

❖ 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.
- 2 mg/L den 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 test tüpüne alınır.

0.6 mL R-1 reaktifi ilave edilip içerik karıştırılır.

1 doz R-2 reaktifi ilave edilip içerik tamamen çözününceye kadar karıştırılır.

15 dk. reaksiyon süresi beklenir.

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

S.B İnsani Tüketim Amaçlı Sular Hakkında Yönetmelik ve 98/83/EC sayılı Konsey Direktifine göre istenen metod performans değerleri parametrik limit değer olan 0,5 mg/L NH₄⁺ seviyesinde aşağıdaki gibidir:

| Metot Performansı (Parametrik değerin % si) olarak | Değer mg/L NH ₄ ⁺ |
|--|--|
| Gerçeklik (trueness) (% 10) | ± 0.05 |
| Tespit Limiti | 0.05 |
| Ölçüm belirsizliği (k=2) (% 40) | ± 0.2 |

Fotometrik ölçüm sistemini ve çalışma yöntemini kontrol etmek için (test reaktifleri, ölçüm cihazı, metodun uygulanması), 1 mg/L NH₄⁺ standart amonyum çözeltisi kullanılabilir.

Yaklaşık 20 sonucun ortalaması (0,5 mg/L NH₄⁺) civarında olan gerçek numune veya laboratuvar şartlarında spike yöntemiyle elde edilen gerçek numune ortamında elde edilen tekrarlanabilirlik değerinin Kalite kontrol kartıyla izlenmesi tavsiye edilir. Kalite kontrol numunesi; H₂SO₄ ile pH <2 şartlarında 4 °C de 1 ay süre ile muhafaza edilebilir.

❖ Uygulama Seçenekleri:

Bu kit her marka fotometrede üç farklı şekilde kullanılabilir.

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: kite ait test tüpü ile okuma yapıldığında, cihazınızın 690 nm. de şahide karşı absorbansı 0,520 olsun; kite ait varsayılan k değeri, 16 mm tüp test için 1.13 olduğundan, mg/L NH₄⁺ değeriniz C = 1,13 x 0,520 = 0,59 mg/L NH₄ olur.

2) Program Uyumlu Cihazlarla

Doğrudan cihazdan okunur.

3) 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

- Bağımsız 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 metod performans verileri elde edilmiştir.

| | |
|---|------------|
| Metodun std. Sapması (mg/L NH ₄ ⁺) | $\pm 0,03$ |
| Metodun varyasyon katsayısı (% CV) | 1.7 |
| Güven aralığı (mg/L NH ₄ ⁺) | $\pm 0,08$ |
| Hassasiyet (mg/L NH ₄ ⁺) / (0,010 Abs) | 0,012 |

❖ Notlar :

- Asgari kontrol periyotları ve kontrol limit değerleri EPA 350.1 den alınmıştır.
- Tüpteki okuma ortamı bulanıksa, hatalı yüksek değer okunur. Bu durumda tüp santrifüj muamelesi akabinde veya 0.45µm şırınga filtreden süzülerek berrak hale geldikten sonra okunmalıdır.
- Numune ortamında amonyum yoksa yeşil renk oluşmaz.
- 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.

❖ 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 |

❖ 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 ölçülebilen 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 | Uygulama Periyodu |
|--------------------------------|--|--|
| Metod Kalibrasyon Kontrolü | Referans değerden maksimum sapma \pm % 10 sapma. | Çalışma seansı başına 1 adet |
| Paralellerarası Sapma Kontrolü | % 95 güven aralığında rastgele hata limiti İki paralel analiz sonucunun ortalamadan farkı % 4 den daha büyük olmamalıdır. | <ul style="list-style-type: none"> Çalışma seansı başına 1 numuneye uygulanır. Yasal Limit aşan tüm numunelere |
| Raporlama Limit Kontrolü | Ölçülebilen 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

❖ 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 | 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 | |

- Ürün Güvenlik Formuna, web sitesinden veya aşağıdaki kare kodda bulunan link üzerinden ulaşabilirsiniz.

Matriks Kimya Ltd.
KASTAMONU/TÜRKİYE
www.matrikskimya.com

