

1.14695.0001

Spectroquant® CombiCheck 50

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
Ammonium	1.000 ± 0.100 mg/l NH ₄ -N	1.14739	5.0	19
	1.00 ± 0.10 mg/l NH ₄ -N	1.14752 ¹⁾	5.0	19
COD	20.0 ± 4.0 mg/l COD	1.01796, 1.18750	2.0	48
	20.0 ± 4.0 mg/l COD	1.14560	3.0	32
Nitrogen	5.0 ± 0.7 mg/l N	1.00613, 1.14537	10	9

¹⁾ when a 10-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
Ammonium	1.000 ± 0.100 mg/l NH ₄ -N	1.14739	5.0 + 0.10	280
	1.00 ± 0.10 mg/l NH ₄ -N	1.14752 ¹⁾	5.0 + 0.10	280
COD	15.0 ± 3.0 mg/l COD	1.01796, 1.18750	2.0 + 0.10	280
	10.0 ± 3.0 mg/l COD	1.14560	3.0 + 0.10	280
Nitrogen	3.0 ± 0.5 mg/l N	1.00613, 1.14537	10 + 0.10	280

¹⁾ when a 10-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 pre-treated.

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.qa-test-kits.com**.

1.14695.0001

Spectroquant®
CombiCheck 50

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
Ammonium	1,000 ± 0,100 mg/l de NH ₄ -N 1,00 ± 0,10 mg/l de NH ₄ -N	1.14739 1.14752 ¹⁾	5,0 5,0	19 19
DCO	20,0 ± 4,0 mg/l de DCO 20,0 ± 4,0 mg/l de DCO	1.01796, 1.18750 1.14560	2,0 3,0	48 32
Azote	5,0 ± 0,7 mg/l de N	1.00613, 1.14537	10	9

¹⁾ en utilisant une cuve rectangulaire de 10 mm

Solution additive (réactif R-2)				
Paramètre	Valeur théorique/ tolérance de travail	Utilisable pour art.	Echantillon + R-2 (ml)	Nombre de contrôles de qualité
Ammonium	1,000 ± 0,100 mg/l de NH ₄ -N 1,00 ± 0,10 mg/l de NH ₄ -N	1.14739 1.14752 ¹⁾	5,0 + 0,10 5,0 + 0,10	280 280
DCO	15,0 ± 3,0 mg/l de DCO 10,0 ± 3,0 mg/l de DCO	1.01796, 1.18750 1.14560	2,0 + 0,10 3,0 + 0,10	280 280
Azote	3,0 ± 0,5 mg/l de N	1.00613, 1.14537	10 + 0,10	280

¹⁾ en utilisant une cuve rectangulaire de 10 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 ➡, 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
• date de péremption dépassée ? • stockage conforme aux prescriptions ? Pipettes • correctement réglées ? • pas d'impureté ? • manipulation correcte ? • nouveau embout de pipette utilisé ? Cuves • taille correcte ? • propres ? Prélèvement d'échantillon • volume d'échantillon correct ?	• thermoréacteur correctement réglé ? • solution incolore et sans trouble ? Mode opératoire • instructions respectées ? • quantité et ordre corrects des réactifs ? • après addition du réactif, bien mélangé/dissous ? • temps et température de réaction respectés ? Mesure photométrique • longueur d'onde (filtre) choisie correcte ? • facteurs corrects entrés ? • trajectoire optique libre de tout corps étranger/poussière ?

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**.

1.14695.0001

Spectroquant® CombiCheck 50

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 sistemáticamente 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
Amonio ¹⁾	1,000 ± 0,100 mg/l de NH ₄ -N 1,00 ± 0,10 mg/l de NH ₄ -N	1.14739 1.14752 ²⁾	5,0 5,0	19 19
DQO	20,0 ± 4,0 mg/l de DQO	1.01796, 1.18750 1.14560	2,0	48
	20,0 ± 4,0 mg/l de DQO		3,0	32
Nitrógeno	5,0 ± 0,7 mg/l de N	1.00613, 1.14537	10	9

¹⁾ NH₄-N = N de amonio

²⁾ en caso de usar una cubeta rectangular de 10 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
Amonio ¹⁾	1,000 ± 0,100 mg/l de NH ₄ -N 1,00 ± 0,10 mg/l de NH ₄ -N	1.14739 1.14752 ²⁾	5,0 + 0,10 5,0 + 0,10	280 280
DQO	15,0 ± 3,0 mg/l de DQO	1.01796, 1.18750 1.14560	2,0 + 0,10	280
	10,0 ± 3,0 mg/l de DQO		3,0 + 0,10	280
Nitrógeno	3,0 ± 0,5 mg/l de N	1.00613, 1.14537	10 + 0,10	280

¹⁾ NH₄-N = N de amonio

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

- ¿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?

Preparación de las muestras

- ¿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.qa-test-kits.com**.