

❖ Genel Bilgiler

Nitratlar, ekosistem içinde bulunan bir azot formudur. Nitratlar temel bir bitki besin kaynağı olmakla beraber, fazlası önemli su kalite problemlerine yol açabilmektedir. Fosforla birlikte aşırı miktarda bulunan nitratlar, ötrofikasyonu hızlandırarak sulara yaşayan; hayvan ve bitki türlerinde değişikliğe ve bitki popülasyonunda artmaya yol açmaktadır. Bu da sudaki çözünmüş oksijen miktarı, sıcaklık ve diğer göstergeleri etkilemektedir. Fazla miktarda bulunan nitratlar düşük çözünmüş oksijen seviyelerine yol açabilmekte ve yüksek seviyelerde (10 mg/L) sıcakkanlı hayvanlar için belirli şartlarda toksik etki yapabilmektedir. Yüzeysel sularda Nitratların tabii seviyesi tipik olarak 1 mg/L den küçüktür. Sulara bulaşmaya yol açan başlıca Nitrat kaynakları; endüstriyel atıksular, gübrelenmiş tarım arazilerinden su kaynaklarına taşınan akıntılar, septik çukurlardan sızmalar vb.dir.

❖ Numunenin Alınması ve Hazırlanması

Numuneyi bekletmeden analiz ediniz. Numune bulanıksa süzünüz.

❖ Prosedür

5 ml R-1 reaktifini temiz bir test tüpüne alınız.

1 ml R-2 reaktifini test tüpüne ilave ediniz.

0,7 ml. numuneyi pipetle tüpe ilave ediniz.

Tüpün kapağını sıkıca kapatınız.

Test tüp içeriğinin iyice karışmasını sağlayınız.

Reaksiyon süresi için 10 dakika bekleyiniz.

Uygulama seçeneklerinden birine göre okuma yapınız.

❖ Uygulamalar

- İçme ve yüzeysel suları,
- Yer altı suları,
- Atık sular,
- Uygun önlemlerden sonra toprak ve gübre numuneleri

❖ Metot

Sülfürik ve fosforik asit varlığında, nitrat iyonları 2,6-dimetilfenol (DMF) ile fotometrik olarak ölçülen 4-nitro-2,6-dimetilfenol oluşturmak üzere reaksiyona girer. Metot ISO 7890/1 e eşdeğerdir.

❖ Analitik Kalite Güvencesi

Fotometrik ölçüm sistemini ve çalışma yöntemini kontrol etmek için (test reaktifleri, ölçüm cihazı, metodun uygulanması), Matriks QualityCheck (MQC[®]) standart çözeltisi (50 mg/L NO₃⁻) bu amaç için kullanılabilir

❖ 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 NO₃⁻ değerini, cihazınızın 340 nm dalga boyunda Absorbans değerini okuyarak $C = k \times \text{Abs}$. Formülü ile bulabilirsiniz. Formül terimleri: **C**: mg/L NO₃⁻; **k**: Kalibrasyon faktörü; **Abs**: İlgili dalga boyunda şahite karşı sıfırlandığında cihazınızdan okunan Absorbans değeridir. Örneğin: 10 mm orijinal test kiti tüpü ile cihazınızın 340 nm. de şahide karşı absorbansı 0,461 olsun; kite ait varsayılan **k** değeri, 10 mm küvet için 86,8 olduğundan, mg/L NO₃⁻ değeriniz $C = 86,8 \times 0,461 = 40 \text{ mg/L NO}_3^-$ olur. (En doğru değerler için, kutu etiketinde verilen CF faktörü ile tabloda belli bir küvet tipi için verilen **k** değerini çarparak lot spesifik **k** faktörünü bulabilirsiniz).

2) Program Uyumlu Cihazlarla

Merck ve WTW cihazlarının 9713 katalog nolu test kitine ait (139) nolu metodu seçilerek kullanıldığında, mg/L NO₃⁻ 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 NO₃⁻ ise; gerçek sonucumuz 1,01 mg/L NO₃⁻ 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 ₃ ⁻)	± 0.5
Metodun varyasyon katsayısı (% CV)	0.9
Güven aralığı (mg/L NO ₃ ⁻)	± 1.3
Hassasiyet (mg/L NO ₃ ⁻) / (0,010 Abs)	0.9

❖ Notlar ve Uyarılar:

- Tercihan tek kullanımlık pipet ucu kullanınız!
- Nitrat ve Nitrat Azotu birimleri için çevrim faktörü 4,427 dür. Nitrat değerini; Nitrat azotu karşılığı için çevrim faktörüne bölünüz; Nitrat Azotu değerinin Nitrat karşılığı için ise çarpınız.
- Deri ve göz temaslarında veya dökülmelerde, anında bol su ile yıkayınız.
- Kullanımından sonra reaktif şişesini hemen kapatınız
- Tüpler fotometrede okuma öncesi temiz olmalıdır. Gerekirse temiz kuru bir bez ile siliniz.
- Bulanık numunelerde yapılan okumalar hatalı yüksek sonuçlar verir.
- 10 dk. Reaksiyon süresi akabinde okuma yapılmasına dikkat ediniz. Belirtilen süreden 15 dk. sonra okunan değer % 3-5 kadar artabilir.

❖ Küvet tiplerine göre ölçüm bilgileri ve kalibrasyon faktörleri

❖ Küvet tipi	Ölçüm Aralığı	k faktörü	
		NO ₃ ⁻	NO ₃ -N
10 mm	4.4- 111 mg/L NO ₃ ⁻ (1-25 NO ₃ -N)	86.8	19.6
20 mm	2.2- 55 mg/L NO ₃ ⁻ (0.5-12.5 NO ₃ -N)	43.4	9.8
50 mm	0.9 - 22 mg/L NO ₃ ⁻ (0.20 - 5.00 NO ₃ -N)	17.4	3.92
1 inch	1.7- 44 mg/L NO ₃ ⁻ (0.4-9.8 NO ₃ -N)	34.2	7.72

❖ Bazı cihaz modelleri için ilave bilgiler:

- Nova, Pharo ve WTW modellerinde doğrudan ilgili programlarda şahitsiz okuma yapılır. İlgili cihazlar için uygun program numarası 139 dür.
- Cecil, Aquamate cihazlarında, ilgili program numarası seçildikten sonra şahit ile sıfırlama yapıldıktan sonra okuma yapılır. İlgili cihazlar için uygun program numarası 9713 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.

❖ Girişimler:

Aşağıdaki , % yada mg/L seviyeleri alt girişim sınırlarıdır.

NaCl % 0,2	Al ⁺³ 1000	NO ₂ ⁻ 5
KOİ 500	Ca ⁺² 500	Pb ⁺² 100
F ⁻ 1000	Cd ⁺² 250	Hg ⁺² 100
Ni ⁺² 500	Cl ⁻ 1000	Mg ⁺² 1000
Zn ⁺² 1000	CN ⁻ 100	Mn ⁺² 1000
Cr ₂ O ₇ ⁻² 50	Fe ⁺³ 100	NH ₄ ⁺ 1000
PO ₄ ⁻³ 1000	SiO ₃ ⁻² 500	Cr ⁺³ 500
Cu ⁺² 500	Na ₂ SO ₄ % 25	Yüzey aktif maddeler 1000

❖ Kalite Güvence Planı

Kalite Güvence Elemanı	Kontrol Limitleri	Uygulama Periyodu
Metod Kalibrasyon Kontrolü	Referans değerden maksimum sapma ± % 10 sapma.	Çalışma seansı başına 1 adet
Paralellerarası Sapma Kontrolü	% 95 güven aralığında rastgele hata limiti İki paralel analiz yapıldığında sonuçların 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

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

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

