

❖ Genel Bilgiler

Amonyak; azot ve hidrojen içeren, inorganik çözülmüş azot formunda bir bitki besin maddesidir ve azotun indirgenmiş hali olarak, çözülmüş oksijenin yeterli olmadığı su ortamlarında bulunur. Amonyak, çözülmüş oksijen varlığında, bakteriler tarafından, okside olup, NO₂ ve NO₃ formlarına çevrilerek, bitkilerce kullanılabilir hale gelir. Bitkisel ve hayvansal maddelerin bozunmasıyla amonyak açığa çıkarak sulu ortamlara veya su kaynaklarına geçer.

Amonyum, aynı zamanda, en önemli su kirliliği kontrol parametrelerinden biridir. Serbest amonyak (NH₃) ; balık ve sudaki hayat sisteminde, üreme ve büyümenin düşmesine, ölümlere yol açar. Yüksek pH ve sıcaklık değerleri, amonyak toksisitesini artırır.

Gübreler, insan ve hayvan atıkları, endüstriyel atıklar, temel amonyum kirlilik kaynaklarıdır.

Serbest amonyak değeri; suyun pH ve sıcaklık değerine bağlı olarak, toplam amonyum değerinin belli bir oranıdır.

❖ Numunenin Alınması ve Hazırlanması

- Numune bekletmeden analiz ediniz.
- Küvet tipine göre ölçüm üst sınırından daha fazla amonyum içeren sular seyreltilmeli veya uygun aralıktaki kit ile çalışılmalıdır.
- Numunenin başlangıç pH değeri 4 ila 13 arasında olmalıdır. Gerekirse 1M NaOH veya Sülfürik asit ile ayarlama yapınız.
- Bulanık numuneleri süzünüz.
- Numune sıcaklığı: 20-30 °C aralığında olmalıdır.

❖ Prosedür

5 mL numune pipetle boş bir test tüpüne alınır.

1 mL R1 reaktifi, pipetle ilave edilir.

1 adet toz reaktif tüpe ilave edilip, kapak sıkıca kapatılarak **hemen karıştırılır**.

Reaksiyon süresi olarak **15 dakika beklenir**.

Test tüpü içeriği okumanın yapılacağı fotometre küvetine aktarılır.

Uygulama seçenekleri bölümünde gösterilen yöntemlerden biri tercih edilerek **690 nm dalga boyunda okuma yapılır**.

❖ Uygulamalar

İçme ve Yüzey suları; Evsel ve endüstriyel atık sular

❖ Metot

Amonyum azotu (NH₄⁺), ortam pH sına bağlı olarak kısmen amonyum iyonu, kısmen de amonyak formunda bulunur. Aşırı alkali ortamda amonyum azotu, hipoklorit iyonlarıyla monokloramin oluşturmak üzere reaksiyona giren amonyak

formunda bulunur. Amonyum azotu, mavi indofenol bileşiği üzerinden fotometrik olarak tayin edilir.

Test sonucundaki amonyum azotu ifadesi; amonyum iyonları ve çözülmüş amonyaktan gelen amonyum azotunu ifade eder. Metot; ISO 7150/1 ve EPA 350.1 e eşdeğerdir.

❖ Analitik Kalite Güvencesi

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

(1 mg/L NH₄⁺) Standard değeri kullanılarak set edilmesi tavsiye edilen Kalite kontrol kartı, alt ve üst kontrol limit değerleri (0,9-1,1 mg/L NH₄⁺) dir.

❖ Uygulama Seçenekleri:

Bu kit her marka fotometrede üç farklı şekilde kullanılabilir.

- 1) Doğrudan Abs. Okuyarak
- 2) Program uyumlu cihazlarla
- 3) Laboratuvar şartlarında Metot validasyonu ile

Seçeneklere ait açıklamalar:

1) Doğrudan Abs okuyarak

Numunenizin mg/L NH₄⁺ değerini, cihazınızın 690 nm dalga boyunda Absorbans değerini okuyarak **C = k x Abs**. Formülü ile bulabilirsiniz. Formül terimleri: **C**: mg/L NH₄⁺; **k**: Kalibrasyon faktörü; **Abs**: İlgili dalga boyunda şahite karşı sıfırlandığında cihazınızdan okunan Absorbans değeridir. Örneğin: 10 mm küvet ile, cihazınızın 690 nm. de şahide karşı absorbansı 0,520 olsun; kite ait varsayılan **k** değeri, 10 mm küvetler için 1.58 olduğundan, mg/L NH₄⁺ değeriniz **C = 1,58 x 0,520 = 0,82 mg/L NH₄⁺** olur. (En doğru değerler için, kutu etiketinde verilen CF faktörü ile tabloda belli bir küvet tipi için verilen **k** değerini ile çarparak lot spesifik **k** faktörünü bulabilirsiniz).

2) Program Uyumlu Cihazlarla

Merck ve WTW cihazlarının (54) nolu metodu seçilerek kullanıldığında, mg/L NH₄⁺ değeri doğrudan cihazdan okunur.

Test kiti lotları ile program uyumu arasındaki fark \pm % 3 toleransa sahip olduğundan, en doğru değerler için, üreticilerin Lot sertifika değerlerini dikkate almanız ve cihazınızdan elde ettiğiniz sonuçları lot spesifik düzeltme faktörü ile çarpmanız önerilir. Örnek; Matriks Kit kutusu üzerinde verilen, Lot spesifik kalibrasyon faktörü CF:1,01; cihazdan elde edilen sonuç 1,00 mg/L NH₄⁺ ise; gerçek sonucumuz 1,01 mg/L NH₄⁺ olur.

3) Metot Validasyonu ile

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

❖ Metodun Karakteristik Verileri

- Bağımsız Akredite bir laboratuvar çalışmasında bir analizci 1,29 mg/L NH₄⁺ değerinde standart sapma değerini $\pm 0,01$ mg/L NH₄⁺ olarak bulmuştur. (Ayrıntılı bilgi: www.matrikskimya.com)
- Referans bir spektrofotometrede yapılan çalışmada, ISO 8466-1 e göre aşağıdaki metot performans verileri elde edilmiştir.

Metodun std. Sapması (mg/L NH ₄ ⁺)	± 0.021
Metodun varyasyon katsayısı (% CV)	1.6
Güven aralığı (mg/L NH ₄ ⁺)	$\pm 0,05$
Bir ölçüm değerinin max. sapması (mg/L)	$\pm 0,08$
Hassasiyet (mg/L NH ₄ ⁺) / (0,010 Abs)	0,012

❖ Notlar :

- Asgari kontrol periyotları ve kontrol limit değerleri EPA 350.1 den alınmıştır.
- Tüm test kitlerinin Lot spesifik kalibrasyon değerlerinin farklı olabileceğine dikkat ediniz.
- NH₄⁺ sonucunu NH₄-N a çevirmek için **0,78** faktörü ile çarpılır.
- NH₄-N sonucunu NH₄⁺ a çevirmek için **1,29** faktörü ile çarpılır.
- Hatalı ambalaj uyarısı:** Reaktif tüpleri berrak ile hafif renklilik arasında bulunurlar. Kutularda, nadiren rengi kahve tonlarında koyulaşmış olan tüpe rastlanılabilir. Bu durumda sadece o tüpü kullanmayınız. Satıcı firmayı bilgilendiğinizde değişim yapılacaktır.

❖ Küvet tiplerine göre ölçüm bilgileri ve kalibrasyon faktörleri

Küvet tipi	Ölçüm Aralığı	k faktörü	
		NH ₄ ⁺	NH ₄ ⁺ -N
10 mm	0,06–3,86 mg/L NH₄⁺ (0,05-3,00 NH ₄ ⁺ -N)	1.58	1.23
20 mm	0,04–1,93 mg/L NH₄⁺ (0,03-1,50 NH ₄ ⁺ -N)	0.792	0.615
50 mm	0,013–0,644 mg/L NH₄⁺ (0,010-0,50 NH ₄ ⁺ -N)	0.316	0.246
1 inch	0,03–1,51/ mg/L NH₄⁺ (0,03-1,17 NH ₄ ⁺ -N)	0.62	0.48

❖ Bazı cihaz modelleri için ilave bilgiler:

- Nova, Pharo ve WTW modellerinde doğrudan ilgili programlarda şahitsiz okuma yapılır. İlgili cihazlar için uygun program numarası 54 dür.
- Cecil, Aquamate cihazlarında, ilgili program numarası seçildikten sonra şahit ile sıfırlama yapıldıktan sonra okuma yapılır. İlgili cihazlar için uygun program numarası 14752 nolu kite ait olmalıdır.
- DR 2000 ve 2010 cihazlarında , maksimum ölçülebilir Absorbans değeri ± 2 Abs olması sebebiyle, üst sınır % 20 daha düşük olarak uygulanır.Bu cihazlarda inch tipi küvet

kullanımı tercih edildiğinde, 10 mL kare olanlarla kullanılması tavsiye edilir.

❖ Kalite Güvence Planı

Kalite Güvence Elemanı	Kontrol Limitleri	Önerilen Uygulama Periyodu
Metod Kalibrasyon Kontrolü	Referans değerden maksimum sapma \pm % 10 sapma.	Çalışma seansı başına 1 adet
Paraleller arası Sapma Kontrolü	% 95 güven aralığında rastgele hata limiti İki paralel analiz sonucu arasındaki mutlak fark Standard sapmanın 2,82 katından daha büyük olmamalıdır.*	<ul style="list-style-type: none"> Çalışma seansı başına 1 numuneye uygulanır. Yasal Limit kontrollerinde 0,4 mg/L den itibaren tüm sonuçlarda
Raporlama Limit Kontrolü	Ölçülebilir en küçük değer limiti Metot Tespit Limiti (MTL) = ± 3.14 Sr Metot Raporlama Limiti = ± 3 MTL	6 ayda 1 uygulanması önerilir.

Sr= Tekrarlanabilirlik standart sapması

* Örneğin Laboratuvarın elde ettiği Relatif Standard Sapma değeri % 3,1 olsun.Bu durumda iki paralel sonuç arası fark % 9 olur.İki paralel sonuç arasındaki fark kriteri sağlanmaz ise sonuçlar ancak 3 üncü bir paralelin kurala uyduğu gösterilmek suretiyle raporlanmalıdır.

❖ Girişimler:

Aşağıdaki mg/L seviyeleri alt girişim sınırlarıdır.

Ca ⁺² 250	SiO ₃ ⁻² 500	Mn ⁺² 5
S ⁻² 1	Aniline 10	Ni ⁺² 10
Mg ⁺² 25	Amino fenoller 5	Hg ⁺² 10
Fe ⁺³ 10	Sekonder aminler 2	Pb ⁺² 500
NO ₂ ⁻ 500	Primer aminler 0	Cd ⁺² 100
Cu ⁺² 10	Bulanıklık ve renk 500	CN ⁻ 10
F 500	Yüzey aktif ler 500	NO ₃ ⁻ 5,000
Zn ⁺² 10	SO ₄ ⁻² 6,000	PO ₄ ⁻³ 100
Al ⁺³ 500	NaCl 50,000	

İletişim:

Matriks Kimya LTD. KASTAMONU/TÜRKİYE

Tel: +90 366 215 26 00

www.matrikskimya.com - info@matrikskimya.com

