

❖ Numunenin Alınması ve Hazırlanması

- Numuneyi bekletmeden analiz ediniz.
- Hemen analiz edilmediği takdirde % 65 lik nitrik asitten Lt başına 1 mL ilave ediniz.
- Numunenin başlangıç pH değeri 1 ila 10 arasında olmalıdır.
- 4 mg/ L den fazla Fe içeren numunelere seyreltme uygulanmalıdır.
- Bulanık numuneleri süzünüz.

❖ Prosedür

5 ml. numune pipetle test hücre sine alınınız.

Fe-1 reaktifinden 1 adet tüpe ilave edilip, kapak sıkıca kapatılarak karıştırınız. Reaksiyon süresi olarak 3 dakika bekletiniz.

İlgili programda sonucu okuyunuz.

❖ Uygulamalar

İçme ve Yüzey suları; deniz suyu, Evsel ve endüstriyel atık sular, gıda, yeraltı suları

❖ Metot

Askorbik asitle indirgenmesi ile tüm demir iyonları Fe(II) iyonlarına çevrilir. Tiyoglikolat ile tamponlu bir ortamda, Fe(II) iyonları triazin türevi ile fotometrik olarak tayin edilen kırımızı-mor bir kompleks oluşturmak üzere reaksiyon verir.

❖ Analitik Kalite Güvencesi

Fotometrik ölçüm sistemini ve çalışma yöntemini kontrol etmek için (test reaktifleri, ölçüm cihazı, metodun uygulanması), standart Demir çözeltisi kullanılabilir.

S.B İnsani Tüketim Amaçlı Sular Hakkında Yönetmelik ve 98/83/EC sayılı Konsey Direktifine göre istenen metod performans değerleri parametrik limit değer olan 200 µg/L Fe seviyesinde aşağıdaki gibidir:

Metot Performansı (Parametrik değerin % si) olarak	Değer µg/L Fe
Gerçeklik (trueness) (% 10)	± 20
Tekrarlanabilirlik standart sapması	± 10
Tespit Limiti	20
Ölçüm belirsizliği (k=2) (% 30)	± 60

Yaklaşık 20 sonucun ortalaması (200 µg/L Fe) civarında olan Nitrik asitle korunmuş ihtiyaç halinde spike yöntemiyle elde edilen gerçek numune ortamının, laboratuvar şartlarında elde edilen tekrarlanabilirlik değeri kullanılarak Kalite kontrol kartıyla izlenmesi tavsiye edilir.

❖ Diğer Uygulama Seçenekleri:

Bu kit her marka fotometrede üç farklı şekilde kullanılabilir.

- 1) Doğrudan Abs. Okuyarak
- 2) Laboratuvar şartlarında Metot validasyonu ile

Seçeneklere ait açıklamalar:

1) **Doğrudan Abs okuyarak**

Numunenizin mg/L Fe değerini, cihazınızın 565 nm dalga boyunda Absorbans değerini okuyarak $C = k \times Abs$. Formülü ile bulabilirsiniz. Formül terimleri: C: mg/L Fe; k: Kalibrasyon faktörü; Abs: İlgili dalga boyunda şahite karşı sıfırlanmış cihazınızdan okunan Absorbans değeridir.

2) **Metot Validasyonu ile**

Matriks kitlerini kendi laboratuvar şartlarınıza özel kalibrasyonu ve ISO 8466-1 e göre hesaplayacağınız metod performans verileriyle kullanabilirsiniz. Ayrıntılı bilgi için uygulama dokümanı talep edebilirsiniz.

❖ Metodun Karakteristik Verileri

Referans bir spektrofotometrede yapılan çalışmada, ISO 8466-1 e göre aşağıdaki metod performans verileri elde edilmiştir.

Metodun std. Sapması (mg/L Fe)	± 0.021
Metodun varyasyon katsayısı (% CV)	1
Güven aralığı (mg/L Fe)	± 0,07
Hassasiyet (mg/L Fe) / (0,010 Abs)	0,016

❖ Girişimler:

Aşağıdaki mg/L seviyeleri alt girişim sınırlarıdır.

Al ⁺³ 1000	SO ₃ ⁻² 1000	Mn ⁺² 1000
S ⁻² 1000	NO ₂ 100	NH ₄ ⁺ 1000
F ⁻ 1000	Cr ⁺³ 100	PO ₄ ⁻³ 1000
Cu ⁺² 5	Cr ₂ O ₇ ⁻ 50	Pb ⁺² 10
Mg ⁺² 1000	Ni ⁺² 10	Cd ⁺² 1000
Ca ⁺² 1000	NaNO ₃ % 20	CO ₃ ⁻² 1000
Zn ⁺² 1000	NaCl % 20	NaSO ₄ % 20

