

Tabella prove analitiche

Valore Media ug/l									
CV%									
CV% Richiesto	/	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10

Verifica ripetibilità tempi ritenzione.

In una sequenza di almeno 30 standard, riportare i tempi per ogni analita relativi ai due standard di controllo Std 1 e Std 30 e di verificarne il massimo scostamento (accettabilità +-5%) (concentrazione Std nel range di taratura previste al pto 2: range di linearità).

Analiti	Cloruro	Nitrati	Solfati	Nitrito	Fosfato	Fluoruro	Solfito	Bromuro	Ioduro
tempo di ritenzione Std 1									
tempo di ritenzione Std 30									
tempo Std 1 -tempo Std 30									
differenza% (tempo Std 1 -tempo Std 30)									

Punto 6: verifiche parametri cromatografici in conformità alle specifiche di controllo previste dal metodo APAT IRSA-CNR MANUALE 29/2003 Metodo 4020

Si richiede di riportare in tabella i valori relativi a Fattore di capacità, Efficienza, Fattore di risoluzione, Fattore di asimmetria, ottenuti direttamente da software di gestione, iniettando 12 repliche di acqua superficiale fortificata a un livello di concentrazione pari a circa 1 mg/L per ogni analita della corsa in routine.

	prestazioni richieste	Cloruro	Nitrati	Solfati	Nitrito	Fosfato
Fattore di capacità k	0.5<k<12					
Piatti teorici N	N>3000					
Fattore di risoluzione R	R>1					
Fattore di asimmetria As	0<As<4					

Tabella prove analitiche

Range di Linearità				
Costruire rette di calibrazione nei range riportati al paragrafo 2.2.1 - Prova 2, con volume di iniezione non superiore a 200ul, 5 punti di				
Corsa per CLORITI - CLORATI - BROMATI - DCAA				
Elemento	Clorito	Clorato	Bromato	DCAA
RANGE ug/L	50-1000	50-1000	3-20	500-5000
R2>0.999				
Concentrazione std1 mg/l				
Concentrazione std2 mg/l				
Concentrazione std3 mg/l				
Concentrazione std4 mg/l				
Concentrazione std5 mg/l				

Corsa per SOLFITO - BROMURO - IODURO			
Elemento	Solfito	Bromuro	Ioduro
RANGE mg/L	0,1 - 5	0,1 - 10	0,1 - 10
R2>0.999			
Concentrazione std1 mg/l			
Concentrazione std2 mg/l			
Concentrazione std3 mg/l			
Concentrazione std4 mg/l			
Concentrazione std5 mg/l			

Prestazioni cromatografiche.			
Sui cromatogrammi degli std utilizzati per la calibrazione valutare sul picco del DCAA (surrogato): RDS% del tempo di ritenzione non superiore a 2% e PGF che deve essere compreso tra 0.8 e 1.15			
	Conc. DCAA µg/L	RDS% tempo di	PGF= (1.83*ampiezza
std di calibrazione 1			
std di calibrazione 2			
std di calibrazione 3			
std di calibrazione 4			
std di calibrazione 5			

Su campione di acqua potabile condottata o minerale contenente circa 300 µg/L di cloriti e 3 µg/L di bromati calcolare la			
Tipo ti matrice	Conc. clorito µg/L	Conc. bromato µg/L	Risoluzione picco
potabile/minerale			

Campione di acqua minerale con conducibilità > 180 µS/cm e concentrazione	S/N= signal to noise ratio come rapporto del segnale, inteso come altezza
---	---

Tabella prove analitiche

	conducibilità $\mu\text{S/cm}$	Conc. bromato $\mu\text{g/L}$	Conc. clorito $\mu\text{g/L}$	S/N bromato
acqua minerale				

Iniettare in doppio un campione di acqua minerali di conducibilità > 180 $\mu\text{S/cm}$ contenente 100 $\mu\text{g/L}$ di clorito e clorato e 10 $\mu\text{g/L}$ di bromato: verificare				
	conducibilità $\mu\text{S/cm}$	Conc. bromato $\mu\text{g/L}$	Conc. clorito $\mu\text{g/L}$	Conc. clorato $\mu\text{g/L}$
acqua minerale - iniezione 1				
acqua minerale - iniezione 2				
Ripetibilità r (Conc.1 - Conc.2)				

Ripetibilità e precisione calcolati su 12 ripetizioni						
Analiti	Cloriti	Clorati	Bromati	Solfito	Bromuro	Ioduro
LOQ ($\mu\text{g/L}$)	50	50	3	100	100	100
replica 1 $\mu\text{g/L}$						
replica 2 $\mu\text{g/L}$						
replica 3 $\mu\text{g/L}$						
replica 4 $\mu\text{g/L}$						
replica 5 $\mu\text{g/L}$						
replica 6 $\mu\text{g/L}$						
replica 7 $\mu\text{g/L}$						
replica 8 $\mu\text{g/L}$						
replica 9 $\mu\text{g/L}$						
replica 10 $\mu\text{g/L}$						
replica 11 $\mu\text{g/L}$						
replica 12 $\mu\text{g/L}$						
Valore Media $\mu\text{g/L}$						
CV%						
CV% Richiesto	2	3	7	5	5	5
Recupero %						
Recupero % Richiesto	75-125%	75-125%	75-125%	75-125%	75-125%	75-125%

Punto 5: calcolo MDL

TABLE 1C. CHROMATOGRAPHIC CONDITIONS AND MINIMUM DETECTION LIMITS IN REAGENT WATER FOR THE INORGANIC DISINFECTION BY-PRODUCTS USING AN ALTERNATE 4 mm AS9-14C COLUMN (PART B).

ANALYTE	PEAK #	RETENTION TIME (MIN.)	MDL DETERMINATION		
			Fort Conc. $\mu\text{g/L}$	number of Replicates	DI MDL $\mu\text{g/L}$
Chlorite	1	4.43	2.00	7	1.44
Bromate	2	5.10	2.00	7	1.32

Tabella prove analitiche

Surrogate:	4	8.82			
DCA					
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 Na ₂ CO ₃
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

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

Tabella prove analitiche

Range di linearità.	
Costruire rette di calibrazione nei range riportati al paragrafo 2.2.2 - Prova 3, con volume di iniezione non superiore a 250ul, 5 punti di calibrazione e 2 repliche per punto. Riportare R2 con almeno 3 cifre decimali.	
Elemento	Cr VI
Range ug/L	0.2-100
R2>0.999	
Concentrazione std1 ug/l	
Concentrazione std2 ug/l	
Concentrazione std3 ug/l	
Concentrazione std4 ug/l	
Concentrazione std5 ug/l	

Ripetibilità e precisione	
Riportare 10 repliche al limite di quantificazione per ogni analita, effettuate su un campione di acqua milliQ fortificata	
Analiti	Cr VI
Concentrazione ug/l	5
replica 1 ug/l	
replica 2 ug/l	
replica 3 ug/l	
replica 4 ug/l	
replica 5 ug/l	
replica 6 ug/l	
replica 7 ug/l	
replica 8 ug/l	
replica 9 ug/l	
replica 10 ug/l	
Valore Media ug/l	
CV%	

Tabella prove analitiche

CV% Richiesto	< 10
---------------	------