0 + 0,10	280

¹⁾ en caso de usar una cubeta rectangular de 10 mm

²⁾ en caso de usar una cubeta rectangular de 50 mm

4. Reactivos y auxiliares

Las soluciones son utilizables hasta la fecha indicada en el envase si se conservan cerradas entre +15 y +25 °C.

Contenido del envase:

1 frasco de reactivo R-1 (solución patrón)
1 frasco de reactivo R-2 (solución de adición)
1 tarjeta de control

5. Control de calidad

Solución patrón (reactivo R-1)

Preparación

- Realizar las fotocopias de la tarjeta de control adjunta.
- Deducir de la tabla en el apartado 3 para el correspondiente kit de ensayo el valor nominal y la tolerancia de trabajo para la solución patrón e introducirlos en la tarjeta de control adjunta: valor nominal en **➡**, límite superior de tolerancia en **⬆**, límite inferior de tolerancia en **⬇**.

Técnica

Proceder de acuerdo con las instrucciones en la hoja adjunta al envase del correspondiente kit de ensayo y en el manual del fotómetro utilizado. ¡Pero aquí en lugar de la muestra emplear el reactivo R-1 no diluido sin ajustar el pH!

Evaluación

Introducir en la copia de la tarjeta de control el valor de medición como número y marcar la cuadrícula en el lugar correspondiente. Si el valor de medición se encuentra **dentro della tolerancia de trabajo** (zona con fondo gris), es que los medios de trabajo implicados y la manipulación son correctos. Si el valor de medición se encuentra **fuera della tolerancia de trabajo** es que hay un error sistemático. En este caso deben comprobarse entre otros los siguientes puntos:

Solución patrón y reactivos	Preparación de las muestras
¿todavía no se ha sobrepasado la fecha de caducidad? ¿almacenamiento reglamentario? Pipetas ¿ajuste correcto? ¿presencia de impurezas? ¿manipulación correcta? ¿se ha usado una nueva punta de pipeta? Cubetas ¿tamaño correcto? ¿limpias? Toma de muestras ¿volumen de la muestra correcto?	¿está correctamente ajustado el termorreactor? ¿solución incolora y sin turbidez? Técnica ¿se cumplen las instrucciones? ¿cantidad y orden de los reactivos en orden? ¿se ha mezclado/disuelto bien en cada caso tras la adición de reactivo? ¿se ha observado el tiempo y la temperatura de reacción? Medición fotométrica ¿se ha elegido la longitud de onda (filtro) correcta? ¿se han introducido los factores correctos? ¿trayecto óptico exento de cuerpos extraños/polvo?

Solución de adición (reactivo R-2)

Técnica

En los siguientes análisis debe procederse en cada caso de acuerdo con las indicaciones en la hoja adjunta al envase del kit de ensayo y en el manual del fotómetro utilizado.

- Análisis de la muestra (**valor de medición A**)
- Análisis de una muestra de concentración aumentada: En la preparación **inmediatamente después de la adición de la muestra** se agregan con pipeta 0,10 ml del reactivo R-2 (**valor de medición B**).

Evaluación

Calcular la diferencia de concentración C:

$$C = B - A$$

Si C se encuentra **dentro della tolerancia de trabajo** para la solución de adición (ver tabla en apartado 3) es que la muestra no contiene compuestos interferentes en la medición.

Si C se encuentra **fuera della tolerancia de trabajo** es que hay una interferencia dependiente de la muestra, y el valor de medición A obtenido con la muestra no es correcto.

Para obtener un resultado de medición correcto debe realizarse una adecuada preparación de la muestra.

Notas:

- ¡Al agregar la solución de adición no debe sobrepasarse el intervalo de medida para el correspondiente test! Si existe esta posibilidad, debe diluirse correspondientemente la muestra original.
- Con sólo el método indicado no es posible el reconocimiento de influencias interferentes que se compensan entre sí, así como de factores interferentes aislados.

6. Notas

- Cerrar de nuevo inmediatamente los frascos tras la toma de los reactivos.
- Para la medición fotométrica las cubetas deben estar limpias. Si es necesario, limpiarlas con un paño seco y limpio.
- Certificados de calidad y de lote para los tests Spectroquant®, ver sitio web.
- Notas adicionales, ver bajo www.sigmaaldrich.com/qa-test-kits.

1.18700.0001

Spectroquant® CombiCheck 90

1. Metodo

Con l'ausilio di due soluzioni multiparametriche pronte all'uso (soluzione standard e soluzione additiva) che hanno un tenore noto, si comparano i valori misurati con quelli nominali, in modo da rilevare eventuali errori d'analisi.

L'errore causato dal sistema di misura fotometrico (test, fotometri, procedimenti analitici) e dalla modalità operativa viene rilevato con la **soluzione standard**. Tale soluzione viene utilizzata **senza diluizione** al posto della soluzione campione.

Per rilevare le eventuali interferenze provenienti dal campione sui risultati di misura (effetti matrice), si aggiunge al campione la **soluzione additiva** (addizione di standard, procedimento di arricchimento), prima dell'analisi. La soluzione additiva è costituita da una miscela concentrata degli ioni contenuti nella soluzione standard.

La soluzione standard e la soluzione additiva sono preparate con una pesata precisa mediante una bilancia analitica controllata con pesi verificati. Tutte le bilance vengono regolarmente calibrate e controllate in riferimento agli standard PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt, RFT) ed agli standard NIST (National Institute of Standards and Technology, USA).

2. Settore d'impiego

I prodotti CombiCheck servono per il controllo di qualità del sistema di misura fotometrico e della modalità operativa ed al riconoscimento di eventuali interferenze provenienti dal campione. In quest'ultimo caso si evidenzia la necessità di preparare opportunamente il campione. I risultati sono tracciabili a NIST.

Frequenza di applicazione consigliata:

Soluzione standard (reattivo R-1)	Soluzione additiva (reattivo R-2)
1 x ogni serie¹⁾ - ca. ogni 10 campioni - in seguito al cambio dell'analista - ad apertura di una nuova confezione - quando i risultati non sembrano plausibili	- quando la composizione dei campioni è molto diversa - quando i risultati non sembrano plausibili

¹⁾ Per rilevare l'errore casuale ripetere la misurazione almeno cinque volte.

3. Valori nominali e numero dei controlli di qualità

I valori relativi all' "tolleranza di lavoro" riportati nella seconda colonna delle seguenti tabelle **non** si riferiscono alla variazione di tenore delle soluzioni CombiCheck (che è inferiore all'1 %), ma alla variazione ammissibile dei valori misurati, causata dal sistema di misura fotometrico e dalla modalità operativa nell'esecuzione del rispettivo test (colonna 3). La tolleranza di lavoro così definita funge da criterio di valutazione per il controllo di qualità (vedere punto 5).

Soluzione standard (reattivo R-1)

Parametro	Valore nominale/ tolleranza di lavoro	Utilizzabile per art.	R-1 (ml)	Numero dei controlli possibili
Cadmio	0,250 ± 0,030 mg/l Cd	1.01745 ¹⁾	10,0	9
	0,250 ± 0,030 mg/l Cd	1.14834	5,0	19
Ferro	1,00 ± 0,15 mg/l Fe	1.14549, 1.14761 ¹⁾	5,0	19
	1,00 ± 0,15 mg/l Fe	1.00796 ¹⁾	8,0	12
Rame	2,00 ± 0,20 mg/l Cu	1.14553, 1.14767 ¹⁾	5,0	19
Manganese	1,00 ± 0,15 mg/l Mn	1.00816	7,0	13
	1,00 ± 0,15 mg/l Mn	1.14770 ²⁾	10,0	9
	1,00 ± 0,15 mg/l Mn	1.01846 ¹⁾	8,0	12

¹⁾ se si utilizza una cuvetta rettangolare da 10 mm

²⁾ se si utilizza una cuvetta rettangolare da 50 mm

Soluzione additiva (reattivo R-2)

Parametro	Valore nominale/ tolleranza di lavoro	Utilizzabile per art.	Campione + R-2 (ml)	Numero dei controlli possibili
Cadmio	0,100 ± 0,015 mg/l Cd	1.01745 ¹⁾	10,0 + 0,10	280
	0,200 ± 0,030 mg/l Cd	1.14834	5,0 + 0,10	280
Ferro	3,00 ± 0,30 mg/l Fe	1.14549, 1.14761 ¹⁾	5,0 + 0,10	280
	1,88 ± 0,20 mg/l Fe	1.00796 ¹⁾	8,0 + 0,10	280
Rame	3,00 ± 0,30 mg/l Cu	1.14553, 1.14767 ¹⁾	5,0 + 0,10	280
Manganese	1,43 ± 0,15 mg/l Mn	1.00816	7,0 + 0,10	280
	1,00 ± 0,15 mg/l Mn	1.14770 ²⁾	10,0 + 0,10	280
	1,25 ± 0,15 mg/l Mn	1.01846 ¹⁾	8,0 + 0,10	280

¹⁾ se si utilizza una cuvetta rettangolare da 10 mm

²⁾ se si utilizza una cuvetta rettangolare da 50 mm

4. Reattivi ed accessori

Le soluzioni, conservate sigillate a +15 fino a +25 °C, si mantengono inalterate fino alla data indicata sulla confezione.

Contenuto della confezione:

- 1 flacone di reattivo R-1 (soluzione standard)
- 1 flacone di reattivo R-2 (soluzione additiva)
- 1 scheda di controllo

5. Controllo di qualità

Soluzione standard (reattivo R-1)

Preparazione

- Preparare le fotocopie della scheda di controllo allegata.
- Per il relativo test rilevare dalla tabella nel punto 3 il valore nominale e la tolleranza di lavoro per la soluzione standard e annotarli sulla scheda di controllo allegata: valore nominale a **➡**, limite superiore di tolleranza a **⊖**, limite inferiore di tolleranza a **⊕**.

Esecuzione

Procedere secondo le indicazioni contenute nel foglietto d'istruzioni del relativo test e nel manuale del fotometro utilizzato. Al posto del campione utilizzare però il reattivo R-1 non diluito senza regolare il pH!

Valutazione

Annotare sulla fotocopia della scheda di controllo il valore di misura come numero e contrassegnare il reticolo al punto corrispondente.

Se il valore di misura rientra **nella tolleranza di lavoro** (zona grigia), l'attrezzatura in dotazione ed il maneggio sono a posto.

Se il valore di misura è **al di fuori della tolleranza di lavoro**, si è verificato un errore sistematico. In tal caso è necessario controllare tra l'altro i seguenti punti:

Soluzione standard e reattivi	Preparazione del campione
- data di scadenza non ancora oltrepassata? - conservazione come prescritto?	- termoreattore regolato correttamente? - soluzione incolore e senza intorbidamento?
Pipette - regolate correttamente? - nessuna impurità? - maneggio corretto? - è stato utilizzato un nuovo puntale? - maneggio corretto?	Esecuzione - si sono seguite le istruzioni? - quantità e ordine di aggiunta corretti dei reattivi? - si sono ben mescolati/sciolti i reattivi aggiunti? - sono stati rispettati il tempo e la temperatura di reazione?
Cuvette - dimensione corretta? - sono pulite?	Misurazione fotometrica - è stata scelta la lunghezza d'onda (filtro) corretta? - sono stati introdotti i fattori corretti? - passo ottico libero da corpi estranei/polvere?
Prelievo di campione volume di campione corretto?	

Soluzione additiva (reattivo R-2)

Esecuzione

Per le seguenti analisi procedere secondo le indicazioni contenute nel foglietto d'istruzioni del test da controllare e nel manuale del fotometro utilizzato.

- Analisi del campione (**valore di misura A**)
- Analisi di un campione con soluzione additiva aggiunta:
Durante la preparazione pipettare, **subito dopo l'aggiunta del campione**, 0,10 ml di reattivo R-2 (**valore di misura B**).

Valutazione

Calcolare la differenza di concentrazione C:

$$C = B - A$$

Se C rientra **nella tolleranza di lavoro** per la soluzione additiva (vedere la tabella nel punto 3), il campione non contiene sostanze interferenti.

Se C è **al di fuori della tolleranza di lavoro**, esiste una interferenza proveniente dal campione ed il valore di misura A ottenuto con il campione non è corretto.

Per ottenere un risultato corretto, il campione deve essere preparato adeguatamente.

Avvertenze:

- L'aggiunta della soluzione additiva non deve provocare il superamento dell'intervallo di misura per il relativo test!
Se esiste tale possibilità, diluire corrispondentemente il campione originale.
- Solo con il metodo indicato non è possibile riconoscere interferenze che si eliminano reciprocamente o interferenze singole.

6. Avvertenze

- Chiudere i flaconi immediatamente dopo il prelievo dei reattivi.
- Per la misurazione fotometrica le cuvette devono essere ben pulite. Eventualmente asciugare con panno asciutto e pulito.
- Per i certificati di qualità e di lotto dei test Spectroquant® - visitare il sito Internet.
- Per ulteriori indicazioni, consultare www.sigmaaldrich.com/qa-test-kits.