

Tabella prove analitiche

Prestazioni e performances analitiche specifiche per Cromatografo Ionico sede di Bologna						
Punto 1: metodo di analisi						
	tempo di corsa analitica	quantità di campione iniettata	colonna utilizzata	precolonna utilizzata	tipo di eluente	eluizione isocratica o in gradiente (dettagliare il gradiente)
determinazione di clorito, bromato, clorato e DCAA (acido dicloroacetico, surrogato) secondo metodo EPA 300.1, in acque condottate con tempi di analisi non superiori a 40 minuti ;						
determinazione di solfito, bromuro e ioduro in acque reflue e acque termali con tempi di analisi non superiori a 40 minuti						

nota: fornire i report da sw dei metodi analitici e i cromatogrammi

Punto 2: range di linearità.

Costruire rette di calibrazione nei range in tabella con 5 punti di calibrazione e 3 repliche per punto;

R2 fornito con almeno 3 cifre decimali **RDS%** deviazione standard dei residui media percentuale

Analiti	RANGE µg/L	R2	RDS%
CLORITI	50-1000		
CLORATI	50- 1000		
BROMATI (3 punti di calibrazione 3 ripetizioni)	3-20		
DCAA (surrogato)	500- 5000		

nota: fornire i report delle curve con evidenza di R2 e RDS% e i cromatogrammi degli std

Analiti	RANGE mg/L	R2	RDS%
SOLFITO	0,1-5		
BROMURO	0,1-10		
IODURO	0,1-10		

nota: fornire i report delle curve da sw con evidenza di R2 e RDS% e i cromatogrammi degli std

Punto 3: prestazioni cromatografiche.

punto 3.1: deriva della linea di base monitorata su conducibilità di fondo < **1 nS/cm per minuto**

nS/cm per minuto		nota: fornire evidenza
------------------	--	------------------------

punto 3.2 e 3.3: sui cromatogrammi degli std utilizzati per la calibrazione valutare sul picco del DCAA (surrogato): **RDS% del tempo di ritenzione < 2% e PGF** che deve essere **compreso tra 0.8 e 1.15**

	Conc. DCAA µg/L	RDS% tempo di ritenzione	PGF= (1.83*ampiezza picco a metà altezza)/(ampiezza picco a un decimo di altezza)
--	-----------------	--------------------------	---

Tabella prove analitiche

std di calibrazione 1			
std di calibrazione 2			
std di calibrazione 3			
std di calibrazione 4			
std di calibrazione 5			

nota: fornire il report da sw con calcolo RDS% tempo di ritenzione e di PGF

punto 3.4: campione di acqua potabile condottata o minerale
conetnente circa 300 µg/L di cloriti e 3 µg/L di bromati calcolare **la
risoluzione dei picchi clorito-bromato R>2**

Tipo ti matrice	Conc. clorito µg/L	Conc. bromato µg/L	Risoluzione picco clorito-bromato R
potabile/minerale			

nota: fornire il report da sw con calcolo risoluzione picco clorito-bromato R

punto 3.5: campione di acqua minerale con conducibilità > 180
µS/cm e concentrazione di bromato 3 µg/L e di clorito 50 µg/L:
calcolare il rapporto segnale/rumore del picco del bromato **S/N >50**

	conducibilità µS/cm	Conc. bromato µg/L	Conc. clorito µg/L	S/N bromato calcolato
acqua minerale				

nota: fornire il report da sw con calcolo S/N bromato calcolato

punto 3.6: iniettare in doppio un capione di acqua minerali di
conducibilità > 180 µS/cm contenente 100 µg/L di clorito e clorato e
10 µg/L di bromato: verificare **r= (conc.1-conc.2), r<=1µg/L per cloriti
e clorati e r<=2µg/L per bromati**

	conducibilità µS/cm	Conc. bromato µg/L	Conc. clorito µg/L	Conc. clorato µg/L	r
acqua minerale 1					
acqua minerale 2					

nota: fornire i report

Punto 4: Ripetibilità e precisione

Lo strumento deve garantire la seguenti prestazioni minime, calcolato
su **12 ripetizioni**:

	concentrazione analita	Precisione CV% minore o uguale a	Recupero R%
CLORITI	50 µg/L	2	75-125%
CLORATI	50 µg/L	3	75-125%
BROMATI	3 µg/L	7	75-125%
SOLFITO, BROMURO, IODURO	100 µg/L	5	75-125%

Risultati sperimentali

	MEDIA concentrazione analita	Precisione CV%	Recupero R%
CLORITI			
CLORATI			
BROMATI			

Tabella prove analitiche

SOLFITO			
BROMURO			
IODURO			

nota: fornire i cromatogrammi e il report da sw da cui si evince il calcolo della media, del CV% e del recupero%

Punto 5: calcolo MDL

- 9.2.3 Method Detection Limit (MDL) -- MDLs must be established for all analytes, using reagent water (blank) fortified at a concentration of three to five times the estimated instrument detection limit.⁽⁶⁾ To determine MDL values, take seven replicate aliquots of the fortified reagent water and process through the entire analytical method over at least three separate days. Perform all calculations defined in the method and report the concentration values in the appropriate units. Calculate the MDL as follows:

$$MDL = (t) \times (S)$$

where, t = Student's t value for a 99% confidence level and a standard deviation estimate with n-1 degrees of freedom [t = 3.14 for seven replicates].

S = standard deviation of the replicate analyses.

- 9.2.3.1 MDLs should be determined every 6 months, when a new operator begins work or whenever there is a significant change in the background, or instrument response.

Tabella prove analitiche

Analita			
	conc. µg/L	numero di repliche	MDL µg/L
CLORITI			
CLORATI			
BROMATI			
DCAA surrogato			
BROMURO			

nota: fornire i cromatogrammi e il sw utilizzato per il calcolo (foglio xls. o altro)

TABLE 1C. CHROMATOGRAPHIC CONDITIONS AND MINIMUM DETECTION LIMITS
IN REAGENT WATER FOR THE INORGANIC DISINFECTION BY-
PRODUCTS USING AN ALTERNATE 4 mm AS9-HC COLUMN (PART B).

ANALYTE	PEAK #	RETENTION TIME (MIN.)	MDL DETERMINATION		
			Fort Conc, µg/L	number of Replica tes	DI MDL µg/L
Chlorite	1	4.43	2.00	7	1.44
Bromate	2	5.10	2.00	7	1.32
Surrogate: DCA	4	8.82			
Bromide	5	10.11	2.00	7	0.98
Chlorate	6	10.94	2.00	7	2.55

Standard Conditions:

Ion Chromatograph: Dionex DX500
 Columns : Dionex AG9-HC / AS9-HC, 4 mm
 Detector: Suppressed Conductivity Detector, Dionex CD20
 Suppressor: ASRS-I, external source electrolytic mode, 300 mA current
 Eluent: 9.0 mM Na₂CO₃
 Eluent Flow: 1.25 mL/min
 Sample Loop: 200 µL

System Backpressure: 1900 psi
 Background Conductivity: 21 µS

Recommended minimum total analysis time: 25 minutes

Tabella prove analitiche

Tabella prove analitiche

Tabella prove analitiche

Tabella prove analitiche