

### ❖ Genel Bilgiler

Nitrit; amonyumdan nitrata, azot çevriminde bir ara ürün olarak oluşur. Oksijen varlığında kolayca Nitrata yükseltgenebilir veya indirgeyicilerin etkisiyle azot gazına indirgenebilir stabil olmayan bir formdur. Aynı zamanda bitkiler için bir besin kaynağıdır. Normalde yüzey sularında 0.01 mg/L dan daha düşük seviyelerde bulunur.

Endüstriyel atıklar ve tarımsal aktiviteler temel bulaşma kaynaklarıdır. Gıda kalıntılarının suda mikrobiyal aktiviteler neticesi parçalanmasıyla oluşabilir.

İçme sularında izin verilen maksimum Nitrit seviyesi 0,5 mg/L dir.

### ❖ Numunenin Alınması ve Hazırlanması

- Numune bekletmeden analiz ediniz.
- 2.3 mg/L den fazla Nitrit içeren sular seyreltilmeli veya uygun aralıktaki kit ile çalışılmalıdır.
- Numunenin başlangıç pH değeri 2 ila 10 arasında olmalıdır. Gerekirse 1M NaOH veya Sülfürik asit ile ayarlama yapınız.
- Bulanık numuneleri süzünüz.
- Numune sıcaklığı: 15-25 °C aralığında olmalıdır.

### ❖ Prosedür

**5 ml. numuneyi pipetle test tüpüne alınız.**

**Üzerine 0.5 mL R-1 reaktifi ilave ediniz.**

**Test tüp kapağını sıkıca kapatılıp, içeriği çözünene kadar karıştırınız.**

**Reaksiyon süresi olarak 10 dakika bekleyiniz.**

**Uygulama seçenekleri bölümünde gösterilen yöntemlerden biri tercih edilerek okuma yapılır.**

### ❖ Uygulamalar

İçme ve Yüzey suları; deniz suyu, evsel ve endüstriyel atık sular, uygun numune hazırlama işleminden sonra gıda ve toprak numuneleri

### ❖ Metot

Asidik solusyonda nitrit iyonları sulfonilik asit ile diazonyum tuzu oluşturmak üzere reaksiyona girer. Bu da N-(1-naftil) etilendiamin dihidroklorürle reaksiyona girerek kırmızı –menekşe azo boyası oluşur.

Metod EPA 354.1 ve EN 26 777 ye eşdeğerdir.

ISO 17381 Su kalitesi-kullanıma hazır test kit metotlarının su analizlerinde seçimi ve uygulanması standardına göre kantitatif fotometrik küvet/tüp test metodu kategorisindedir.

Metod ISO 17381 standardına uygun olarak, Analitik kalite güvencesi bölümünde tanımlı analitik performans ile içme suları ve atıksulardaki Nitrit seviyelerinin yasal limite uygunluğunun kontrol analizlerinde kullanılır. Ölçüm kısmı için, test kiti yanında ihtiyaç duyulan temel Laboratuvar cihaz ve aparatları:

fotometre/spektrofotometre cihazı ve 5 mL hacim transferi için tercihan tek kullanımlık veya iyi temizlenmiş cam pipettir.

### ❖ Analitik Kalite Güvencesi

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

(1 mg/L NO<sub>2</sub><sup>-</sup>) Standard değeri kullanılarak set edilmesi tavsiye edilen Kalite kontrol kartı, alt ve üst kontrol limit değerleri (0,9-1,1 mg/L NO<sub>2</sub><sup>-</sup>) 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

Numunenin mg/L NO<sub>2</sub><sup>-</sup> değerini, cihazınızın **525 nm** dalga boyunda, cihazınızı safsu ile sıfırladıktan sonra, Absorbans değerini okuyarak **C = k x Abs.** Formülü ile bulabilirsiniz. Formül terimleri: **C:** mg/L NO<sub>2</sub><sup>-</sup> **k:** Kalibrasyon faktörü; **Abs:** İlgili dalga boyunda safsuya karşı sıfırlandığında cihazınızdan okunan Absorbans değeridir. Örneğin: kite ait test tüpü ile okuma yapıldığında, cihazınızın **525 nm.** de şahide karşı absorbansı 0,520 olsun; kite ait varsayılan k değeri, 16 mm tüp test için 0.9 olduğundan, mg/L NO<sub>2</sub><sup>-</sup> değeriniz **C = 0,9 x 0,520 = 0,47 mg/L NO<sub>2</sub><sup>-</sup>** 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 kitlerine programlı cihazların **(35)** nolu metodu veya 14547 katalog nolu kitine ait programı seçilerek kullanıldığında, mg/L NO<sub>2</sub><sup>-</sup> 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 NO<sub>2</sub><sup>-</sup> ise; gerçek sonucumuz 1,01 mg/L NO<sub>2</sub><sup>-</sup> 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

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

Metodun std. Sapması (mg/L NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> )	± 0.003
Metodun varyasyon katsayısı (% CV)	0.9
Güven aralığı (mg/L NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> )	± 0,009
Hassasiyet (mg/L NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> ) / (0,010 Abs)	0,003

#### ❖ Notlar:

- Tüm test kitlerinin Lot spesifik kalibrasyon değerlerinin farklı olabileceğine dikkat ediniz.
- NO<sub>2</sub><sup>-</sup> sonucunu NO<sub>2</sub>-N a çevirmek için **0,3** faktörü ile çarpılır.
- NO<sub>2</sub>-N sonucunu NO<sub>2</sub><sup>-</sup> a çevirmek için **3,29** faktörü ile çarpılır.

#### ❖ Küvet tiplerine göre ölçüm bilgileri ve kalibrasyon faktörleri

Küvet tipi	Ölçüm Aralığı	k faktörü	
		NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	NO <sub>2</sub> -N
<b>16 mm Kit Test tüpü</b>	<b>0,03–2,30 mg/L NO<sub>2</sub><sup>-</sup></b> (0,01-0,70 NO <sub>2</sub> <sup>+</sup> -N)	<b>0.90</b>	<b>0,274</b>
<b>10 mm</b>	<b>0,04–3,10 mg/L NO<sub>2</sub><sup>-</sup></b> (0,02-0,95 NO <sub>2</sub> <sup>+</sup> -N)	<b>1.22</b>	<b>0.37</b>

#### ❖ Bazı cihaz modelleri için ilave bilgiler:

- Nova, Pharo ve WTW modellerinde doğrudan ilgili programlarda şahitsiz okuma yapılır. İlgili cihazlar için uygun program numarası 35 dir.
- Cecil, Aquamate cihazlarında, ilgili program numarası seçildikten sonra şahit ile sıfırlama yapıldıktan sonra okuma yapılır. İlgili cihazlar için uygun program numarası 14547 nolu kite ait olmalıdır.

#### ❖ Kalite Güvence Planı

Kalite Güvence Elemanı	Kontrol Limitleri	Uygulama Periyodu
<b>Metod Kalibrasyon Kontrolü</b>	<b>Referans değerden maksimum sapma</b> <b>+ % 10 sapma.</b>	Çalışma seansı başına 1 adet
<b>Paralellerarası Sapma Kontrolü</b>	<b>% 95 güven aralığında rastgele hata limiti</b> İki paralel analiz sonucunun ortalamadan farkı % 4 den daha büyük olmamalıdır.	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Çalışma seansı başına 1 numuneye uygulanır.</li> <li>▪ Yasal Limit aşan tüm numunelere</li> </ul>
<b>Raporlama Limit Kontrolü</b>	<b>Ölçülebilir en küçük değer limiti</b> <b>Metot Tespit Limiti (MTL) = ± 3.14 Sr</b> <b>Metot Raporlama Limiti = ± 3 MTL</b>	6 ayda 1 uygulanması önerilir.

Sr= Tekrarlanabilirlik standart sapması

#### ❖ Girişimler:

Aşağıdaki mg/L seviyeleri alt girişim sınırlarıdır.

Ca <sup>+2</sup> 1000	SiO <sub>3</sub> <sup>-2</sup> 1000	Mn <sup>+2</sup> 1000
S <sup>-2</sup> 10	CO <sub>3</sub> <sup>-2</sup> 100	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 1000
Mg <sup>+2</sup> 1000	Cr <sup>+3</sup> 100	Hg <sup>+2</sup> 100
Fe <sup>+3</sup> 1	Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> <sup>-</sup> 1	Pb <sup>+2</sup> 1000
Ag <sup>+1</sup> 1	Sn <sup>+2</sup> 10	Cd <sup>+2</sup> 1000
Cu <sup>+2</sup> 100	NaNO <sub>3</sub> <sup>-</sup> % 20	CN <sup>-</sup> 1000
F <sup>-</sup> 100	NaCl % 20	PO <sub>4</sub> <sup>-3</sup> 1000
Zn <sup>+2</sup> 1000		

**İletişim: Matriks Kimya LTD. KASTAMONU/TÜRKİYE**

Tel: +90 366 215 26 00

[www.matrikskimya.com](http://www.matrikskimya.com)

[info@matrikskimya.com](mailto:info@matrikskimya.com)