

1. PRZYGOTOWANIE PRÓB KORYGUJĄCYCH

Przedstawione poniżej informacje dotyczą wyłącznie wykonywania oznaczeń za pomocą odczynników NANOCOLOR[®] zgodnie z dołączonymi do nich metodykami.

Fotometryczna analiza próbek zabarwionych lub mętnych wymaga wykonania pomiaru próby korygującej, w celu skompensowania wpływu tych czynników na wynik pomiaru. Naturalna barwa i mętność próby powodują pochłanianie i rozproszenie światła przechodzącego przez próbę i w efekcie wzrost wartości ekstynkcji. Procedura przygotowania próby korygującej jest inna dla każdej z metod.

Zwykle nie wystarczy wykonanie pomiaru ekstynkcji próby badanej bez odczynników i odjęcie go od wyniku oznaczenia. W wielu przypadkach dodanie odczynników ma również wpływ na zmianę barwy własnej i mętności próby. Przygotowując próbę korygującą należy wziąć pod uwagę rozcieńczenie próby, dodatek odczynników zmieniających pH i potencjał redox. Nie dodaje się tylko odczynnika wywołującego reakcję barwną, która jest podstawą pomiaru.

Po wykonaniu pomiaru zgodnie z oryginalną procedurą należy wybrać funkcję:



Fotometr zażąda wstawienia kuwety z próbką korygującą. Skorygowany wynik pomiaru zostanie wyświetlony i jeżeli włączona jest funkcja „Pamięć” - zapamiętany.

Podstawowy sposób postępowania:

- wykonać pomiar próby badanej wg oryginalnej procedury – wartość A
- wykonać pomiar próby korygującej względem wody destylowanej – wartość B
- wynik oznaczenia = A – B (wyjątek: punkt 1.3)

Uwaga !

Dla metod opartych na reakcji odbarwiania wynik oznaczenia = A + B

Uwaga !

Odejmowane od siebie wyniki **muszą** być wyrażone w jednakowych jednostkach i wymiarach (np. mg/l N; mg/l NH₄; mmol/m³; E).

Jeśli dla określonej matrycy próbki okaże się, że wartość próby korygującej nie ma wpływu na wynik, to można zrezygnować z przygotowywania prób korygujących. Jest to jednak zawsze indywidualna decyzja, która może być podjęta jedynie na podstawie wyników własnych badań analitycznych.

1.1. ... DLA METOD PROBÓWKOWYCH

Pomiar próby korygującej należy wykonać stosując jako zero wodę destylowaną (wyjątek: metody 0-64 / 0-66).

Metoda	Próba korygująca (wartość B)
0-03, 0-04, 0-05, 0-06, 0-08 Amoniak 3 – 200	Postępować zgodnie z instrukcją dla odpowiednią metody ale nie dodawać odczynnika NANOFIX R2 , zamknąć, wymieszać.
0-07 AOX 3	Prawie wszystkie zabarwienia i zmętnienia są usuwane w procesie mineralizacji i nie przeszkadzają w oznaczeniu. Dla prób, które po zmineralizowaniu pozostają barwne lub mętne korekta nie jest możliwa.
0-09 Ołów 5	Oryginalna procedura wymaga pomiaru indywidualnych prób ślepych.
0-14 Kadm 2	Pustą probówkę napełnić 4.0 ml próby badanej, dodać 0.2 ml odczynnika R2, zamknąć, wymieszać.
0-15 Twardość węglanowa 15	Do probówki z odczynnikiem dodać 4,0 ml próby badanej, zamknąć, wymieszać.
0-17 Chlor/Ozon 2 0-18 Dwutlen. chloru 5	Pustą probówkę napełnić 4.0 ml próby badanej.
0-19 Chlorki 200	Do probówki z odczynnikiem dodać 1.0 ml próby badanej i 1.0 ml wody destylowanej, zamknąć, wymieszać.
0-21 Chlorki 50	Do probówki z odczynnikiem dodać 4.0 ml próby badanej i 1.0 ml wody destylowanej, zamknąć, wymieszać.
0-24 Chromiany 5	Pustą probówkę napełnić 4.0 ml próby badanej + 0.2 ml odczynnika R2, zamknąć, wymieszać.
0-243 Chrom ogólny	Przygotować wg oryginalnej procedury do punktu b. Po schłodzeniu, pustą probówkę napełnić 4.0 ml próby badanej.
0-12, 0-22, 0-23, 0-26, 0-27, 0-28, 0-29, 0-33 ChZT 40 – 15000	Prawie wszystkie zabarwienia i zmętnienia są usuwane w procesie mineralizacji i nie przeszkadzają w oznaczeniu. Dla prób, które po zmineralizowaniu pozostają barwne lub mętne korekta nie jest możliwa.
0-31 Cyjanki 08	Przygotować wg oryginalnej procedury, zamiast odczynnika R3 dodać 0.5 ml wody destylowanej.
0-32 Detergenty anionowe 4	Postępować zgodnie z instrukcją metody ale zamiast 0.5 ml R2 dodać 0.5 ml wody destylowanej.
0-34 Detergenty kationowe 4	Postępować zgodnie z instrukcją metody ale zamiast 0.5 ml R2 dodać 0.5 ml wody destylowanej.
0-35 DEHA 1	Do probówki z odczynnikiem dodać 4.0 ml próby badanej, zamknąć, wymieszać.
0-37 Żelazo 3	Pustą probówkę napełnić 4.0 ml próby badanej.
0-40 Fluorki 2	Korekta nie jest możliwa.
0-41 Formaldehyd 8	Do probówki z odczynnikiem dodać 2.0 ml próby badanej, zamknąć, wymieszać.
0-43 Twardość 20	Do probówki z odczynnikiem dodać 0.2 ml próby badanej, zamknąć, wymieszać.
0-45 Potas 50	Do probówki z odczynnikiem dodać 2.0 ml próby badanej, zamknąć, wymieszać.

Metoda	Próba korygująca (wartość B)
0-46 Formaldehyd 10	Pustą probówkę napełnić 2.0 ml wody destylowanej, dodać 2.0 ml próby badanej i 1.0 ml odczynnika R2, zamknąć, wymieszać.
0-47 Detergenty niejonowe 15	Korekta nie jest możliwa.
0-49 Srebro 3	Postępować zgodnie z instrukcją metody ale zamiast 0.5 ml R3 dodać 0.5 ml DMSO.
0-50 Kwasy organiczne 3000	Przygotować wg oryginalnej procedury, zamiast odczynnika R5 dodać 2.0 ml wody destylowanej.
0-52 Związki kompleksujące 10 Wynik oznacz. = A + B	Pustą probówkę napełnić 4.0 ml próby badanej, dodać 1.0 ml wody destylowanej, zamknąć, wymieszać.
0-54 Miedź 7	Pustą probówkę napełnić 4.0 ml próby badanej, dodać 0.4 ml wody destylowanej i 0.2 ml odczynnika R2, zamknąć, wymieszać.
0-56 Molibden 40	Korekta nie jest możliwa.
0-57 KW 300	Korekta jest uwzględniona w standardowej procedurze
0-58 Mangan 10	Pustą probówkę napełnić 4.0 ml próby badanej, dodać 0.5 ml wody destylowanej i 0.5 ml odczynnika R2, wymieszać. Dodać 1 miarkę odczynnika R3, zamknąć i energicznie wstrząsnąć.
0-61 Nikiel 7	Przygotować wg oryginalnej procedury, zamiast odczynnika R2 dodać 1.0 ml NaOH 14%.
0-64, 0-65 Azotany 8 – 50	Do probówki z odczynnikiem dodać 0.5 ml próby badanej i 0.5 ml 2-propanolu, zamknąć, wymieszać. <u>Zero dla próby korygującej:</u> Do probówki z odczynnikiem dodać 0.5 ml wody destylowanej i 0.5 ml 2-propanolu, zamknąć, wymieszać.
0-66 Azotany 250	Do probówki z odczynnikiem dodać 0.2 ml próby badanej i 0.5 ml 2-propanolu, zamknąć, wymieszać. <u>Zero dla próby korygującej:</u> Do probówki z odczynnikiem dodać 0.2 ml wody destylowanej i 0.5 ml 2-propanolu, zamknąć, wymieszać.
0-68 Azotyny 2	Pustą probówkę napełnić 4.0 ml próby badanej, dodać 0.2 ml odczynnika R2, zamknąć, wymieszać.
0-69 Azotyny 4	Do probówki z odczynnikiem dodać 4.0 ml próby badanej, zamknąć, wymieszać.
0-70 WWO 200	Przygotować wg oryginalnej procedury, zamiast odczynnika R2 dodać 1.0 ml wody destylowanej.
0-72 pH 6,5 - 8,2	Oryginalna procedura wymaga pomiaru indywidualnych prób ślepych.
0-73 Siarczki 3	Pustą probówkę napełnić 0.5 ml kwasu siarkowego 50%, dodać 1 płaską łyżeczkę R2 i 4.0 ml próby badanej, zamknąć, zakołysać. Dodać 200 µl R3, zamknąć i wymieszać.
0-74 Indeks fenolowy 5	Przygotować wg oryginalnej procedury, nie dodawać odczynnika NANOFIX R2 , zamknąć, wymieszać.
0-55, 0-76, 0-80, 0-81 Fosfor ogólny i ortofosforany 1-45	Przygotować wg oryginalnej procedury, zamiast odczynnika R4 dodać 0.2 ml wody destylowanej, zamknąć, wymieszać.

Metoda	Próba korygująca (wartość B)
0-79 Fosfor ogólny i ortofosforany 50	Przygotować wg oryginalnej procedury, zamiast odczynnika R3 dodać 1.0 ml 20% kwasu siarkowego, zamknąć, wymieszać.
0-82 Tlen 12 8-22, 8-25 BZT ₅	Oryginalna procedura wymaga pomiaru indywidualnych prób ślepych.
0-83, 0-88 Azot ogólny 22 / 220	Prawie wszystkie zabarwienia i zmętnienia są usuwane w procesie mineralizacji i nie przeszkadzają w oznaczeniu. Dla prób, które po zmineralizowaniu pozostają barwne należy przygotować próbę korygującą tak jak dla metody 0-64.
0-84 Twardość reszkowa 1	Do próbki z odczynnikiem dodać 5.0 ml próby badanej, zamknąć, wymieszać.
0-85 Skrobia 100	Korekta nie jest możliwa.
0-86 Siarczany 200 0-87 Siarczany 1000	Oryginalna procedura wymaga pomiaru indywidualnych prób ślepych.
0-89 Siarczyny 10	Do próbki z odczynnikiem dodać 4.0 ml próby badanej i 0.2 ml wody destylowanej, zamknąć, wymieszać.
0-90 Siarczyny 100 Wynik oznacz. = A + B	Pustą probówkę napełnić 0.2 ml odczynnika R2, 4.0 ml próby badanej i 1.0 ml wody destylowanej, zamknąć, wymieszać.
0-91 Tiocyjaniany 50	Pustą probówkę napełnić 4.0 ml próby badanej.
0-93, 0-94, 0-99 OWO 25 – 600	Oryginalna procedura wymaga pomiaru indywidualnych prób ślepych.
0-96 Cynk 4	Pustą probówkę napełnić 4.0 ml próby badanej i 0.2 ml odczynnika R2, zamknąć, wymieszać.
0-97 Cyna 3	Przygotować wg oryginalnej procedury, zamiast odczynnika R4 dodać 1.0 ml etanolu.
0-98 Aluminium 07	Przygotować wg oryginalnej procedury, zamiast odczynnika R3 dodać 0.5 ml wody destylowanej.
8-71 Nadtlenki 2	Pustą probówkę napełnić 4.0 ml próby badanej.

1.2. ... DLA METOD STANDARDOWYCH Z PRÓBĄ ŚLEPĄ ODCZYNNIKOWĄ

Dla metod opisanych w poniższej tabeli oryginalna procedura wymaga przygotowania próby ślepej odczynnikowej tzn. wody destylowanej z odczynnikami. Do przygotowania próby korygującej niezbędna jest dodatkowa kolba miarowa o pojemności 25 ml. Pomiar próby korygującej należy wykonać względem wody destylowanej jako zera.

Jeśli ze względu na wysokie stężenie badanej substancji pobieramy do badania zmniejszona objętość roztworu (stosujemy rozcieńczenie), do przygotowania próby korygującej musimy użyć próby badanej rozcieńczonej w tym samym stosunku.

Metoda	Skład próby korygującej (wartość B)
1-02 Aluminium	20 ml próby badanej; 0.2 ml odczynnika R1, wymieszać; dodać 1 miarkę odczynnika R2, wymieszać; dodać 2 ml odczynnika R4, wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.
1-05 Amoniak	20 ml próby badanej; 1 ml odczynnika R1, wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.
1-20 Chlor	20 ml próby badanej; 2 ml odczynnika R1, wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.
1-42 Fluorki	Korekta nie jest możliwa.
1-44 Hydrazyna	20 ml próby badanej; 2 ml odczynnika R1, wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.
1-51 Kobalt	20 ml próby badanej; 1 ml odczynnika R1, wymieszać; dodać 1 ml R3, wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.
1-63 Azotany Z	20 ml próby badanej; 1 ml odczynnika R1, wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.
1-65 Azotany	4.0 ml odczynnika R1, 0.5 ml próby badanej, 0.5 ml 2-propanolu, wymieszać. <u>Zero dla próby korygującej:</u> 4.0 ml odczynnika R1, 0.5 ml wody dest., 0.5 ml 2-propanolu, wymieszać.
1-67 Azotyny	20 ml próby badanej; 2 ml odczynnika R1, wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.
1-75 Fenol	20 ml próby badanej; 1 ml odczynnika R3, wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.
1-77 Fosforany	20 ml próby badanej; 1 ml mieszaniny 80 ml wody destylowanej i 20 ml 96% kwasu siarkowego, wymieszać; dodać 1 ml odczynnika R2, wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.
1-78 Fosforany	20 ml próby badanej; 1.5 ml odczynnika R1 , wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.
1-95 Cynk	20 ml próby badanej; 1 ml odczynnika R1, wymieszać; dodać 1 ml DMSO, wymieszać; dodać 1 ml odczynnika R3, wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.

1.3. ... DLA METOD STANDARDOWYCH Z PRÓBĄ BADANĄ JAKO PRÓBĄ ŚLEPĄ

Dla metod opisanych poniżej oryginalna procedura wymaga pomiaru indywidualnych prób ślepych. Dla prób mętnych lub barwnych należy je przygotować, zgodnie z opisem zamieszczonym w tabeli, w kolbach miarowych o pojemności 25 ml.

Jeśli ze względu na wysokie stężenie badanej substancji pobieramy do badania zmniejszona objętość roztworu (stosujemy rozcieńczenie), do przygotowania próby korygującej musimy użyć próby badanej rozcieńczonej w tym samym stosunku.

Metoda	Skład próby korygującej (wartość B)
1-16 Chlor	
Chlor wolny	20 ml próby badanej; 1 ml odczynnika R1, wymieszać, uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.
Chlor ogólny	20 ml próby badanej; 1 ml odczynnika R1, wymieszać; dodać 5 kropli odczynnika R3, wymieszać, uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać
1-25 Chromiany	2.0 ml odczynnika R2; 20 ml próby badanej, wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.
1-30 Cyjanki	20 ml próby badanej; 1 miarka odczynnika R1, rozpuścić; 2 ml odczynnika R3, wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać..
1-36 Żelazo	20 ml próby badanej; 1 ml odczynnika R1, wymieszać; dodać 1 miarkę odczynnika R2, wymieszać, dodać 1 ml odczynnika R3, wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.
1-48/1-48 ₃ Krzemionka	20 ml próby badanej; 1 ml mieszaniny 5 ml 96% kwasu siarkowego i 100 ml wody destylowanej, wymieszać, dodać 1 ml odczynnika R2, wymieszać; dodać 1 ml odczynnika R3, wymieszać, uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.
1-53 Miedź	20 ml próby badanej; 2 ml R1, wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.
1-60 Mangan	20 ml próby badanej; 1 ml odczynnika R2, wymieszać; dodać 1 ml odczynnika R3, wymieszać, uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.
1-62 Nikiel	20 ml próby badanej; 1 ml odczynnika R1; 1 ml odczynnika R2, wymieszać, dodać 1 ml odczynnika R3, wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać. <u>Wskazówka:</u> żółte zabarwienie, które pojawia się po dodaniu odczynnika R2 musi zniknąć po dodaniu odczynnika R3.
1-88 Siarczyny	20 ml próby badanej; 1 ml mieszaniny 60 ml wody destylowanej i 40 ml 96% kwasu siarkowego, wymieszać; uzupełnić do kreski wodą destylowaną, wymieszać.